
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ ISO
2476—
2013

КАУЧУК БУТАДИЕНОВЫЙ (BR) РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Методы оценки

(ISO 2476:2009, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2476:2009 Butadiene rubber (BR) — Solution polymerized types — Evaluation procedures (Бутадиеновый каучук (BR). Полимеризация растворного типа. Методы оценки).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» технического комитета ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственного стандарта ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 марта 2014 г. № 146-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2476—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний	2
4 Физические и химические методы испытаний каучука	2
5 Приготовление резиновых смесей для оценки бутадиеновых каучуков	2
6 Кондиционирование смесей	7
7 Определение вулканизационных характеристик на реометре	7
8 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении.	8
9 Прецизионность.	8
10 Протокол испытаний	8
Приложение А (справочное) Прецизионность	9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам	15
Библиография.	16

КАУЧУК БУТАДИЕНОВЫЙ (BR) РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Методы оценки

Butadiene rubber (BR) solution polymerized types. Evaluation methods

Дата введения — 2014—01—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья, а также за соблюдение требований национального законодательства.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые каучуки (BR) растворной полимеризации, в том числе маслонеполненные каучуки (OEBR), и устанавливает физические и химические методы испытаний.

В стандарте приведены стандартные ингредиенты, стандартные рецептуры, используемое оборудование, режимы приготовления и вулканизации резиновых смесей для определения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ISO 37 Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of tensile stress-strain properties (Резина вулканизованная или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении)

ISO 247:2006 Rubber — Determination of ash (Резина. Определение золы)

ISO 248 Rubbers, raw — Determination of volatile-matter content (Каучук. Определение содержания летучих веществ)¹⁾

ISO 289-1 Rubber, unvulcanized — Determinations using a shearing-disc viscometer — Part 1: Determination of Mooney viscosity (Резина невулканизованная. Определения с использованием сдвигового вискозиметра. Часть 1: Определение вязкости по Муни)

ISO 1795 Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures (Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры)

ISO 2393 Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures (Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы)

ISO 3417 Rubber — Measurement of vulcanization characteristics with the oscillating disc curemeter (Резина. Определение вулканизационных характеристик на реометре с колеблющимся диском)

¹⁾ Действует ISO 248-1:2001 Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 1: Hot-mill method and oven method (Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата).

ISO 6502 Rubber — Guide to the use of curemeters (Резина. Руководство по эксплуатации реометров)

ISO 23529 Rubber — General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods (Резина. Общие процедуры подготовки и кондиционирования образцов для физических методов испытаний)

3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний

3.1 Лабораторную пробу массой приблизительно 1,5 кг отбирают по ISO 1795.

3.2 Пробу готовят по ISO 1795.

4 Физические и химические методы испытаний каучука

4.1 Определение вязкости по Муни

Вязкость по Муни определяют по ISO 289-1 на пробе, подготовленной в соответствии с ISO 1795 (предпочтительно без вальцевания). При вальцевании температура поверхности валков должна быть $(35 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Результат записывают как ML (1 + 4) при температуре $100 ^\circ\text{C}$.

4.2 Определение летучих веществ

Содержание летучих веществ определяют по ISO 248-1.

4.3 Определение золы

Золу определяют по ISO 247.

5 Приготовление резиновых смесей для оценки бутадиеновых каучуков

5.1 Стандартные рецептуры

В таблице 1 приведены две стандартные рецептуры. Для приготовления смесей используют национальные или международные стандартные образцы ингредиентов. Если стандартные образцы отсутствуют, используют ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами.

Т а б л и ц а 1 — Стандартные рецептуры

Наименование	Массовая часть для каучука	
	не наполненного маслом	маслонаполненного
Бутадиеновый каучук	100,00	100,00 + Y ^{a)} 3,00
Оксид цинка	3,00	3,00
Технический углерод IRB ^{b)}	60,0	0,6 (100 + Y)
Стеариновая кислота	2,0	2,0
Масло ASTM, тип 103 ^{c)}	15,00	—
Сера	1,50	1,50
TBBS ^{d)}	0,90	0,009 (100 + Y)
Всего	182,40	167,40 + 1,609 Y
Вычисленная плотность, г/см ³	1,11	—

a) Y — массовые части масла на 100 частей исходного каучука в маслонаполненном каучуке.

b) Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода. Сушат при температуре $(125 \pm 3) ^\circ\text{C}$ в течение 1 ч и хранят в герметичном сосуде.

c) Масло плотностью $0,92 \text{ г/см}^3$ выпускает компания «Sun Refining and Marketing Company», распространяет компания «R. E. Carroll, Inc.», 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638-3204, USA. Зарубежные заказы следует направлять компании «Sunoco Overseas, Inc.», 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA. Информация приведена для удобства пользователей стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию продукта. Допускается использовать другие масла, однако при этом могут быть получены разные результаты.

d) N-трет-бутилбензотиазол-2-сульфенамид (TBBS). Поставляется в форме порошка с исходным содержанием нерастворимого вещества не более 0,3 %, определяемого по ISO 11235. TBBS должен храниться в закрытом сосуде при температуре окружающей среды; содержание нерастворимого вещества следует проверять каждые 6 мес. Если содержание нерастворимого вещества более 0,75 %, материал бракуют или перекристаллизовывают.

5.2 Процедура

5.2.1 Общие положения

Оборудование и процедуры подготовки, смешения ингредиентов и вулканизации смеси должны соответствовать ISO 2393.

5.2.2 Процедуры смешения

5.2.2.1 Общие положения

Применяют пять альтернативных методов смешения:

- метод А1 — одностадийное смешение в закрытом резиносмесителе;
- метод А2 — двухстадийное смешение с использованием закрытого резиносмесителя на начальной и конечной стадии смешения;
- метод В — двухстадийное смешение на начальной стадии смешения в закрытом резиносмесителе, на конечной стадии — на вальцах.

Резиносмесители закрытого типа небольшого объема не обеспечивают получения достаточного количества смеси для окончательного смешения на вальцах, поскольку масса загрузки в четыре раза превышает массу, указанную в рецептуре. В таких случаях для конечного смешения рекомендуется использовать резиносмеситель. Регулируют начальную температуру в камере смесителя или массу загружаемых ингредиентов для того, чтобы конечная температура выгружаемой смеси не превышала 120 °С;

- методы С1 и С2 — смешение на вальцах.

Примечание 1 — При разных методах смешения могут быть получены разные результаты.

Примечание 2 — Смешивать на вальцах бутадиеновые каучуки растворной полимеризации труднее, чем другие каучуки, поэтому смешение лучше выполнять в закрытом резиносмесителе. Для некоторых типов бутадиенового каучука при смешении на вальцах невозможно получить качественную смесь.

5.2.2.2 Метод А1 — одностадийное смешение в закрытом резиносмесителе

Для закрытого резиносмесителя номинальным объемом 65—2000 см³ масса загружаемых ингредиентов должна быть равна номинальному объему резиносмесителя в кубических сантиметрах, умноженному на плотность смеси. При приготовлении серии идентичных смесей для каждой загрузки смешиваемых ингредиентов рабочие режимы закрытого резиносмесителя должны быть одинаковыми. На начальной стадии приготовления каждой серии смесей для испытаний ингредиенты, подлежащие обработке при соответствующих режимах, смешивают по рецептуре, как для испытуемых смесей. После выгрузки смеси и перед последующей загрузкой ингредиентов закрытый резиносмеситель охлаждают до заданной температуры (подходящая температура — 60 °С). Режим контроля температуры не должен меняться при смешении серии смесей.

При смешении должно быть обеспечено равномерное распределение всех ингредиентов.

Температура выгружаемой смеси после окончания смешения не должна превышать 120 °С. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют начальную температуру в камере смесителя или массу загружаемых ингредиентов.

Примечание 1 — Для закрытых резиносмесителей разного объема рекомендуемые режимы смешения приведены в таблице А.7.

Примечание 2 — Используют следующую процедуру смешения в резиносмесителе закрытого типа.

Процедура смешения		Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Загружают каучук в камеру. Опускают затвор	—	—
b)	Пластицируют каучук	1,0	1,0
c)	Поднимают затвор и вводят оксид цинка, масло, стеариновую кислоту и 50 % технического углерода. Очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора, опускают затвор	1,0	2,0
d)	Поднимают затвор и вводят TBBS, серу и оставшуюся часть технического углерода. Затем очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора и опускают затвор	1,0	3,0
e)	Проводят смешение	6,0	9,0
f)	Отключают двигатель, поднимают затвор, извлекают камеру для смешения и выгружают смесь. Регистрируют максимальную температуру смеси.		

После выгрузки пропускают смесь на вальцах один раз при зазоре между валками 0,5 мм, затем два раза — при зазоре 3,0 мм при температуре поверхности валков $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Определяют и записывают массу смеси. Если она отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют.

При необходимости готовят образец для определения вулканизационных характеристик по ISO 3417 или ISO 6502. Перед испытаниями выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

При необходимости листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37. Для получения каландрового эффекта пропускают четыре раза сложенную вдвое пластину на вальцах при зазоре между валками 2,1 мм и 2,5 мм и температуре поверхности валков $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

5.2.2.3 Метод А2 — двухстадийное смешение в закрытом резиносмесителе на начальной и завершающей стадии смешения

5.2.2.3.1 Стадия 1 — начальное смешение по 5.2.2.2.

Температура выгружаемой смеси после смешения не должна превышать $170 ^\circ\text{C}$. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют начальную температуру в смесительной камере или массу загружаемых ингредиентов.

Примечание — Используют следующую процедуру начального смешения в резиносмесителе закрытого типа.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Устанавливают температуру $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$, регулируют угловую скорость вращения ротора и усилие прижатия затвора резиносмесителя закрытого типа так, чтобы смесь выгружалась при температуре, указанной в перечислении в). Закрывают дверцу загрузки ингредиентов, включают двигатель и поднимают затвор. Загружают каучук в камеру. Опускают затвор	—	—
b)	Загружают 50 % каучука, затем вводят оксид цинка, технический углерод, масло (для каучука BR, не наполненного маслом), стеариновую кислоту и остаток каучука. Опускают затвор	0,5	0,5
c)	Проводят смешение	3,0	3,5
d)	Поднимают затвор и очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор	0,5	4,0
e)	Выгружают смесь, когда температура достигнет $170 ^\circ\text{C}$ или общее время смешения 6 мин в зависимости от того, что произойдет раньше	2,0	6,0

Сразу после выгрузки пропускают смесь три раза на вальцах при зазоре между валками 5,0 мм и температуре поверхности валков $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

5.2.2.3.2 Стадия 2 — завершающее смешение

При смешении должно быть обеспечено равномерное распределение всех ингредиентов.

Температура выгружаемой смеси не должна превышать $120 ^\circ\text{C}$. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют начальную температуру в камере смесителя или массу загружаемых ингредиентов.

Примечание — Используют следующую процедуру завершающего смешения в закрытом резиносмесителе.

Процедура смешения		Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Охлаждают резиносмеситель до температуры $(40 \pm 5) ^\circ\text{C}$, используя водяное охлаждение роторов. Включают двигатель и поднимают затвор	—	—
b)	Отключают подачу пара, оставляют водяное охлаждение. Загружают в резиносмеситель всю серу и TBBS и 50 % маточной смеси. Добавляют оставшуюся часть маточной смеси. Опускают затвор	0,5	0,5
c)	Смешивают до достижения температуры $110 ^\circ\text{C}$ или общего времени смешения 3 мин в зависимости от того, что произойдет раньше	2,5	3,0

Сразу после выгрузки пропускают смесь на вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков.

Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси для испытаний на реометре.

Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.

5.2.2.4 Метод В — двухстадийное смешение: на начальной стадии в закрытом резиносмесителе и на вальцах — на завершающей стадии

5.2.2.4.1 Стадия 1 — начальное смешение

Начальное смешение — по 5.2.2.3.1.

5.2.2.4.2 Стадия 2 — завершающее смешение на вальцах

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецептуре.

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре как указано ниже это не обеспечивается, регулируют зазор между валками.

Процедура смешения		Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Устанавливают и поддерживают температуру поверхности валков $(35 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и зазор между валками 1,5 мм. Вальцуют маточную смесь на переднем валке	1,0	1,0
b)	Медленно вводят серу и TBBS в смесь. Собирают и вводят в смесь все ингредиенты, просыпавшиеся на поддон вальцов	1,0	2,0
c)	Делают по шесть подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	1,5	3,5
d)	Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков	1,5	5,0
e)	Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют или проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси для испытаний на реометре.		
f)	Листуют оставшуюся смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.		

5.2.2.5 Методы С1 и С2 — смешение на вальцах

5.2.2.5.1 Общие положения

Бутадиеновые каучуки растворной полимеризации трудно обрабатываются на вальцах. При наличии резиносмесителя закрытого типа предпочтительны методы А и В, обеспечивающие равномерное распределение ингредиентов. Если резиносмеситель закрытого типа отсутствует, следует применять методы смешения на вальцах.

Метод С1 применяют для всех типов бутадиеновых каучуков растворной полимеризации, маслona-полненных или не наполненных маслом. Метод С2 обеспечивает более легкое смешение и равномерное распределение ингредиентов и применим только для каучуков, не наполненных маслом.

При использовании методов С1 и С2 не всегда получают одинаковые результаты для не наполненных маслом бутадиеновых каучуков растворной полимеризации. Поэтому при межлабораторных испытаниях или при проведении серии испытаний необходимо применять один и тот же метод смешения.

5.2.2.5.2 Метод С1

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в три раза превышать массу, указанную в рецептуре (т. е. $3 \cdot 182,40 \text{ г} = 547,20 \text{ г}$ или $3 \cdot 167,40 \text{ г} = 502,20 \text{ г}$). При смешении регулируют режим охлаждения валков для поддержания температуры $(35 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$.

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном как указано ниже зазоре это не обеспечивается, регулируют зазор между валками.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Пропускают каучук на вальцах при зазоре между валками 1,3 мм <i>Примечание</i> — При смешении каучуков, не наполненных маслом, возможно более длительное вальцевание.	1,0	1,0
b)	Вводят равномерно вдоль валков оксид цинка и стеариновую кислоту. Выполняют по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	3,0
c)	Вводят равномерно с постоянной скоростью вдоль валков технический углерод. После введения примерно 50 % технического углерода увеличивают зазор между валками до 1,8 мм, затем вводят остаток технического углерода. Выполняют по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны с интервалом 30 с между подрезами. Обязательно вводят в смесь весь технический углерод, просыпавшийся на поддон вальцов	15,0—18,0	18,0—21,0
d)	Вводят очень медленно по каплям масло (за исключением маслona-полненных BR)	8,0—10,0	26,0—31,0
e)	Вводят серу и TBBS. Собирают и вводят весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов	2,0	28,0—33,0
f)	Выполняют по шесть последовательных подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	30,0—35,0
g)	Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков	2,0	32,0—37,0
h)	Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси для испытаний на реометре.		
i)	Листуют оставшуюся смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.		

5.2.2.5.3 Метод С2

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна быть в два раза больше массы, указанной в рецептуре (т. е. $2 \cdot 182,40 \text{ г} = 364,80 \text{ г}$). Регулируют режим охлаждения валков для поддержания при смешении температуры $(35 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$. Вводят ингредиенты в смесь медленно и равномерно вдоль валков. Смесь не подрезают, пока не будут введены все ингредиенты.

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном как указано ниже зазоре это не обеспечивается, регулируют зазор между валками.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Пропускают каучук на вальцах два раза при зазоре между вальцами ($0,45 \pm 0,01$) мм, затем вальцуют с образованием шкурки резиновой смеси. Делают по два последовательных подреза на 3/4 вальца с каждой стороны	2,0	2,0
b)	Вводят стеариновую кислоту и оксид цинка. Делают по три последовательных подреза на 3/4 вальца с каждой стороны	2,0	4,0
c)	Вводят последовательно 50 % масла и 50 % технического углерода. Делают по семь последовательных подрезов на 3/4 вальца с каждой стороны	12,0	16,0
d)	Вводят последовательно остаток масла и технического углерода. Вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов. Делают по семь подрезов на 3/4 вальца с каждой стороны	12,0	28,0
e)	Вводят TBBS и серу. Делают по шесть подрезов на 3/4 вальца с каждой стороны	4,0	32,0
f)	Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между вальцами 0,7—0,8 мм и пропускают свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков шесть раз	3,0	35,0
g)	Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси для испытаний на реометре.		
h)	Листуют оставшуюся смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.		

6 Кондиционирование смесей

После смешения по методам A1, A2, B, C1 и C2 смеси выдерживают перед вулканизацией 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

7 Определение вулканизационных характеристик на реометре

7.1 Использование реометра с колеблющимся диском

Определяют стандартные характеристики M_L , M_H за определенное время t_{s1} , t'_c (50) и t'_c (90) по ISO 3417 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в мин);
- амплитуда колебаний: 1° дуги;
- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % шкалы при M_H (для некоторых каучуков смещение 75 % не достигается);
- температура полуформ: ($160,0 \pm 0,3$) °C;
- время предварительного прогрева — не нормируется.

7.2 Использование безроторного реометра

Определяют стандартные характеристики M_L , M_H за определенное время t_{s1} , t'_c (50) и t'_c (90) по ISO 6502 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в мин);
- амплитуда колебаний: 0,5° дуги;

- | | |
|-------------------------------------|--|
| - чувствительность: | выбирается для получения смещения не менее 75 % шкалы при M_n (для некоторых каучуков смещение 75 % не достигается); |
| - температура полуформ: | (160,0 ± 0,3) °С; |
| - время предварительного прогрева — | не нормируется. |

8 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

Вулканизуют пластины при температуре 145 °С в течение 25, 35 и 50 мин или альтернативно при температуре 150 °С в течение 20, 30 и 50 мин. Три выбранных периода должны включать подвулканизацию, оптимальную вулканизацию и предельную степень вулканизации испытуемого материала.

Выдерживают вулканизованные пластины 16—96 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

Упругопрочностные свойства определяют по ISO 37.

9 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложении А.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- обозначение настоящего стандарта;
- подробную информацию для идентификации пробы;
- метод определения содержания летучих веществ (метод вальцевания или метод с использованием термостата);
- метод определения содержания золы (метод А или В по ISO 247);
- использованные стандартные ингредиенты;
- используемую стандартную рецептуру;
- процедуру смешения согласно 5.2.2;
- метод испытаний на реометре по разделу 8 (ISO 3417 или ISO 6502);
- время определения значения M_n с помощью реометра;
- температуру и время вулканизации по разделу 8;
- любые отклонения, отмеченные при испытаниях;
- процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или ссылочными стандартами, а также необязательные процедуры;
- результаты испытаний с указанием единиц измерения;
- дату проведения испытаний.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие положения

В 1987 и 2004 гг. проводили две программы межлабораторных испытаний (ИТР). При проведении ИТР 1987 г. смеси готовили на вальцах. При выполнении ИТР 2004 г. было использовано двухстадийное смешение: на вальцах и в закрытом резиносмесителе.

Прецизионность, установленную при выполнении ИТР, не следует использовать при приемочных испытаниях любой группы материалов или продукции без документального подтверждения того, что показатели применимы к этим конкретным материалам (продукции) и протоколам испытаний, включающим данный метод.

А.2 Прецизионность при выполнении ИТР 1987 г. (смешение на вальцах)

А.2.1 Сведения о ИТР

А.2.1.1 Смеси готовили по двум рецептурам на основе двух типов бутадиенового каучука (BR) в каждой из 17 лабораторий, принимающих участие в ИТР в каждый из двух дней с интервалом примерно 1 неделя. Рецепт 1 была на основе каучука, не наполненного маслом, рецепт 2 — на основе маслосодержащего каучука.

Смеси готовили по методу С1 настоящего стандарта (смешение на вальцах) из специальных образцов однородных ингредиентов, направленных в лаборатории перед проведением испытания. Упругопрочностные свойства при растяжении определяли на вулканизованных пластинках, приготовленных из каждой смеси или композиции в соответствии с программой испытаний.

А.2.1.2 Модуль (напряжение при удлинении 300 %), прочность при разрыве и удлинение при разрыве определяли по ISO 37, за результат испытания принимали медианное значение пяти отдельных определений. 17 лабораторий испытывали образцы в форме двухсторонней лопатки. 5 лабораторий также испытывали образцы в форме колец. Определяли прецизионность типа 2, период времени для повторяемости и воспроизводимости брали по шкале дней.

А.2.2 Показатели прецизионности

Прецизионность (повторяемость и воспроизводимость) определяли по ISO/TR 9272:1986.

Прецизионность определения упругопрочностных свойств при растяжении для образцов в форме двухсторонней лопатки приведена в таблице А.1, для образцов в форме колец — в таблице А.2.

В таблицах А.1 и А.2 использованы следующие обозначения:

r — повторяемость, в единицах измерения — значение, ниже которого с установленной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в одной лаборатории;

(r) — повторяемость, % отн.

Повторяемость — два результата испытаний, полученные с использованием одного и того же метода на номинально идентичных испытуемых материалах в одних и тех же условиях (одни и те же оператор, оборудование и лаборатория) в течение установленного периода времени. Если нет других указаний, доверительная вероятность составляет 95 %;

R — воспроизводимость в единицах измерения — значение, ниже которого с установленной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в разных лабораториях;

(R) — воспроизводимость, % отн.

Воспроизводимость — два результата испытаний, полученные с использованием одного и того же метода на номинально идентичных испытуемых материалах в разных условиях (разные операторы, оборудование и лаборатория) в течение установленного периода времени. Если нет других указаний, доверительная вероятность составляет 95 %.

Показатели прецизионности применимы только при смешении на вальцах по методу С1 настоящего стандарта.

Т а б л и ц а А.1 — Прецизионность типа 2 (образцы в форме двухсторонней лопатки)

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(r)	R	(R)
Напряжение при удлинении 300 %, МПа					
1	10,9	1,37	12,6	2,61	23,8
2	13,0	1,66	12,8	2,90	22,3

Окончание таблицы А.1

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(r)	R	(R)
Прочность при растяжении, МПа					
1	16,5	1,23	7,47	3,13	18,9
2	17,7	1,82	10,3	3,93	22,3
Относительное удлинение при разрыве, %					
1	367	35,1	9,55	76,6	20,8
2	424	57,8	13,6	127	29,9

Т а б л и ц а А.2 — Прецизионность типа 2 (образцы в форме колец)

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(r)	R	(R)
Напряжение при удлинении 300 %, МПа					
1	10,3	0,82	7,98	4,13	40,2
2	11,9	0,82	6,93	4,73	39,7
Прочность при растяжении, МПа					
1	14,4	0,98	6,81	3,03	21,1
2	15,8	1,40	8,88	4,36	27,6
Относительное удлинение при разрыве, %					
1	362	62,1	17,2	62,1	17,2
2	433	51,7	11,9	51,7	11,9

А.3 Прецизионность при выполнении ИТР 2004 г. (смешение на вальцах и в закрытом резиносмесителе)

А.3.1 Сведения о ИТР

При проведении ИТР определяли прецизионность с использованием резиновых смесей, приготовленных при смешении на вальцах и в закрытых резиносмесителях разного объема на основе бутадиенового каучука (BR), не наполненного маслом (см. таблицу 1 настоящего стандарта); использовался каучук Neocis BR40—1,4-цис-полибутадиен с высоким содержанием цис-звеньев (97 %), получаемый с применением неодимсодержащего катализатора (Nd). ИТР проводили в рамках технического пересмотра ISO 2393:1994.

П р и м е ч а н и е — Применяли резиносмесители закрытого типа — микросмесители, закрытые и лабораторные.

При проведении ИТР использовали основные положения пересмотренного ISO/TR 9272:2005. На момент проведения ИТР по оценке прецизионности отчет, заменяющий ISO/TR 9272:1986, находился на стадии голосования. Использованы термины и другие статистические элементы, приведенные в ISO/TR 9272:2005.

Определяли упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении и измерения на реометре для каждой процедуры смешения. Прецизионность определения упругопрочностных свойств при растяжении определялась при измерении напряжения (модуля) при удлинении 100 %, 200 % и 300 %, относительного удлинения при разрыве и прочности при растяжении. Прецизионность измерения на реометре была определена для M_H (максимального крутящего момента), M_L (минимального крутящего момента), t_{51} (времени подвулканизации или времени до подъема на 1 дН · м), t'_{50} (времени достижения 50 % максимального крутящего момента) и t'_{90} (времени достижения 90 % максимального крутящего момента). Была определена прецизионность типа 2. Резиновые смеси были приготовлены и испытаны в каждый из двух дней с интервалом 1 неделя.

Для проведения испытаний каждой приготовленной смеси (определение упругопрочностных свойств и измерения на реометре) в каждый из двух дней для каждого типа вулканизата в каждый из двух дней испытания были приготовлены отдельные смеси с использованием однородных ингредиентов. За результат испытаний принималось

среднеарифметическое значение двух параллельных определений, проведенных в каждый из двух дней испытаний, прецизионность вычисляли с использованием этих результатов.

В программе испытаний с использованием закрытого резиносмесителя принимало участие 10 лабораторий, использовавших резиносмесители разных типов и объемов. В ИТР были использованы резиносмесители объемом 75, 80, 270, 379, 422, 588, 1500, 1580, 1600 и 3322 см³. Некоторые лаборатории предоставили полученные результаты при использовании резиносмесителей разного объема. Результаты, полученные при использовании отдельных резиносмесителей, были включены в базу данных ИТР как результаты, полученные отдельными лабораториями. Это позволило получить базу данных, эквивалентную участию 17 лабораторий. Каждая комбинация резиносмеситель-лаборатория была обозначена как псевдолаборатория.

А.3.2 Показатели прецизионности

Показатели прецизионности при использовании двух методов приготовления смесей для определения упругопрочностных свойств и измерений на реометре приведены в таблицах А.3—А.6. Результаты были получены при применении варианта 1 исключения выбросов в соответствии с ISO/TR 9272:2005. Основные положения по использованию показателей прецизионности приведены ниже. Показатели прецизионности представлены в виде показателей абсолютной прецизионности r и R и показателей относительной прецизионности (r) и (R) (см. дополнительную информацию, приведенную ниже).

Т а б л и ц а А.3 — Прецизионность (тип 2) определения упругопрочностных характеристик вулканизатов (смешение на вальцах)

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий ^{a)}
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
Напряжение при удлинении 100 %, (S_{100}), МПа	2,15	0,094	0,26	12,2	0,10	0,28	13,0	6
Напряжение при удлинении 200 %, (S_{200}), МПа	5,43	0,130	0,37	6,86	0,42	1,19	21,9	6
Напряжение при удлинении 300 %, (S_{300}), МПа	10,81	0,136	0,38	3,52	1,02	2,86	26,4	6
Относительное удлинение при разрыве, %	417	11,4	31,9	7,66	30,20	84,5	20,3	8
Прочность при растяжении, МПа	17,42	0,344	0,96	5,53	2,14	5,98	34,4	7
Общее среднее значение	—	—	—	7,2	—	—	23,2	—

a) Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ИТР после исключения выбросов (по варианту 1).
 Использованы следующие обозначения:
 s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, в единицах измерения;
 r — повторяемость, в единицах измерения;
 (r) — повторяемость, % отн.;
 s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса в единицах измерения);
 R — воспроизводимость, в единицах измерения;
 (R) — воспроизводимость, % отн.

Т а б л и ц а А.4 — Прецизионность (тип 2) измерений на реометре (смешение на вальцах)

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий ^{a)}
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_H , дН·м	18,3	0,293	0,82	4,48	0,937	2,62	14,3	5
M_L , дН·м	2,83	0,130	0,35	12,4	0,230	0,64	22,5	7
t_{s1} , мин	2,87	0,135	0,38	13,2	0,196	0,55	19,1	6
$t'_c(50)$, мин	6,91	0,130	0,36	5,3	0,293	0,82	11,9	5

Окончание таблицы А.4

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий ^{a)}
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
t_c^* (90), мин	11,1	0,150	0,43	3,9	0,900	2,53	22,8	5
Общее среднее значение	—	—	—	7,9	—	—	18,1	—
<p>^{a)} Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ИТР после исключения выбросов (по варианту 1). Использованы следующие обозначения: s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, в единицах измерения; r — повторяемость, в единицах измерения; (r) — повторяемость, % отн.; s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса в единицах измерения); R — воспроизводимость, в единицах измерения; (R) — воспроизводимость, % отн.</p>								

Т а б л и ц а А.5 — Прецизионность (тип 2) определения упругопрочностных свойств вулканизатов (смещение в закрытом резиносмесителе)

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий ^{a)}
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
Напряжение при удлинении 100 %, (S_{100}), МПа	2,33	0,086	0,240	10,3	0,203	0,57	24,4	12
Напряжение при удлинении 200 %, (S_{200}), МПа	5,82	0,210	0,59	10,1	0,470	1,31	22,6	12
Напряжение при удлинении 300 %, (S_{300}), МПа	11,1	0,346	0,97	8,76	0,838	2,35	21,2	13
Относительное удлинение при разрыве, %	415	12,02	33,7	8,10	40,60	113,6	27,4	15
Прочность при растяжении, МПа	17,0	0,835	2,34	13,8	1,17	3,28	19,3	15
Общее среднее значение	—	—	—	10,2	—	—	23,0	—
<p>^{a)} Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ИТР после исключения выбросов (по варианту 1). Использованы следующие обозначения: s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, в единицах измерения; r — повторяемость, в единицах измерения; (r) — повторяемость, % отн.; s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса в единицах измерения); R — воспроизводимость, в единицах измерения; (R) — воспроизводимость, % отн.</p>								

Т а б л и ц а А.6 — Прецизионность (тип 2) измерений на реометре (смещение в закрытом резиносмесителе)

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий ^{a)}
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_H , дН·м	18,55	0,196	0,550	2,97	1,051	2,94	15,9	10
M_L , дН·м	2,97	0,054	0,150	5,04	0,665	1,86	62,6	13

Окончание таблицы А.6

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий ^{a)}
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
t_{51} , мин	2,84	0,066	0,185	6,53	0,587	1,64	57,9	13
$t'_2(50)$, мин	6,63	0,087	0,240	3,68	0,661	1,85	27,9	12
Общее среднее значение		—	—	4,6	—	—	38,5	

^{a)} Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ИТР после исключения выбросов (по варианту 1).
Использованы следующие обозначения:
 s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение (в единицах измерения);
 r — повторяемость, в единицах измерения;
 (r) — повторяемость, % отн.;
 s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса в единицах измерения);
 R — воспроизводимость, в единицах измерения;
 (R) — воспроизводимость, % отн.

Повторяемость

Значения повторяемости или прецизионности локальной области для каждого определяемого показателя приведены в таблицах А.3—А.6. Результаты двух отдельных испытаний, полученные в одной и той же лаборатории при правильном применении настоящего стандарта, отличающиеся более чем на приведенные в таблице значения для r в единицах измерения или (r) в процентах следует считать недостоверными, т. е. полученными из разных совокупностей. В этом случае требуется проведение соответствующей проверки.

Воспроизводимость

Значения воспроизводимости или прецизионности общей области для каждого определяемого показателя приведены в таблицах А.3—А.6. Результаты двух отдельных испытаний, полученные в разных лабораториях при правильном применении настоящего стандарта, отличающиеся более чем на приведенные в таблице значения для R в единицах измерений или (R) в процентах следует считать недостоверными, т. е. полученными из разных совокупностей. В этом случае требуется проведение соответствующей проверки.

А.3.3 Сравнение значений относительной воспроизводимости

Общее среднее или общая относительная воспроизводимость (R) , значения которой приведены в таблицах А.3—А.6, указывает на расхождение относительной воспроизводимости результатов, полученных при смешении на вальцах и в резиносмесителе закрытого типа.

В таблицах А.3 и А.4 приведены значения (R) результатов определения упругопрочностных свойств и измерений на реометре для смесей, приготовленных на вальцах, составляющие 23,2 % и 18,1 % соответственно, в таблицах А.5 и А.6 приведены значения результатов определения упругопрочностных свойств и измерения на реометре для смесей, приготовленных в закрытом резиносмесителе, составляющие 23,0 % и 38,5 % соответственно.

Общая относительная воспроизводимость результатов определений упругопрочностных свойств смесей, приготовленных на вальцах и в закрытом резиносмесителе, практически одинакова и составляет 23,2 % и 23,0 % соответственно. Однако для результатов измерений на реометре значения относительной воспроизводимости смеси, приготовленной на вальцах и в закрытом резиносмесителе, отличаются и составляют 18,1 % и 38,5 % соответственно. Большой разброс значений в основном обусловлен использованием в разных лабораториях закрытых резиносмесителей разного типа.

А.3.4 Смещение

Смещение — это разность между средним значением определяемой характеристики, полученным при испытании, и принятым опорным (действительным) значением определяемой характеристики. Опорные значения определяемой характеристики для настоящего метода испытания отсутствуют, поскольку значение определяемой характеристики может быть установлено только при применении данного метода. Следовательно, смещение метода не может быть установлено.

А.3.5 Режимы резиносмесителя закрытого типа

В таблице А.7 приведены режимы смешения для каждого закрытого резиносмесителя, использованного в лабораториях — участниках программы ИТР 2004 г.

**Приложение ДА
(справочное)**

**Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным
международным стандартам**

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 37:2011 Резина вулканизованная или термопластичная. Определение упруго-прочностных свойств при растяжении	IDT	ГОСТ ISO 37—2013 Резина или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении
ISO 247:2006 Резина. Определение золы	IDT	ГОСТ ISO 247—2013 Каучук и резина. Определение золы
ISO 248-1:2011 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата	IDT	ГОСТ ISO 248-1—2013 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата
ISO 289-1:2005 Резина невулканизованная. Определения с использованием сдвигового вискозиметра. Часть 1. Определение вязкости по Муни	—	*
ISO 1795:2007 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры
ISO 2393:2008 Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы	NEQ	ГОСТ 30263—96 Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы
ISO 3417:2008 Резина. Определение вулканизационных характеристик на реометре с колеблющимся диском	—	*
ISO 6502:1999 Резина. Руководство по эксплуатации реометра	—	*
ISO 23529:2010 Резина. Общие методы подготовки и кондиционирования образцов для физических методов испытаний	IDT	ГОСТ ISO 23529—2013 Резина. Общие методы приготовления и кондиционирования образцов для определения физических свойств
<p>* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.</p> <p>П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> - IDT — идентичные стандарты; - NEQ — неэквивалентные стандарты. 		

Библиография

- [1] ISO 2476:1988 Rubber, butadiene (BR) — Solution-polymerized types — Evaluation procedure [now withdrawn]
[Каучук бутадиеновый (BR). Растворный тип полимеризации. Методы оценки (отменен)]
- [2] ISO/TR 9272:2005 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards
(Резина и резиновые изделия. Определение показателей прецизионности стандартных методов испытаний)
- [3] ISO 11235:1999 Rubber compounding ingredients — Sulfenamide accelerators — Test methods
(Ингредиенты резиновой смеси. Сульфенамидные ускорители. Методы испытаний)

УДК 678.762.2:006.354

МКС 83.060

IDT

Ключевые слова: бутадиеновый каучук растворной полимеризации, методы оценки

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.04.2014. Подписано в печать 02.06.2014. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,75. Тираж 38 экз. Зак. 2199.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru