

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И
МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Рег. № 8526

**Стандартные методы испытания для оценки технического
углерода в натуральном каучуке (НК)¹**

Standard Test Methods for — Carbon Black Evaluation in NR (Natural Rubber)¹

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

**Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии**

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **8526/ASTM D**

Дата регистрации: **31.03.2016**

Обозначение стандарта **ASTM D 3192-14 на русском языке**

Организация: ПК №6 ТК 160

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Переводчик: Человечкова Т.Г.

Редактор: ПК №6 ТК 160

Кол-во стр перевода: 12

Дата сдачи перевода: 15.03.2016

Москва

2016 г.



Стандартные методы испытания для оценки технического углерода в натуральном каучуке (НК)¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D3192; 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 натуральном каучуке (НК).

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 обеспечения безопасности и охраны 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
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 кюрометра с вибрирующим диском
D3182	Стандартная методика для резины - Материалы, оборудование и процедуры приготовления стандартных резиновых смесей и вулканизированных листов
D4483	Методика определения прецизионности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода

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 натурального каучука (НК) и указания по оценке технического углерода, предназначенного для использования в резиновых изделиях.

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 2009 году под номером D3192-09. Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D3192-09R14.

² Стандарты ASTM, на которые сдана ссылка, можно запросить на Web-сайте ASTM (www.astm.org) или через службу оказания услуг потребителям (service@astm.org). Информация о номерах томов Ежегодника стандартов ASTM представлена на странице сводных данных по стандартам на Web-сайте 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.
Натуральный каучук ^B	...	100,00
Стеариновая кислота	21	3,00
Окись цинка	91	5,00
Бензотиазилдисульфид	2	0,60
Сера	31	2,50
Технический углерод ^C	...	<u>50,00</u>
Всего		161,10
Коэффициент заправки: ^D		
Метод испытания А - Смесительные вальцы		4,00
Метод испытания В - Закрытый резиносмеситель		6,00
Метод испытания С - Закрытый микросмеситель		0,40

^A IRM - Промышленный эталонный материал № 91 (IRM № 91) поставляет R. E. Carroll, (R. E. Carroll, Inc., 1570 North Olden Ave., Trenton, NJ 08638; (800) 257-9365). Материалы IRM2, IRM 21 и IRM 31 поставляет Akron Rubber Development Lab, 2887 Gilchrist Road, Akron, OH 44305; (330) 794-6600).

^B Удовлетворительные результаты были получены с натуральным каучуком марок SMR L и STR L. Предполагают, что можно успешно применять натуральный каучук других марок, но Подкомитет D24.71 не проводил исследования смесей на их основе. Прежде чем использовать натуральный каучук других марок в данном методе испытания, нужно проверить, можно ли с ними получить результаты, эквивалентные результатам, достигаемым с SMR L.

^C Технический углерод серий N800 и N900 следует использовать в дозировке 75,00 масс. ч..

^D Каучук и технический углерод взвешивают с точностью до 1 г, серу и ускоритель - с точностью до 0,02 г, а все другие ингредиенты – с точностью до 0,1 г.

5 Отбор проб и подготовка образца технического углерода

5.1 Пробы отбирают в соответствии с методиками D1799 и D1900.

5.2 Технический углерод кондиционируют перед взвешиванием и введением в смесь путем нагревания в печи в течение 1 ч при $(125 \pm 1) ^\circ\text{C}$. Технический углерод помещают в открытую ёмкость подходящих размеров, так чтобы толщина слоя образца во время кондиционирования была 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. При испытании технического углерода пригодны следующие методики приготовления резиновых смесей:

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



6.1.1 Метод испытания А - Смесительные вальцы

	Продолжительность операций, мин	Совокупное время, мин
Устанавливают зазор между валками 1,4 мм (0,055 дюйма), регулируют и поддерживают температуру валков $(70 \pm 5) ^\circ\text{C}$.	0	0
Вводят каучук, распределив его в виде ленты на переднем валке. Делают по два надреза на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	2,0	2,0
Устанавливают зазор между валками 1,65 мм (0,065 дюйма). Вводят стеариновую кислоту. Делают по одному надрезу на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	2,5	4,5
Вводят серу, ускоритель и окись цинка. Делают по два надреза на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	2,0	6,5
Вводят весь технический углерод. Когда часть введенного технического углерода просыпается через вальцы на противень и запас резиновой смеси между валками остаётся сухим, делают по два надреза на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны. Разводят валки до зазора 1,9 мм (0,075 дюйма) и добавляют технический углерод, собранный с противня, пока он весь не распределится в смеси. Делают по три надреза на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	7,5	14,0
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		
Устанавливают зазор между валками 0,80 мм (0,032 дюйма) и пропускают снятый с вальцов рулон смеси вдоль его длины через вальцы 6 раз.	2,0	16,0
Разводят валки так, чтобы минимальная толщина смеси была 6 мм (0,25 дюйма) и пропускают смесь 4 раза, свёртывая её тыльной стороной на себя каждый раз.	1,0	17,0
Суммарное время	17,0	

6.1.1.1 Определяют массу приготовленной смеси и регистрируют её. Если она выходит за пределы от 641,2 до 647,6 г, смесь бракуют. От пригодной смеси отрезают образец, достаточный для проведения испытания на определение вулканизационных характеристик согласно методике стандарта D2084, если требуется.

6.1.1.2 Устанавливают зазор между валками так, чтобы получить из смеси лист толщиной 2,2 мм (0,085 дюйма).

6.1.1.3 Охлаждают лист на ровной, сухой металлической поверхности при $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$ в течение от 1 до 24 ч. Если относительную влажность в лаборатории не поддерживают $(50 \pm 5) \%$, охлаждённый лист смеси хранят в закрытом контейнере во избежание абсорбции влаги.



6.1.2 Метод испытания В - Закрытый резиносмеситель

	Продолжительность операций, мин	Совокупное время, мин
Регулируют температуру в закрытом резиносмесителе так, чтобы температура при выгрузке смеси по 6.3.8 была в пределах от 110 °C до 125 °C. Закрывают разгрузочное отверстие, запускают ротор, поднимают затвор и загружают материалы в нижеописанной последовательности. Опускают затвор после каждой операции	0	0
Загружают каучук	0,5	0,5
Вводят бензотиазилдисульфид	0,5	1,0
Вводят стеариновую кислоту	1,0	2,0
Вводят окись цинка и половину технического углерода	1,5	3,5
Вводят оставшуюся часть технического углерода	1,5	5,0
Добавляют серу. Очищают загрузочное отверстие и верхнюю часть затвора.	1,0	6,0
Выгружают смесь через 7 мин	1,0	7,0
Промежуточное суммарное время	7,0	
Устанавливают зазор между валками 0,80 мм (0,032 дюйма) и поддерживают температуру валков (70 ± 5) °C.	2,0	9,0
Разводят валки, чтобы минимальная толщина смеси была 6 мм (0,25 дюйма) и пропускают смесь через вальцы 4 раза, свёртывая её каждый раз тыльной стороной на себя.	1,0	10,0
Суммарное время	10,0	

6.1.2.1 Определяют массу изготовленной смеси и записывают её. Если масса за пределами от 961,8 до 971,4 г, смесь бракуют. От пригодной смеси отрезают образец, достаточный для проведения испытания на определение вулканизационных характеристик согласно методике стандарта D2084, если требуется.

6.1.2.2 Устанавливают зазор между валками так, чтобы получить из смеси лист толщиной 2,2 мм (0,085 дюйма).

6.1.2.3 Если не оговариваются другие условия, кондиционируют лист смеси в течение от 1 до 24 ч при (23 ± 3) °C и относительной влажности не более 55 %. Для достижения максимальной точности результатов испытаний лист кондиционируют в течение от 1 до 24 ч в закрытом контейнере во избежание абсорбции влаги или в помещении, в котором относительная влажность поддерживается (35 ± 5) % согласно стандарту D3182. Вулканизацию и испытание проводят, как описано в Разделе 7.



6.1.3 Метод испытания С - Закрытый микросмеситель

6.1.3.1 Приготовление наполненной маточной смеси - Смесительные вальцы

	Продолжительность операций, мин	Совокупное время, мин
(Коэффициент заправки 4,00) Устанавливают зазор между валками 1,4 мм (0,055 дюйма), регулируют и поддерживают температуру валков в пределах $(70 \pm 5) ^\circ\text{C}$.	0,0	0,0
Вводят каучук и распределяют его в виде ленты на переднем валке. Делают по два надреза на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	2,0	2,0
Устанавливают зазор между валками 1,65 мм (0,065 дюйма). Вводят стеариновую кислоту. Делают по одному надрезу на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	2,5	4,5
Вводят серу, ускоритель и окись цинка. Делают по два надреза на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны.	2,0	6,5
Устанавливают зазор между валками 0,80 мм (0,032 дюйма) и пропускают снятый с вальцов рулон смеси вдоль его длины через валки шесть раз.	2,0	8,5
	0,5	9,0
Определяют массу изготовленной смеси и записывают её. Если масса выходит за пределы 442,2 г - 446,6 г, смесь бракуют.	1,0	10,0
Устанавливают зазор между валками 1,5 мм (0,060 дюйма), вальцуют смесь и снимают в виде листа.		
Суммарное время	10,0	

(1) Охлаждают маточную смесь на ровной, сухой металлической поверхности при $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$ в течение от 1 до 24 ч. Если относительную влажность в лаборатории не поддерживают $(50 \pm 5) \%$, маточную смесь охлаждают и хранят в закрытом контейнере во избежание абсорбции влаги.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 - Наполненную маточную смесь необходимо использовать в течение 6 недель со дня приготовления. В противном случае её бракуют и готовят новую маточную смесь.

6.1.3.2 Введение технического углерода - Закрытый микросмеситель

(1) Выполняют смешение, поддерживая температуру головки закрытого микросмесителя $(60 \pm 3) ^\circ\text{C}$, а скорость ненагруженного низкооборотного ротора в пределах от 6,3 до 6,6 рад/с (60 - 63 об/мин).

(2) Отрезают от маточной смеси, приготовленной по 6.4.1, полоски шириной около 20 мм и взвешивают 44,44 г.

(3) Взвешивают образец технического углерода массой 20,00 г.

	Продолжительность операций, мин	Совокупное время, мин
Загружают полоски маточной смеси в смесительную камеру и включают таймер	0,0	0,0
Подвергают маточную смесь пластикации	0,5	0,5
Загружают технический углерод, используя затвор для введения всего образца в камеру. Очищают загрузочное отверстие и опускают затвор	1,0	1,5
Перемешивают заправку	1,5	3,0
Суммарное время	3,0	

(4) Выключают мотор, поднимают затвор, извлекают смесительную камеру и выгружают заправку. Записывают температуру смеси, если требуется.



(5) Установив зазор между валками 0,80 мм (0,032 дюйма), пропускают заправку через вальцы при температуре окружающей среды. Сворачивают смесь в рулон и пропускают через вальцы ещё 5 раз, каждый раз подбирая крошку и сворачивая её в рулон.

(6) Определяют и регистрируют массу заправки. Если она за пределами от 64,12 до 64,76 г, смесь бракуют.

(7) Для определения деформационно-прочностных свойств заправку пропускают через вальцы так, чтобы получить смесь толщиной 2,2 мм (0,085 дюйма).

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

(9) Охлаждают смесь на ровной, сухой металлической поверхности при $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$ в течение от 1 до 24 ч. Если относительную влажность в лаборатории не поддерживают $(50 \pm 5) \%$, лист смеси охлаждают и хранят в закрытом контейнере во избежание абсорбции влаги.

7 Приготовление и испытание вулканизатов

7.1 Для проведения механических испытаний готовят листы и вулканизуют их в соответствии с методикой стандарта D3182.

7.1.1 Рекомендуемая стандартная продолжительность вулканизации составляет 30 мин при $145 ^\circ\text{C}$ для смесей с техническим углеродом типа N по классификации ASTM и 30 и 50 мин при $145 ^\circ\text{C}$ для смесей с техническим углеродом типа S.

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

ПРИМЕЧАНИЕ 2 - 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 указанных условий.

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 Для измерения вулканизационных характеристик с помощью кюрометра по методу стандарта D2084 используют предварительно приготовленные образцы толщиной 6 мм (0,25 дюйма).

7.2.1 Рекомендуемые условия проведения стандартных испытаний: частота колебаний 1,7 Гц (100 об/мин), амплитуда колебаний $(1 \pm 0,03) ^\circ$, температура полуформ $(160 \pm 0,03) ^\circ\text{C}$ при использовании системы с микрополуформами

7.2.2 Рекомендуемые параметры стандартного испытания: M_L , M_H , t_{s1} , $t'_c(50)$, $t'_c(90)$.

8 Прецизионность и отклонение³

8.1 Настоящий раздел по прецизионности и отклонению был 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 - 8.5.2.3. 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.

³Данные, использованные для составления данного раздела, хранятся в штаб-квартире ASTM International, и могут быть получены путём запроса научно-исследовательского отчёта RR: D24-1031.



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. Девять лабораторий испытывали четыре образца 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 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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 1,01 МПа (146 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 1,01 МПа (146 фунтов/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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 1,70 МПа (246 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 1,70 МПа (246 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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 28,2 %. Два результата однократных испытаний (или определений), разница между которыми превышает 28,2 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.

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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 1,09 МПа (158 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученных в разных лабораториях, разность между которыми превышает 1,09 МПа (158 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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 2,07 МПа (300 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 2,07 МПа (300 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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 42,4 %. Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми составляет более 42,4 %, 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 метода испытания (стандарт D3192)—Тип 2
(смесительные вальцы - метод А (при использовании метода А стандарта D412))^А**

Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %, МПа (фунт/дюйм ²)					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	r	S _R	R
D-4	-2,79 (-404)	0,40 (58)	1,13 (164)	0,40 (58)	1,13 (164)
A-4	-0,63 (-92)	0,38 (55)	1,07 (155)	0,41 (59)	1,15 (166)
B-4	-0,28 (-40)	0,29 (43)	0,83 (120)	0,39 (56)	1,10 (159)
F-4	3,23 (468)	0,34 (50)	0,97 (141)	0,35 (50)	0,98 (142)
Среднее по средним уровням	-0,08 (-12)				
Усредненные значения	...	0,36 (52)	1,01 (146)	0,39 (56)	1,09 (158)

Предел прочности при растяжении, МПа (фунт/дюйм ²)					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	r	S _R	R
D-4	-2,08 (-301)	0,67 (97)	1,88 (273)	0,67 (97)	1,88 (273)
F-4	-2,01 (-292)	0,79 (114)	2,23 (323)	0,99 (143)	2,79 (405)
B-4	-0,21 (-31)	0,33 (48)	0,93 (135)	0,65 (95)	1,85 (268)
A-4	2,93 (424)	0,52 (75)	1,47 (213)	0,54 (78)	1,53 (221)
Среднее по средним уровням	-0,34 (-49)				
Усредненные значения	...	0,60 (87)	1,70 (246)	0,73 (106)	2,07 (300)

Относительное удлинение при разрыве, %					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	r	S _R	R
F-4	-94	8,2	23,3	14,5	41,1
B-4	4	11,4	32,2	14,3	40,5
D-4	21	12,1	34,3	12,8	36,3
A-4	34	7,2	20,4	17,8	50,5
Среднее по средним уровням	-9				
Усредненные значения	...	10,0	28,2	15,0	42,4

^А Данные по прецизионности представлены для краткосрочных испытаний. Резко отклоняющиеся значения были извлечены из набора данных.

^В Обозначение символов:

S_r - внутрилабораторное среднее квадратическое отклонение;

r - сходимости в единицах измерения;

S_R - среднее квадратическое 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 представлены для краткосрочных испытаний. Четыре лаборатории испытывали 4 образца стандартного эталонного технического углерода (SRB 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 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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 0,68 МПа (99 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми составляет более 0,68 МПа (99 фунт/дюйм²) должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что свидетельствует о необходимости принятия соответствующих мер.



**Таблица 2 - Прецизионность метода испытания (стандарт D3192) - Тип 2
(закрытый резиносмеситель - метод В (при использовании метода А стандарта D412))^А**

Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %, МПа (фунт/дюйм ²)					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	r	S _R	R
D-4	-2,72 (-395)	0,16 (23)	0,45 (65)	0,34 (49)	0,95 (138)
A-4	-0,64 (-92)	0,25 (36)	0,71 (103)	0,67 (98)	1,91 (277)
B-4	-0,53 (-76)	0,15 (21)	0,42 (61)	0,49 (71)	1,39 (201)
F-4	2,95 (428)	0,35 (51)	1,00 (145)	0,35 (51)	1,00 (145)
Среднее по средним уровням	-0,24 (-34)				
Усредненные значения	...	0,24 (35)	0,68 (99)	0,48 (70)	1,37 (198)

Предел прочности при растяжении, МПа (фунт/дюйм ²)					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	r	S _R	R
F-4	-2,69 (-390)	0,22 (32)	0,62 (90)	0,81 (118)	2,30 (334)
D-4	-1,75 (-254)	0,52 (75)	1,46 (212)	0,52 (75)	1,46 (212)
B-4	-0,32 (-47)	0,08 (12)	0,24 (34)	0,45 (65)	1,28 (185)
A-4	2,43 (353)	0,26 (37)	0,72 (105)	0,51 (74)	1,44 (209)
Среднее по средним уровням	-0,58 (-84)				
Усредненные значения	...	0,31 (45)	0,88 (128)	0,59 (86)	1,67 (242)

Относительное удлинение при разрыве, %					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	r	S _R	R
F-4	-100	14,3	40,5	15,2	43,0
B-4	1	4,2	11,8	10,6	30,0
D-4	13	8,5	24,1	8,5	24,1
A-4	16	16,9	47,8	25,2	71,4
Среднее по средним уровням	-13				
Усредненные значения	...	12,0	34,1	16,20	45,9

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

^В. Обозначение символов:

S_r - внутрилабораторное среднее квадратическое отклонение;

r - сходимости в единицах измерения;

S_R - среднее квадратическое отклонение для общей межлабораторной изменчивости;

R - воспроизводимость в единицах измерения.

8.4.1.2 Предел прочности при растяжении - Усредненная сходимость результатов определения предела прочности при растяжении по методу В стандарта D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 0,88 МПа (128 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 0,88 МПа (128 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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 34,1 %. Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 34,1 %, 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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 1,37 МПа (198 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 1,37 МПа (198 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 D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 1,67 МПа (242 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 1,67 МПа (242 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 стандарте D3192 (при использовании метода А стандарта D412), была установлена как 45,9 %. Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 45,9 %, 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 *Закрытый микросмеситель - Метод испытания С* - Программа межлабораторных испытаний для определения прецизионности Типа 2 была выполнена в 1990 году. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний. Две лаборатории испытывали 4 образца стандартного эталонного технического углерода (SRB A-4, SRB B-4, SRB D-4, SRB 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 IRB № 6. Результат испытания представляет собой значение, полученное при однократном определении. Допустимые значения расхождений не оценивали (Таблица 3).

8.5.1 *Сходимость*

8.5.1.1 *Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %* - Усредненная сходимость результатов определения растягивающего напряжения при удлинении на 300 % по методу С стандарта D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 0,64 МПа (93 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 0,64 МПа (93 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 сходимость результатов определения предела прочности при растяжении по методу С стандарта D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 0,62 МПа (90 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 0,62 МПа (90 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 сходимость результатов оценки относительного удлинения при разрыве по методу С стандарта D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 28,7 %. Два результата однократных испытаний (или определений), разность между которыми превышает 28,7 %, 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 воспроизводимость результатов определения растягивающего напряжения при удлинении на 300 % по методу С стандарта D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 1,07 МПа (156 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 1,07 МПа (156 фунт/дюйм²), считаются 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 3 - Прецизионность метода испытания (стандарт D3192) - Тип 2
(закрытый микросмеситель - метод С (при использовании метод А из стандарта D412))^А**

Растягивающее напряжение при удлинении на 300 %, МПа (фунт/дюйм ²)					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	г	S _R	R
D-4	-2,45 (-355)	0,34 (50)	0,98 (142)	0,34 (50)	0,98 (142)
A-4	-0,81 (-118)	0,07 (10)	0,20 (28)	0,56 (82)	1,59 (231)
B-4	-0,53 (-76)	0,19 (28)	0,55 (79)	0,31 (45)	0,88 (128)
F-4	3,88 (563)	0,21 (30)	0,59 (86)	0,21 (30)	0,59 (86)
Среднее по средним уровням	0,02 (3)				
Усредненные значения	...	0,23 (33)	0,64 (93)	0,38 (55)	1,07 (156)

Предел прочности при растяжении, МПа (фунт/дюйм ²)					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	г	S _R	R
F-4	-1,55 (-225)	0,05 (7)	0,14 (20)	1,56 (226)	4,42 (641)
D-4	-0,93 (-135)	0,25 (36)	0,70(102)	0,75 (109)	2,13 (309)
B-4	0,40 (58)	0,17 (25)	0,49 (71)	1,06 (153)	2,99 (433)
A-4	2,83 (410)	0,31 (45)	0,88 (128)	0,67 (97)	1,90 (275)
Среднее по средним уровням	0,49 (72)				
Усредненные значения	...	0,22 (32)	0,62	1,07 (155)	3,02 (438)

Относительное удлинение при разрыве, %					
Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная ^В		Межлабораторная ^В	
		S _r	г	S _R	R
F-4	-104	2,5	7,1	37,2	105,2
D-4	18	18,0	51,0	21,8	61,7
B-4	15	0,0	0,0	21,2	60,0
A-4	11	9,0	25,5	37,7	106,6
Среднее по средним уровням	-10				
Усредненные значения	...	10,2	28,7	30,5	86,4

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

^В Обозначение символов:

S_r - внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение;

г - сходимости в единицах измерения;

S_R - среднеквадратическое отклонение для общей межлабораторной изменчивости;

R - воспроизводимость в единицах измерения.

8.5.2.2 *Предел прочности при растяжении* - Усредненная воспроизводимость результатов определения предела прочности при растяжении по методу С стандарта D3192 (при использовании метода А стандарта D412) была установлена как 3,02 МПа (438 фунт/дюйм²). Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 3,02 МПа (438 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 воспроизводимость результатов определения относительного удлинения при разрыве по методу С стандарта D3192 (при использовании метода А стандарта D412), была установлена как 86,4 %. Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 86,4 %, 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.

9 Ключевые слова

9.1 Технический углерод в НК; оценка; процедура приготовления смеси; рецепт; состав стандартной смеси; приготовление и испытание вулканизаторов.

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/>).