

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ  
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Пер. № 9132

**Методы испытания резины. Определение вязкости,  
релаксации напряжений и предвулканизационных  
характеристик (вискозиметр Муни)**

*Standard Test Methods for Rubber – Viscosity, Stress Relaxation, and Pre-Vulcanization  
Characteristics (Mooney Viscometer)*

**ЗАРЕГИСТРИРОВАНО**

Федеральное агентство по  
техническому регулированию  
и метрологии

**ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”**

Номер регистрации: **9132/ASTM D**

Дата регистрации: **17.02.2017**

Обозначение стандарта

**ASTM D1646-15 на русском языке**

Организация: ПК 6 ТК 160

Переводчик: ПК 6 ТК 160

Редактор: ПК 6 ТК 160

Кол-во стр. перевода: 19

Дата сдачи перевода: 14.02.2017

**Перевод аутентичен  
оригиналу**

**Москва  
2017 г.**



# Методы испытания резины – определение вязкости, релаксации напряжений и предвулканизационных характеристик (вискозиметр Муни) <sup>1</sup>

Настоящий стандарт издается под постоянным номером D1646, 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” ( $\epsilon$ ) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

*Настоящий стандарт утверждён для использования учреждениями Министерства обороны США.*

## 1 Область применения

1.1 Данные методы испытаний распространяются на определение свойства, называемого вязкостью по Муни, которую оценивают как степень сопротивления вращению цилиндрического металлического диска (ротора), помещённого в резиновую смесь в цилиндрической камере. В данных методах испытания указаны размеры вискозиметра со сдвиговым диском; температуры, при которых проводятся испытания; процедуры определения вязкости по Муни.

1.2 При резкой остановке вращения диска крутящий момент или нагрузка на ротор понижается в некоторой степени, зависящей от типа испытываемой резиновой смеси и температуры, при которой проводится испытание. Это снижение крутящего момента называется релаксацией напряжения. В настоящем стандарте описываются методы испытания, проводимые в целях определения этой релаксации.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Вязкость, определяемая по данным методам испытания, не является истинной вязкостью и должна рассматриваться как средняя вязкость по Муни, т.е. как критерий сдвигового крутящего момента, усреднённого в диапазоне скоростей сдвига. Релаксация напряжений также зависит от условий проведения испытания. В связи с этим результаты, полученные при выполнении данных методов, специфичны для вискозиметра Муни.

1.3 Когда резиновую смесь помещают в вискозиметр Муни при температуре, при которой может протекать процесс вулканизации, реакция вулканизации приводит к повышению крутящего момента. Данные методы испытаний включают процедуры измерения начальной скорости вулканизации резиновой смеси.

1.4 Определение вязкости по Муни и предвулканизационных характеристик описано и в стандарте ISO 289 (Части 1 и 2). Между методом ISO 289 и данным методом помимо некоторых незначительных расхождений существует ряд существенных технических различий. В отличие от метода ISO 289, не предусматривающего обработку пробы на вальцах, данный метод испытания включает вальцевание пробы в некоторых случаях до определения вязкости по Муни, что может привести к разным значениям вязкости при испытании некоторых каучуков.

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

1.6 *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.*

---

<sup>1</sup> Данные методы испытаний находятся в ведении Комитета D11 по резине Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D11.12 по испытаниям, связанным с определением технологических свойств.

Настоящее издание утверждено 15 декабря 2015 года. Опубликовано в январе 2016. Первоначально стандарт был утверждён в 1959 году. Последнее предыдущее издание было опубликовано в 2012 году под номером D1646-07 (2012). Буквенно-цифровой идентификатор стандарта (DOI): 10.1520/D1646-15.



## 2 Нормативные ссылки

### 2.1 Стандарты ASTM:<sup>2</sup>

D1349	Методика для каучука – Стандартные температуры, при которых проводятся испытания.
D1418	Методика для каучука и каучуковых латексов – Номенклатура
D1485	Методика для натурального каучука – Отбор проб и подготовка пробы
D3182	Стандартная методика для каучука – Материалы, оборудование и процедуры для приготовления стандартных резиновых смесей и стандартных вулканизированных листов
D3185	Метод испытания каучука – Оценка бутадиенстирольного каучука (БСК), включая смеси БСК с маслом
D3186	Метод испытания каучука – Оценка бутадиенстирольного каучука (БСК), наполненного теуглеродом или теуглеродом и маслом
D3896	Методика для синтетического каучука – Отбор проб
D4483	Методика определения прецизионности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода

### 2.2 Стандарты ISO:<sup>3</sup>

ISO 289	Каучук, вулканизированный – Измерения, проводимые при использовании вискозиметра со сдвиговым диском Часть 1 Определение вязкости по Муни Часть 2 Определение предвулканизационных характеристик
---------	--

## 3 Терминология

### 3.1 Определения терминов, специфических для настоящего стандарта.

3.1 *Вязкость по Муни* – критерий вязкости каучука или резиновой смеси, определяемый при использовании вискозиметра Муни со сдвиговым диском. Показателем вязкости является крутящий момент, необходимый для вращения диска, погружённого в образец, помещённый в камеру, образуемую смыкаемыми полуформами, при специфических условиях.

3.1.2 *Предвулканизационные характеристики* – в случае вулканизуемой резиновой смеси это критерий времени до начала вулканизации и скорости вулканизации на начальных стадиях.

3.1.3 *Релаксация напряжений* – реакция ненаполненного каучука или резиновой смеси на быстрое прекращение текучести или резкую деформацию. При использовании вискозиметра со сдвиговым диском релаксация напряжения происходит в виде понижения уровня напряжения в результате резкого прекращения вращения диска.

3.1.4 *Температура, при которой проводится испытание* – установившаяся температура сомкнутых полуформ с установленным ротором в отсутствие образца. Установившуюся температуру надлежит измерить в полости камеры, образованной сомкнутыми полуформами, как описано в 6.1.3.

## 4 Сущность методов испытания

4.1 Настоящий стандарт включает три метода испытания, представленные в виде 3 частей.

4.1.1 *Часть А – Вязкость* – Данный метод испытания распространяется на определение вязкости по Муни, измеряемой с помощью металлического диска, погружённого в образец каучука, помещённого в жёсткую цилиндрическую полость, в которой поддерживаются заданные значения температуры и давления. Диск медленно и постоянно вращается в одном направлении в течение определённого периода времени. Сопротивление каучука вращению диска измеряется в произвольных единицах крутящего момента как вязкость образца по Муни.

<sup>2</sup> Стандарты ASTM, на которые дана ссылка, можно запросить на Web-сайте ASTM ([www.astm.org](http://www.astm.org)) или через службу оказания услуг потребителям ([service@astm.org](mailto:service@astm.org)). Номера томов Ежегодника стандартов ASTM указаны на странице сводных данных по этим стандартам на Web-сайте ASTM.

<sup>3</sup> Стандарт можно получить, обратившись в Американский национальный институт стандартов (ANSI): 25W, 43<sup>rd</sup> St., 4<sup>th</sup> Floor, New York, NY 10036.



4.1.2 *Часть В – Релаксация напряжений* – Данный метод испытания распространяется на методику измерения релаксации напряжений. По завершении определения вязкости по Муни вращение металлического диска резко прекращается. Скорость понижения крутящего момента регистрируется в зависимости от времени.

4.1.3 *Часть С – Предвулканизационные характеристики* – Данный метод испытания предназначен для определения предвулканизационных характеристик. Вязкость вулканизирующихся резиновых смесей регистрируется в процессе нагревания при заданной температуре. Минимальная вязкость и время, необходимое для повышения вязкости на определённое количество единиц, служат в качестве произвольно выбранных критериев начала и скорости вулканизации.

## 5 Значение и применение

5.1 *Вязкость* – Значения вязкости, определяемые по данному методу испытания, зависят от молекулярной структуры, молекулярной массы и некаучуковых компонентов, которые могут присутствовать в материале. Поскольку каучук ведёт себя как неньютоновская жидкость, между молекулярной массой и вязкостью существует не простая зависимость. В связи с этим следует с осторожностью интерпретировать значения вязкости каучука, особенно в случаях очень высокой молекулярной массы. Например, по мере увеличения молекулярной массы вязкость бутилкаучуков достигает верхнего предельного значения, составляющего приблизительно 80 при 100 °C (212 °F) в случае использования большого ротора, вращающегося со скоростью 2 оборота/мин, но затем может произойти понижение вязкости до значительно более низких значений. Для каучуков с высокой молекулярной массой более надёжная корреляция достигается, если испытание проводится при повышенной температуре.

5.2 *Релаксация напряжений* – Явление релаксации напряжений представляет собой сочетание упругих и вязких свойств. Вязкость и релаксация напряжений по-разному зависят от таких факторов, как молекулярная масса и некаучуковые компоненты. Таким образом, оба испытания значимы и дополняют друг друга. Низкая скорость релаксации свидетельствует о более высокой упругой составляющей в общей характеристике, в то время как высокая скорость релаксации является показателем более высокой вязкой составляющей. Установлено, что скорость релаксации напряжений коррелируется с такими характеристиками структуры каучука, как распределение по молекулярной массе, разветвление цепи и содержание геля.

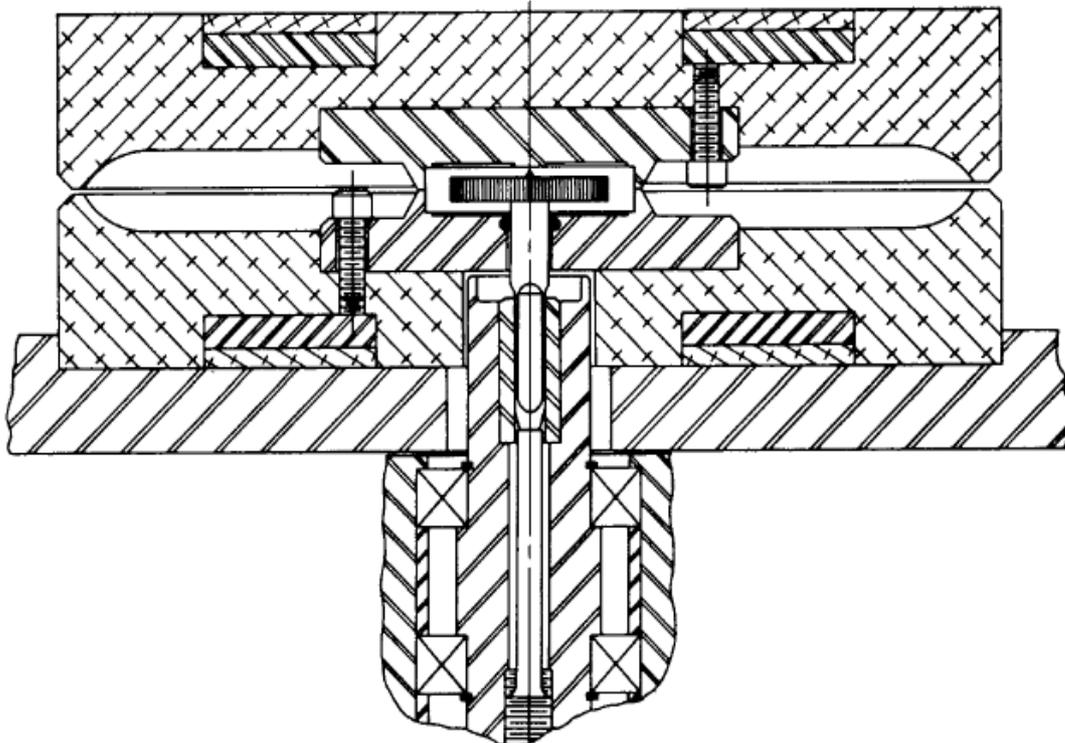
5.3 *Предвулканизационные характеристики* – Начало вулканизации может быть детектировано с помощью вискозиметра Муни по повышению вязкости. Следовательно, данный метод испытания может быть использован для определения времени до начала вулканизации (подвулканизации) и скорости вулканизации на начальных стадиях процесса. Этот метод испытания неприменим для исследования полной вулканизации, т.к. непрерывное вращение диска приводит к скольжению, когда образец достигает густой консистенции.

## 6 Аппаратура

6.1 *Вискозиметр Муни* – Прибор включает вращающийся диск, приводимый в движение с помощью двигателя, в полости цилиндрической камеры, образуемой двумя полуформами, которые поддерживаются при специфической температуре и смыкаются с приложением определённой силы. Вискозиметр Муни позволяет определить влияние температуры и времени на вязкость каучуков. Если нужно определить релаксацию напряжений, в приборе должно быть предусмотрено резкое прекращение вращения диска с последующим контролем релаксация напряжений в зависимости от времени. Соотношения между полуформами и ротором на примере типичной конструкции показаны на рисунке 1. Вискозиметр Муни должен иметь нижеуказанные составные части.

6.1.1 *Полуформы* – Полуформы и держатели полуформ, образующие полость камеры, должны быть изготовлены из недеформирующейся инструментальной стали без покрытия, подвергнутой закалке до твёрдости по шкале С Роквелла не менее 60. Полость камеры должна иметь следующие размеры, определяемые от поверхности в самой верхней части: диаметр  $50,93 \pm 0,13$  мм (2,005 дюйма  $\pm$  0,005 дюйма); глубина  $10,59$  мм  $\pm$   $0,03$  мм (0,417 дюйма  $\pm$  0,001 дюйма). Поверхность полости должна быть рифленой или иметь V-образные канавки для минимизации скольжения образца.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – При использовании полуформ разного типа могут быть получены неодинаковые результаты.



**Рисунок 1 – Соотношения пластин, полуформ и ротора в типовом вискозиметре со сдвиговым диском**

6.1.1.1 *Полуформы с рифлеными поверхностями* – Когда полость камеры образована четырьмя стальными элементами, используются полуформы с рифлёными поверхностями и держатели полуформ. Насечки представляют собой прямоугольные канавки шириной  $0,8 \text{ мм} \pm 0,02 \text{ мм}$  ( $0,031 \text{ дюйма} \pm 0,0008 \text{ дюйма}$ ) и однородной глубиной не менее  $0,25 \text{ мм}$  ( $0,010 \text{ дюйма}$ ), но не более  $0,38 \text{ мм}$  ( $0,015 \text{ дюйма}$ ). Канавки должны быть вертикальными и нанесены с межцентровым расстоянием  $1,6 \text{ мм} \pm 0,04 \text{ мм}$  ( $0,063 \text{ дюйма} \pm 0,002 \text{ дюйма}$ ). Насечки должны состоять из двух групп таких канавок под прямыми углами друг к другу.

6.1.1.2 *Полуформы с радиальными канавками* – Когда полость камеры образована двумя стальными элементами, радиальные V-образные канавки наносятся только на плоские поверхности полуформ. Канавки должны располагаться с интервалами в  $20^\circ$  и образовывать угол  $90^\circ$  на поверхностях полуформ с биссектрисой угла, перпендикулярного поверхности. В верхней полуформе канавки должны проходить от окружности  $7 \text{ мм}$  ( $0,281 \text{ дюйма}$ ) до окружности  $47 \text{ мм}$  ( $1,875 \text{ дюйма}$ ). В нижней полуформе канавки должны проходить от окружности  $12 \text{ мм}$  ( $0,472 \text{ дюйма}$ ) до окружности  $47 \text{ мм}$ . Ширина канавок должна быть  $1 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$  ( $0,04 \text{ дюйма} \pm 0,004 \text{ дюйма}$ ) у поверхности.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Износ полуформ может оказывать влияние на результаты испытания, но обычно в меньшей степени, чем износ ротора. Многие пользователи, как правило, заменяют полуформы при второй замене роторов, как указано в 6.1.2.1. Такая практика может быть применима не для всех анализируемых материалов, т.к. износ зависит от материала, подвергаемого испытанию. Элементарный способ выявления влияния износа полуформ на полученные результаты, заключается в замене полуформ и определении, изменились ли результаты испытания.

6.1.1.3 *Установка полуформ* – Полуформы должны быть неотъемлемой частью пластин или монтироваться на пластинах, оборудованных нагревательным устройством и регуляторами, позволяющими поддерживать в полости камеры заданную температуру, при которой проводится испытание, с допустимым отклонением  $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $\pm 1 \text{ }^\circ\text{F}$ ) при равновесных условиях.

6.1.1.4 *Смыкание полуформ* – Вискозиметр должен быть снабжён подходящим устройством для размыкания и смыкания пластин и полуформ и для того, чтобы держать их сомкнутыми во время испытания. Очень важно, чтобы во время испытания полуформы удерживались сомкнутыми путём приложения требуемого усилия. Для обеспечения надлежащего усилия смыкания полуформ необходимо точное соблюдение рекомендаций инструкции производителя или какой-либо другой равноценной инструкции.<sup>4</sup>

<sup>4</sup> Decker, G. E., "Note on Adjustment of the Mooney Viscometer Die Closure", ASTM Bulletin, № 195, January 1954, p. 51.



Пневматически закрываемые полуформы во время испытания должны удерживаться сомкнутыми с усилием  $11,5 \text{ кН} \pm 0,5 \text{ кН}$  (2585 фунт/сила  $\pm$  115 фунт/сила). Более высокое усилие может потребоваться для смыкания полуформ при испытании очень твёрдых резиновых смесей. Не менее чем за 10 с до пуска двигателя прилагаемое усилие должно быть установлено на  $11,5 \text{ кН} \pm 0,5 \text{ кН}$ . Полуформы должны быть сомкнуты так, чтобы кусочек тонкой мягкой ткани толщиной не более 0,04 мм (0,0015 дюйма), помещённый между поверхностями, сохранял однородную структуру после смыкания полуформ. Неоднородность структуры ткани является свидетельством износа поверхности держателя полуформы, нарушения соосности, деформации полуформ и их держателей. Любая из этих ситуаций приведёт к избыточной утечке и ошибочным результатам испытаний.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – При использовании вискозиметров с механическим смыканием давление на полуформы может измениться, если температура, при которой используется прибор, отличается от температуры, на которую он настроен.

6.1.2 *Роторы* – Вискозиметр снабжён двумя роторами, отличающимися только своими диаметрами. Они должны быть изготовлены из недеформирующейся инструментальной стали без покрытия, подвергнутой закалке до твёрдости по шкале С Роквелла не менее 60. Размеры большого ротора, определяемые от самых высоких точек: диаметр  $38,10 \text{ мм} \pm 0,03 \text{ мм}$  (1,500 дюйма  $\pm$  0,001 дюйма); толщина  $5,54 \text{ мм} \pm 0,03 \text{ мм}$  (0,218 дюйма  $\pm$  0,001 дюйма). Маленький ротор должен соответствовать большому ротору, но его диаметр составляет  $30,48 \text{ мм} \pm 0,03 \text{ мм}$  (1,200 дюйма  $\pm$  0,001 дюйма). Насечки на поверхности ротора должны соответствовать требованиям к рифленным полуформам по 6.1.1.1. Насечки на концах ротора должны соответствовать требованиям к рифленным держателям полуформ. Головка ротора должна быть надёжно закреплена перпендикулярно прямому цилиндрическому стержню, диаметр которого не превышает 11 мм (0,433 дюйма). Головка ротора должна быть размещена так, чтобы верхняя и нижняя поверхности находились на расстоянии  $2,54 \text{ мм} \pm 0,10 \text{ мм}$  (0,100 дюйма  $\pm$  0,005 дюйма), соответственно, от поверхностей верхней и нижней полуформ, когда полуформы сомкнуты. Допустимое отклонение от среднего положения в результате износа не должно превышать  $\pm 0,25 \text{ мм}$  ( $\pm 0,010$  дюйма). Подходящее уплотнение должно быть предусмотрено в нижней полуформе, имеющей минимальный зазор и постоянный крутящий момент, когда аппарат приводится в действие без образца. Эксцентриситет или движение по инерции не может превышать 0,1 мм.

6.1.2.1 Износ ротора влияет на результаты испытания. Ротор с износом до диаметра меньше минимального диаметра, указанного в настоящем стандарте, не подлежит использованию.

6.1.2.2 *Привод ротора* – Диск должен вращаться относительно полуформ со скоростью 0,21 рад/с (2,0 оборота/м), если не указана другая скорость. Допустимое отклонение составляет  $\pm 0,002$  рад/с ( $\pm 0,02$  оборота/м).

6.1.2.3 *Остановка ротора* – Если требуется определить релаксацию напряжений, в приборе должно быть предусмотрено прекращение движения ротора в течение 0,1 с.

6.1.3 *Система измерения температуры* – Поскольку измерение температуры каучука в камере трудноосуществимо и нецелесообразно, температуру сомкнутых полуформ следует определять в отсутствие образца в условиях установленного ротора. Система измерения температуры должна включать платиновые резистивные датчики, термодпары или термисторы. Предпочтительны калиброванные платиновые резисторные датчики, измеряющие температуру с точностью до  $\pm 0,25 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{F}$ ). Что касается калиброванных термодпар (рекомендуются термодпары медь-константан, тип T0.25 мм или сортамент провода 30) и термисторов, то они должны измерять температуру с точностью до  $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $\pm 1 \text{ }^\circ\text{F}$ ). Датчик размещают в каждой полуформе для контролирования её температуры. Активный элемент датчика должен находиться на расстоянии от 3 мм до 5 мм (от 0,12 дюйма до 0,20 дюйма) от поверхности полуформы и на расстоянии от 15 мм до 20 мм (от 0,6 дюйма до 0,8 дюйма) от оси ротора.

6.1.4 *Система измерения крутящего момента* – Система измерения крутящего момента должна быть сконструирована так, чтобы показывать нулевой крутящий момент при вращении ротора в пустой полости и измерять  $(100 \pm 0,5)$  единиц Муни, когда к валу ротора прилагается вращающий момент  $8,30 \text{ Н}\cdot\text{м} \pm 0,02 \text{ Н}\cdot\text{м}$  ( $73,5 \pm 0,2$  фунт-сила/дюйм). Если требуется определить релаксацию напряжений, должен происходить возврат системы измерения крутящего момента на нуль при неподвижном роторе. При определении релаксации напряжений система измерения крутящего момента должна регистрировать крутящий момент с минимальной скоростью 1 показание в течение первых 6 с после остановки ротора; 1 показание каждые 3 с в течение следующих 24 с; 1 показание каждые 6 с в течение следующих 30 с; 1 показание каждые 12 с в течение оставшегося времени проведения испытания.

6.2 *Вальцы* – Для приготовления вальцованных проб применимы лабораторные вальцы, соответствующие требованиям методики стандарта D3182 и настроенные так, как описано в 7.2 настоящего стандарта.



## 7 Подготовка пробы

7.1 Кондиционируют пробу, полученную по методике стандарта D1485 или по методике стандарта D3896, до тех пор, пока она в полном объеме не достигнет комнатной температуры ( $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $73\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{F}$ )). В ходе производственных испытаний данные требования могут быть не выполнены. Если температура кондиционирования не соответствует нормированному диапазону, это необходимо указать при записи результатов испытаний, так как данное несоответствие может явиться причиной иных результатов. Идентичный процесс кондиционирования необходимо проводить для производственного тестирования стабильности результатов тестирования.

7.2 Пробу можно испытывать в том виде, в котором она получена, т.е. невальцованной, или подвергать вальцеванию. Более высокая степень внутривалцованности и межлабораторной воспроизводимости результатов измерений обычно достигается при испытании невальцованных проб. Проба может подвергаться вальцеванию для удаления пузырьков воздуха, уплотнения частиц или модифицирования материала, если это необходимо (например, из пробы рыхлого каучука или каучуковой крошки могли быть удалены пузырьки воздуха, и проведено уплотнение каучука путем прессования в прессе или на холодных вальцах при низких температурах. Пробу вальцуют, соблюдая этапы процедуры, описанные в 7.2, и условия, указанные в Таблице 1, в зависимости от типа испытываемого каучука. Когда образцы сложно вырезать из невальцованного материала, а вальцевание неприменимо, следует запросить у производителя материала рекомендации по альтернативной процедуре подготовки проб. Для получения наилучшей воспроизводимости результатов испытаний материал должен подвергаться минимальной обработке (сдвигу) во время подготовки пробы.

**Таблица 1 – Стандартные условия определения вязкости**

Тип каучука <sup>A</sup>	Подготовка пробы (см. пункты)	Температура, при которой проводится испытание, $^{\circ}\text{C}$ <sup>B</sup>	Время проведения испытания, мин <sup>C</sup>
IRM241	7.1 и 7.3	$100 \pm 0,5$ или $125 \pm 0,5$	8,0
Невальцованная проба	7.1 и 7.3	Использовать нижеуказанные условия в зависимости от типа испытываемого каучука	
НК	7.1 и 7.2.1 (если вальцованная проба)	$100 \pm 0,5$	4,0
Бутадиеновый каучук (BR) Хлоропреновый каучук (CR) Изопреновый каучук (IR) Бутадиенакрилонитрильный каучук (NBR) Бутадиенстирольный каучук (SBR)	7.1 и 7.2.2 (если вальцованная проба)	$100 \pm 0,5$	4,0
Бромбутиловый каучук (BIIR) Хлорированный бутилкаучук (CIIR) Бутилкаучук (IIR)	7.1 и 7.2.2 <sup>D</sup> (если вальцованная проба)	$100 \pm 0,5$ или $125 \pm 0,5$	8,0
Тройной этиленпропиленовый каучук (EPDM) Двойной сополимер этилена с пропиленом (EPM)	7.1 и 7.2.4 или 7.2.5 (если вальцованная проба)	$125 \pm 0,5$	4,0
Техуглеродсодержащая маточная смесь на основе СК	7.1 и 7.2.2 (если вальцованная проба)	$100 \pm 0,5$	4,0
Наполненная смесь с регенератным материалом	7.1 и 7.3		4,0
Разные	Если каучук относится к одной из вышеназванных групп, проводят соответствующее испытание. Если каучук не относится ни к одной из групп, необходимо разработать процедуру испытания.		

<sup>A</sup> См. методику D1418.

<sup>B</sup> Температуры, при которых проводятся испытания:  $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $212\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) или  $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $257\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{F}$ ).

<sup>C</sup> Время после стандартного 1-минутного прогрева, в течение которого определяют вязкость.

<sup>D</sup> Если в пробе нет видимых пузырьков воздуха, процедуру, описанную в 7.2.3, можно не выполнять.

7.2.1 Вальцуя пробы НК, пропускают пробу массой ( $250 \pm 5$ ) г между валками стандартных лабораторных вальцов, как описано в методике стандарта D3182. Температура валков составляет  $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $158\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 9\text{ }^{\circ}\text{F}$ ), а зазор между ними, определяемый с помощью свинцовых полосок, должен быть  $2,5\text{ мм} \pm 0,1\text{ мм}$  ( $0,1\text{ дюйма} \pm 0,005\text{ дюйма}$ ). Пробу не подвергают выдержке в промежутках между пропусками через вальцы и не оставляют на валках. Сворачивают пробу в рулон и немедленно помещают в вальцы в продольном направлении для очередного пропуска. Повторяют эту процедуру в общей сложности 10 раз. При десятом пропуске пробу листуют.



7.2.2 В случае вальцевания проб каучуков, отличающихся от НК, бутилкаучука, бромбутилового каучука, хлорированного бутилкаучука, тройного этиленпропиленового каучука и двойного сополимера этилена с пропиленом, пропускают пробу массой  $(250 \pm 5)$  г между валками стандартных лабораторных вальцов, как описано в методике стандарта D3182. Температура валков составляет  $50 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $122 \text{ }^\circ\text{F} \pm 9 \text{ }^\circ\text{F}$ ), а зазор между ними, определяемый с помощью свинцовых полосок, должен быть  $1,4 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$  ( $0,055 \text{ дюйма} \pm 0,005 \text{ дюйма}$ ). Пробу не подвергают выдержке в промежутках между пропусками через вальцы и не оставляют на валках. Немедленно складывают пробу пополам и помещают свёрнутым концом в вальцы для второго пропуска. Повторяют эту процедуру в общей сложности 9 раз. Не складывая пробу, немедленно помещают её в вальцы для десятого пропуска.

7.2.3 В случае вальцевания проб бутилкаучука, бромбутилового каучука или хлорированного бутилкаучука (например рассыпчатого каучука или каучуковой крошки) пропускают пробу массой  $250 \text{ г} \pm 5 \text{ г}$  между валками стандартных лабораторных вальцов, как описано в методике стандарта D3182. Температура валков составляет  $145 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $293 \text{ }^\circ\text{F} \pm 9 \text{ }^\circ\text{F}$ ), а зазор между ними, определяемый с помощью свинцовых полосок, должен быть  $1,5 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$  ( $0,055 \text{ дюйма} \pm 0,005 \text{ дюйма}$ ). Рекомендуются применение высокой температуры при вальцевании с целью уменьшения разбивки молекулярного веса вследствие пластикации. Пробу не подвергают выдержке в промежутках между пропусками через вальцы и не оставляют на валках. Её немедленно складывают пополам и помещают свёрнутым концом в вальцы для второго пропуска. Повторяют эту процедуру в общей сложности 9 раз. Не складывая пробу, немедленно помещают её в вальцы для десятого пропуска.

7.2.4 При испытании проб низкомолекулярного или аморфного EPDM и EPM пропускают пробу массой  $(250 \pm 5)$  г между валками стандартных лабораторных вальцов, как описано в методике стандарта D3182. Температура валков составляет  $50 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $122 \text{ }^\circ\text{F} \pm 9 \text{ }^\circ\text{F}$ ), а зазор между ними, определяемый с помощью свинцовых полосок, должен быть  $1,5 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$  ( $0,055 \text{ дюйма} \pm 0,005 \text{ дюйма}$ ). Пробу не подвергают выдержке в промежутках между пропусками через вальцы и не оставляют на валках. Её немедленно складывают пополам и помещают свёрнутым концом в вальцы для второго пропуска. Повторяют эту процедуру в общей сложности 9 раз. Устанавливают зазор между валками на  $3 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$  ( $0,125 \text{ дюйма} \pm 0,005 \text{ дюйма}$ ), складывают пробу пополам и пропускают её один раз.

7.2.5 При испытании проб высокомолекулярного или кристаллического EPDM и EPM пропускают пробу массой  $(250 \pm 5)$  г между валками стандартных лабораторных вальцов, как описано в методике D3182. Температура валков составляет  $145 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $293 \text{ }^\circ\text{F} \pm 9 \text{ }^\circ\text{F}$ ), а зазор между ними, определяемый с помощью свинцовых полосок, должен быть  $1,5 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$  ( $0,055 \text{ дюйма} \pm 0,005 \text{ дюйма}$ ). Пробу не подвергают выдержке в промежутках между пропусками через вальцы и не оставляют на валках. Её немедленно складывают пополам и помещают свёрнутым концом в вальцы для второго пропуска. Повторяют эту процедуру в общей сложности 9 раз. Устанавливают зазор между валками на  $3 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$  ( $0,125 \text{ дюйма} \pm 0,005 \text{ дюйма}$ ), складывают пробу пополам и пропускают её один раз.

7.2.6 При испытании проб кристаллического каучука, рыхлого каучука, каучуковой крошки или гранулированного каучука могут возникнуть затруднения при удерживании более крупных проб неуплотненного каучука между валками. Эффективность вальцевания можно повысить, используя пробу массой от 100 г до 150 г при температуре валков  $145 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $293 \text{ }^\circ\text{F} \pm 9 \text{ }^\circ\text{F}$ ). Для достижения более высокой степени внутрилабораторной сходимости и межлабораторной воспроизводимости результатов измерений следует соблюдать взаимно согласованную методику вальцевания.

7.3 *Невальцованная проба* – Невальцованную пробу готовят, отрезав от каучука заготовку размером приблизительно 60 мм x 150 мм x 10 мм (2 дюйма x 6 дюймов x 0,375 дюйма), из которой можно вырезать образец. Данный образец необходимо разрезать таким образом, чтобы позволить свести к минимуму работу с образцом.

7.4 *Проба для определения предвулканизационных характеристик* – Готовят резиновую смесь, как описано в методе испытания каучука определённого типа, или в соответствии с другой согласованной рецептурой или методикой.

## 8 Испытываемый образец

8.1 *Кондиционирование* – Кондиционируют невальцованные образцы до тех пор, пока они в полном объёме не достигнут комнатной температуры ( $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $73 \text{ }^\circ\text{F} \pm 5 \text{ }^\circ\text{F}$ )). Вальцованные образцы оставляют при комнатной температуре не менее чем на 30 мин перед измерением вязкости.



8.2 *Приготовление образца* – Образец должен состоять из двух испытываемых частей материала общим объёмом  $(25 \pm 3) \text{ см}^3$ . Такой объём образца превышает объём камеры приблизительно в 1,5 раза (в 1,45 раза при использовании маленького ротора и в 1,67 раза в случае применения большого ротора) и должен обеспечить полное заполнение полости. Для удобства можно вычислить массу испытываемого образца требуемого объёма:

$$m = v \times d = 25 \text{ см}^3 \times d, \quad (1)$$

где:

$m$  – масса, г;

$v$  – объём,  $\text{см}^3 = 25 \text{ см}^3$ ;

$d$  – плотность,  $\text{мг/м}^3$  ( $\text{г/см}^3$ ).

ПРИМЕЧАНИЕ 5 – Значения, выраженные в  $\text{мг/м}^3$  или  $\text{г/см}^3$ , эквивалентны.

8.2.1 Две части испытываемого образца вырезают из приготовленной пробы таким размером, чтобы они помещались в полость камеры, не выступая из неё перед закрытием вискозиметра. Испытываемые части диаметром 45 мм (1,75 дюйма) можно вырезать штанцевым ножом. При необходимости перед вырезанием образцов допустимо сложить стопкой вальцованные или невальцованные листы для получения толщины приблизительно 10 мм. Отверстие, пробитое в центре одной из испытываемых частей, даёт возможность центрировать роторный стержень. Недопустимо перемещать образец вокруг роторного стержня путём его срезания в поперечном направлении. При испытании низковязких или липких материалов между образцом и стенкой полости можно класть плёнку толщиной приблизительно 0,025 мм (0,001 дюйма), которая не должна реагировать с образцом. Плёнка может быть из таких материалов как целлофан<sup>5</sup>, полиэфир, нейлон, полиэтилен высокой плотности (только при температуре 100 °C), гладкая ткань без покрытия и другие подобные материалы. Испытываемый образец по возможности не должен содержать воздух и летучие вещества, а также раковин, в которые могут попадать газы с поверхностей ротора или полуформ.

ПРИМЕЧАНИЕ 6 – Для фторкаучука предпочтительна нейлоновая плёнка. Установлено, что между результатами испытаний, полученными при использовании такой плёнки и без плёнки, существует наименьшее расхождение, особенно при испытании каучука, содержащего вулканизирующие вещества.

8.2.2 Поскольку значение вязкости зависит от способа приготовления образца и условий его выдерживания перед испытанием, необходимо готовить образец в строгом соответствии с методикой, описанной в данном стандарте, или при соблюдении любой другой согласованной методики, если нужно сравнить результаты.

## 9 Калибровка

9.1 Вискозиметр со сдвиговым диском подвергают калибровке каждый раз, когда сомневаются в точности результатов испытаний; после очередного ремонта аппарата; перед проведением любой межлабораторной программы испытаний; перед испытанием образцов, по которым возникают разногласия. Довольно часто калибровочные работы выполняются в целях поддержания надлежащей калибровки прибора.

9.2 Вискозиметр со сдвиговым диском надлежит калибровать во время работы прибора в условиях температуры, при которой обычно проводится испытание. Вискозиметр должен быть настроен так, чтобы он показывал нулевой крутящий момент, когда он работает в отсутствие образца, и значение  $100 \pm 0,5$ , когда к роторному валу прилагается крутящий момент 8,30 Н·м  $\pm 0,02$  Н·м (73,5 фунт-сила/дюйм  $\pm 0,2$  фунт-сила/дюйм). Крутящий момент 0,083 Н·м (0,735 фунт-сила/дюйм) эквивалентен 1 единице Муни.

ПРИМЕЧАНИЕ 7 – Промышленный эталонный материал ASTM (IRM 241, бутылкаучук) рекомендуется использовать для повседневной проверки функционирования вискозиметра. Использование этого каучука и любого другого эталонного каучука не может заменить механическую калибровку, описанную в данном разделе стандарта

<sup>5</sup> В настоящее время комитету известен один поставщик целлофановой плёнки, CCS 160 и CCS 160P (с отверстием для ротора): Corporate Consulting Service, Inc. (1145 Highbrook Ave., Akron, OH 44301; website: www.CCSI-inc.com). Данные по другим поставщикам следует направлять в штаб-квартиру ASTM International. Они будут рассмотрены на заседании соответствующего технического комитета, на котором заявитель может присутствовать.



## Часть А – Определение вязкости по Муни

### 10 Проведение испытания

10.1 Выбирают ротор для использования при проведении испытания. Большой ротор следует использовать, если вязкость по Муни не превышает крутящий момент, который может быть развит в приборе, или, когда происходит или предполагается проскальзывание образца. Однако если проскальзывание имеет место при использовании большого ротора, переход на ротор меньшего размера, возможно, не исключит проблему.

10.2 Установив ротор, регулируют температуру сомкнутых полуформ, при которой проводится испытание, в зависимости от типа анализируемого каучука, как указано в Таблице 1. Расхождение между температурами двух полуформ должно быть в пределах 0,5 °C (1 °F).

10.3 Выполняют регулировку так, чтобы указатель крутящего момента был на нуле, когда вискозиметр с установленным ротором работает в отсутствие образца. Затем останавливают вращение диска. Такая регулировка должна выполняться при разомкнутых полуформах, если аппарат снабжён пружинами для выталкивания ротора (так что между ротором и верхней полуформой нет трения), и при сомкнутых полуформах для аппаратов всех других типов.

ПРИМЕЧАНИЕ 8 – Если вискозиметр имеет уплотнение между роторным стержнем и полуформой, может потребоваться частая настройка нуля из-за изменения трения между роторным стержнем и уплотнением.

10.4 Извлекают нагретый ротор из тщательно кондиционированной камеры, быстро вставляют стержень в центр одной из испытываемых частей и снова устанавливают ротор в вискозиметре. Помещают вторую испытываемую часть в центре ротора, немедленно смыкают полуформы и включают таймер.

ПРИМЕЧАНИЕ 9 – Латунный рычаг с плоским концом нужно использовать для извлечения ротора в целях предотвращения повреждения ротора или полуформ. Следует соблюдать осторожность во избежание образования отложений каучука на роторном стержне для минимизации загрязнения приводной системы.

10.5 Прогревают образец в камере вискозиметра, образованной сомкнутыми полуформами, в течение ровно 1 мин, затем запускают двигатель, приводящий в действие ротор. Для экспериментальных полимеров и очень твёрдых материалов может потребоваться более длительное время прогрева.

10.6 Рекомендуется, чтобы значения вязкости непрерывно регистрировались в течение времени, указанного в Таблице 1 для каучуков разных типов. Если не используется самописец, ведут наблюдение за циферблатным индикатором или цифровым дисплеем непрерывно в течение 30-секундного интервала, предшествующего завершению заданного времени снятия показаний. Минимальное значение, зарегистрированное с точностью до целого числа в течение этого интервала, регистрируют как вязкость. Время проведения испытания не должно быть менее 2 мин.

ПРИМЕЧАНИЕ 10 – Между градиентами температуры и скоростями теплопередачи существуют незначительные расхождения при использовании разных аппаратов, особенно в случае неодинаковых типов нагрева. В связи с этим можно предполагать, что значения вязкости, полученные при испытании каучука в разных аппаратах, могут быть более сопоставимыми, если они зарегистрированы после достижения температурного равновесия образцов. Обычно это условие достигается через 10 мин после закрытия аппарата, в котором находится образец. При испытании большей части каучуков значение вязкости изменяется незначительно при разном времени прогрева образцов в приборе при условии регистрации вязкости в заданный период времени.

### 11 Протокол

11.1 Протокол испытания по определению вязкости должен включать нижеуказанные данные.

11.1.1 Идентификация образца.

11.1.2 Способ приготовления образца: U – невальцованный; M – вальцованный; C – резиновая смесь. В случае использования методик испытания, отличающихся от указанных в 7.2 или 7.3 необходимо указать это в протоколе.

11.1.3 Значение вязкости по Муни с точностью до целого числа для аналоговых приборов. Приборы с цифровым дисплеем могут показывать результаты с точностью до 0,1 единиц по Муни.

11.1.3.1 Необходимо указать измеренное значение вязкости по Муни. Значения, зарегистрированные при использовании одного ротора, не должны преобразовываться в эквивалентные значения, которые можно получить при использовании другого ротора, т.к. взаимосвязь между роторами может изменяться в зависимости от типа каучука и условий проведения испытаний. Если требуется точная взаимосвязь, она должна быть установлена для каждого каучука и каждой совокупности условий проведения испытаний.

11.1.4 Размер ротора (L – большой ротор; S – маленький ротор).

11.1.5 Время прогрева образца в аппарате перед пуском двигателя, мин.



- 11.1.6 Время, в течение которого регистрируются значения вязкости после пуска двигателя, мин.
- 11.1.7 Температура, при которой проводится испытание.
- 11.1.8 Скорость ротора, если она составляет не 0,20 рад/с (2,0 оборота/мин).
- 11.1.9 Тип плёнки, если она применялась.
- 11.1.10 Тип использованного прибора и его производитель.

ПРИМЕЧАНИЕ 11 – Пример, иллюстрирующий представление результатов типичного испытания:  
50 – UML 1+4 (100 °C)  
при использовании полиэтиленовой плёнки  
и прибора Monsanto MV2000,

где:

- 50 – значение вязкости;
- U – невальцованный образец;
- M – Муни;
- L – большой ротор (S – маленький ротор);
- 1 – время прогрева образца в аппарате перед пуском двигателя, мин;
- 4 – время после пуска двигателя, в течение которого снимаются показания прибора, мин;
- 100 °C – температура, при которой проводится испытание.

## Часть В – Определение релаксации напряжений

### 12 Проведение испытания

12.1 Определение релаксации напряжений выполняется после оценки вязкости, как описано в Разделе 10.

12.2 По завершении определения вязкости останавливают вращение диска за 0,1 с, устанавливают указатель крутящего момента на нуль при неподвижном роторе, регистрируют крутящий момент с минимальной скоростью, как указано в 6.1.4. Данные по релаксации напряжений, как правило, начинают собирать через 1 с после остановки ротора и регистрируют не менее 1 мин со времени остановки ротора. Типичный график зависимости крутящего момента от времени, построенный на основе результатов определения вязкости по Муни и релаксации напряжений, представлен на рисунке 2.

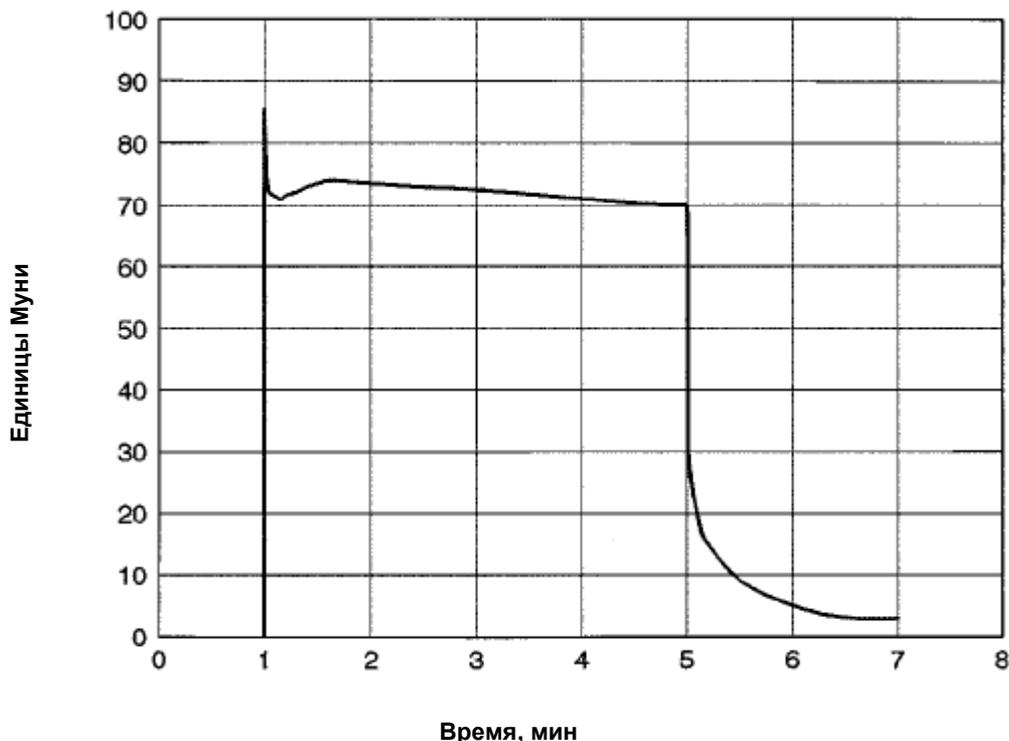


Рисунок 2 – Кривая крутящего момента, построенная при определении вязкости по Муни и релаксации напряжений



ПРИМЕЧАНИЕ 12 – Установка указателя крутящего момента на нуль при неподвижном роторе необходима в связи с тем, что динамический нуль, используемый при определении вязкости, приводит к отрицательному значению крутящего момента, если напряжения, которым подвергается материал, полностью сняты при неподвижном диске. При испытании большей части полимеров понижение крутящего момента происходит так быстро, что остановка ротора, повторная установка на нуль и регистрация понижающегося крутящего момента должны контролироваться автоматически.

### 12.3 Анализ результатов определения релаксации напряжений

12.3.1 Анализ результатов оценки релаксации напряжений (крутящий момент в зависимости от времени) включает (1) построение графика крутящего момента (единицы Муни) в зависимости от времени (как правило, график приобретает форму графика в двойном логарифмическом масштабе, показанного на рисунке 3); (2) вычисление констант степенной модели реакции материала, как иллюстрируется уравнением 2:

$$M = k(t)^a, \quad (2)$$

где:

$M$  – единицы Муни (крутящий момент) во время определения релаксации напряжений;

$t$  – время релаксации напряжений, с;

$k$  – константа, равная крутящему моменту в единицах Муни через 1 с после остановки диска;

$a$  – экспонента, обуславливающая скорость релаксации напряжений.

12.3.2 Если уравнение 2 преобразуют, взяв логарифм обеих частей, получают уравнение 3:

$$\log M = a(\log t) + \log k \quad (3)$$

Уравнение 3 имеет форму линейного регрессионного уравнения, в котором значение  $a$  равно наклону;  $\log k$  равен отсекаемому на оси отрезку;  $\log M$  и  $\log t$ , – соответственно, зависимая и независимая переменные. На графике зависимости  $\log M$  от  $\log t$ , показанном на рисунке 3, наклон графика ( $\log M/\log t$ ) равен  $a$ . Корреляционный коэффициент ( $r$ ) из регрессионного уравнения тоже должен быть вычислен.

12.3.3 Площадь под кривой релаксации напряжений от времени начала испытания ( $t_0$ ) до времени его завершения ( $t_f$ ) можно вычислить по уравнению 4:

$$A = \frac{k}{(a + 1)} [t_f^{(a+1)} - t_0^{(a+1)}], \quad (a \neq -1.000) \quad (4)$$

где:

$A$  – площадь под кривой релаксации напряжений от времени начала испытания ( $t_0$ ) до времени его завершения ( $t_f$ ) (единицы Муни-секунды);

$t_0$  – время начала определения релаксации напряжений, с;

$t_f$  – суммарное время испытания по определению релаксации напряжений, с.

12.3.3.1 Если наклон  $a = -1,000$ , уравнение 4 заменяют уравнением 5:

$$A = k [\ln(t_f/t_0)] \quad (a = -1,000) \quad (5)$$

Релаксация напряжений

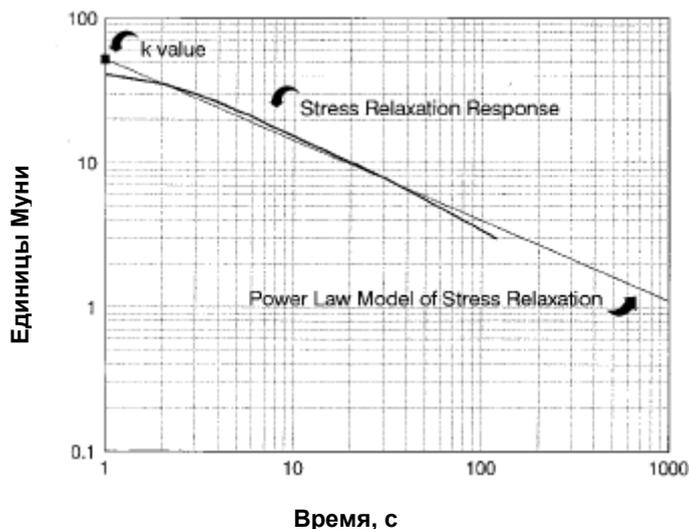


Рисунок 3 – График зависимости логарифма единиц Муни от логарифма времени, построенный по результатам определения релаксации напряжений

### 13 Протокол

13.1 В протокол испытания по определению релаксации напряжений включают нижеуказанную информацию.

13.1.1 Полный отчет по испытанию в целях определения вязкости (Часть А).

13.1.2 Продолжительность испытания по определению релаксации напряжений, с.

13.1.3 Одна или большее число измерительных точек на графике релаксации напряжений.

13.1.3.1 Время, s, от остановки диска до понижения вязкости по Муни на  $x$  %,  $t_x$ .

13.1.3.2 Процентное снижение вязкости по Муни по истечении  $y$  секунд после остановки диска,  $X_y$  %.

13.1.3.3 Значения экспоненты  $a$ , константы  $k$ , корреляционного коэффициента  $r$  по расчетам для степенной модели релаксации напряжений.

13.1.3.4 Значение  $A$ , (M-s), площади под кривой релаксации напряжений для временного интервала от 1 с до  $t_f$  (время завершения определения релаксации напряжений).

ПРИМЕЧАНИЕ 13 – Пример, иллюстрирующий представление результатов определения релаксации напряжений:

50 = ML 1 + 4 (100 °C) + 120 s SR

$t_{80}$  = 16,0 s релаксации напряжений для понижения вязкости по Муни на 80 %;

$X_{30}$  = Понижение вязкости по Муни на 86,1 % по истечении 30 с после остановки диска;

Степенная модель понижения вязкости по Муни:

$k$  = 48,0

$a$  = -0,5805

$r$  = 0,9946

$A$  = 738 M-s

## Часть С – Определение предвулканизационных характеристик

### 14 Проведение испытания

14.1 Регулируют температуру сомкнутых полуформ при установленном роторе до уровня температуры, при которой проводится испытание. Рекомендуется проводить испытания при температурах, указанных в методике стандарта D1349, от 70 °C (158 °F) и выше. При необходимости применимы другие температуры. Оптимальной является температура, при которой требуемое повышение единиц Муни происходит в интервале времени от 10 мин до 20 мин.



14.2 Выполняют регулировку так, чтобы указатель крутящего момента был на нуле, когда вискозиметр с установленным ротором работает в отсутствии образца. Затем останавливают вращение диска. Такая регулировка должна выполняться при разомкнутых полуформах, если аппарат снабжён пружинами для выталкивания ротора (так что между ротором и верхней полуформой нет трения), и при сомкнутых полуформах для аппаратов всех других типов (ПРИМЕЧАНИЕ 8).

14.3 Извлекают нагретый ротор из тщательно кондиционированной камеры, быстро вставляют стержень в центр одной из испытываемых частей и снова устанавливают ротор в вискозиметр. Помещают вторую испытываемую часть в центре ротора, немедленно смыкают полуформы и включают таймер (ПРИМЕЧАНИЕ 9).

14.4 Измеряют время с момента смыкания полуформ и через 1 мин запускают ротор, если не оговариваются другие условия. Регистрируют вязкость непрерывно или снимают число показаний, достаточное для построения полной кривой зависимости вязкости от времени, как показано на рисунке 4. Регистрируют нижеуказанные данные:

14.4.1 Минимальную вязкость.

14.4.2 Время, необходимое для заданного повышения вязкости от минимального значения. Если используется маленький ротор, заданное повышение вязкости составляет 3 единицы с обозначением времени как  $t_3$ . Когда применяется большой ротор, заданное повышение составляет 5 единиц с обозначением времени как  $t_5$ .

14.4.3 Время, необходимое для повышения минимальной вязкости на большее заданное число единиц. Если используется маленький ротор, заданное повышение вязкости составляет 18 единиц с обозначением времени как  $t_{18}$ . Когда применяется большой ротор, заданное повышение составляет 35 единиц с обозначением времени как  $t_{35}$ .

14.4.4 Показатель вулканизации, выражаемый, как указано ниже:

Для маленьких роторов:

$$\Delta t_s = t_{18} - t_3 \quad (6)$$

Для больших роторов:

$$\Delta t_L = t_{35} - t_5 \quad (7)$$

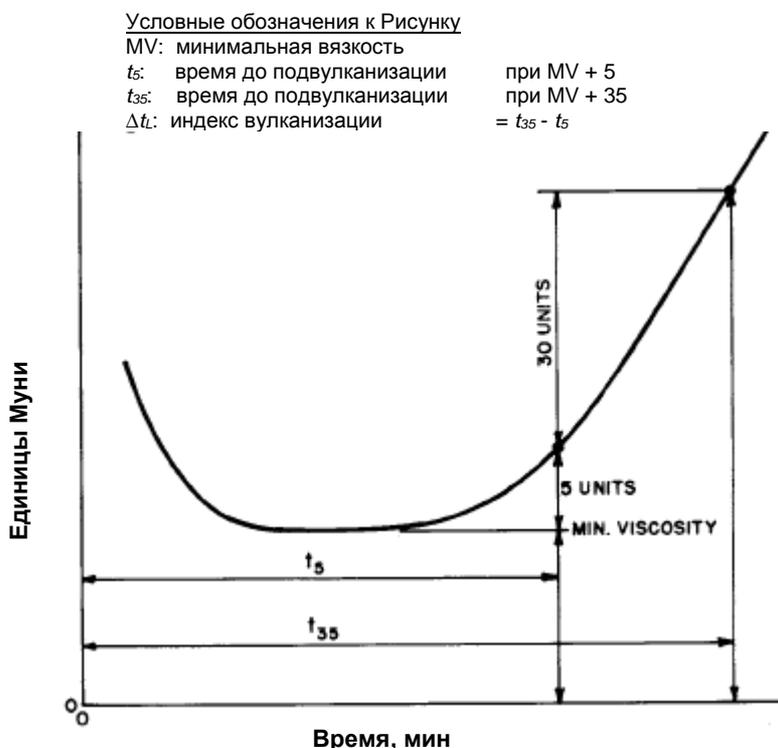


Рисунок 4 – Типичная кривая предвулканизационных характеристик при использовании большого ротора

Min. Viscosity – минимальная вязкость; 5 units – 5 единиц; 30 units – 30 единиц.



## 15 Протокол

15.1 В протокол по результатам оценки предвулканизационных характеристик включают нижеуказанные данные (при решении спорных вопросов необходимо представить кривую зависимости вязкости от времени):

- 15.1.1 Идентификацию пробы и образца.
- 15.1.2 Температуру, при которой проводится испытание.
- 15.1.3 Размер ротора.
- 15.1.4 Минимальную вязкость.
- 15.1.5  $t_3$  или  $t_5$ .
- 15.1.6  $t_{18}$  или  $t_{35}$ .
- 15.1.7 Показатель вулканизации.
- 15.1.8 Модель использованного аппарата и его производитель.

ПРИМЕЧАНИЕ 14 – Низкое значение показателя вулканизации свидетельствует о высокой скорости вулканизации. Высокое значение показателя вулканизации, соответственно, указывает на низкую скорость вулканизации. Между значениями вулканизационных характеристик, указанных 15.1.5, 15.1.6 и 15.1.7, могут быть значительные расхождения, если результаты получают, испытывая одну и ту же смесь при использовании большого и маленького роторов.

## 16 Прецизионность и отклонение <sup>6</sup>

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

16.2 Данные, представленные в настоящем разделе по прецизионности и отклонению, дают оценку прецизионности данного метода испытания при использовании материалов, которые применялись для определения точности. Параметры прецизионности не должны использоваться для испытаний, проводимых с целью приёмки или отказа в приёмке любой группы материалов, в отсутствие документального подтверждения их применимости к этим конкретным материалам и специфических протоколов испытаний.

16.3 Прецизионность данного метода испытания может быть выражена в виде нижепредставленных формулировок, в которых используется надлежащее значение  $r$ ,  $R$ , ( $r$ ) или ( $R$ ), связанное с материалом или средним уровнем в таблицах по прецизионности при проведении типовых испытаний.

16.3.1 *Сходимость* – Два результата однократных испытаний, проведённых в одной лаборатории в условиях выполнения нормальных процедур испытания, разность между которыми превышает соответствующее значение  $r$  (для любого заданного уровня), должны считаться как полученные при испытании разных или неидентичных совокупностей, из которых делалась выборка.

16.3.2 *Воспроизводимость* – Два результата однократных испытаний, проведённых в двух разных лабораториях при условии выполнения нормальных процедур испытания, разность между которыми превышает соответствующее значение  $R$  (для любого заданного уровня), должны считаться как полученные при испытании разных или неидентичных совокупностей, из которых делалась выборка.

16.3.3 Для сходимости и воспроизводимости, выраженным в процентах от среднего уровня и обозначенным как ( $r$ ) или ( $R$ ), используют формулировки, аналогичные формулировкам для  $r$  и  $R$ . В формулировках для ( $r$ ) и ( $R$ ) разность между двумя результатами однократных испытаний выражается как процент среднеарифметического значения двух результатов.

16.4 В Таблице 2 представлена информация по программам испытаний по определению прецизионности для составления данного раздела по прецизионности и отклонению. Прецизионность метода определения вязкости по Муни сравнивали на примере использования вальцованных и невальцованных образцов. Межлабораторные испытания по оценке прецизионности данного метода испытания проводились в разное время. Программа 1 была проведена в первой половине 1989 года, Программу 2 выполнили во второй половине 1989 года. Обе Программы испытаний осуществлялись в целях оценки прецизионности Типа 1, при определении которой не требуется переработка материалов, приготовление резиновых смесей и любые другие операции, связанные с подготовкой испытываемых проб в любой отдельной лаборатории.

<sup>6</sup> Данные по оценке точности можно получить в штаб-квартире ASTM International, запросив научно-исследовательский отчёт (RR:D11-1045).



**Таблица 2 – Информация по каучукам и резиновым смесям, использованным в Программах по определению прецизионности данных методов**

Программы 1 и 2 – Каучуки, использованные для оценки прецизионности метода определения вязкости по Муни			
Каучук или материал	Описание	Температура, при которой проводится испытание, °C	Другие данные
1	IIR (бутилкаучук), IRM 241 bp	100	ML-1+8
2	TSR-20 (натуральный каучук, соответствующий определённым техническим требованиям)	100	ML-1+4
3	BR 220 (бутадиеновый каучук)	100	ML-1+4
4	NBR-CLT (бутадиенакрилонитрильный каучук)	100	ML-1+4
5	SBR 1712 (маслонаполненный БСК)	100	ML-1+4
6	CR-S3 (хлоропреновый каучук)	100	ML-1+4
7	EPDM 538 (тройной этиленпропиленовый каучук)	125	ML-1+4
8	EPDM 6505 (тройной этиленпропиленовый каучук)	125	ML-1+4
9	SBR 1848 (БСК, наполненный техуглеродом и маслом)	100	ML-1+4
10	SBR 1815 (БСК, наполненный техуглеродом и маслом)	100	ML-1+4
Программа 3 – Каучуки, использованные для оценки прецизионности метода определения релаксации напряжений			
Каучук или материал	Описание	Температура, при которой проводится испытание, °C	Другие данные
1	IIR (бутилкаучук), IRM 241a	100	ML-1+8, 2 m SR
2	SMR L (натуральный каучук)	100	ML-1+4, 2m SR
3	SBR 1500, SRM 386j	100	ML-1+4, 2m SR
4	EPDM 7006 (тройной этиленпропиленовый каучук)	125	ML-1+4, 2m SR
5	EPDM 70A (тройной этиленпропиленовый каучук)	125	ML-1+4, 2m SR
Программа 4 – Резиновые смеси, использованные для оценки прецизионности метода определения предвулканизационных характеристик			
Каучук или материал	Описание	Температура, при которой проводится испытание, °C	Размер ротора
1	SBR 1505, D3185: рецептура, смесительные вальцы	150	Маленький
2	SBR 1500, D3185: рецептура, смесительные вальцы	150	Маленький
3	SBR 1849, D3186: рецептура, смесительные вальцы	150	Большой
4	SBR 3651, D3186: рецептура, смесительные вальцы	150	Большой

16.4.1 Представлена прецизионность Типа 1, хотя в некоторых случаях перед проведением испытания выполнялось вальцевание пробы, как описано в 7 настоящего стандарта.

16.4.2 В рамках Программы 1, 15 лабораторий, принимавших участие в оценке вязкости по Муни, испытывали вальцованные и невальцованные образцы 7 разных каучуков (материалов) в каждый из двух дней, отведенных на испытание.

16.4.3 12 лабораторий, принимавших участие в Программе 2, проводившейся для оценки прецизионности метода определения вязкости по Муни, испытывали вальцованные и невальцованные образцы трёх разных каучуков

16.4.4 IRM 241b подвергался испытаниям в 21 лаборатории в 1977 году, что было частью аттестационной оценки материала в качестве промышленного эталонного материала (IRM). Результаты испытаний, полученные при 125 °C и 100 °C, отображены в Таблице 3.

16.5 Межлабораторные испытания по оценке точности Типа 1, касающейся метода определения релаксации напряжений, проводились в рамках Программы 3 в 1996 году. Все образцы, готовившиеся в одной лаборатории, не подвергались вальцеванию.

16.5.1 При осуществлении Программы 3, 10 лабораторий участвовали в испытаниях по определению релаксации напряжений непосредственно после оценки вязкости по Муни, используя образцы 5 каучуков (материалов) в каждый из двух дней.

16.6 Межлабораторные испытания по определению прецизионности результатов оценки предвулканизационных характеристик по Муни проводились в рамках Программы 4 в 1982 году. Это была Программа по оценке прецизионности Типа 1. Все испытанные резиновые смеси готовили в одной лаборатории по методикам, описанным в методах испытаний стандартов D3185 и D3186.

16.7 Результаты по прецизионности и отклонению для Части А (вязкость), Части В (релаксация напряжений) и Части С (предвулканизационные характеристики) представлены в данном разделе стандарта. Параметры прецизионности результатов определения вязкости по Муни (Часть А) указаны в Таблицах 3 и 4. Таблица 5 содержит параметры прецизионности результатов оценки релаксации напряжений (Часть В). Параметры прецизионности результатов оценки предвулканизационных характеристик (Часть С) включены в Таблицу 6.



16.7.1 В рамках Программы 4, 11 лабораторий принимали участие в испытаниях по оценке предвулканизационных характеристик, используя 4 резиновых смеси (материала) в каждый из двух дней, отведённых на испытание.

16.8 Во всех Программах испытаний за результат испытания принимали значение, полученное при однократном измерении или определении с использованием вискозиметра Муни.

16.9 *Прецизионность метода определения вязкости по Муни при испытании ненаполненных каучуков* – Сходимость и воспроизводимость результатов определения вязкости по Муни ненаполненных каучуков (а также соответствующие среднеквадратические отклонения) представлены в Таблице 3. Для всех испытанных материалов, за исключением материала с наименьшей вязкостью (BR-220), прецизионность выше в случае невальцованных образцов по сравнению с прецизионностью, достигаемой при испытании вальцованных образцов. Значения  $r$  и  $R$  меняются в зависимости от типа испытываемого материала. Прецизионность, выраженная в процентах от среднего значения, ( $r$ ) и ( $R$ ), по существу, не зависела от уровня вязкости.

16.10 *Прецизионность метода определения вязкости по Муни при испытании техуглеродсодержащих маточных смесей* – Сходимость и воспроизводимость результатов определения вязкости по Муни двух техуглеродсодержащих маточных смесей (а также соответствующие среднеквадратические отклонения) представлены в Таблице 4. Результаты испытаний маточных смесей показали, что прецизионность выше в случае невальцованных образцов по сравнению с прецизионностью, достигаемой при испытании вальцованных образцов. Значения  $r$  и  $R$  меняются в зависимости от типа испытываемого материала. Прецизионность, выраженная в процентах от среднего значения, ( $r$ ) и ( $R$ ), по существу, не зависела от уровня вязкости.

16.11 *Прецизионность метода определения релаксация напряжений по Муни при испытании сырых каучуков и резиновых смесей* – Сходимость и воспроизводимость результатов определения релаксации напряжений испытанных материалов (а также соответствующие среднеквадратические отклонения) представлены в Таблице 5. Значения  $r$  и  $R$  меняются в зависимости от типа материала. Прецизионность, выраженная в процентах от среднего значения, ( $r$ ) и ( $R$ ), была наибольшей для материалов с наибольшими скоростями понижения вязкости (высокие значения отрицательного наклона) и наименьшими значениями величины отрезка, отсекаемого графиком релаксации напряжений на оси ординат.

16.12 *Прецизионность метода определения предвулканизационных характеристик по Муни:*

16.12.1 Для определения предвулканизационных характеристик по Муни готовили 4 резиновые смеси, как указано в Таблице 2, в которой представлена также информация по составу смесей и размеру ротора. Все определения предвулканизационных характеристик проводились при температуре 150 °C (302 °F).

16.12.2 Таблица 6 содержит сведения по сходимости и воспроизводимости результатов оценки предвулканизационных характеристик: минимальной вязкости, времени подвулканизации и показателя вулканизации. В диапазоне значений (уровней) показателей установлено общее увеличение  $r$  и  $R$  по мере увеличения среднего уровня. Значительное повышение ( $r$ ) и ( $R$ ) не обнаружено.

16.13 *Отклонение* – По терминологии методов испытаний отклонение есть разность между средним значением по результатам испытаний и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Для настоящего метода испытания опорных значений не существует, так как значение или уровень определяемого свойства оценивают исключительно данным методом испытания. Поэтому отклонение не может быть определено.



**Таблица 3 – Прецизионность результатов определения вязкости по Муни ненаполненных каучуков – Тип 1**

Материал	Часть А – Пробы, подготовленные без вальцевания						
	Средний уровень	Внутрилабораторная <sup>Б</sup>			Межлабораторная <sup>Б</sup>		
		S <sub>r</sub>	r	(r)	S <sub>R</sub>	R	(R)
BR-220	41,0	0,244	0,691	1,69	0,785	2,222	5,42
SBR 1712	44,8	0,731	2,067	4,61	1,043	2,950	6,58
CR-S3 <sup>А</sup>	54,3	0,664	1,880	3,46	1,045	2,958	5,45
EPDM 6505	53,0	0,358	1,012	1,91	1,449	4,100	7,73
NBR-CLT	66,6	0,618	1,748	2,62	1,362	3,854	5,78
EPDM 538 <sup>А</sup>	71,3	0,838	2,370	3,31	1,447	4,096	5,73
TSR-20 (NR)	<u>96,0</u>	<u>0,769</u>	<u>2,176</u>	<u>2,27</u>	<u>1,136</u>	<u>3,214</u>	<u>3,35</u>
Усреднённые значения	61,0	0,637	1,802	2,95	1,448	4,098	6,72
IIR (IRM 241b), ML+8@125°C	49,8	0,546	1,545	3,10	0,921	2,606	5,23
IIR (IRM 241b), ML+8@100°C	72,5	0,637	1,803	2,49	1,493	4,225	5,83

Материал	Часть В – Пробы, подготовленные с вальцеванием						
	Средний уровень	Внутрилабораторная <sup>Б</sup>			Межлабораторная <sup>Б</sup>		
		S <sub>r</sub>	r	(r)	S <sub>R</sub>	R	(R)
BR-220	40,3	0,338	0,955	2,37	0,701	1,983	4,92
SBR 1712	47,4	1,135	3,212	6,77	1,925	5,447	11,49
CR-S3	48,8	1,377	3,897	7,97	2,257	6,387	13,06
EPDM 6505	51,4	0,611	1,729	3,37	1,647	4,662	9,07
NBR-CLT	67,0	0,768	2,174	3,26	1,853	5,244	7,87
EPDM 538	70,9	1,493	4,224	6,15	2,275	6,437	9,37
TSR-20 (NR)	<u>91,3</u>	<u>1,193</u>	<u>3,375</u>	<u>3,79</u>	<u>1,909</u>	<u>5,403</u>	<u>6,07</u>
Усреднённые значения	59,6	1,063	3,009	5,05	1,862	5,268	8,84

<sup>А</sup> Невальцованную испытываемую пробу хлоропренового каучука готовили, укладывая слоями куски каучука выше и ниже ротора. Невальцованную испытываемую пробу EPDM 538 (рыхлая каучуковая крошка) готовили путём уплотнения каучука в прессе, нагретом до 100 °С, в течение 5 мин перед вырезанием.

<sup>Б</sup> S<sub>r</sub> – среднеквадратическое отклонение сходимости.

r – сходимость = 2,83 x (корень квадратный из дисперсии сходимости).

(r) – сходимость в процентах от среднего значения по материалу.

S<sub>R</sub> – среднеквадратическое отклонение воспроизводимости.

R – воспроизводимость = 2,83 x (корень квадратный из дисперсии воспроизводимости).

(R) – воспроизводимость в процентах от среднего значения по материалу.

**Таблица 4 – Прецизионность результатов определения вязкости по Муни тегулеродсодержащих маточных смесей – Тип 1**

Материал	Часть А – Пробы, подготовленные без вальцевания						
	Средний уровень	Внутрилабораторная <sup>А</sup>			Межлабораторная <sup>А</sup>		
		S <sub>r</sub>	r	(r)	S <sub>R</sub>	R	(R)
SBR 1848	120,8	2,268	6,419	5,31	5,178	14,652	12,13
SBR 1815	98,6	1,171	3,312	3,36	2,534	7,170	7,27

Материал	Часть В – Пробы, подготовленные с вальцеванием						
	Средний уровень	Внутрилабораторная <sup>А</sup>			Межлабораторная <sup>А</sup>		
		S <sub>r</sub>	r	(r)	S <sub>R</sub>	R	(R)
SBR 1848	74,6	2,791	7,897	10,59	5,433	15,376	20,61
SBR 1815	61,0	1,667	4,718	7,74	4,169	11,797	19,34

<sup>А</sup> S<sub>r</sub> – среднеквадратическое отклонение сходимости.

r – сходимость = 2,83 x (корень квадратный из дисперсии сходимости).

(r) – сходимость в процентах от среднего значения по материалу.

S<sub>R</sub> – среднеквадратическое отклонение воспроизводимости.

R – воспроизводимость = 2,83 x (корень квадратный из дисперсии воспроизводимости).

(R) – воспроизводимость в процентах от среднего значения по материалу.



Таблица 5 – Прецизионность результатов определения релаксации напряжений по Муни – Тип 1

Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная <sup>A</sup>			Межлабораторная <sup>A</sup>		
		S <sub>r</sub>	r	(r)	S <sub>R</sub>	R	(R)
Часть А – Наклон графика релаксации напряжений (единицы Муни/минута)							
SMR L (NR)	-0,1810	0,0059	0,0168	9,28	0,0114	0,032	17,79
SBR 1500 (SRM 386)	-0,3582	0,0042	0,0120	3,35	0,0143	0,041	11,36
IIR (IRM 241a Butyl)	-0,5081	0,0067	0,0189	3,72	0,0178	0,050	9,92
EPDM 70A	-0,5385	0,0098	0,0280	5,29	0,0370	0,105	19,52
EPDM 7006	-0,9561	0,0680	0,1940	20,29	0,2060	0,584	61,00
Часть В – Отрезок, отсекаемый на оси ординат графиком релаксации напряжений (единицы Муни)							
SMR L (NR)	69,97	0,749	2,120	3,03	2,849	8,060	11,53
SBR 1500 (SRM 386)	31,70	1,192	3,370	10,63	1,630	4,620	14,55
IIR (IRM 241a Butyl)	56,02	0,855	2,240	4,32	1,608	4,560	8,12
EPDM 70A	29,21	0,758	2,150	7,36	1,410	3,980	13,66
EPDM 7006	18,36	1,640	4,630	25,22	3,326	9,410	51,23

<sup>A</sup> S<sub>r</sub> – среднеквадратическое отклонение сходимости.

r – сходимость = 2,83 x (корень квадратный из дисперсии сходимости).

(r) – сходимость в процентах от среднего значения по материалу.

S<sub>R</sub> – среднеквадратическое отклонение воспроизводимости.

R – воспроизводимость = 2,83 x (корень квадратный из дисперсии воспроизводимости).

(R) – воспроизводимость в процентах от среднего значения по материалу.

Таблица 6 – Прецизионность результатов определения предвулканизационных характеристик по Муни– Тип 1

Материал	Условия проведения испытания	Средний уровень	Внутрилабораторная <sup>A</sup>			Межлабораторная <sup>A</sup>		
			S <sub>r</sub>	r	(r)	S <sub>R</sub>	R	(R)
Часть А – Минимальная вязкость, единицы Муни								
SBR 1505	Маленький ротор	21,6	0,346	0,979	4,53	0,931	2,635	12,20
SBR 1500	Маленький ротор	25,2	0,282	0,798	3,17	0,934	2,643	10,49
SBR 1849	Большой ротор	27,1	0,460	1,302	4,80	0,803	2,725	10,06
SBR 3651	Большой ротор	37,7	0,547	1,548	4,11	1,065	3,014	7,99
Усреднённые значения		27,9	0,421	1,192	4,27	0,938	2,654	9,51
Часть В – Время подвулканизации, мин								
SBR 1505	Маленький ротор, t <sub>3</sub>	8,1	0,177	0,501	6,18	0,821	2,323	28,68
SBR 1500	Маленький ротор, t <sub>3</sub>	8,2	0,221	0,625	7,63	0,983	2,782	33,93
SBR 3651	Большой ротор, t <sub>5</sub>	8,2	0,289	0,818	9,97	0,967	2,737	33,37
SBR 1849	Большой ротор, t <sub>5</sub>	9,2	0,220	0,623	6,77	0,898	2,540	27,62
Усреднённые значения		8,43	0,230	0,652	7,73	0,920	2,602	30,87
Часть С – Показатель вулканизации, мин								
SBR 1505	Маленький ротор, t <sub>18</sub> - t <sub>3</sub>	1,98	0,088	0,249	12,58	0,145	0,410	20,72
SBR 3651	Большой ротор, t <sub>35</sub> - t <sub>5</sub>	2,29	0,073	0,206	8,97	0,207	0,586	25,58
SBR 1849	Большой ротор, t <sub>35</sub> - t <sub>5</sub>	2,56	0,190	0,538	21,02	0,364	1,030	40,24
SBR 1500	Маленький ротор, t <sub>18</sub> - t <sub>3</sub>	2,63	0,122	0,345	13,13	0,249	0,705	26,79
Усреднённые значения		2,37	0,127	0,359	15,16	0,254	0,719	30,35

<sup>A</sup> S<sub>r</sub> – среднеквадратическое отклонение сходимости.

r – сходимость = 2,83 x (корень квадратный из дисперсии сходимости).

(r) – сходимость в процентах от среднего значения по материалу.

S<sub>R</sub> – среднеквадратическое отклонение воспроизводимости.

R – воспроизводимость = 2,83 x (корень квадратный из дисперсии воспроизводимости).

(R) – воспроизводимость в процентах от среднего значения по материалу.

## 17 Ключевые слова

17.1 Вулканизационные характеристики; Муни; релаксация напряжений; вязкость.



*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.*

*Настоящий 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, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальные копии (одну 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](mailto:service@astm.org) или на сайт ASTM ([www.astm.org/COPYRIGHT/](http://www.astm.org/COPYRIGHT/)).*