ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54545— 2011

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Определение общей и водорастворимой золы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4, выполненного ФГУП «НИИСК»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2011 г. № 629-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д 5667—2010 «Стандартный метод испытаний синтетических каучуков. Общая и водорастворимая зола» (ASTM D 5667—2010 «Standard test method for rubber from synthetic sources — Total and water soluble ash»). При этом дополнительные слова, ссылки, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом.

В настоящий стандарт включены требования к отбору проб и аппаратуре, учитывающие потребности национальной экономики Российской Федерации.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2013

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Общие положения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определение общей золы 1
4 Назначение и область применения 2
5 Аппаратура 2
6 Подготовка проб 2
7 Проведение испытания 2
8 Вычисление 3
9 Определение водорастворимой золы 3
10 Проведение испытания 3
11 Вычисление 3
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте 4

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Определение общей и водорастворимой золы

Synthetic rubbers. Determination of total and water soluble ash

Дата введения — 2013—07—01

1 Общие положения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы определения общей и водорастворимой золы в синтетических каучуках.

1.2 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54546—2011 Каучуки синтетические. Определение массовой доли летучих веществ

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 19338—90 Каучук синтетический. Метод определения потери массы при сушке

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27109—86 Каучуки синтетические. Методы отбора и подготовки проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Определение общей золы

3.1 Общие положения

Пробу высушенного каучука точно взвешивают во взвешенном тигле и сжигают в муфельной печи при температуре 550 °С до полного окисления углеродсодержащего материала. Затем тигель охлаждают в эксикаторе, взвешивают и вычисляют количество образовавшейся золы в процентах.

Издание официальное

3.2 Пробу каучука отбирают из высушенного каучука, полученного после определения содержания летучих веществ по ГОСТ 19338.

Допускается отбирать пробы каучука по ГОСТ 27109 без предварительного высушивания.

4 Назначение и область применения

4.1 Настоящие методы испытаний в основном предназначены для арбитражных целей, но могут быть использованы для производственного контроля качества каучуков.

4.2 Общая и водорастворимая зола каучуков может быть связана с такими свойствами резиновых смесей и резин, как абсорбция воды, набухание, диэлектрические свойства и т. д.

5 Аппаратура

5.1 Тигель, точно взвешенный, объемом не менее 25 $см^3$ в расчете на 1 г пробы.

Тигель по ГОСТ 9147.

Примечание — Для определения водорастворимой золы используют фильтрующий тигель из мелкопористого плавленого кварца или из фарфора, помещая небольшой обеззоленный бумажный фильтр на дно тигля, чтобы предотвратить потери жидких продуктов пиролиза.

5.2 Обеззоленный бумажный фильтр диаметром 150 мм.

5.3 Муфельная печь, способная поддерживать температуру (550 ± 25) °С.

5.4 Стеклянная палочка для перемешивания.

5.5 Резиновый наконечник.

5.6 Сушильный шкаф.

5.7 Весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

5.8 Эксикатор по ГОСТ 25336.

6 Подготовка проб

Пробы высушивают в соответствии с методом А или В по *ГОСТ Р 54546.*

7 Проведение испытания

7.1 Тигель прокаливают в муфельной печи до постоянной массы при температуре (550 ± 25) °С и взвешивают. Во взвешенном тигле точно взвешивают от 3 до 5 г листованного высушенного каучука. Пробы каучука, скоагулированного квасцами, имеют тенденцию к вспучиванию и потерям во время озоления, поэтому перед сжиганием их плотно заворачивают в обеззоленный бумажный фильтр диаметром 150 мм. Помещают тигель с образцом в муфельную печь при температуре (550 ± 25) °С и выдерживают до полного окисления углеродсодержащих веществ.

Примечания

1 ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ! Дверцу печи нельзя открывать по меньшей мере в течение 1 ч после помещения тигля в печь.

2 При использовании тигля из плавленого кварца его помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (300 ± 25) °С, на 30 мин. Затем повышают температуру до (550 ± 25) °С и нагревают не менее 1 ч или до полного окисления углеродсодержащих веществ. Перед удалением тигля из печи температуру снижают до 300 °С.

7.2 После полного окисления углерода вынимают тигель из печи, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают. Если граница золы в тигле находится в пределах 3 мм от его края, золу выбрасывают и проводят анализ заново.

7.3 Повторно нагревают тигель с его содержимым в течение приблизительно 30 мин при температуре (550 ± 25) °С, вынимают тигель из печи, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают. Если масса тигля отличается более чем на 1 % по сравнению с предыдущим результатом, эту процедуру повторяют.

7.4 При необходимости определения водорастворимой золы сохраняют полученную золу и проводят испытание по методу, описанному в *разделах 9—11*.

8 Вычисление

Относительное количество образовавшейся золы $X_{отн}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{отн} = \frac{C - B}{A - B} 100, \quad (1)$$

где C — масса тигля с золой, г;

B — масса тигля, г;

A — масса тигля с исходной высушенной пробой, г.

9 Определение водорастворимой золы

9.1 Общие положения

Золу, полученную, как описано в *разделах 3—7*, промывают трижды порциями воды по 30 см^3, тигель с содержимым сушат в сушильном шкафу, после чего помещают в муфельную печь. Затем тигель охлаждают, взвешивают и вычисляют количество водорастворимой золы в процентах.

10 Проведение испытания

10.1 В тигель наливают 30 см^3 горячей дистиллированной воды, имеющей температуру от 80 °С до 90 °С, и перемешивают содержимое в течение 5 мин стеклянной палочкой, снабженной резиновым наконечником. Фильтруют образовавшуюся смесь при помощи вакуум-насоса. Повторяют операции промывания золы и фильтрования, используя еще две порции горячей воды по 30 см^3. Высушивают тигель в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре (105 ± 5) °С.

10.2 При использовании тигля из прокаленного фарфора помещают тигель на 1 ч в муфельную печь при температуре (550 ± 25) °С. Затем охлаждают тигель в эксикаторе и взвешивают.

10.3 При использовании кварцевого тигля выполняют процедуры нагревания и охлаждения по примечанию 2 к 7.1. После этого взвешивают тигель с содержимым при комнатной температуре.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание проводят до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г.

11 Вычисление

Количество водорастворимой золы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C - D}{A - B} 100, \quad (2)$$

где C — масса тигля с общей золой, г;

D — масса тигля с нерастворимой золой, г;

A — масса тигля с исходной высушенной пробой, г;

B — масса тигля, г.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта
ГОСТ Р 53228—2008	MOD	МР 76 (1):2006 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»
ГОСТ 9147—80	—	—
ГОСТ 19338—90	—	—
ГОСТ 25336—82	MOD	ИСО 1773:1976 «Посуда лабораторная стеклянная. Перегонные колбы (узкогорлые)»
	MOD	ИСО 3819:1985 «Посуда лабораторная стеклянная. Стаканы»
	MOD	ИСО 4797:1981 «Посуда лабораторная стеклянная. Колбы с коническими пришлифованными соединениями»
ГОСТ 27109—86	—	—
ГОСТ Р 54546—2011	MOD	АСТМ Д 5668—2009 «Стандартные методы испытания синтетического каучука. Определение летучих»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 678.4:543.06:006.354 ОКС 83.040.10

Ключевые слова: синтетические каучуки, общая и водорастворимая зола

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.10.2013. Подписано в печать 12.11.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 111 экз. Зак. 1327.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

ОКС 83.040.10

Изменение № 1 ГОСТ Р 54545—2011 Каучуки синтетические. Определение общей и водорастворимой золы

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.08.2019 № 548-ст

Дата введения — 2019—09—01

Предисловие. Пункт 4. Заменить ссылки: АСТМ Д 5667—2010 на АСТМ Д 5667—95 (2015); ASTM D 5667—2010 на ASTM D 5667—95 (2015);

последний абзац. Заменить слова: «ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам, использованным в качестве ссылочных» на «ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного».

Содержание. Наименование приложения ДА. Заменить слова: «ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам, использованным в качестве ссылочных» на «ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

«4.1 Настоящие методы испытаний используют при оценке качества, а также они могут быть использованы для контроля качества при производстве синтетических каучуков».

Пункт 4.2. Заменить слова: «может быть связана с такими свойствами» на «может влиять на такие свойства».

Пункт 10.1. Заменить слова: «дистиллированной воды» на «деионизированной воды».

Приложение ДА. Наименование и таблицу ДА.1 изложить в новой редакции:

«**Сведения о соответствии ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном стандарте**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта
ГОСТ Р 54546—2011	MOD	ASTM D 5668 «Стандартные методы испытания синтетического каучука. Летучие вещества»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированные стандарты.		

».

(ИУС № 11 2019 г.)

ОКС 83.040.10

Изменение № 2 ГОСТ Р 54545—2011 Каучуки синтетические. Определение общей и водорастворимой золы

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.03.2024 № 276-ст

Дата введения — 2024—06—01

Предисловие. Пункт 4. Заменить ссылки: АСТМ Д 5667—95 (2015) на АСТМ Д 5667—21; ASTM D 5667—95 (2015) на ASTM D 5667—21.

Раздел 2 изложить в новой редакции (кроме примечания):

«**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3145 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 19338 Каучук синтетический. Метод определения потери массы при сушке

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27109 Каучуки синтетические. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ ISO 248-1 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата

ГОСТ ISO 1795 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54546 Каучуки синтетические. Определение массовой доли летучих веществ».

Подраздел 3.1. Исключить слова: «при температуре 550 °С»;

заменить слова: «количество образовавшейся» на «*массовую долю*».

Пункт 3.2. Заменить ссылки: «*по ГОСТ 19338*» на «*по ГОСТ 19338 или ГОСТ ISO 248-1*»; «*по ГОСТ 27109*» на «*по ГОСТ 27109 или ГОСТ ISO 1795*».

Пункт 5.1. Первый и второй абзацы изложить в новой редакции:

«5.1 Тигель вместимостью не менее 50 $см^3$.

Тигель по ГОСТ 9147 или по ГОСТ 6563».

Пункт 5.3. Заменить значение: «(550 ± 25) °С» на «(550 ± 25) °С и/или (850 ± 25) °С».

Пункт 5.7 изложить в новой редакции:

«*5.7 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228 с действительной ценой деления, не превышающей 0,0001 г*».

Раздел 5 дополнить пунктами *5.9* и *5.10*:

«*5.9 Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.*

5.10 Допускается использовать аппаратуру и средства измерений, отличные от указанных, с техническими и метрологическими характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающие получение достоверных результатов определения общей и водорастворимой золы».

Раздел 6. Заменить слова: «с методами А или В» на «с методами».

Пункт 7.1. Заменить слова: «к вспучиванию» на «к выкипанию»; «при температуре (550 ± 25) °С и выдерживают до полного окисления углеродсодержащих веществ» на «при температуре 300 °С, повышая температуру *в течение 25 мин* до 550 °С, и выдерживают до полного окисления углеродсодержащих веществ (медленное нагревание снижает вероятность потерь во время сжигания/обугливания пробы)»;

примечание 1 изложить в новой редакции:

«1 Не следует открывать дверцу печи в течение первых 30 мин после достижения температуры испытания. Рекомендуется на некоторое время (*на 5 с каждые 20 мин*) открывать и закрывать дверцу печи и продолжать нагревание пробы, чтобы улучшить процесс сжигания»;

примечание 2. Заменить слова: «повышают температуру» на «повышают температуру *в течение 25 мин*».

Пункт 7.3. Заменить слова: «приблизительно 30 мин» на «не менее 60 мин»;

дополнить примечанием:

«Примечание — Рекомендуется для лучшей повторяемости измерений использовать одно и то же время кондиционирования тигля и охлаждения тигля с золой».

Пункт 7.4 изложить в новой редакции:

«7.4 Для некоторых каучуков, таких как галогенсодержащие, температура испытания 550 °С может быть недостаточной для полного сгорания или возможно потребуется больше времени для достижения постоянной массы, поэтому предлагается следующая процедура»;

дополнить подпунктами 7.4.1—7.4.5:

«7.4.1 Точно взвешивают от 3 до 5 г высушенной пробы в тарированном тигле, прокаленном до постоянной массы при температуре (850 ± 25) °С.

7.4.2 Помещают тигель с высушенной пробой в муфельную печь при температуре 300 °С. Повышают температуру в печи до 850 °С (медленное нагревание снижает вероятность потерь во время сжигания/обугливания пробы).

7.4.3 Выдерживают тигель в печи до полного окисления углеродсодержащих веществ.

Примечание — Не следует открывать дверцу печи в течение первых 30 мин после достижения температуры испытания. Рекомендуется открывать на некоторое время, затем закрывать дверцу печи и продолжать нагревание пробы, чтобы облегчить процесс сжигания. Для лучшей повторяемости измерений рекомендуется использовать одинаковое время охлаждения пустого тигля и тигля с золой. В целях безопасности тигель можно удалять из печи при температуре значительно ниже температуры испытания.

7.4.4 После полного окисления пробы удаляют тигель из печи, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают. Если граница золы находится в пределах 3 мм от края тигля, золу удаляют и повторяют анализ.

7.4.5 Повторно нагревают тигель с содержимым не менее 60 мин при температуре (850 ± 25) °С, удаляют тигель из печи, охлаждают его до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают. Если масса тигля отличается от предыдущего показания более чем на 1 %, повторяют процедуру».

Раздел 7 дополнить пунктом 7.5:

«7.5 При необходимости определения водорастворимой золы сохраняют полученную золу и проводят испытание по методу, приведенному в разделах 9—11».

Раздел 8. Заменить слова: «Относительное количество образовавшейся золы $X_{отн}$, %,» на «*Массовую долю* общей золы *X*, %,»;

формула (1). Заменить обозначение: «$X_{отн}$» на «*X*».

Подраздел 9.1. Заменить слово: «количество» на «*массовую долю*».

Раздел 11. Заменить слово: «Количество» на «*Массовую долю*».

(ИУС № 6 2024 г.)

ОКС 83.040.10

Изменение № 1 ГОСТ Р 54545—2011 Каучуки синтетические. Определение общей и водорастворимой золы

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.08.2019 № 548-ст

Дата введения — 2019—09—01

Предисловие. Пункт 4. Заменить ссылки: АСТМ Д 5667—2010 на АСТМ Д 5667—95 (2015); ASTM D 5667—2010 на ASTM D 5667—95 (2015);

последний абзац. Заменить слова: «ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам, использованным в качестве ссылочных» на «ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного».

Содержание. Наименование приложения ДА. Заменить слова: «ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам, использованным в качестве ссылочных» на «ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

«4.1 Настоящие методы испытаний используют при оценке качества, а также они могут быть использованы для контроля качества при производстве синтетических каучуков».

Пункт 4.2. Заменить слова: «может быть связана с такими свойствами» на «может влиять на такие свойства».

Пункт 10.1. Заменить слова: «дистиллированной воды» на «деионизированной воды».

Приложение ДА. Наименование и таблицу ДА.1 изложить в новой редакции:

«**Сведения о соответствии ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном стандарте**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта
ГОСТ Р 54546—2011	MOD	ASTM D 5668 «Стандартные методы испытания синтетического каучука. Летучие вещества»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированные стандарты.		

».

(ИУС № 11 2019 г.)

ОКС 83.040.10

Изменение № 2 ГОСТ Р 54545—2011 Каучуки синтетические. Определение общей и водорастворимой золы

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05.03.2024 № 276-ст

Дата введения — 2024—06—01

Предисловие. Пункт 4. Заменить ссылки: АСТМ Д 5667—95 (2015) на АСТМ Д 5667—21; ASTM D 5667—95 (2015) на ASTM D 5667—21.

Раздел 2 изложить в новой редакции (кроме примечания):

«**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3145 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 19338 Каучук синтетический. Метод определения потери массы при сушке

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27109 Каучуки синтетические. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ ISO 248-1 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата

ГОСТ ISO 1795 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54546 Каучуки синтетические. Определение массовой доли летучих веществ».

Подраздел 3.1. Исключить слова: «при температуре 550 °С»;

заменить слова: «количество образовавшейся» на «*массовую долю*».

Пункт 3.2. Заменить ссылки: «*по ГОСТ 19338*» на «*по ГОСТ 19338 или ГОСТ ISO 248-1*»; «*по ГОСТ 27109*» на «*по ГОСТ 27109 или ГОСТ ISO 1795*».

Пункт 5.1. Первый и второй абзацы изложить в новой редакции:

«5.1 Тигель вместимостью не менее 50 $см^3$.

Тигель по ГОСТ 9147 или по ГОСТ 6563».

Пункт 5.3. Заменить значение: «(550 ± 25) °С» на «(550 ± 25) °С и/или (850 ± 25) °С».

Пункт 5.7 изложить в новой редакции:

«*5.7 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228 с действительной ценой деления, не превышающей 0,0001 г*».

Раздел 5 дополнить пунктами *5.9* и *5.10*:

«*5.9 Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.*

5.10 Допускается использовать аппаратуру и средства измерений, отличные от указанных, с техническими и метрологическими характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающие получение достоверных результатов определения общей и водорастворимой золы».

Раздел 6. Заменить слова: «с методами А или В» на «с методами».

Пункт 7.1. Заменить слова: «к вспучиванию» на «к выкипанию»; «при температуре (550 ± 25) °С и выдерживают до полного окисления углеродсодержащих веществ» на «при температуре 300 °С, повышая температуру *в течение 25 мин* до 550 °С, и выдерживают до полного окисления углеродсодержащих веществ (медленное нагревание снижает вероятность потерь во время сжигания/обугливания пробы)»;

примечание 1 изложить в новой редакции:

«1 Не следует открывать дверцу печи в течение первых 30 мин после достижения температуры испытания. Рекомендуется на некоторое время (*на 5 с каждые 20 мин*) открывать и закрывать дверцу печи и продолжать нагревание пробы, чтобы улучшить процесс сжигания»;

примечание 2. Заменить слова: «повышают температуру» на «повышают температуру *в течение 25 мин*».

Пункт 7.3. Заменить слова: «приблизительно 30 мин» на «не менее 60 мин»;

дополнить примечанием:

«Примечание — Рекомендуется для лучшей повторяемости измерений использовать одно и то же время кондиционирования тигля и охлаждения тигля с золой».

Пункт 7.4 изложить в новой редакции:

«7.4 Для некоторых каучуков, таких как галогенсодержащие, температура испытания 550 °С может быть недостаточной для полного сгорания или возможно потребуется больше времени для достижения постоянной массы, поэтому предлагается следующая процедура»;

дополнить подпунктами 7.4.1—7.4.5:

«7.4.1 Точно взвешивают от 3 до 5 г высушенной пробы в тарированном тигле, прокаленном до постоянной массы при температуре (850 ± 25) °С.

7.4.2 Помещают тигель с высушенной пробой в муфельную печь при температуре 300 °С. Повышают температуру в печи до 850 °С (медленное нагревание снижает вероятность потерь во время сжигания/обугливания пробы).

7.4.3 Выдерживают тигель в печи до полного окисления углеродсодержащих веществ.

Примечание — Не следует открывать дверцу печи в течение первых 30 мин после достижения температуры испытания. Рекомендуется открывать на некоторое время, затем закрывать дверцу печи и продолжать нагревание пробы, чтобы облегчить процесс сжигания. Для лучшей повторяемости измерений рекомендуется использовать одинаковое время охлаждения пустого тигля и тигля с золой. В целях безопасности тигель можно удалять из печи при температуре значительно ниже температуры испытания.

7.4.4 После полного окисления пробы удаляют тигель из печи, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают. Если граница золы находится в пределах 3 мм от края тигля, золу удаляют и повторяют анализ.

7.4.5 Повторно нагревают тигель с содержимым не менее 60 мин при температуре (850 ± 25) °С, удаляют тигель из печи, охлаждают его до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают. Если масса тигля отличается от предыдущего показания более чем на 1 %, повторяют процедуру».

Раздел 7 дополнить пунктом 7.5:

«7.5 При необходимости определения водорастворимой золы сохраняют полученную золу и проводят испытание по методу, приведенному в разделах 9—11».

Раздел 8. Заменить слова: «Относительное количество образовавшейся золы $X_{отн}$, %,» на «*Массовую долю* общей золы *X*, %,»;

формула (1). Заменить обозначение: «$X_{отн}$» на «*X*».

Подраздел 9.1. Заменить слово: «количество» на «*массовую долю*».

Раздел 11. Заменить слово: «Количество» на «*Массовую долю*».

(ИУС № 6 2024 г.)

gost.e-ecolog.ru