

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И
МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

ФГУП “РОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ИНФОРМАЦИИ ПО
СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ОЦЕНКЕ СООТВЕТСТВИЯ”
(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”)

Рег. № 8527

**Методы испытания технического углерода в
бутадиенстирольном каучуке (БСК) — Рецепт смеси и
методики оценки ¹**

*Standard Test Methods for Carbon Black in SBR (Styrene-Butadiene Rubber)—Recipe and
Evaluation Procedures¹*

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

**Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии**

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **8527/ASTM D**

Дата регистрации: **31.03.2016**

Обозначение стандарта **ASTM D 3191-14 на русском языке**

Организация: ПК №6 ТК 160

Переводчик: Человечкова Т.Г.

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Редактор: ПК №6 ТК 160

Кол-во стр перевода: 12

Дата сдачи перевода: 15.03.2016

**Москва
2016 г.**



Методы испытания технического углерода в бутадиенстирольном каучуке (БСК) - Рецепт смеси и методики оценки¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D3191; число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы "эпсилон" (ε) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

1 Область применения

1.1 Данные методы испытаний распространяются на эталонные материалы, рецепт испытываемой резиновой смеси, процедуры приготовления резиновой смеси и методы испытаний с целью оценки и производственного контроля действия технического углерода в бутадиенстирольном каучуке (SRB).

1.2 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах Международной системы единиц (SI). Значения в скобках приведены только для сведения.

1.3 *Настоящий стандарт не имеет цели рассмотрения всех вопросов безопасности, связанных с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры по обеспечению безопасности и охране труда, а также определить применимость нормативных ограничений.*

2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM²

D412	Методы испытаний вулканизированного каучука и термопластичных эластомеров - Определение механических свойств при растяжении
D1646	Методы испытания резины - Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации (вискозиметр Муни)
D1799	Углерод технический - Методика отбора проб продукта, транспортируемого в упаковке
D1900	Углерод технический - Методика отбора проб продукта, транспортируемого насыпью
D2084	Метод испытания резины - Определение вулканизационных свойств при использовании кюрметра с вибрирующим диском
D3182	Стандартная методика для резины - Материалы, оборудование и процедуры приготовления стандартных резиновых смесей и вулканизированных листов
D3674	Метод испытания технического углерода - Определение относительной шприцуемости (стандарт извлечён в 1999 году) ³
D4483	Методика определения прецизионности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода
D5289	Стандартный метод определения свойств резины – Вулканизация при использовании безроторных кюрметров
E145	Технические требования на печи с гравитационной конвекцией и принудительной вентиляцией

¹ Данные методы испытаний находятся в ведении Комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D24.71 по испытанию технического углерода в резине.

Настоящее издание утверждено 1 сентября 2014 года. Опубликовано в ноябре 2014. Первоначально стандарт был издан в 1973 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2010 году под номером D3191-10. Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D3191-10R14.

² Стандарты ASTM, на которые дана ссылка, можно запросить на Web-сайте ASTM (www.astm.org) или через службу оказания услуг потребителям (service@astm.org). Номера томов Ежегодника стандартов ASTM указаны на странице сводных данных по стандартам на Web-сайте ASTM.

³ Последняя утверждённая версия данного стандарта указана на Web-сайте ASTM: www.astm.org.



3 Назначение и применение

3.1 Большая часть технического углерода, применяемого в резиновой промышленности, используется для улучшения физических свойств, повышения долговечности и снижения себестоимости резиновых изделий. В данных методах испытаний приведен рецепт смеси на основе бутадиенстирольного каучука (БСК) для проведения испытаний и описана методика оценки всех типов технического углерода, предназначенного для использования в резиновых изделиях. Методы определения свойств самого технического углерода описаны в других стандартах ASTM.

3.2 Данные методы испытаний могут быть использованы для характеристики технического углерода с точки зрения специфических свойств стандартной резиновой смеси. Они применимы для обеспечения качества технического углерода. Описанные методы могут быть также использованы для приготовления стандартных смесей в целях анализа надёжности результатов повседневных испытаний, проводимых в резиновой промышленности; для оценки экспериментальных смесей и контроля качества серийных резиновых смесей.

4 Состав стандартной смеси для испытаний

4.1 Состав стандартной смеси

Материал	№ IRM ^A	Дозировка, масс. ч.
БСК-1500	...	100,00
Окись цинка ^{B,C}	91	3,00
Сера ^{B,C}	31	1,75
Стеариновая кислота ^{B,C}	21	1,00
Технический углерод	...	50,00
TBBS ^{C,D}	...	1,00
Всего		156,75
Коэффициент заправки ^E		

^A Промышленный эталонный материал № 91 (IRM 91) поставляет G.H. Chemicals, Ltd. (1550 Brouillette St., P.O. Box 456, St. Hyacinthe Quebec Canada, J2S 7B8). Материалы IRM 21 и IRM 31 поставляет Akron Rubber Development Lab (2887, Gilchrist Road, Akron, OH 44305).

^B Если процедуру смешения выполняют в закрытом микросмесителе (MIM), рекомендуется предварительно готовить смесь ингредиентов для повышения точности их взвешивания. Ингредиенты, взятые в пропорциональных количествах, смешивают в устройствах для смешения сухих материалов типа двухконусных и клиновидных смесителей. Для приготовления небольшого количества смеси используют ступку и пестик.

^C В случае приготовления смесей на смесительных вальцах каучук и технический углерод взвешивают с точностью до 1,0 г; серу и ускоритель - с точностью до 0,02 г; а все другие компоненты - с точностью до 0,1 г. При использовании закрытых микросмесителей каучук и смесь ингредиентов взвешивают с точностью до 0,01 г. Отдельно вводимые наполнители, если таковые используют, взвешивают с точностью до 0,001 г.

^D TBBS: н-трет-бутил-2-бензотиазолсульфенамид.

^E Если смесь готовят на смесительных вальцах, коэффициент заправки рассчитывают с точностью до 0,5, чтобы получить как можно большую общую массу, которая, однако, не должна превышать 525,0 г. Содержание всех компонентов вычисляют с точностью до 0,01 части. При использовании закрытых микросмесителей коэффициент заправки рассчитывают с точностью до 0,01, чтобы масса смеси составляла 75% от допустимой загрузки камеры смешения.

5 Отбор проб и подготовка образца технического углерода

5.1 Пробы отбирают в соответствии с методиками стандартов D1799 или D1900.

5.2 Технический углерод кондиционируют перед взвешиванием и введением в смесь путем нагревания в термостате типа 1B, описанном в стандарте E145, в течение 1 ч при $(125 \pm 3) ^\circ\text{C}$. Технический углерод помещают в открытую ёмкость подходящих размеров, так чтобы толщина слоя образца во время кондиционирования составляла не более 10 мм. Кондиционированный технический углерод хранят в закрытом влагонепроницаемом контейнере до введения в смесь.



6 Процедура приготовления резиновых смесей

6.1 Общепринятый порядок приготовления резиновой смеси описан в методике D3182.

6.1.1 Во время смешения материалов температуру валков поддерживают на уровне $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Указанные расстояния между валками, устанавливаемые приближённо, должны быть отрегулированы таким образом, чтобы обеспечить достаточный рабочий запас смеси у зазоров между валками. Предлагаются следующие три процедуры приготовления резиновых смесей:

- (1) Метод испытания А - Смесительные вальцы.
- (2) Метод испытания В - Закрытый резиносмеситель.
- (3) Метод испытания С - Закрытый микросмеситель.

6.1.1.1 Определяют и записывают массу полученной смеси. Если разность между теоретическим и фактическим значениями массы превышает 0,5 %, смесь бракуют. От пригодной смеси отрезают образец достаточный для определения вязкости смеси по методу стандарта D1646 и вулканизационных свойств по методу стандарта D2084 (или то и другое), а также шприцуемость невулканизованных смесей по методу стандарта D3674, если это требуется.

6.2 Цикл смешения

6.2.1 Метод испытания А - Смесительные вальцы

	Продолжительность операции, мин	Совокупное время, мин
Устанавливают зазор между валками 1,1 мм (0,045 дюйма) и вводят полимер, распределив его в виде ленты на переднем валке. Через каждые $\frac{1}{2}$ мин делают надрезы на $\frac{3}{4}$ валка с обеих сторон.	2,0	2,0
Медленно вводят серу равномерно вдоль валков с постоянной скоростью.	2,0	4,0
Добавляют стеариновую кислоту. После полного распределения стеариновой кислоты делают по одному надрезу на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	2,0	6,0
Вводят технический углерод равномерно вдоль валков с постоянной скоростью. После введения половины дозировки технического углерода устанавливают зазор между валками 1,4 мм (0,055 дюйма), делают по одному надрезу на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны. Вводят оставшееся количество технического углерода. После распределения всего технического углерода в смеси устанавливают зазор между валками 1,8 мм (0,070 дюйма) и делают по одному надрезу на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	10,0	16,0
ПРИМЕЧАНИЕ - Надрезы делают, убедившись, что в запасе смеси между валками и на поверхности смеси нет нераспределенного технического углерода. Просыпанный между вальцами технический углерод возвращают в смесь Добавляют оксид цинка и TBBS, установив зазор между валками 1,8 мм (0,070 дюйма). Делают по три надреза на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны и снимают смесь с вальцов.	3,0	19,0
	2,0	21,0
Разводят валки на 0,8 мм (0,032 дюйма). Пропускают снятый с вальцов рулон смеси вдоль его длины через валки 6 раз.	2,0	23,0
Разводят валки так, чтобы минимальная толщина смеси была 6 мм (0,25 дюйма) и пропускают смесь 4 раза, свертывая ее тыльной стороной на себя каждый раз.	1,0	24,0
Суммарное время	24,0	



6.2.1.1 Устанавливают между валками зазор, позволяющий получить из смеси лист окончательной толщиной 2,2 мм (0,085 дюйма). Охлаждают лист на ровной, сухой, металлической поверхности.

6.2.1.2 Для предотвращения абсорбции влаги охлажденный лист смеси выдерживают от 1 до 8 ч при температуре $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ в закрытом контейнере, если относительную влажность окружающей атмосферы не поддерживают в пределах $(35 \pm 5)\%$ в соответствии с методикой стандарта D3182.

6.2.2 Метод испытания В - Закрытый резиносмеситель

6.2.2.1 Смеситель Бенбери: скорость вращения охлаждаемых водой роторов (не выше 16°C) составляет 8,06 рад/с (77 об/мин). Введение ингредиентов начинают, когда прибор, регистрирующий температуру, показывает 32°C .

6.2.2.2 Перед приготовлением первой порции смеси регулируют температуру в смесителе таким образом, чтобы условия при выгрузке смеси соответствовали требованиям, указанным в нижепредставленной таблице. Закрывают разгрузочное отверстие.

	Продолжительность операции, мин	Совокупное время, мин
Поднимают затвор, загружают БСК-1500 и оксид цинка, опускают затвор.	0,75	0,75
Поднимают затвор, загружают все другие ингредиенты за исключением TBBS, опускают затвор.		
Поднимают затвор, очищают и опускают его.	1,25	2,0
Выгружают смесь через 3,5 мин, причем температура смеси не должна превышать 71°C .	1,5	3,5
Суммарное время	3,5	

6.2.2.3 Готовят смесь на вальцах согласно методике стандарта D3182 (вальцы размером 6 x 12 дюймов охлаждаются водой). Перед началом работы вальцы нагревают, используя заправку резиновой смеси. Процедуру смешения запускают, когда температура поверхности валков достигает 32°C .

6.2.2.4 Снимают с валков смесь в виде листа, взвешивают и регистрируют массу заправки. Если разность между теоретическим и фактическим значениями массы составляет более 0,5 %, смесь бракуют.

	Продолжительность операции, мин	Совокупное время, мин
Устанавливают расстояние между валками 1,8 мм (0,070 дюйма), загружают смесь на вальцы, вводят TBBS и делают 5 надрезов на $\frac{3}{4}$ длины валка с каждой стороны.	2,5	2,5
Суммарное время	2,5	

6.2.2.5 Снимают смесь с валков в виде листа и оставляют ее на 1 ч на гладкой, сухой металлической поверхности.

6.2.2.6 Устанавливают расстояние между валками 0,5 мм (0,020 дюйма). Взвешивают 650 г смеси, сворачивают ее в рулон. Пропускают рулон вдоль его длины через вальцы 9 раз без листования. Процедуру выполняют, когда температура поверхности валков достигает 32°C .

6.2.2.7 Листуют смесь толщиной 2,2 мм (0,085 дюйма) и охлаждают ее на гладкой, сухой металлической поверхности.

6.2.2.8 Если не оговариваются другие условия, кондиционируют лист смеси в течение от 1 до 24 ч при температуре $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ и относительной влажности не более 55 %. Для достижения максимальной прецизионности результатов испытаний лист смеси кондиционируют в течение от 1 до 24 ч в закрытом контейнере во избежание абсорбции влаги из воздуха, или в помещении, в котором относительную влажность поддерживают в пределах $(35 \pm 5)\%$ в соответствии с методикой стандарта D3182. Вулканизацию смеси и испытание вулканизатов проводят, как описано в Разделе 7.



6.2.3 Метод испытания С - Закрытый микросмеситель

6.2.3.1 Готовят каучук, пропустив его через вальцы один раз при температуре валков $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и зазоре между ними 0,51 мм (0,020 дюйма).

	Продолжительность операции, мин	Совокупное время, мин
Загружают каучук в смесительную камеру, поддерживая температуру головки смесителя $(60 \pm 3) ^\circ\text{C}$. Скорость ведомого (медленного) ротора в отсутствии загрузки должна быть от 6,3 до 6,6 рад/с (от 60 до 63 об/мин). Включают таймер после введения всего каучука. Пластифицируют каучук. Во время пластикации каучука устанавливают желоб для пыли на свое место.	1,0	1,0
Вводят серу, оксид цинка, стеариновую кислоту, TBBS, а затем технический углерод. Быстро устанавливают затвор в желоб и помещают на затвор массу в 1 кг.	1,0	2,0
Определив по положению затвора завершение стадии введения технического углерода, извлекают желоб и сметают технический углерод, оставшийся на затворе и в полости желоба, в смесительную камеру.	1,0	3,0
Готовят резиновую смесь.	6,0	9,0
Суммарное время	9,0	

6.2.3.2 Выключают двигатель, поднимают затвор, извлекают смесительную камеру и выгружают заправку. Регистрируют температуру заправки, если требуется.

6.2.3.3 Пропускают заправку через вальцы при температуре окружающей среды и расстоянии между валками 0,80 мм (0,032 дюйма). Сворачивают заправку в рулон и пропускают ее через вальцы еще пять раз, подбирая крошку и сворачивая каждый раз в рулон.

6.2.3.4 Определяют массу заправки и записывают ее. Если разница между фактическим и теоретическим значениями массы превышает $\pm 0,5 \%$, смесь бракуют.

6.2.3.5 Для анализа деформационно-прочностных свойств заправку пропускают через вальцы так, чтобы толщина смеси составляла 2,2 мм (0,85 дюйма).

6.2.3.6 Для оценки вулканизационных свойств по методу стандарта D2084 заправку пропускают через вальцы так, чтобы получить смесь толщиной не менее 6 мм (0,25 дюйма).

6.2.3.7 Во избежание абсорбции влаги кондиционируют лист смеси после охлаждения в закрытом контейнере при температуре $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$ в течение от 1 до 8 ч, если относительную влажность не поддерживают в пределах $(35 \pm 5) \%$ в соответствии с методикой стандарта D3182. Вулканизуют и испытывают смесь, как описано в Разделе 7.

7 Приготовление и испытание вулканизатов

7.1 Для определения деформационно-прочностных свойств готовят испытываемые листы и вулканизуют их в соответствии с методикой стандарта D3182.

7.1.1 Рекомендуемые стандартные условия вулканизации: 50 мин при $145 ^\circ\text{C}$.

7.1.2 Вулканизованные листы кондиционируют не менее 16 ч и не более 96 ч при температуре $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$ перед приготовлением и испытанием образцов, если не оговариваются другие условия.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 - Для контроля качества производимой резины может потребоваться проведение испытания через 1-6 ч в целях обеспечения тщательного технического надзора за работой установки. Однако в этом случае результаты испытаний могут немного отличаться от результатов, получаемых при соблюдении условий, о которых говорится в 7.1.2.

7.1.3 Образцы для испытаний готовят по методике стандарта D3182. Модуль, предел прочности при растяжении и относительное удлинение образцов при разрыве определяют по методике стандарта D412. Обычно для каждой серии смесей готовят испытываемый образец с образцом промышленного эталонного технического углерода, применяемым в текущее время, например с IRB № 7. Результаты выражают как разность между значениями, полученными при испытании смесей с образцом анализируемого технического углерода и образцом IRB.



7.2 Альтернативой оценке деформационно-прочностных свойств вулканизатов является определение вулканизационных характеристик по методу стандарта D2084 с помощью кюрометра с колеблющимся диском или по методу стандарта D5289 при использовании безроторного кюрометра.

7.2.1 Рекомендуемые условия проведения стандартных испытаний на основе кюрометра с колеблющимся диском: частота колебаний 1,7 Гц, амплитуда колебаний $\pm 1^\circ$, температура головки 160 °C, время испытания 30 мин, отсутствие предварительного нагрева. Рекомендуемые условия проведения стандартных испытаний на основе безроторного кюрометра: частота колебаний 1,7 Гц, дуга $\pm 5^\circ$ для кюрометров со сдвигом под действием кручения, $\pm 0,05$ мм для кюрометров с линейным сдвигом, температура головки 160 °C, время испытания 30 мин, отсутствие предварительного нагрева. Допустимые отклонения от номинальных значений перечисленных параметров указаны в соответствующих методах испытаний.

7.2.2 Рекомендуемые параметры при проведении стандартных испытаний: минимальный крутящий момент (M_L), максимальный крутящий момент (M_H), время повышения значения M_L на 1 дн·м (t_{s1}), время 50 % вулканизации ($t'_c(50)$) и время 90 % вулканизации ($t'_c(90)$).

8 Прецизионность и отклонение⁴

8.1 Настоящий раздел по прецизионности и отклонению подготовлен в соответствии с методикой стандарта D4483, в которой приведены терминология и другие статистические данные.

8.2 *Прецизионность* - Результаты по прецизионности в данном разделе дают оценку испытаний по данному методу при использовании материалов (каучуков, технического углерода и т.п.), применявшихся в межлабораторной программе, описанной в 8.3 – 8.4.2.3. Параметры прецизионности не должны использоваться с целью приемки или отказа в приемке любой группы материалов без документального подтверждения их применимости к этим конкретным материалам и без специальных протоколов испытаний по данному методу.

8.3 *Смесительные вальцы - Метод испытания А* - Программа межлабораторных испытаний для определения прецизионности Типа 2 была выполнена в 1990 году. Сходимость и воспроизводимость результатов определений представлены для краткосрочных испытаний. Семь лабораторий испытывали четыре образца партии стандартного эталонного технического углерода (SRB A-4, SRB B-4, SRB D-4, SRB F-4) один раз в каждый из двух разных дней по методу стандарта D412. Результаты выражали как разность между значениями, полученными при испытании смесей с образцами SRB и образцом промышленного эталонного технического углерода № 6 (IRB № 6). Результат испытания представляет собой значение, полученное при однократном определении. Допустимые значения расхождений не оценивали (Таблица 1).

8.3.1 Сходимость

8.3.1.1 *Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %* - Усредненная сходимость результатов определения растягивающего напряжения при удлинении на 300 % по методу А стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 0,87 МПа (125 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 0,87 МПа (125 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

8.3.1.2 *Предел прочности при растяжении* - Усредненная сходимость результатов определения предела прочности при растяжении по методу А стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 2,02 МПа (293 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 2,02 МПа (293 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

8.3.1.3 *Относительное удлинение при разрыве* - Усредненная сходимость результатов оценки относительного удлинения при разрыве по методу А стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 47,7 %. Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 47,7 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании неодинаковых совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

⁴Данные, использованные для составления данного раздела, хранятся в штаб-квартире ASTM International, и могут быть получены путём запроса научно-исследовательского отчёта RR: D24-1030.

8.3.2 *Воспроизводимость*

8.3.2.1 *Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %* - Усредненная воспроизводимость результатов оценки растягивающего напряжения при удлинении на 300 % по методу А стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 1,85 МПа (268 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 1,85 МПа (268 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.

8.3.2.2 *Предел прочности при растяжении* - Усредненная воспроизводимость результатов оценки предела прочности при растяжении по методу А стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 3,30 МПа (478 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 3,30 МПа (478 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.

8.3.2.3 *Относительное удлинение при разрыве* - Усредненная воспроизводимость результатов определения относительного удлинения при разрыве по методу А стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 65,3 %. Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми составляет более 65,3 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.

Таблица 1 - Прецизионность результатов испытаний по методу стандарта D3191 - Тип 2 (смесительные вальцы - метод А; методика А стандарта D412)^А

Материал	Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %, МПа (фунт/дюйм ²)				
	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^В		Межлабораторные параметры ^В	
		S _r	r	S _R	R
D-4	-6,28 (-911)	0,33 (48)	0,93 (135)	0,57 (83)	1,62 (235)
A-4	-1,36 (-197)	0,29 (41)	0,81 (117)	0,94 (137)	2,67 (388)
B-4	-0,23 (-34)	0,15 (22)	0,43 (63)	0,54 (78)	1,52 (220)
F-4	2,45 (355)	0,40 (58)	1,13 (164)	0,44 (64)	1,24 (180)
Среднее по средним уровням	-1,33 (-194)	...	...	...	...
Усредненные значения	...	0,31 (44)	0,87 (125)	0,65 (95)	1,85 (268)
Материал	Предел прочности при растяжении, МПа (фунт/дюйм ²)				
	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^В		Межлабораторные параметры ^В	
		S _r	r	S _R	R
D-4	-7,22 (-1047)	0,58 (84)	1,65 (239)	1,15 (166)	3,24 (470)
F-4	-3,02 (-437)	0,60 (87)	1,71 (248)	1,06 (154)	3,00 (435)
B-4	-0,38 (-55)	1,05 (153)	2,98 (432)	1,18 (171)	3,34 (484)
A-4	2,41 (349)	0,48 (69)	1,35 (195)	1,27 (184)	3,59 (520)
Среднее по средним уровням	-2,05 (-298)	...	...	...	...
Усредненные значения	...	0,71 (103)	2,02 (293)	1,17 (169)	3,30 (478)
Материал	Относительное удлинение при разрыве, %				
	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^В		Межлабораторные параметры ^В	
		S _r	r	S _R	R
F-4	-78	17,3	48,9	17,3	48,9
B-4	-6	23,5	66,5	23,5	66,5
A-4	12	9,3	26,4	17,6	49,7
D-4	105	14,0	39,7	31,2	88,2
Среднее по средним уровням	8	...	...	...	...
Усредненные значения	...	16,8	47,7	23,1	65,3

^АДанные по прецизионности представлены для краткосрочных испытаний. Резко отклоняющиеся значения извлечены из набора данных.

^ВОбозначение символов: S_r - внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение; r - сходимости в единицах измерения;



S_R - среднеквадратическое отклонение для общей межлабораторной изменчивости; R – воспроизводимость в единицах измерения.

8.4 *Закрытый резиносмеситель - Метод испытания В* - Программа межлабораторных испытаний для определения прецизионности Типа 2 была выполнена в 1990 году. Сходимость и воспроизводимость результатов определений представлены для краткосрочных испытаний. Четыре лаборатории испытывали 4 образца партии стандартного эталонного технического углерода (SRBs A-4, B-4, D-4, F-4) один раз в каждый из двух разных дней. Испытания проводили по методу стандарта D412. Результаты выражали как разность между значениями, полученными при испытании смесей с образцами SRB и образцом промышленного эталонного технического углерода № 6 (IRB № 6). Результат испытания представляет собой значение, полученное при однократном определении. Допустимые значения расхождений не оценивали (Таблица 2).

8.4.1 Сходимость

8.4.1.1 *Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %* - Усредненная сходимость результатов определения растягивающего напряжения при удлинении на 300 % по методу В стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 0,77 МПа (111 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 0,77 МПа (111 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

8.4.1.2 *Предел прочности при растяжении* - Усредненная сходимость результатов определения предела прочности при растяжении по методу В стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 1,56 МПа (227 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 1,56 МПа (227 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

8.4.1.3 *Относительное удлинение при разрыве* - Усредненная сходимость результатов оценки относительного удлинения при разрыве по методу В стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 78,8 %. Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 78,8 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

8.4.2 Воспроизводимость

8.4.2.1 *Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %* - Усредненная воспроизводимость результатов определения растягивающего напряжения при удлинении на 300 % по методу В стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 1,29 МПа (187 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми составляет более 1,29 МПа (187 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.

8.4.2.2 *Предел прочности при растяжении* - Усредненная воспроизводимость результатов определения предела прочности при растяжении по методу В стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 2,87 МПа (416 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми составляет более 2,87 МПа (416 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.

8.4.2.3 *Относительное удлинение при разрыве* - Усредненная воспроизводимость результатов определения относительного удлинения при разрыве по методу В стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412), была установлена как 93,5 %. Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми составляет более 93,5 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.



**Таблица 2 - Прецизионность результатов испытаний по методу стандарта D3191 - Тип 2
(закрытый резиносмеситель - метод В; методика А стандарта D412)**

Растягивающее напряжение при удлинении на 300%, МПа (фунт/дюйм ²)					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^B		Межлабораторные параметры ^B	
		S _r	r	S _R	R
D-4	-5,10 (-740)	0,05 (8)	0,15 (22)	0,53 (76)	1,49 (216)
A-4	-0,68 (-99)	0,21 (31)	0,60 (87)	0,21 (31)	0,60 (87)
B-4	-0,13 (-19)	0,15 (22)	0,42 (61)	0,50 (72)	1,41 (205)
F-4	2,36 (342)	0,47 (68)	1,34 (194)	0,51 (74)	1,45 (210)
Среднее по средним уровням	-0,89 (-129)	...	...	...	...
Усредненные значения	...	0,27 (39)	0,77 (111)	0,46 (66)	1,29 (187)

Предел прочности при растяжении, МПа (фунт/дюйм ²)					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^B		Межлабораторные параметры ^B	
		S _r	r	S _R	R
D-4	-6,58 (-954)	0,57 (82)	1,61 (233)	0,57 (82)	1,61 (233)
F-4	-2,10 (-305)	0,64 (93)	1,82 (265)	1,03 (149)	2,92(423)
B-4	0,73 (105)	0,39 (56)	1,10 (160)	1,24 (180)	3,52 (511)
A-4	2,52 (366)	0,57 (83)	1,62 (235)	1,08 (157)	3,07 (445)
Среднее по средним уровням	-1,36 (-197)	...	...	...	...
Усредненные значения	...	0,55 (80)	1,56 (227)	1,01 (147)	2,87 (416)

Относительное удлинение при разрыве, %					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^B		Межлабораторные параметры ^B	
		S _r	r	S _R	R
F-4	-60	14,3	40,5	26,5	75,0
A-4	17	15,7	44,4	15,7	44,4
B-4	19	18,2	51,6	32,9	93,2
D-4	59	48,2	136,3	48,3	136,8
Среднее по средним уровням	9	...	...	...	...
Усредненные значения	...	27,9	78,8	33,1	93,5

^AРезультаты по прецизионности представлены для краткосрочных испытаний. Резко отклоняющиеся значения исключены из набора данных.

^BОбозначение символов:

S_r - внутрилабораторное среднееквадратическое отклонение;

r - сходимость в единицах измерения;

S_R - среднееквадратическое отклонение для общей межлабораторной изменчивости;

R – воспроизводимость в единицах измерения.

8.5 *Закрытый микросмеситель - Метод испытания С* - Программа межлабораторных испытаний для определения прецизионности Типа 2 была выполнена весной 2009 года. Сходимость и воспроизводимость результатов определений представлены для краткосрочных испытаний. Четыре лаборатории испытывали 12 образцов партии промышленного эталонного технического № 8 (IRB № 8) один раз в каждый из четырех разных дней. Испытания проводили по методу стандарта D412. Результаты выражали как разность между значениями, полученными при испытании резиновых смесей с образцом IRB № 8 и образцом IRB №7. Результат испытания представляет собой значение, полученное при однократном определении. Результаты испытаний указаны в Таблице 3 в порядке возрастания среднего уровня. Допустимые значения расхождений не оценивали.

8.5.1 Сходимость

8.5.1.1 *Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %* - Усредненная абсолютная сходимость (r) результатов определения растягивающего напряжения при удлинении на 300 % по методу С стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 1,22 МПа (177 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 1,22 МПа (177 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е.



полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

8.5.1.2 Предел прочности при растяжении - Усредненная абсолютная сжимимость (ϵ) результатов определения предела прочности при растяжении по методу С стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 2,44 МПа (354 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 2,44 МПа (354 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

8.5.1.3 Относительное удлинение при разрыве - Усредненная абсолютная сжимимость (ϵ) результатов оценки относительного удлинения при разрыве по методу С стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 55,8 %. Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 55,8 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

8.5.2 Воспроизводимость

8.5.2.1 Растягивающее напряжение при удлинении на 300 % - Усредненная абсолютная воспроизводимость (R) результатов определения растягивающего напряжения при удлинении на 300% по методу С стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 1,57 МПа (228 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми составляет более 1,57 МПа (228 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.

8.5.2.2 Предел прочности при растяжении - Усредненная абсолютная воспроизводимость (R) результатов оценки предела прочности при растяжении по методу С стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 2,48 МПа (360 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 2,48 МПа (360 фунт/дюйм²), должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.

8.5.2.3 Относительное удлинение при разрыве—Усредненная абсолютная воспроизводимость (R) результатов определения относительного удлинения при разрыве по методу С стандарта D3191 (при использовании методики А стандарта D412) была установлена как 63,5 %. Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми составляет более 63,5 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости проведения надлежащей проверки и/или принятия соответствующих технических/коммерческих мер.

8.6 Отклонение - По терминологии методов испытаний отклонение есть разность между средним значением по результатам испытаний и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Для настоящего метода испытания нет опорных значений, так как значение или уровень определяемого свойства оценивают исключительно данным методом испытания. В связи с этим отклонение не может быть определено.



Таблица 3 - Прецизионность результатов испытаний по методу стандарта D3191 - Тип 2 (закрытый микросмеситель - метод С; методика А стандарта D412)

Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %, МПа (фунт/дюйм ²)					
№ образца IRB 8	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^В		Межлабораторные параметры ^В	
		S _r	r	S _R	R
3	-0,82 (-119)	0,40 (58)	1,12 (162)	0,67 (97)	1,89 (274)
23	-0,79 (-115)	0,43 (62)	1,22 (177)	0,80 (116)	2,26 (328)
19	-0,74 (-107)	0,46 (67)	1,30 (189)	0,58 (84)	1,64 (238)
1	-0,65 (-94)	0,42 (61)	1,18 (171)	0,58 (84)	1,63 (236)
13	-0,58 (-84)	0,53 (77)	1,49 (216)	0,59 (86)	1,66 (241)
5	-0,58 (-84)	0,31 (45)	0,89 (129)	0,31 (45)	0,89 (129)
15	-0,58 (-84)	0,43 (62)	1,21 (175)	0,56 (81)	1,59 (231)
9	-0,50 (-73)	0,26 (38)	0,74 (107)	0,26 (38)	0,74 (107)
7	-0,39 (-57)	0,44 (64)	1,25 (181)	0,65 (94)	1,84 (267)
21	-0,37 (-54)	0,56 (81)	1,58 (229)	0,56 (81)	1,58 (229)
11	-0,33 (-48)	0,46 (67)	1,31 (190)	0,46 (67)	1,31 (190)
17	-0,16 (-23)	0,38 (55)	1,07 (155)	0,38 (55)	1,07 (155)
Среднее по средним уровням	-0,54 (-78)	...	...	...	...
Усредненные значения	...	0,43 (62)	1,22 (177)	0,55 (80)	1,57 (228)

Предел прочности при растяжении, МПа(фунт/дюйм ²)					
№ образца IRB 8	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^В		Межлабораторные параметры ^В	
		S _r	r	S _R	R
21	-0,62 (-90)	1,04 (151)	2,93 (425)	1,04 (151)	2,93 (425)
9	-0,48 (-70)	0,90 (131)	2,56 (371)	0,96 (139)	2,71 (393)
17	-0,31 (-45)	0,64 (93)	1,82 (264)	0,64 (93)	1,82 (264)
19	-0,28 (-41)	1,04 (151)	2,95 (428)	1,08 (157)	3,06 (444)
15	-0,18 (-26)	0,83 (120)	2,34 (339)	0,83 (120)	2,34 (339)
7	-0,17 (-25)	1,02 (148)	2,88 (418)	1,02 (148)	2,88 (418)
11	-0,06 (-9)	0,66 (96)	1,88 (273)	0,66 (96)	1,88 (273)
3	-0,05 (-7)	0,63 (91)	1,80 (261)	0,63 (91)	1,80 (261)
1	-0,01 (-1)	0,72 (104)	2,04 (296)	0,72 (104)	2,04 (296)
13	0,04 (6)	1,30 (189)	3,58 (535)	1,30 (189)	3,69 (535)
5	0,09 (13)	0,66 (96)	1,88 (273)	0,70 (102)	1,98 (287)
23	0,10 (15)	0,58 (84)	1,65 (239)	0,58 (84)	1,65 (239)
Среднее по средним уровням	-0,16 (-23)	...	...	...	...
Усредненные значения	...	0,86 (125)	2,44 (354)	0,88 (128)	2,48 (360)

Относительное удлинение при разрыве, %					
№ образца IRB 8	Средний уровень	Внутрилабораторные параметры ^В		Межлабораторные параметры ^В	
		S _r	r	S _R	R
23	-0,5	19,8	56,1	26,5	74,9
15	5,5	18,8	53,2	21,5	60,9
3	6,1	13,3	37,5	18,9	53,6
17	8,0	16,8	47,4	16,8	47,4
19	8,4	19,6	55,4	19,7	55,8
13	8,4	25,8	73,1	25,8	73,1
11	8,7	13,3	37,6	20,6	58,3
21	11,6	23,8	67,4	23,8	67,4
7	13,0	20,6	58,4	20,6	58,4
9	13,1	20,1	56,7	20,8	59,0
1	14,08	24,8	70,1	31,7	89,6
5	15,1	15,1	42,8	18,1	51,3
Среднее по средним уровням	9,4	...	...	...	...
Усредненные значения	...	19,7	55,8	22,4	63,5

^АРезультаты по прецизионности представлены для краткосрочных испытаний. Резко отклоняющиеся значения исключены из набора данных.

^ВОбозначение символов:

S_r - внутрилабораторное среднее квадратическое отклонение;

r - сходимость в единицах измерения;

S_R - среднее квадратическое отклонение для общей межлабораторной изменчивости;

R – воспроизводимость в единицах измерения.



9 Ключевые слова

9.1 Технический углерод в БСК 4; оценка; процедура приготовления смеси; приготовление и испытание вулканизатов; рецепт; состав стандартной смеси.

Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности каких-либо патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности любых таких патентных прав, а также риска их нарушения полностью лежит на тех, кто использует настоящий стандарт.

Данный стандарт подлежит пересмотру ответственным техническим комитетом в любое время и пересматривается каждые пять лет; в противном случае, он утверждается заново или аннулируется. Любые комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе составления дополнительных стандартов. Направляйте Ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут тщательно рассмотрены собранием ответственного технического комитета, на котором Вы также можете присутствовать. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не прошли объективного рассмотрения, Вы можете поставить об этом в известность Комитет по стандартам ASTM, обратившись по адресу, указанному ниже.

Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, P.O. Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальную копию (в виде одной или нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail (service@astm.org) или на Web-сайт ASTM (www.astm.org). Разрешение на фотокопирование стандарта может быть также предоставлено Центром по охране авторских прав (Copyright Clearance Center, 222, Rosewood Drive, Danvers, MA 01923; Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>).