

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Per. № 7275

Стандартный метод определения свойств резины – Вулканизация при использовании безроторных кюрметров¹

Standard Test Method for Rubber property- Vulcanization Using Rotorless Cure Meters¹

11 февраля 2005 г. создан ФГУП “Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия” (ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”).

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ” является правопреемником ФГУП “ВНИИКИ” по информации в области технического регулирования, метрологии и оценки соответствия и выполняет все его уставные функции.

Страна, № стандарта

ASTM D5289-12

Переводчик: Человечкова Т.Г.

ФГБУ ИППУ СО РАН

Редактор: ФГБУ ИППУ СО РАН

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Кол-во стр.: 17

Кол-во рис.: 6

Кол-во табл.: 2

Дата сдачи перевода: 25.09.2013

Редактирование выполнено: 29.11.2013

**Москва
2013 г.**



ASTM D5289-12

ASTM D5289-12 Стандартный метод определения свойств резины – Вулканизация при использовании безроторных кюрметров

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

**Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии**

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: 7275/ASTM

Дата регистрации: 29.11.2013

Взамен: D5289-07a

Утверждён: 1 мая 2012

Вступил в действие: в июне 2012

Название: Standard Test Method for Rubber property-
Vulcanization Using Rotorless Cure Meters

Источник: ASTM Standards on Disk, 2012, v.09.01

Язык оригинала: английский

Количество страниц: 18

Переводчик: Т.Г. Человечкова

Дата: 25.09.2012



Стандартный метод определения свойств резины – Вулканизация при использовании безроторных кюрометров¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D5289. Число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках обозначает год последнего утверждения. Наличие буквы ε свидетельствует о редакционном изменении со времени последнего пересмотра или утверждения.

1 Область применения

1.1 Настоящий метод испытания распространяется на определение исследуемых вулканизационных свойств резиновых смесей при использовании безроторных кюрометров, снабжённых негерметизированной или герметизированной камерой, с проведением измерений на основе деформации кручения. Результаты испытаний, проводимых при использовании кюрометров двух типов, могут быть неидентичными.

Примечание 1- Альтернативный метод оценки вулканизационных характеристик описан в стандарте D2084.

1.2 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах системы СИ. 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 до его применения должен установить надлежащие меры по обеспечению безопасности и охраны труда, а также определить применимость нормативных ограничений.*

2 Ссылки

2.1 Стандарты ASTM²

D1349	Рекомендуемая методика для резины – Стандартные температуры, при которых проводятся испытания.
D1566	Терминология в области резины
D2084	Стандартный метод определения свойств резины – Вулканизация при использовании кюрометра с вибрационным диском.
D4483	Рекомендуемая методика определения точности стандартных методов испытания в резиновой промышленности и промышленности технического углерода.

¹Данный стандарт находится в ведении комитета D11 по резине Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении подкомитета D11.12 по испытаниям, проводимым для оценки технологичности смесей.

Настоящее издание утверждено 1 мая 2012 года. Опубликовано в июне 2012 года. Первоначально стандарт был издан в 1992. Последнее предыдущее издание было опубликовано в 2007 году под № D5289-07a. Буквенно-цифровой идентификатор стандарта (DOI): 10.1520/D5289-12.

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



3 Терминология

3.1 Описание специфических терминов данного стандарта

3.1.1 *Безроторный кюрометр* – название класса кюрометров, в которых одна из двух полуформ для размещения образца служит для определения крутящего момента или напряжения во время приложения деформации. В кюрометрах такого типа нет третьего элемента - ротора (см. описание кюрометров в стандартах D1566 и D2084).

3.1.2 *Крутящий момент S' для сдвигового кюрометра с колеблющейся полуформой* – значение, измеряемое датчиком крутящего момента при максимальной амплитуде деформации цикла колебания. Этот показатель характеризует упругость испытываемого материала.

3.1.3 По записанной кривой зависимости крутящего момента от времени (рисунок 1) можно определить нижеописанные показатели.

3.1.3.1 *Минимальный крутящий момент S'* – критерий упругого сопротивления деформации невулканизованного испытываемого образца при заданной температуре вулканизации в самой нижней точке на кривой вулканизации.

3.1.3.2 *Максимальное значение, значение на горизонтальном участке кривой, или наивысшее значение крутящего момента S'* – критерий упругого сопротивления деформации вулканизованного испытываемого образца при заданной температуре вулканизации, определяемый в заданный период времени.

3.1.3.3 *Время до развития некоторого уровня вулканизации, выраженного в процентах от полной вулканизации* – критерий вулканизации, основанный на времени, необходимом для развития некоторой разности, выраженной в процентах, между минимальным и максимальным значениями крутящего момента S'

3.1.3.4 *Время до начала вулканизации (время подвулканизации)* – критерий времени, когда происходит небольшое определённое увеличение крутящего момента S' . Этот критерий показывает начало вулканизации.

3.1.4 *Крутящий момент S'' для сдвигового кюрометра с колеблющейся полуформой* – значение, измеряемое датчиком крутящего момента при нулевой амплитуде деформации цикла колебания. Этот показатель характеризует вязкость испытываемого материала (Рисунок 2).

3.1.5 *Крутящий момент S^* для сдвигового кюрометра с колеблющейся полуформой* – максимальное значение, измеряемое датчиком крутящего момента во время цикла колебания (Рисунок 2).

3.1.6 Зависимость между S^* , S' и S'' при любом цикле колебания выражается уравнением:

$$S^* = \sqrt{(S')^2 + (S'')^2} \quad (1)$$

3.1.7 *Фазовый угол δ для сдвигового кюрометра с колеблющейся полуформой* – угол сдвига между синусоидальной деформацией и синусоидальным крутящим моментом S^* во время цикла колебания (Рисунок 2).

3.1.8 *Tan δ для сдвигового кюрометра с колеблющейся полуформой* – тангенс фазового угла δ .

3.1.8.1 Зависимость между *Tan δ* , S' и S'' выражается уравнением:

$$\text{Tan } \delta = \frac{S''}{S'} \quad (2)$$



ASTM D5289-12

3.1.9 По кривым зависимости S'' и $\tan \delta$ от времени можно выполнить нижеуказанные измерения (Рисунок 1).

3.1.9.1 $S'' @ML$ – значение крутящего момента S'' , когда измеряется минимальный крутящий момент S' .

3.1.9.2 $\tan \delta @ML$ – значение $\tan \delta$, когда измеряется минимальный крутящий момент S' .

3.1.9.3 $S'' @MH$ – значение крутящего момента S'' , когда измеряется максимальный крутящий момент S' .

3.1.9.4 $\tan \delta @MH$ – значение $\tan \delta$, когда измеряется максимальный крутящий момент S' .

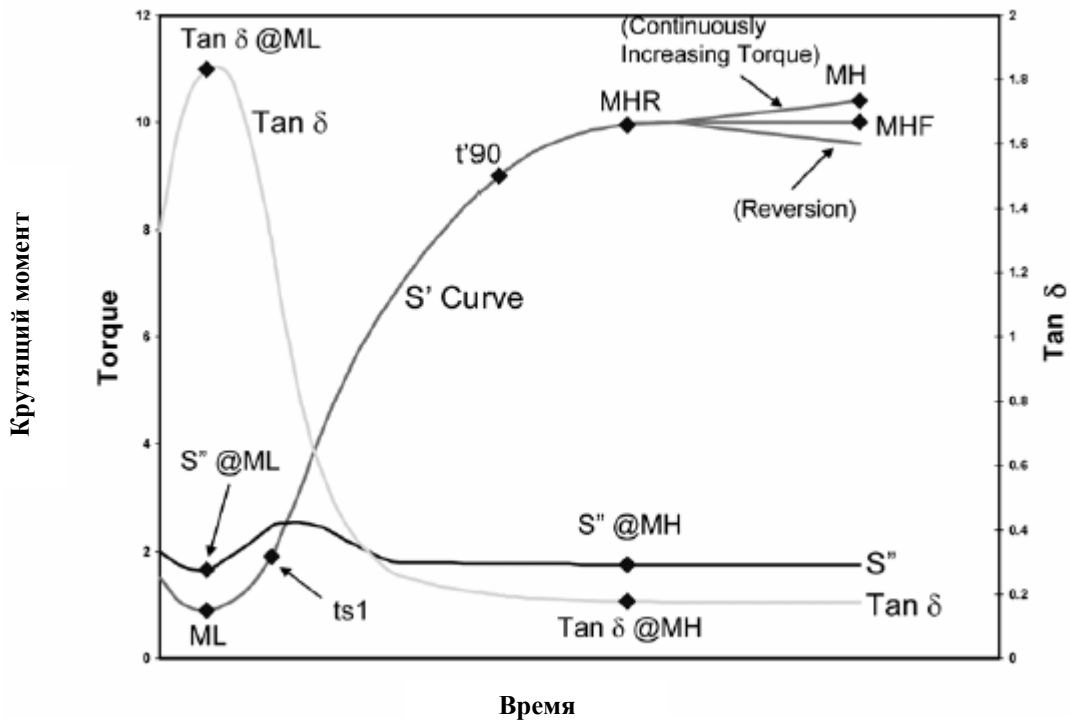


Рисунок 1 – Типичные кривые вулканизации

Continuously Increasing Torque: непрерывно увеличивающийся крутящий момент;
Reversion – перевулканизация.

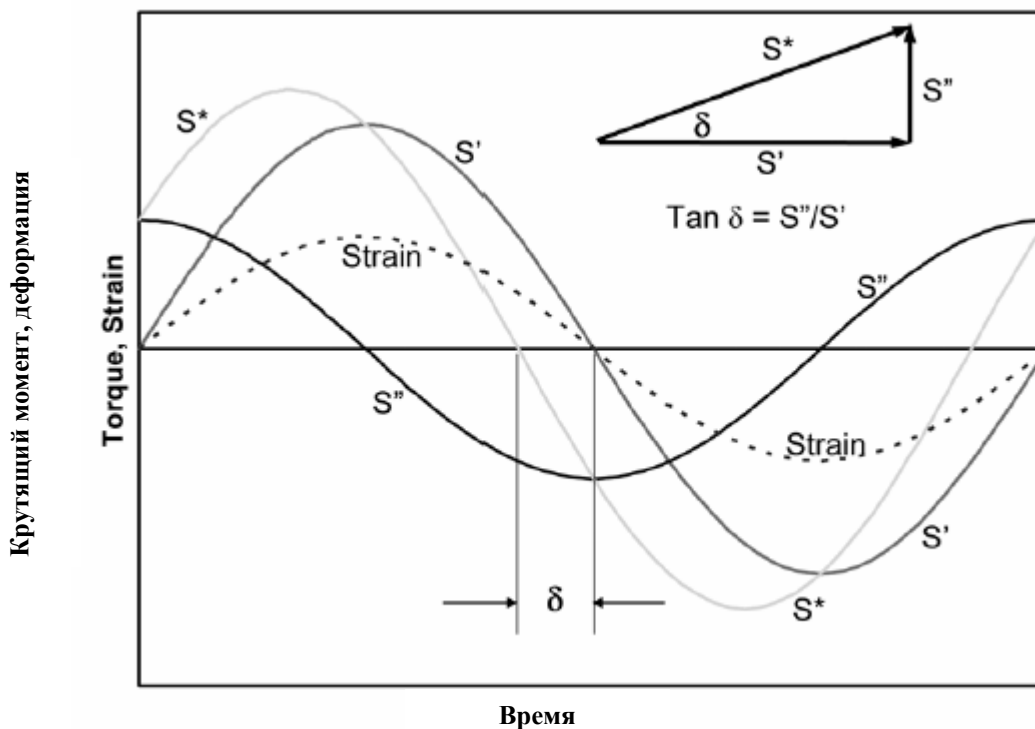


Рисунок 2 – Пример характеристик крутящего момента для цикла колебания

4 Сущность метода испытания

4.1 Испытываемый образец резиновой смеси помещают в камеру, в которой поддерживается повышенная температура. Камера может быть закрыта полностью или частично. Камеру образуют две полуформы. Одна из полуформ подвергается крутильным колебаниям с малой амплитудой. Такое действие создаёт синусоидальную знакопеременную деформацию кручения в испытываемом образце, а также синусоидальный крутящий момент при сдвиге, который зависит от жёсткости (модуля упругости при сдвиге) резиновой смеси.

4.2 Жёсткость испытываемого образца повышается в ходе процесса вулканизации. Испытание завершается, когда регистрируемый крутящий момент повышается до равновесного или максимального значения, или когда истекает заданное время (Рисунок 1). Кривая, представляющая крутящий момент при максимальной деформации в одном направлении цикла колебания, постоянно регистрируется в зависимости от времени.

5 Значение и применение

5.1 Данный метод испытания предназначен для определения вулканизационных характеристик (вулканизуемых) резиновых смесей.

5.2 Метод может быть применён для контроля качества в производстве резины, в испытаниях сырого каучука в опытных композициях на этапе научных исследований и опытных разработок, а также для оценки сырьевых материалов, используемых для приготовления (вулканизуемых) резиновых смесей.

5.3 Отсутствие ненагретого ротора, имеющегося в кюрометрах с колеблющимся диском, ускоряет достижение образцом температуры, при которой выполняется испытание, и способствует более равномерному распределению температуры в образце.

5.4 Безроторные кюрометры, изготовлением которых занимается ряд производителей, имеют разные конструкции, что обуславливает различия в реакции на крутящий момент и во времени построения кривой. Корреляции между результатами испытаний, полученными при



использовании кюрометров разных конструкций, должны быть установлены для каждой испытываемой смеси и для каждого набора условий проведения испытания.

6 Аппаратура

6.1 Для выполнения настоящего метода испытания могут быть использованы безроторные кюрометры двух типов, в каждом из которых одна полуформа подвергается колебанию с малой амплитудой.

6.1.1 *Безроторный кюрометр с негерметично закрываемой камерой, действующий на основе деформации кручения*

Измеряет крутящий момент, создаваемый деформацией кручения с постоянной амплитудой в неплотно закрытой камере (Рисунок 3а).

6.1.2 *Безроторный кюрометр с герметично закрываемой камерой, действующий на основе деформации кручения*

Измеряет крутящий момент, создаваемый деформацией кручения с постоянной амплитудой в герметично закрытой камере (Рисунок 4а).

6.2 Камера

Полость камеры создают две полуформы. В режиме измерения полуформы устанавливают на определённом расстоянии друг от друга так, чтобы камера была неплотно закрыта (Рисунок 3б) или герметично закрыта (Рисунок 4а).

6.2.1 Типовой безроторный кюрометр, действующий на основе создания деформации кручения, снабжён двухконусными полуформами, имеющими диаметр 40 ± 2 мм ($1,57 \pm 0,08$ дюйма) и угловое расстояние $7-18^\circ$ в зависимости от конструкции. В центре между полуформами должно быть расстояние 0,5 мм (0,02 дюйма) плюс зазор между краями полуформ (Рисунок 3б или 4б). Следует выполнять указания производителя по определению текущего состояния полуформ. Полуформы с высокой степенью изношенности подлежат замене.

6.2.2 *Зазор между полуформами*

В случае негерметично закрываемой камеры зазор между краями полуформ в сомкнутом положении должен быть в пределах 0,05-0,20 мм (0,002–0,008 дюйма), предпочтительно 0,1 мм (0,004 дюйма). При герметично закрываемой камере зазор между краями полуформ не допускается.

6.2.3 *Механизм смыкания полуформ*

Пневматический цилиндр или любое другое подобное устройство смыкает полуформы и держит их в таком положении во время испытания с приложением усилия не менее 8,0 кН (1820 фунт-сил).

6.3 Система, сообщающая колебательное движение полуформе

Система включает жёсткий эксцентрический привод, который обеспечивает торсионное колебательное движение одной из полуформ в плоскости камеры.

6.3.1 В кюрометрах с деформацией кручения амплитуда колебания должна быть в пределах от $\pm 0,1^\circ$ до $\pm 3,0^\circ$ дуги, предпочтительно $\pm 0,5^\circ$ дуги.

6.3.2 Частота колебания должна быть 0,5-2 Гц, предпочтительно $1,7 \pm 0,1$ Гц.

6.4 Система измерения крутящего момента

Определяет достигаемый крутящий момент.

6.4.1 Прибор для измерения крутящего момента жёстко соединён с одной из полуформ. Деформация должна быть пренебрежимо малой и создавать сигнал, пропорциональный крутящему моменту. Суммарная погрешность, возникающая в результате ошибки установки нуля, ошибки чувствительности, ошибок линеаризации и воспроизводимости, не должна превышать 1% от выбранного интервала измерения.



Примечание 2 - Упругая деформация системы, генерирующей колебания, и измерительной системы не должна превышать 1% от амплитуды колебания. В противном случае кривые, полученные с помощью кюрметра, подвергают корректированию.

6.4.2 Необходимо использовать прибор, записывающий сигнал от устройства для измерения крутящего момента. Он должен регистрировать крутящий момент S' при максимальном колебании в зависимости от времени.

6.4.3 Необходимо использовать прибор, записывающий сигнал от устройства для измерения крутящего момента. Он должен постоянно регистрировать крутящий момент при максимальном колебании в зависимости от времени (Рисунок 1). Время срабатывания прибора при отклонении стрелки на полную шкалу крутящего момента должно составлять 1 секунду или меньше. Крутящий момент подлежит фиксированию с точностью до $\pm 0,5\%$ диапазона измерения. В качестве прибора для регистрации крутящего момента могут быть использованы аналоговые диаграммные самописцы, принтеры, графопостроители или компьютеры.

6.5 Оборудование для калибровки крутящего момента необходимо для измерения амплитуды угловой деформации, а также для калибровки устройства измерения крутящего момента. Примеры калибровочного оборудования показаны на Рисунках 5 и 6. Проверку амплитуды колебания устройства выполняют без образца. Амплитуду измеряют с помощью датчика смещения. Измерения крутящего момента проверяют, сопоставляя их со стандартными массами при использовании устройств, показанных на Рисунке 5. В альтернативной методике используют эталон крутящего момента.

6.5.1 Для калибровки кюрметров, действующих на основе деформации кручения, используют датчик смещения и проволочный канат, нагружаемый массами, или эталон крутящего момента.

6.5.1.1 Датчик смещения, служащий для проверки углового смещения, соединяют с помощью ножевой призматической опоры со стержнем, прикрепленным к одной из полуформ (Рисунок 5). Систему измерения силы проверяют, нагружая проволочный канат, прикрепленный к полуформе или блоку с помощью канатного шкива, массами, соответствующими полной шкале силы, подлежащей измерению. В этом случае крутящий момент вычисляют по произведению приложенной силы и радиуса блока полуформы, к которому присоединен проволочный канат.

6.5.1.2 При калибровке с использованием эталона крутящего момента проверяют измерение крутящего момента при заданном угловом смещении. Стальной эталонный торсионный стержень прикрепляют к полуформе, подвергаемой колебанию, и к полуформе для измерения крутящего момента в кюрметре, действующем на основе деформации кручения (Рисунок 6). Эталонные значения углового смещения и соответствующего крутящего момента установлены производителем для каждого эталона крутящего момента.



ASTM D5289-12

Размеры даны в миллиметрах

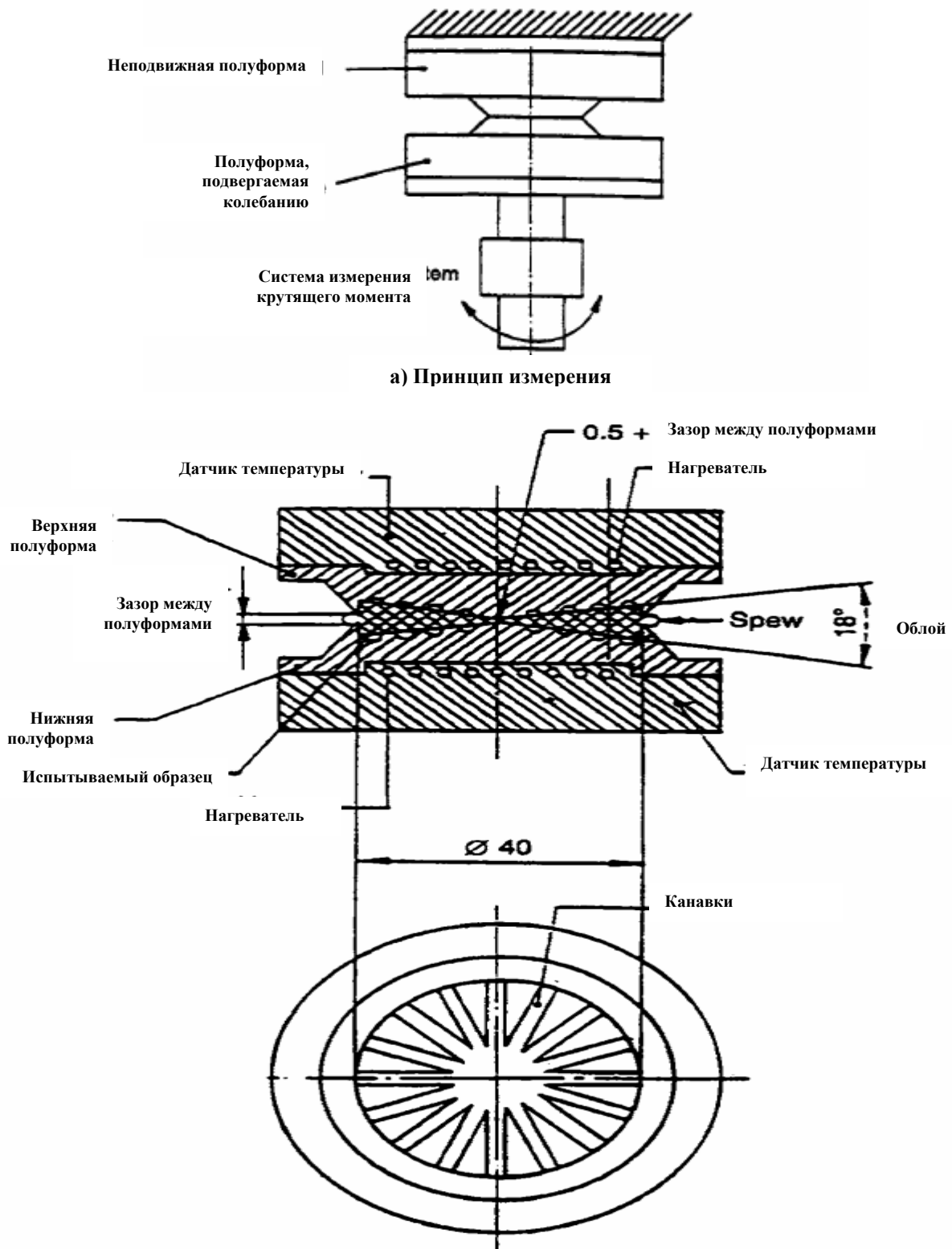
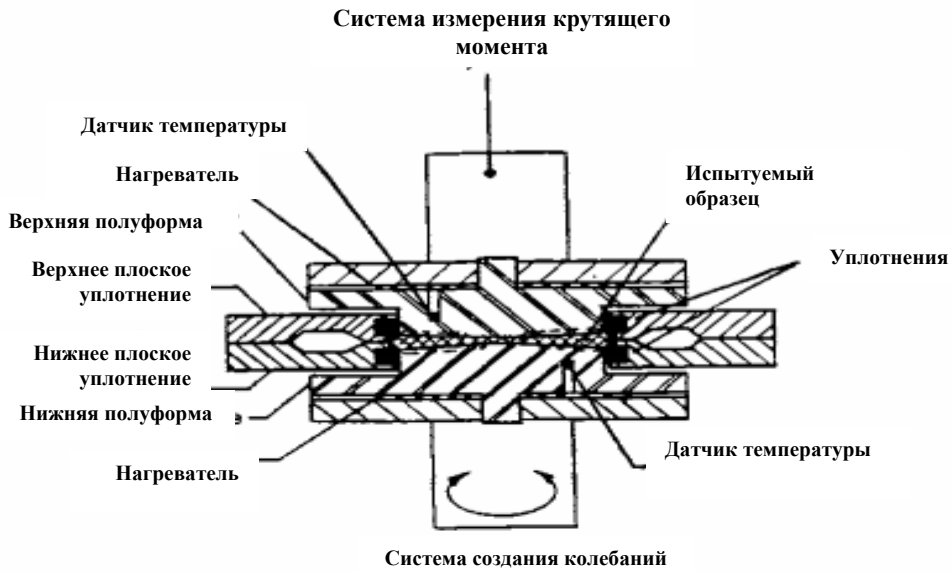
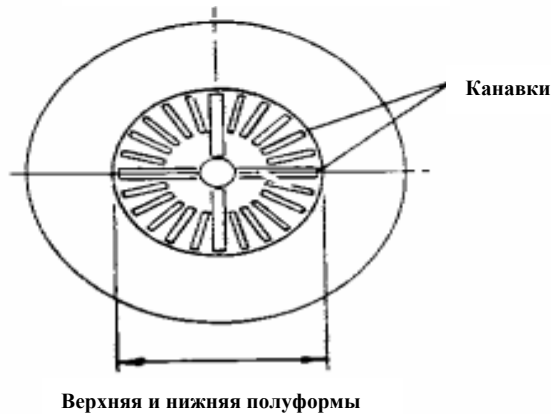


Рисунок 3 (а) и (б) - Типовой безроторный кюрометр с деформацией кручения, снабжённый негерметично закрываемой камерой



а) Принцип измерения



б) Реакционная камера



Рисунок 4 - Типовой безроторный кюрومتر с деформацией кручения, снабжённый герметично закрываемой камерой

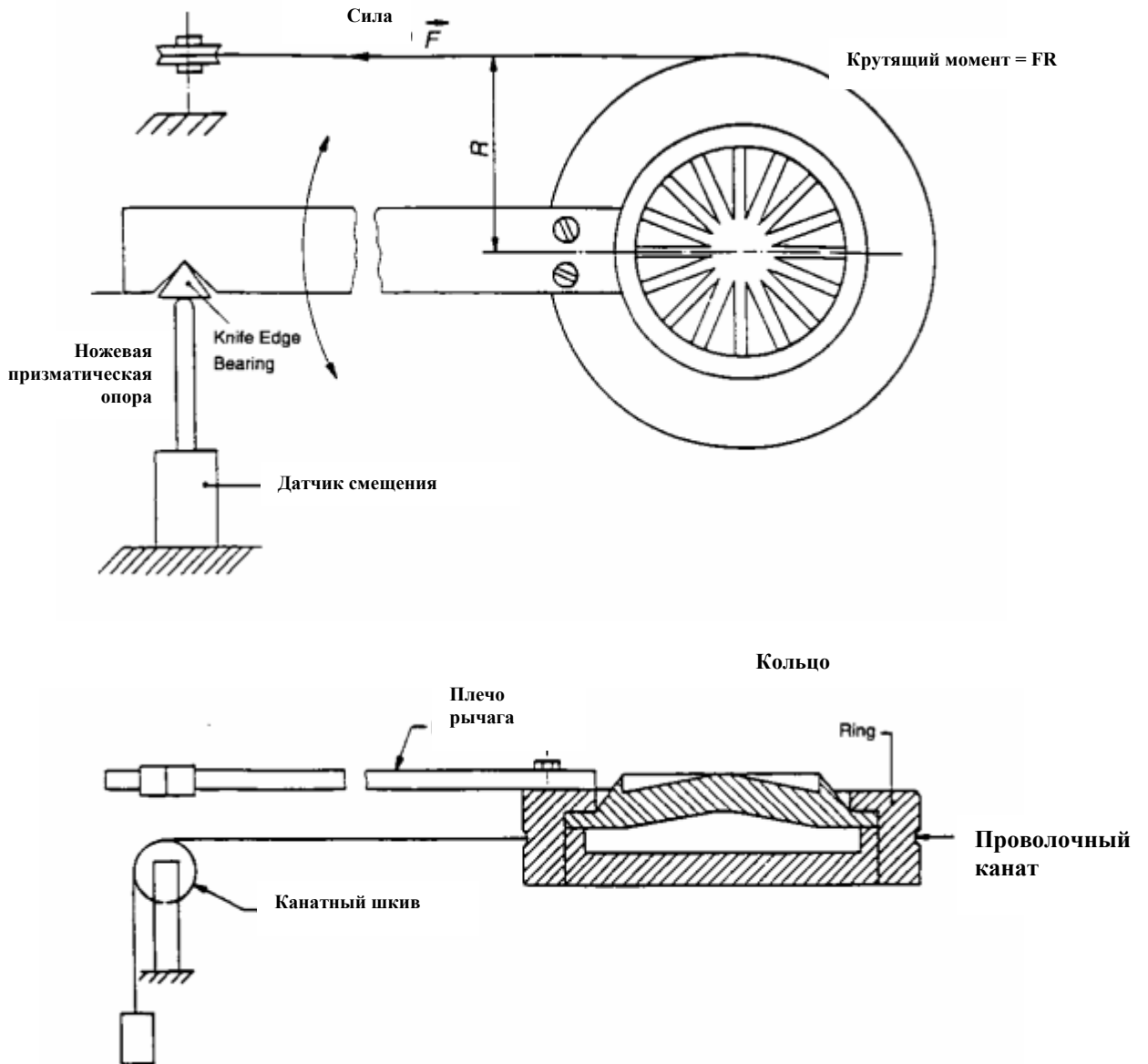
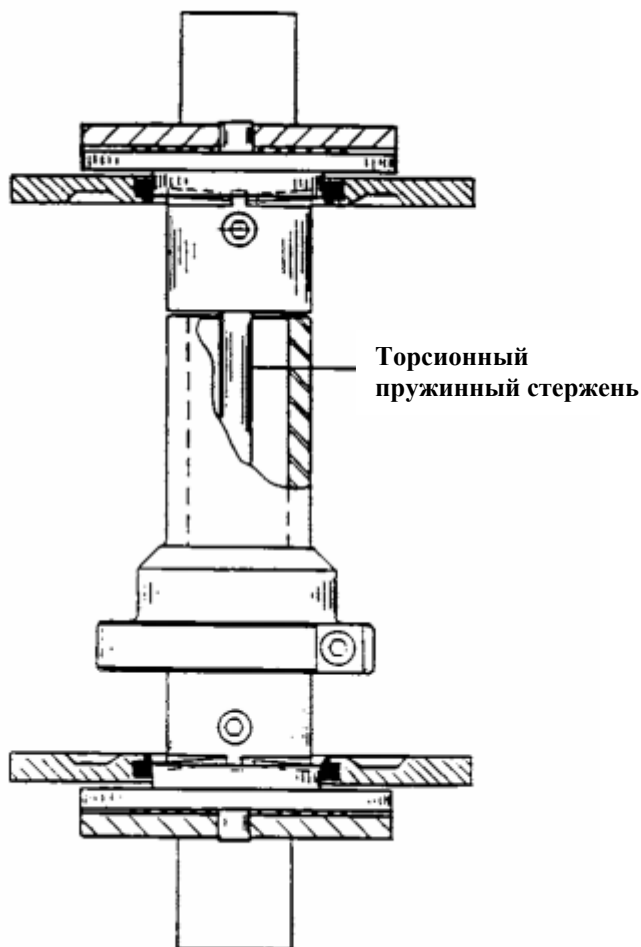


Рисунок 5 - Датчик смещения и устройство калибровки с проволочным канатом и массами для кюрометров с деформацией кручения



Устройство для калибровки крутящего момента

Рисунок 6 - Типовое устройство для калибровки кюрметров с деформацией кручения при использовании эталона крутящего момента

6.6 Система регулирования температуры

Служит для регулирования следующих параметров процесса: время нагревания, температуры вулканизации, распределения температуры, стандартной температуры. Регулирование этих параметров необходимо для воспроизводимого построения кривой вулканизации. Эта система должна быть рассчитана на изменение стандартной температуры в пределах 110-200⁰С с точностью до $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$ и выше.

6.6.1 Нагрев камеры должен происходить через 1,5 минуты или меньшее время после смыкания полуформ.

6.6.2 По истечении времени нагревания температура в камере не должна изменяться более, чем на $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$ в ходе испытания.

6.6.3 Распределение температуры внутри образца должно быть по возможности равномерным. В деформационной зоне допустимое отклонение средней температуры испытываемого образца составляет $\pm 1^{\circ}\text{C}$.

6.6.4 Эталонную температуру определяют с помощью датчика температуры, используемого для регулирования. Разность между эталонной температурой и средней температурой образца не должна превышать 2⁰С.

6.6.5 Точность измерения эталонной температуры датчиком должна быть $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$.



6.7 Эталонная температура, при которой выполняют испытание

Стандартная эталонная температура при проведении испытания составляет 160⁰C (320⁰F). В случае необходимости допускается испытание материалов при других температурах, выбираемых в соответствии с рекомендациями стандарта D1349.

7 Отбор проб

7.1 Пробы отбирают из вулканизуемой резиновой смеси согласно требованиям метода приготовления смеси или другим инструкциям по отбору проб.

7.2 Проба должна быть однородной, в форме листа, иметь комнатную температуру и содержать как можно меньше воздуха.

7.3 Температура пробы и её тепловая предыстория могут оказать значительное влияние на результаты испытания. Перед проведением арбитражного испытания и испытания в контролируемых условиях проба должна подвергаться кондиционированию при 23±1⁰C не менее 1 часа.

7.4 При проведении контрольных испытаний в процессе производства пробы могут подвергаться анализу без кондиционирования, но перед испытанием необходимо принять меры в целях минимизации вариации температуры и тепловой предыстории.

8 Образцы для испытания

8.1 Рекомендуемый объём испытываемого образца составляет 3-5см³ в зависимости от модели используемого прибора. Объём испытываемого образца должен превышать объём камеры на небольшую величину, которую определяют путём проведения предварительных испытаний. Объём образца обычно составляет 130-190% от объёма испытательной камеры. Установив требуемую массу материала, регулируют массу образцов с точностью до ±0,5г для достижения высокой степени сходимости.

8.2 Испытываемый образец, взятый из пробы, должен быть круглой формы и иметь диаметр меньше диаметра испытательной камеры используемого прибора.

9 Проведение испытания

9.1 Подготовка к испытанию

Сомкнув полуформы, нагревают их до эталонной температуры. В случае необходимости устанавливают прибор для измерения силы или крутящего момента на нуль.

9.2 Загрузка кюрметра

9.2.1 Размыкают полуформы, извлекают ранее испытанный образец, если таковой есть, помещают испытываемый образец и закрывают полуформы, выполнив всю операцию за 20 секунд.

9.2.2 Отсчёт времени испытания начинают с момента закрытия полуформ. Колебание подвижной полуформы должно начаться при нулевом времени или раньше.

10 Протокол испытания

10.1 В протокол испытания включают нижеуказанные данные.

10.1.1 Полное описание пробы, источник её отбора и данные по резиновой смеси.

10.1.2 Метод испытания и условия испытания.

10.1.2.1 Ссылки к методу испытания.



10.1.2.2 Тип и модель использованного кюрметра (герметизированный/негерметизированный, разновидности полуформ, если таковые использованы); производитель кюрметра.

10.1.2.3 Амплитуду колебания в градусах.

10.1.2.4 Частоту колебания.

10.1.2.5 Выбранный диапазон крутящего момента, дециньютон-метры (дН·м).

Уравнение преобразования дН·м в фунт-сила·дюйм: $1,13 \text{ дН·м} = 1,00 \text{ фунт-сила·дюйм}$.

10.1.2.6 Шкалу времени регистрирующего устройства.

10.1.2.7 Температуру вулканизации, °С.

10.1.2.8 Дату проведения испытания.

10.2 Результаты испытания, обычно выбираемые из нижеперечисленных параметров (для справки см. рисунок 1).

10.2.1 *ML* – минимальный крутящий момент S' , дН·м (фунт-сила·дюйм).

10.2.2 *Максимальный крутящий момент* S' , дН·м (фунт-сила·дюйм).

10.2.2.1 *MHF* – максимальный крутящий момент S' в точке, где кривая образует плато.

10.2.2.2 *MHR* – максимальный крутящий момент S' при S-образной кривой.

10.2.2.3 *MH* – наивысший крутящий момент S' , получаемый в течение определённого периода времени, когда ни плато, ни максимальный крутящий момент не достигаются.

10.2.3 *tsx* – время подвулканизации, мин (время до увеличения крутящего момента S' на x единиц измерения от значения *ML*). Предпочтительное время подвулканизации для испытаний при амплитуде колебания $\pm 0,5^0$ составляет *ts1* (повышение крутящего момента S' на 1,0).

Примечание 3 - Показатель *ts1* приобретает другое значение, если повышение крутящего момента S' измеряется в фунт-силах, а не в дН·м.

10.2.4 *Время вулканизации*, минуты

10.2.4.1 *t'x* равно времени повышения крутящего момента S' на x % или $t'x$ = минуты до достижения крутящего момента S' , равного $(ML + x(MH-ML)/100)$. Этот результат испытания может быть также выражен как ТСх.

Примечание 4 - Этот метод определения времени вулканизации считается стандартным. Наиболее часто используются значения x , равные 50 и 90. Время вулканизации $t'10$ иногда применяется в качестве критерия времени подвулканизации.

10.2.4.2 *tx* равно времени увеличения максимального крутящего момента на x % или tx = минуты до крутящего момента $(x \cdot MH)/100$.

Примечание 5 - Это альтернативный метод определения времени вулканизации.

10.2.5 *Показатель скорости вулканизации* = $100/(\text{время вулканизации} - \text{время подвулканизации})$.

10.2.6 *PCR (максимальная скорость вулканизации)* – максимальный наклон кривой крутящего момента (дН·м/мин) в зависимости от времени. Это значение обычно измеряют с целью регистрации компьютерных данных.

10.2.7 *Время достижения PCR* – время испытания, при котором достигается максимальная скорость вулканизации, в минутах.

10.2.8 *“Время повышения на 10%” (t10% rise)* – время повышения силы или крутящего момента до 110% от минимального значения. В некоторых случаях это значение может быть использовано для определения подвулканизации.

10.2.9 $S' @ ML$ – значение крутящего момента S' , когда измеряется минимальный крутящий момент S' .

10.2.10 $Tan \delta @ ML$ – значение $Tan \delta$, когда измеряется минимальный крутящий момент S' .

10.2.11 $S' @ MH$ – значение крутящего момента S' , когда измеряется максимальный крутящий момент S' .

10.2.12 $Tan \delta @ MH$ – значение $Tan \delta$, когда измеряется максимальный крутящий момент S' .



11 Точность и систематическая ошибка

11.1 Настоящий раздел по точности и систематической ошибке был подготовлен в соответствии с методикой D4483, в которой приведены терминология и другие статистические данные.

11.1.1 Результаты, представленные в данном разделе, дают оценку точности настоящего метода испытания при использовании материалов (каучуков и т.д.), применявшихся в нижеописанных программах (ITPs). Параметры точности не подлежат использованию для оценки испытаний с целью приемки или отказа в приемке любой группы материалов в отсутствие документального подтверждения их применимости к конкретным материалам и специфических протоколов испытаний по данному методу.

11.1.2 Точность метода определяли при проведении двух отдельных программ межлабораторных испытаний: Программа 1 (1989г.) и Программа 2 (2000г.). Ниже дано описание каждой программы. Разделы по сходимости и воспроизводимости применимы к обеим программам. В программах 1 и 2 определяли точность типа 1 с рассылкой полностью готовых образцов во все лаборатории-участницы.

11.1.3 При выполнении Программ 1 и 2 результаты испытания получали при использовании приборов, изготовленных одним производителем в связи с тем, что большая часть лабораторий была оснащена одинаковым оборудованием. Данный метод предназначен для проведения испытаний с применением безроторных кюрометров разных конструкций. Следует учитывать, что данные, зарегистрированные при использовании кюрометра одного изготовителя, могут быть не получены в случае применения кюрометров других производителей. Специфические особенности конструкции кюрометров, выпускаемых разными производителями, могут оказать определённое влияние на результаты испытаний. По этой причине в протоколе испытания указывают тип используемого прибора.

11.2 Программа 1 – Определение точности метода испытания

Для Программы 1 межлабораторных испытаний готовили три смеси на основе БСК и БСК/НК, содержащие сульфенамидные вулканизационные системы и технический углерод. Предварительно вырезанные образцы рассылали в 11 лабораторий с соответствующими инструкциями, согласно которым лаборатория-участница испытывала по два образца, приготовленные из каждой смеси, в один день. Повторные испытания проводили во второй день через неделю после контрольной калибровки. Определения выполняли при использовании герметичного торсионного безроторного кюрометра³ с типовыми полуформами (Рисунок 4) при температуре 175⁰С и дуге ±0,5⁰. Результаты дублирующих испытаний усредняли с целью получения единичного значения для каждого из дней, отведённых для осуществления программы. Анализ выполняли по результатам, полученным в первый и второй день. Параметры точности метода испытания, установленные в ходе Программы 1, представлены в Таблице 1.

³ Все участники обеих межлабораторных программ испытаний использовали кюрометр MDR 2000: Alpha Technologies (3030 Gilchrist Road, Akron, OH 44305). Есть несколько других производителей безроторных кюрометров, но число лабораторий-участниц, использовавших аппараты иных типов, было недостаточным для получения значимых статистических данных для настоящего раздела по точности и систематической ошибке. Проведённое исследование не даёт гарантии получения аналогичных данных при использовании любого другого кюрометра.



Таблица 1 – Программа 1: Определение точности метода испытания D5289^A

Примечание

Sr – внутрилабораторное среднееквадратическое отклонение;

r – сходимость, единицы измерения;

(r) – сходимость, %;

SR – межлабораторное среднееквадратическое отклонение;

R – воспроизводимость, единицы измерения;

(R) – воспроизводимость, %.

Контролируемые параметры	Среднее значение	Внутрилабораторная точность			Межлабораторная точность		
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)
<i>Смесь А</i>							
M _L , дН·м	1,35	0,007	0,02	1,4	0,071	0,20	14,8
M _H , дН·м	13,60	0,025	0,07	0,5	0,608	1,72	12,7
t _{s1} , мин	1,55	0,009	0,02	1,6	0,065	0,18	11,8
t' 50, мин	3,10	0,007	0,03	0,08	0,061	0,17	5,6
t' 90, мин	4,93	0,015	0,04	0,09	0,147	0,42	8,5
	Среднее по столбцам	0,013	0,036	1,04	0,190	0,538	10,68
<i>Смесь В</i>							
M _L , дН·м	1,00	0,008	0,02	2,2	0,048	0,14	13,6
M _H , дН·м	10,17	0,024	0,07	0,7	0,478	1,35	13,3
t _{s1} , мин	2,22	0,008	0,02	1,0	0,076	0,21	9,6
t' 50, мин	3,55	0,007	0,02	0,6	0,098	0,28	7,8
t' 90, мин	5,74	0,023	0,06	1,1	0,156	0,44	7,7
	Среднее по столбцам	0,014	0,036	1,12	0,171	0,484	10,40
<i>Смесь С</i>							
M _L , дН·м	1,50	0,011	0,03	2,1	0,076	0,22	14,3
M _H , дН·м	12,30	0,045	0,13	1,0	0,571	1,62	13,1
t _{s1} , мин	1,80	0,011	0,03	1,7	0,063	0,18	9,9
t' 50, мин	3,34	0,009	0,03	0,8	0,098	0,28	8,3
t' 90, мин	5,73	0,018	0,05	0,9	0,156	0,44	7,7
	Среднее по столбцам	0,019	0,054	1,30	0,193	0,548	10,66

^A Табличные данные представляют собой показатели точности типа 1, полученные при испытании готовых образцов (смеси готовили в одной лаборатории), разосланных всем лабораториям-участницам программы.

11.3 Программа 2 – Определение точности метода испытания

В Программе 2 испытывали 4 резиновые смеси. Смеси А, В и С на основе БСК готовили с сульфенамидной вулканизирующей системой и увеличением дозировки теуглерода в следующей последовательности смесей: А, В и С. В случае смеси D на основе фторкаучука для проведения испытания требовалась плёнка между образцом и полуформами. Из тщательно приготовленных смесей вырезали образцы. 20 лабораторий получили образцы смесей А, В и С, а 12 лабораторий – образцы смеси D с прилагаемыми инструкциями. Каждая лаборатория испытывала по два образца каждой смеси в один день. Повторные испытания проводили во второй день через неделю после контрольной калибровки. Определения выполняли при использовании герметичного торсионного безроторного кюрметра³ с типовыми полуформами (Рисунок 4) при температуре 160⁰С и дуге ±0,5⁰. Результаты дублирующих испытаний усредняли для получения единичного значения для каждого из дней, отведённых для осуществления программы. Анализ выполняли по результатам, полученным в первый и второй



день. Параметры точности метода испытания, установленные в ходе Программы 2, представлены в Таблице 2.

11.3.1 Данные, полученные при проведении Программы 2, анализировали после пересмотра стандарта D4483 (версия, опубликованная в 2004 году) с совершенствованием методик выявления и исключения резко отклоняющихся значений. Стандарт D4483 в новой версии позволяет идентифицировать основную группу лабораторий-участниц любой программы, которая отличается высоким уровнем контроля операций испытаний и таким образом представляет критерий высококачественных испытаний для промышленности. В последней колонке Таблицы 2 указано число лабораторий, данные которых были использованы для вычисления точности испытания после исключения резко отклоняющихся значений.

11.4 Точность настоящего метода испытания может быть выражена в виде нижеприведённых формулировок, включающих термин “подходящие значения r , R , (r) или (R)”, т.е. значения из Таблиц 1 и 2 по любому измеренному показателю могут быть использованы для оценки результатов определения конкретного свойства по описанному методу.

11.4.1 *Сходимость, r* , результатов испытания по данному методу установлена как подходящее значение любого параметра из таблицы 1 или 2. Если разность между двумя единичными результатами испытаний при условии выполнения нормальных процедур метода, превышает табличное значение r , то это свидетельствует о том, что эти результаты были получены при использовании разных или неидентичных совокупностей, из которых делали выборку.

11.4.2 *Воспроизводимость, R* , результатов испытания по данному методу установлена как подходящее значение любого параметра из Таблицы 1 или 2. Если разность между двумя единичными результатами испытаний, проведённых в двух разных лабораториях при условии выполнения нормальных процедур метода, превышает табличное значение R , то это свидетельствует о том, что эти результаты были получены при использовании разных или неидентичных совокупностей, из которых делали выборку.

11.4.3 Формулировки по применению значений сходимости и воспроизводимости, выраженных в процентах от среднего уровня, (r) и (R), аналогичны формулировкам, приведённым в пунктах для r и R . В формулировках для (r) и (R) разность между двумя результатами однократных испытаний дана в процентах от среднего арифметического этих двух результатов.

11.3 *Систематическая ошибка* по терминологии методов испытаний представляет собой разность между средним экспериментальным значением и стандартным (истинным) значением анализируемого свойства. Стандартных значений для описанного метода нет, поскольку значение анализируемого свойства определяют исключительно данным методом испытания. Таким образом, систематическую ошибку определить нельзя.

Таблица 2 – Программа 2: Определение точности метода испытания D5289

Примечание

S_r – внутрилабораторное среднее квадратическое отклонение;

r – сходимость, единицы измерения;

(r) – сходимость, % от среднего уровня;

S_R – межлабораторное среднее квадратическое отклонение;

R – воспроизводимость, единицы измерения;

(R) – воспроизводимость, % от среднего уровня.

Контролируемые параметры	Среднее значение	Внутрилабораторная точность			Межлабораторная точность			Число лабораторий ^{A,B}
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)	
Смесь А								
M_L , дН·м	2,13	0,025	0,071	3,34	0,076	0,210	10,0	17
M_H , дН·м	14,43	0,176	0,49	3,42	0,548	1,53	10,6	17
t_{s1} , мин	3,14	0,055	0,15	4,90	0,095	0,270	8,47	16

**ASTM D5289-12**

t' 10, мин	3,26	0,048	0,14	4,14	0,085	0,240	7,29	16
t' 50, мин	5,37	0,091	0,25	4,73	0,204	0,572	10,7	19
t' 90, мин	10,34	0,172	0,48	4,66	0,586	1,64	15,9	19
Среднее по столбцам		0,079	0,222	4,11	0,202	0,564	9,39	
<i>Смесь В</i>								
M _L , дН·м	2,00	0,021	0,059	2,93	0,067	0,19	9,3	18
M _H , дН·м	16,32	0,122	0,341	2,09	0,635	1,78	10,9	17
t _{s1} , мин	2,78	0,023	0,066	2,37	0,069	0,19	6,9	14
t' 10, мин	3,00	0,027	0,077	2,55	0,086	0,24	8,0	16
t' 50, мин	4,61	0,032	0,091	1,97	0,90	0,25	5,4	16
t' 90, мин	8,10	0,081	0,226	2,79	0,303	9,85	10,5	18
Среднее по столбцам		0,045	0,127	2,38	0,189	0,530	8,1	
<i>Смесь С</i>								
M _L , дН·м	2,23	0,026	0,074	3,30	0,063	0,18	7,9	17
M _H , дН·м	10,68	0,118	0,329	3,08	0,391	1,10	10,3	17
t _{s1} , мин	6,25	0,126	0,359	5,75	0,228	0,64	10,2	17
t' 10, мин	5,81	0,106	0,297	5,12	0,157	0,44	7,56	18
t' 50, мин	5,37	0,091	0,254	4,73	0,204	0,57	10,7	19
t' 90, мин	10,31	0,156	0,438	4,25	0,583	1,63	15,8	19
Среднее по столбцам		0,093	0,263	4,40	0,209	0,586	9,3	
<i>Смесь D</i>								
M _L , дН·м	2,19	0,0098	0,027	1,25	0,034	0,100	4,4	9
M _H , дН·м	31,52	0,245	0,685	2,17	0,536	1,50	4,8	9
t _{s1} , мин	2,56	0,027	0,076	2,97	0,107	0,300	11,7	9
t' 10, мин	3,76	0,065	0,183	4,87	0,082	0,230	6,1	10
t' 50, мин	4,98	0,061	0,170	3,42	0,119	0,333	6,7	11
t' 90, мин	7,32	0,117	0,327	4,47	0,322	0,901	12,3	8
Среднее по столбцам		0,103	0,288	3,73	0,233	0,65	8,3	

^A Число лабораторий, оставшихся в ИТР, после исключения резко отклоняющихся значений. 20 лабораторий получили образцы, приготовленные из смесей А, В и С.

^B 12 лабораторий получили образцы из смеси D.

M_L – минимальный крутящий момент;

M_H – максимальный крутящий момент;

t_{s1} – время увеличения крутящего момента на 1 единицу;

t' 10, t' 50, t' 90 – время для достижения, соответственно, 10%, 50% и 90% от полной вулканизации.

12 Ключевые слова

12.1 Смесей, реометр, безроторный кюрومتر, вулканизационные характеристики.

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, P0 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 или на сайт ASTM (www.astm.org/COPYRIGHT).