

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
54557—  
2011

---

## БУТИЛКАУЧУКИ (IIR)

Приготовление и испытание резиновых смесей

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2013

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4, выполненного Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт синтетического каучука» (ФГУП «НИИСК»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2011 г. № 641-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM D 3188—2010 «Стандартные методы испытаний каучуков. Изобутен-изопреновые каучуки (IIR)» [ASTM D 3188—2010 «Standard test methods for rubber — Evaluation of IIR (isobutene-isoprene rubber)»]. При этом дополнительные слова, фразы, ссылки, примечания, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом.

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

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международному стандарту и стандартам ASTM, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартиформ. 2013

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

## Содержание

|  |    |
|--|----|
| 1 Область применения . . . . .   | 1  |
| 2 Нормативные ссылки . . . . .   | 1  |
| 3 Назначение и применение методов испытаний . . . . .  | 2  |
| 4 Стандартный рецепт для испытаний . . . . .   | 2  |
| 5 Отбор и подготовка проб . . . . .  | 2  |
| 6 Методы смешения . . . . .  | 2  |
| 7 Подготовка и испытание вулканизатов . . . . .  | 5  |
| 8 Определение вулканизационных характеристик с использованием реометров . . . . .  | 5  |
| 9 Прецизионность и систематическая погрешность . . . . .   | 6  |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов<br>международному стандарту и стандартам ASTM, использованным в качестве<br>ссылочных в примененном стандарте . . . . . | 9  |
| <i>Библиография</i> . . . . .  | 10 |



## НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

## БУТИЛКАУЧУКИ (IIR)

## Приготовление и испытание резиновых смесей

Isobutene-isoprene rubbers (IIR). Preparation and testing of rubber compounds

Дата введения — 2013—07—01

## 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает стандартные рецепт, ингредиенты, режимы смешения и методы испытаний резиновых смесей и вулканизатов, используемых для оценки негалогенированных изобутилен-изопреновых каучуков (IIR), известных как бутилкаучуки.

1.2 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р 54547—2011 Смеси резиновые. Определение вулканизационных характеристик с использованием безторторных реометров

ГОСТ Р 54549—2011 Каучуки синтетические. Отбор проб

ГОСТ Р 54552—2011 Каучуки и резиновые смеси. Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации с использованием вискозиметра Муни

ГОСТ Р 54553—2011 Резина и термопластичные эластомеры. Определение упругопрочностных свойств при растяжении

ГОСТ Р 54554—2011 Смеси резиновые стандартные. Материалы, оборудование, методы смешения и приготовления вулканизованных пластин

**Примечание** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Назначение и применение методов испытаний

3.1 Настоящие методы испытаний предназначены в основном для арбитражных целей, но могут быть использованы для производственного контроля качества каучуков. Они также могут быть использованы в исследовательских работах и разработках для сравнения различных образцов каучука в стандартном рецепте.

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

### 4 Стандартный рецепт для испытаний

4.1 Стандартный рецепт приведен в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Стандартный рецепт

| Наименование   | Номер SRM/IRM по NIST | Массовая часть |
|--|-----------------------|----------------|
| Бутилкаучук (IIR)  | —                     | 100,00         |
| Оксид цинка  | a)                    | 3,00           |
| Сера   | a)                    | 1,75           |
| Стеариновая кислота  | a)                    | 1,00           |
| Печной технический углерод из нефтяного сырья <sup>a)</sup>  | 378                   | 50,00          |
| TMTD <sup>a)</sup>   | a)                    | 1,00           |
| Всего:   |                       | 156,75         |
| Коэффициент загрузки при смешении на вальцах <sup>d)</sup>   |                       | 2,00           |
| Коэффициент загрузки при смешении в закрытом микросмесителе: |                       |                |
| - головка кулачкового типа <sup>a)</sup>                     |                       | 0,46           |
| - головка типа Бенбери <sup>a)</sup>                         |                       | 0,40           |

<sup>a)</sup> Используют очередную партию контрольного ингредиента SRM/IRM.

<sup>b)</sup> Взамен SRM 378 может быть использована очередная партия промышленного контрольного технического углерода, при этом могут быть получены несколько отличающиеся результаты.

<sup>c)</sup> Тетраметилтиурамдисульфид.

<sup>d)</sup> Для смесей, получаемых на вальцах, взвешивают каучук и технический углерод с точностью до 1,0 г, серу и ускорители вулканизации — с точностью до 0,02 г, остальные ингредиенты рецепта — с точностью до 0,1 г.

<sup>e)</sup> При изготовлении смесей в закрытом микросмесителе взвешивают каучук и технический углерод с точностью до 0,1 г, смесь ингредиентов — с точностью до 0,01 г. При использовании отдельных ингредиентов рецепта их взвешивают с точностью до 0,001 г. Для закрытого микросмесителя рекомендуется готовить смесь ингредиентов, включая технический углерод, чтобы улучшить точность взвешивания этих материалов. Смешивают пропорциональные массы каждого компонента в смесителе для сухих порошков, например в биконическом или V-образном смесителе. Для смешения небольших количеств ингредиентов можно использовать ступку и пестик.

*Допускается использовать отечественные контрольные ингредиенты, аттестованные в качестве стандартных.*

*При разногласиях используют стандартные ингредиенты SRM/IRM.*

### 5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор и подготовку проб проводят в соответствии с ГОСТ Р 54549.

### 6 Методы смешения

6.1 Смесь готовят или на вальцах, или в закрытом микросмесителе, или в лабораторном закрытом резиносмесителе. При разных методах смешения могут быть получены разные результаты.

6.1.1 Метод А — Смешение на вальцах (6.2).

6.1.2 Метод В — Смешение в закрытом микросмесителе (6.3).

6.1.3 Метод С — Смешение в закрытом резиносмесителе типа Бенбери (6.4).

**П р и м е ч а н и е** — Использование этих методов не всегда приводит к получению сопоставимых результатов.

## 6.2 Метод А — Смешение на вальцах

6.2.1 Общие требования к режиму смешения приведены в ГОСТ Р 54554. В процессе смешения поддерживают температуру поверхности валков  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ . Необходимо поддерживать, по возможности, точнее указанный ниже зазор между валками, чтобы обеспечить одинаковую механопластификацию каучука вследствие вальцевания. Для поддержания хорошо обрабатываемого запаса смеси может потребоваться регулирование зазора.

6.2.2 Режим смешения на вальцах приведен в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 — Режим смешения на вальцах

| Операция смешения  | Продолжительность, мин | Общая продолжительность, мин |
|--|------------------------|------------------------------|
| Устанавливают зазор между валками 0,65 мм и вальцуют каучук на медленном валке   | 1                      | 1                            |
| Смешивают технический углерод и стеариновую кислоту и равномерно, с постоянной скоростью вводят смесь вдоль валков. Периодически увеличивают зазор между валками для обеспечения постоянного запаса смеси на валках. После введения всего технического углерода подрезают смесь один раз на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны | 10                     | 11                           |
| Добавляют остальные ингредиенты  | 3                      | 14                           |
| Подрезают смесь три раза на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны и срезают смесь с вальцов   | 2                      | 16                           |
| Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают смесь рулоном перпендикулярно к поверхности валков шесть раз   | 2                      | 18                           |
| П р и м е ч а н и е — Смесь не подрезают до тех пор, пока на смеси между валками или на поверхности валков можно различить технический углерод. Все просыпавшиеся в зазор ингредиенты возвращают в смесь.  |                        |                              |

6.2.2.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 2 проверяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют.

6.2.2.2 Отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с ГОСТ Р 54552 или [1] и вулканизационных характеристик в соответствии с ГОСТ Р 54547 или [2].

6.2.2.3 Если требуется определить упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении, смесь листуют на вальцах до толщины приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с ГОСТ Р 54554.

## 6.3 Метод В — Смешение в закрытом микросмесителе

6.3.1 Общие требования к процедуре смешения приведены в ГОСТ Р 54554. В процессе смешения поддерживают температуру головки закрытого микросмесителя  $(60 \pm 3)^\circ\text{C}$  и угловая скорость ротора без нагрузки 6,3—6,6 рад/с.

6.3.2 Готовят каучук к смешению, пропуская его один раз на вальцах при температуре поверхности валков  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$  и зазоре между валками 0,5 мм. При необходимости разрезают полученный лист на полоски шириной примерно 25 мм.

6.3.3 Режим смешения приведен в таблице 3.

6.3.3.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 3 выключают мотор, поднимают затвор, снимают смесительную камеру и выгружают смесь. Если необходимо, измеряют и записывают максимальную температуру смеси.

Т а б л и ц а 3 — Режим смешения в закрытом микросмесителе

| Операция смешения  | Продолжительность, мин | Общая продолжительность, мин |
|--|------------------------|------------------------------|
| Загружают полоски каучука и смешанные ингредиенты в смесительную камеру, опускают затвор и включают таймер | 0                      | 0                            |

Окончание таблицы 3

| Операция смешения   | Продолжительность, мин | Общая продолжительность, мин |
|---|------------------------|------------------------------|
| Перемешивают смесь  | 1                      | 1                            |
| Поднимают затвор, добавляют технический углерод, очищают горловину и опускают затвор                              | 1                      | 2                            |
| Перемешивают смесь, при необходимости поднимая на короткое время затвор для добавления просыпавшихся ингредиентов | 3                      | 5                            |

6.3.3.2 Немедленно пропускают выгруженную из микросмесителя смесь дважды на вальцах при температуре поверхности валков  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$  и зазоре между валками 0,5 мм, затем два раза при зазоре 3 мм для отвода тепла. Для улучшения распределения ингредиентов пропускают смесь на вальцах шесть раз рулоном перпендикулярно поверхности валков при зазоре между валками 0,8 мм.

6.3.3.3 Проверяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют.

6.3.3.4 Отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с ГОСТ Р 54552 или [1] и вулканизационных характеристик в соответствии с ГОСТ Р 54547 или [2].

6.3.3.5 Если требуется определить упругопрочностные показатели вулканизатов при растяжении, смесь листуют на вальцах до получения пластин толщиной приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с ГОСТ Р 54554.

#### 6.4 Метод С — Смешение в закрытом резиносмесителе типа Бенбери

6.4.1 Общие требования к процедуре смешения приведены в ГОСТ Р 54554.

6.4.2 Начальная стадия смешения в закрытом резиносмесителе приведена в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 — Начальная стадия смешения в закрытом резиносмесителе

| Операция смешения   | Продолжительность, мин | Общая продолжительность, мин |
|---|------------------------|------------------------------|
| Устанавливают температуру резиносмесителя, позволяющую достигнуть условий выгрузки, описанных ниже. Закрывают разгрузочное отверстие, включают ротор с угловой скоростью 8,1 рад/с и поднимают затвор | 0,0                    | 0,0                          |
| Загружают 50 % каучука, весь оксид цинка, технический углерод, стеариновую кислоту, затем оставшуюся часть каучука. Опускают затвор   | 0,5                    | 0,5                          |
| Перемешивают смесь  | 3,0                    | 3,5                          |
| Поднимают затвор и очищают бункер смесителя и поверхность затвора. Опускают затвор  | 0,5                    | 4,0                          |
| Выгружают резиновую смесь при достижении температуры $170^\circ\text{C}$ или по истечении 6 мин, в зависимости от того, что произойдет раньше   | 2,0                    | 6,0                          |

6.4.2.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 4 проверяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют.

6.4.2.2 Немедленно пропускают смесь три раза на вальцах при температуре поверхности валков  $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$  и зазоре между валками 6,0 мм.

6.4.2.3 Выдерживают смесь 1—24 ч.

6.4.3 Завершающая стадия смешения в закрытом резиносмесителе приведена в таблице 5.



Таблица 5 — Завершающая стадия смешения в закрытом резиномесителе

| Операция смешения  | Продолжительность, мин | Общая продолжительность, мин |
|--|------------------------|------------------------------|
| Охлаждают резиномеситель до температуры $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ подачей охлаждающей воды на ротор. Включают роторы с угловой скоростью 8,0 рад/с и поднимают затвор       | 0                      | 0                            |
| Заворачивают всю серу и TMTD в половину маточной смеси и загружают в резиномеситель. Добавляют оставшуюся часть маточной смеси. Опускают затвор                              | 0,5                    | 0,5                          |
| Перемешивают смесь до достижения температуры $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ или общего времени смешения 3 мин, в зависимости от того, что произойдет раньше. Выгружают смесь    | 2,5                    | 3,0                          |
| Пропускают смесь на вальцах шесть раз рулоном перпендикулярно поверхности валков при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ | 2,0                    | 5,0                          |
| Устанавливают зазор между валками, чтобы получить толщину смеси не менее 6 мм и пропускают смесь на вальцах четыре раза, каждый раз складывая ее вдвое                       | 1,0                    | 6,0                          |

6.4.3.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 5 проверяют и записывают ее массу. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют.

6.4.3.2 Отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с ГОСТ Р 54552 или [1] и вулканизационных характеристик в соответствии с ГОСТ Р 54547 или [2].

6.4.3.3 Для определения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении смесь листуют до получения пластин толщиной приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с ГОСТ Р 54554.

## 7 Подготовка и испытание вулканизатов

7.1 Для определения упругопрочностных свойств готовят пластины и вулканизуют их в соответствии с ГОСТ Р 54554.

7.1.1 Рекомендованное стандартное время вулканизации 40 мин при температуре  $150^\circ\text{C}$ .

7.1.2 Вулканизованные пластины перед определением упругопрочностных свойств выдерживают 16—96 ч при температуре  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

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

7.1.3 Готовят образцы для испытаний и определяют упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении в соответствии с ГОСТ Р 54553.

## 8 Определение вулканизационных характеристик с использованием реометров

8.1 Вместо определения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении можно определять вулканизационные характеристики резиновой смеси в соответствии с методами испытаний по ГОСТ Р 54547 или [2]. Эти методы дают несопоставимые результаты.

8.1.1 Рекомендуемые условия испытаний по [2] следующие: частота колебаний — 1,67 Гц, амплитуда колебаний —  $1^\circ$ , температура полуформ —  $160^\circ\text{C}$ , продолжительность испытания — 40 мин, без предварительного нагревания. Рекомендуемые условия испытаний по ГОСТ Р 54547: частота колебаний — 1,67 Гц, амплитуда колебаний —  $0,5^\circ$ , температура полуформ —  $160^\circ\text{C}$ , время испытания — 40 мин.

ния — 40 мин, без предварительного нагревания. Допуски на условия испытания определяются методами испытаний.

8.1.2 Рекомендуемые стандартные параметры испытания:  $M_L$ ,  $M_H$ ,  $t_1$ ,  $t_2$  50 и  $t_2$  90.

**П р и м е ч а н и е** — Если загрязнение поверхности ротора и полужон не является проблемой, для получения большей чувствительности может быть использована амплитуда колебаний 3°. В этом случае параметр  $t_2$  должен быть заменен на  $t_2$ .

8.1.3 Альтернативные условия испытаний включают использование амплитуды колебаний 3° для испытаний по [2] и 1° для испытаний по ГОСТ Р 54547. При использовании амплитуды колебаний 3° для испытаний по [2], параметр  $t_2$  должен быть заменен параметром  $t_2$ .

**П р и м е ч а н и е** — Рекомендуется определять  $M_H$  в качестве величины крутящего момента при 40 мин.

## 9 Прецизионность и систематическая погрешность

9.1 Настоящий раздел был подготовлен в соответствии с [3]. Термины и другие детали статистического расчета приведены в [3].

**П р и м е ч а н и е** — В настоящем стандарте использована терминология в области прецизионности, соответствующая ГОСТ Р ИСО 5725-1.

9.2 Сведения, представленные в настоящем разделе, дают оценку прецизионности данных методов испытаний 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.

9.3 Была проведена программа межлабораторной прецизионности типа 2 класса III. Определяли  $M_L$ ,  $M_H$ ,  $t_2$  50 и  $t_2$  90 на реометре с колеблющимся ротором. Испытание было проведено в соответствии с [2]. Условия проведения испытаний были следующие: температура — 160 °С, без предварительного нагрева; амплитуда колебаний — 3°;  $M_H$  измеряли после 40 мин; частота колебаний — 1,7 Гц. Повторяемость и воспроизводимость являются краткосрочными. Результаты испытаний разделяет период в несколько дней, они воспроизводились в три разных дня. В испытаниях принимали участие четыре лаборатории, было испытано три материала. Таким образом,  $p = 4$ ,  $q = 3$ ,  $n = 3$ . Результат испытания — значение, полученное по одному определению.

9.4 Материалами, используемыми в программе испытаний, были следующие бутылкаучуки: полимер А — низкая вязкость по Муни (низкая ненасыщенность); полимер В — высокая вязкость по Муни (высокая ненасыщенность); полимер С — низкая вязкость по Муни (высокая ненасыщенность). Пробы каучуков и ингредиенты, необходимые по рецепту, были доставлены лабораториям — участникам испытаний.

9.5 Результаты определения прецизионности для каждого определяемого параметра приведены в таблице 6, материалы расположены в порядке возрастания среднего значения в пределах каждого типа испытания.

Т а б л и ц а 6 — Прецизионность<sup>a)</sup>

| Материал                                   | Средний уровень | Внутрилабораторная повторяемость |      |       | Межлабораторная воспроизводимость |      |       |
|--|-----------------|----------------------------------|------|-------|-----------------------------------|------|-------|
|  |                 | $S_r$                            | $r$  | $(r)$ | $S_R$                             | $R$  | $(R)$ |
| $M_L$ , дН · м                             |                 |                                  |      |       |                                   |      |       |
| А  | 12,30           | 0,17                             | 0,47 | 3,80  | 0,23                              | 0,64 | 5,22  |
| С  | 12,60           | 0,21                             | 0,58 | 4,63  | 0,68                              | 1,92 | 15,27 |
| В  | 17,60           | 0,27                             | 0,76 | 4,31  | 0,52                              | 1,47 | 8,35  |
| Усредненное среднее значение <sup>b)</sup> | 14,20           | 0,22                             | 0,61 | 4,33  | 0,51                              | 1,45 | 10,18 |
| $M_H$ , дН · м                             |                 |                                  |      |       |                                   |      |       |
| А  | 60,30           | 0,96                             | 2,71 | 4,49  | 2,23                              | 6,32 | 10,48 |
| В  | 71,60           | 0,92                             | 2,61 | 3,65  | 1,76                              | 4,97 | 6,94  |
| С  | 81,60           | 1,30                             | 3,68 | 4,51  | 3,29                              | 9,32 | 11,42 |

Окончание таблицы 6

| Материал  | Средний уровень | Внутрилабораторная повторяемость |      |       | Межлабораторная воспроизводимость |      |       |
|---|-----------------|----------------------------------|------|-------|-----------------------------------|------|-------|
|   |                 | $S_r$                            | $r$  | $(r)$ | $S_R$                             | $R$  | $(R)$ |
| Усредненное среднее значение <sup>a)</sup>  | 71,17           | 1,07                             | 3,04 | 4,27  | 2,51                              | 7,11 | 9,98  |
| $t_{2, \text{ мин}}$  |                 |                                  |      |       |                                   |      |       |
| В   | 1,30            | 0,14                             | 0,40 | 30,69 | 0,21                              | 0,59 | 45,72 |
| А   | 1,70            | 0,09                             | 0,25 | 14,48 | 0,22                              | 0,63 | 36,96 |
| С   | 3,70            | 0,10                             | 0,28 | 7,65  | 0,19                              | 0,52 | 14,15 |
| Усредненное среднее значение <sup>a)</sup>  | 2,20            | 0,11                             | 0,32 | 14,37 | 0,21                              | 0,58 | 26,53 |
| $t_{50, \text{ мин}}$   |                 |                                  |      |       |                                   |      |       |
| С   | 8,20            | 0,11                             | 0,30 | 3,62  | 0,34                              | 0,95 | 11,56 |
| В   | 9,20            | 0,13                             | 0,35 | 3,91  | 0,22                              | 0,63 | 6,89  |
| А   | 10,60           | 0,15                             | 0,42 | 3,98  | 0,29                              | 0,81 | 7,66  |
| Усредненное среднее значение <sup>a)</sup>  | 9,30            | 0,13                             | 0,36 | 3,90  | 0,29                              | 0,81 | 8,69  |
| $t_{90, \text{ мин}}$   |                 |                                  |      |       |                                   |      |       |
| С   | 24,00           | 1,42                             | 4,02 | 16,74 | 1,99                              | 5,63 | 23,48 |
| В   | 27,00           | 0,40                             | 1,13 | 4,18  | 1,19                              | 3,37 | 12,49 |
| А   | 28,10           | 0,74                             | 2,09 | 7,44  | 0,74                              | 2,09 | 7,44  |
| Усредненное среднее значение <sup>a)</sup>  | 26,40           | 0,95                             | 2,70 | 10,21 | 1,41                              | 3,98 | 15,07 |
| <sup>a)</sup> Краткосрочная прецизионность при $p = 4$ , $q = 3$ , $n = 3$ .<br><sup>b)</sup> Средние уровни — средние значения, стандартные отклонения — усредненные.<br><br>П р и м е ч а н и е — Использованы следующие обозначения:<br>$S_r$ — стандартное отклонение повторяемости;<br>$r$ — повторяемость (предел повторяемости) в единицах измерения, равная $\{S_r \times 2,83\}$ ;<br>$(r)$ — повторяемость (предел повторяемости) в относительных процентах, равная $[(r/\text{среднее значение}) \times 100]$ .<br>$S_R$ — стандартное отклонение воспроизводимости.<br>$R$ — воспроизводимость (предел воспроизводимости) в единицах измерения, равная $\{S_R \times 2,83\}$ ;<br>$(R)$ — воспроизводимость (предел воспроизводимости) в относительных процентах, равная $[(R/\text{среднее значение}) \times 100]$ . |                 |                                  |      |       |                                   |      |       |

9.6 Прецизионность данных методов испытаний может быть выражена с использованием соответствующего значения  $r$ ,  $R$ ,  $(r)$  или  $(R)$  при принятии решений по результатам испытаний. Это соответствующее значение является значением  $r$  или  $R$ , отвечающим среднему уровню свойства в таблице 6, наиболее близкому к среднему уровню рассматриваемых результатов в любое заданное время для любого конкретного материала при обычном проведении испытаний.

9.6.1 Повторяемость (внутрилабораторная)  $r$  методов испытаний была установлена в виде соответствующих значений, приведенных в таблице 6. Два единичных результата испытания, полученных при нормальном выполнении процедур метода испытания, расхождение между которыми превышает значение  $r$ , указанное в таблице 6, выраженное в единицах измерения, должны рассматриваться как сомнительные, т. е. относящиеся к различным или неидентичным наборам проб. В таком случае должны быть приняты соответствующие корректирующие действия.

9.6.2 Повторяемость (внутрилабораторная)  $(r)$  данных методов испытаний была установлена в виде соответствующих значений, приведенных в таблице 6. Два единичных результата испытания, полученных при нормальном выполнении процедур метода испытания, расхождение между которыми превышает значение  $r$ , указанное в таблице 6, выраженное в процентах от среднего значения, должны рассматриваться как сомнительные, т. е. относящиеся к различным или неидентичным наборам проб. В таком случае должны быть приняты соответствующие корректирующие действия.

9.6.3 Воспроизводимость (межлабораторная)  $R$  данных методов испытаний была установлена в качестве соответствующих значений, приведенных в таблице 6. Два единичных результата испытаний, полученных в двух разных лабораториях, при нормальном выполнении процедур метода испытания, расхождение между которыми превышает значение  $R$ , указанное в таблице 6, выраженное в единицах измерения, должны рассматриваться как сомнительные, т. е. относящиеся к различным или неидентичным наборам проб. В таком случае должны быть приняты соответствующие корректирующие действия.

9.6.4 Воспроизводимость (межлабораторная) ( $R$ ) методов испытаний была установлена в качестве соответствующих значений, приведенных в таблице 6. Два единичных результата испытаний, полученных в двух разных лабораториях, при нормальном выполнении процедур метода испытания, расхождение между которыми превышает значение  $R$ , указанное в таблице 6, выраженное в процентах от среднего значения, должны рассматриваться как сомнительные, т. е. относящиеся к различным или неидентичным наборам проб. В таком случае должны быть приняты соответствующие корректирующие действия.

### 9.7 Систематическая погрешность

В терминологии, относящейся к методам испытаний, систематическая погрешность представляет собой разность между средним значением результата испытания и эталонным (или истинным) значением определяемого параметра. Для приведенных в настоящем стандарте методов испытаний не существует эталонных значений, так как величины рассматриваемых параметров определяются только приведенными методами. Поэтому систематическая погрешность не может быть определена.

**Приложение ДА**  
**(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международному стандарту и стандартам ASTM, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте**

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного национального стандарта  | Степень соответствия | Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта или стандарта ASTM   |
|---|----------------------|---|
| ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002  | IDT                  | ИСО 5725-1:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»                                       |
| ГОСТ Р 54547—2011   | IDT                  | ASTM Д 5289—2007а «Стандартный метод испытания каучука. Вулканизация с использованием реометров без ротора»   |
| ГОСТ Р 54549—2011   | MOD                  | ASTM Д 3896—2007 «Стандартная методика для синтетических каучуков. Отбор проб»  |
| ГОСТ Р 54552—2011   | MOD                  | ASTM Д 1646—2007 «Стандартные методы испытаний резины. Оценка вязкости, релаксации внутренних напряжений и характеристик предварительной вулканизации (вискозиметром Муни)» |
| ГОСТ Р 54553—2011   | MOD                  | ASTM Д 412—2006а «Стандартные методы испытания резин и термопластичных эластомеров. Растяжение»   |
| ГОСТ Р 54554—2011   | MOD                  | ASTM Д 3182—2007 «Стандартные методы испытаний резин. Материалы, оборудование и методики смешения стандартных смесей и приготовления стандартных вулканизированных пластин» |
| <p><b>П р и м е ч а н и е</b> — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- IDT — идентичные стандарты;</li> <li>- MOD — модифицированные стандарты.</li> </ul> |                      |   |

**Библиография**

- [1] ASTM Д 6204—2007 *Определение свойств невулканизированных резин с использованием безроторного сдвигового реометра*  
(ASTM D 6204—2007 *Test method for rubber — Measurement of unvulcanized rheological properties using rotorless shear rheometers*)
- [2] ASTM Д 2084—2007 *Каучуки. Определение вулканизационных характеристик с помощью реометра с колеблющимся диском*  
(ASTM D 2084—2007 *Standard test method for rubber property-vulcanization using oscillating disk cure meter*)
- [3] ASTM Д 4483—2005 *Оценка точности методов испытаний на предприятиях — изготовителях резин и технического углерода*  
(ASTM D 4483—2005 *Standard practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries*)

---

УДК 678.4:543.06:006.354

ОКС 83.040.10

Л69

Ключевые слова: бутилкаучуки (каучуки изобутен-изопреновые), резиновые смеси, приготовление и испытание резиновых смесей

---

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

Сдано в набор 05.02.2013. Подписано в печать 13.03.2013. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86.  
Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 111 экз. Зак. 275.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЗВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.