

Изменение № 1 ГОСТ Р 54547—2011 Смеси резиновые. Определение вулканизационных характеристик с использованием безроторных реометров

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24.10.2017 № 1482-ст

Дата введения — 2019—01—01

Предисловие. Пункт 4. Заменить ссылки: ASTM Д 5289—2007а на ASTM Д 5289—2012; ASTM D 5289—2007а на ASTM D 5289—2012.

Пункт 1.3. Заменить слова: «Настоящий стандарт не предусматривает все проблемы безопасности, связанные с его использованием» на «В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением».

Раздел 2 изложить в новой редакции, кроме наименования и первого абзаца:

«ASTM D 1349, Practice for Rubber — Standard temperatures for testing (Практика для резины. Стандартные температуры испытаний)

ASTM D 1566, Terminology relating to rubber (Терминология, касающаяся резины)

ASTM D 2084, Test method for rubber property — Vulcanization using oscillating disk cure meter (Метод определения свойства резины. Вулканизация с использованием реометра с колеблющимся диском)

ASTM D 4483, Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries (Руководство по оценке прецизионности для стандартов на методы испытаний в производстве каучуков, резин и технического углерода)».

Подпункт 3.1.3.2. Заменить слова: «**максимум плато**» на «**максимум, плато**».

Пункт 3.1.7 изложить в новой редакции:

«3.1.7 **угол сдвига фаз** (phase angle δ) δ : Для безроторных реометров сдвигового типа — угол сдвига между синусоидальной деформацией и синусоидальным крутящим моментом S^* в течение колебательного цикла (см. рисунок 2)».

Пункт 3.1.9. Заменить слова: «кривые S'' и $tg \delta$ в виде функции времени» на «кривые зависимости S'' и $tg \delta$ от времени».

Пункт 4.1. Заменить слова: «угловой амплитудой» на «амплитудой кручения».

Пункт 6.1.1. Заменить слово: «**торсионного**» на «**сдвигового**»;

первый абзац. Заменить слова: «угловой деформации» на «деформации кручения»;

рисунок 3. Поясняющие данные. Перечисление 7. Заменить слово: «зазор» на «зазор между полуформами»;

перечисление 10. Заменить слова: «зазор, равный 0,5 мм» на «зазор, равный 0,5 мм плюс зазор между полуформами».

Пункт 6.1.2. Заменить слово: «**торсионного**» на «**сдвигового**»;

первый абзац. Заменить слова: «угловой деформации» на «деформации кручения»;

рисунок 4. Наименование. Заменить слова: «безроторный сдвиговый реометр» на «безроторный реометр сдвигового типа»;

поясняющие данные. Перечисления 3 и 4. Заменить слово: «плата» на «плита».

Пункт 6.2.1. Заменить слова: «расстояние между ними должно быть равным 0,5 мм (0,02")», дополнительно необходимо выдерживать зазор между кромками полуформ» на «расстояние между ними должно быть равным 0,5 мм (0,02") плюс зазор между полуформами».

Пункт 6.2.2. Заменить значения: «от 0,05 до 0,20 мм» на «от 0,05 до 0,20 мм (от 0,002" до 0,008")», «0,1 мм» на «0,1 мм (0,004")».

Пункт 6.2.3. Заменить значения: «8,0 кН» на «8,0 кН (1820 фунт-сил)».

Подраздел 6.3. Заменить слова: «угловое колебательное движение» на «крутильные колебательные движения».

Пункт 6.4.1. Заменить слово: «вызывать» на «генерировать».

Пункт 6.4.3. Заменить слова: «максимальной деформации» на «максимальной амплитуды деформации».

Пункт 6.5. Заменить слова: «угловой амплитуды колебаний» на «деформации кручения»;

рисунок 5. Наименование. Заменить слова: «безроторного сдвигового реометра» на «безроторно-го реометра сдвигового типа»;

поясняющие данные. Перечисление 1. Заменить слово: «призма» на «призматическая опора»; рисунок 6. Наименование. Заменить слова: «безроторного сдвигового реометра» на «безроторно-го реометра сдвигового типа».

Пункт 6.5.1. Заменить слова: «реометров торсионного типа применяют датчик перемещения» на «реометров сдвигового типа применяют датчик перемещения и устройство для калибровки в виде проволочки и груза».

Подпункт 6.5.1.2. Первый абзац. Исключить слова:

«Изготовители устанавливают и указывают эталонное значение торсиона при соответствующей амплитуде для каждого отдельного торсиона».

Подраздел 6.6 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«Система контроля температуры должна поддерживать следующие параметры, необходимые для получения воспроизводимой кривой вулканизации: время нагревания образца, температуру вулканизации, распределение температуры в образце и заданную температуру. Система контроля температуры должна поддерживать заданную температуру в диапазоне 110 °С — 200 °С с точностью не менее $\pm 0,3$ °С».

Пункт 6.6.4. Заменить слова: «Температуру задают, ориентируясь на показания температурного датчика» на «Заданную температуру определяют датчиком температуры, используемым для контроля».

Пункт 6.6.5. Заменить слова: «Точность измерения температуры термодатчиком» на «Точность датчика температуры».

Пункт 7.1. Заменить слова: «Пробы отбирают от вулканизуемой резиновой смеси» на «Пробы вулканизованной резиновой смеси отбирают».

Пункт 7.2. Заменить слова: «однородной, должна иметь комнатную температуру и по возможности не содержать воздушных включений» на «в форме пластины, однородной, иметь комнатную температуру и по возможности не содержать воздуха».

Раздел 7 дополнить пунктами 7.3 и 7.4:

«7.3 Температура пробы и ее тепловая история могут существенно влиять на результаты испытаний. Для подтверждения соответствия и испытаний в контролируемых условиях пробу перед испытанием выдерживают не менее 1 ч при температуре (23 ± 1) °С $[(73 \pm 2)$ °F].

7.4 При производственном контроле пробы можно испытывать без кондиционирования, но следует соблюдать осторожность, чтобы минимизировать изменения температуры и тепловой истории до проведения испытаний».

Раздел 8 изложить в новой редакции (кроме наименования):

«8.1 Рекомендуемый объем образца для испытаний должен быть от 3 до 6 см³ в зависимости от используемой модели прибора.

8.2 Образец для испытаний должен быть круглым, его диаметр должен быть меньше, чем диаметр испытательной камеры прибора.

8.3 Образец для испытаний считают подходящего размера, если небольшой валик резиновой смеси равномерно выдавливается по окружности полуформ при их закрытии (от 116 % до 160 % объема испытательной камеры). Для прибора с объемом испытательной камеры 3,44 см³ это достигается при объеме образца для испытаний от 4,0 до 5,5 см³ (от 4,6 до 6,3 г резиновой смеси относительной плотностью 1,15). Образцы для испытаний недостаточного размера могут вызывать низкое давление в камере и низкие значения крутящего момента. Слишком большие образцы для испытаний охлаждают полуформы камеры на ранней стадии испытания, влияя на характеристики вулканизации».

Подпункт 10.1.2.2. Заменить слова: «с уплотнением или без уплотнения» на «с герметизированной или негерметизированной камерой».

Подпункт 10.1.2.5. Заменить слова: «в дециньютон-метр» на «в дециньютон-метрах (преобразование дециньютон-метров в фунт-силы-дюймы проводят, используя соотношение 1,13 дН·м = 1,00 фунт-силы-дюйма)».

Пункты 10.2.1, 10.2.2. Заменить слова: «в дециньютон-метр» на «в дециньютон-метрах (фунт-силы-дюймах)».

Подпункт 10.2.2.3. Заменить слова: «в случае постоянно повышающейся кривой» на «при отсутствии плато или если не достигнут максимум крутящего момента».

Пункт 10.2.3. Заменить слова: «x единиц измерения» на «x единиц»; «1,0 единицу измерения» на «1,0 единицу»;

примечание 3. Заменить слова: «фунт-дюйм» на «фунт-силы-дюйм».

Подпункт 10.2.4.1. Заменить слова: «до достижения крутящего момента S » на «до достижения крутящего момента S' »;

формула 3. Заменить показатель: S на S'

Пункт 10.2.5. Заменить слова: «Показатель скорости вулканизации равен» на «Показатель скорости вулканизации, равный».

Пункт 10.2.6. Заменить слова: «кривой крутящего момента S' в виде функции времени» на «кривой зависимости крутящего момента S' от времени».

Пункт 11.1. Заменить слова: «статистические данные» на «детали статистических расчетов».

Пункт 11.1.1. Заменить слова: «прецизионности методов» на «прецизионности метода»; «конкретной программе межлабораторных испытаний, описанной ниже» на «конкретных программах межлабораторных испытаний, как описано ниже».

Пункт 11.1.2 изложить в новой редакции:

«11.1.2 Прецизионность оценивалась по результатам двух отдельных программ межлабораторных испытаний: программа 1 проводилась в 1989 г., программа 2 — в 2000 г. Каждая из указанных программ описана ниже с указанием повторяемости и воспроизводимости для каждой программы. В обеих программах оценивали прецизионность 1-го типа с использованием полностью подготовленных образцов, направленных всем участникам».

Пункт 11.2. Заменить слова: «с уплотнением¹⁾» на «с герметизированной камерой¹⁾»; «результатов первого и второго дней» на «этих усредненных результатов»;

таблица 1. Головка таблицы. Заменить слова: «Межлабораторная повторяемость» на «Внутрилабораторная повторяемость», «Внутрилабораторная воспроизводимость» на «Межлабораторная воспроизводимость»;

графа «Показатель». Заменить обозначения для смеси А: « t_s 1, мин» на « t_s 1, мин», « t' 50, мин» на « t' 50, мин», « t' 90, мин» на « t' 90, мин»; для смесей В и С: « t' 50, мин» на « t' 50, мин», « t' 90, мин» на « t' 90, мин»;

строки 7, 14, 21. Заменить слова: «Среднее значение» на «Общее среднее значение»;

сноска А). Заменить слова: «это значения для» на «это значения»;

поясняющие данные. Заменить слова: «в процентах относительных» на «в процентах» (2 раза).

Пункт 11.3. Заменить слова. Первый абзац: «полуформами» на «полуформами»;

второй абзац: «образцы (смеси А, В, С) были разосланы в 20 лабораторий, смесь D» на «образцы смесей А, В и С были разосланы в 20 лабораторий, смеси D»; «с уплотнением¹⁾» на «с герметизированной камерой¹⁾»;

третий абзац: «результатов первого и второго дней» на «этих усредненных результатов».

Таблицу 2 изложить в новой редакции:

«Таблица 2 — Программа прецизионности 2

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

Окончание таблицы 2

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

».

Пункт 11.3.1. Заменить слова: «число лабораторий, привлекаемых к расчетам прецизионности» на «число лабораторий, результаты которых использовались в расчете прецизионности».

Пункт 11.4 изложить в новой редакции:

«11.4 Прецизионность может быть выражена в формате следующих утверждений, которые используют соответствующее значение r , R (r) или (R), т. е. значение, приведенное в таблицах 1 и 2 для любого из измеренных свойств, при принятии решения о результатах, полученных для этого свойства с помощью настоящего метода испытаний».

Пункт 11.4.1. Заменить слова: «методов испытаний» на «данного метода испытания».

Пункт 11.4.2. Заменить слова: «методов испытаний» на «данного метода испытания» (2 раза).

Приложение ДА. Таблица ДА.1. Графа «Обозначение ссылочного стандарта». Заменить обозначения: АСТМ Д 1349 на ASTM D 1349, АСТМ Д 1566 на ASTM D 1566, АСТМ Д 2084 на ASTM D 2084, АСТМ Д 4483 на ASTM D 4483.

(ИУС № 2 2018 г.)