МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ ISO 3858— 2013**

# ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ. УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта

(ISO 3858:2008, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

## 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 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 |
| Украина | UA | Минэкономразвития Украины |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3858:2008 Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of light transmittance of toluene extract (Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта).

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).

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 межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 марта 2014 г. № 196-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 3858—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*

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации 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 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Сущность метода . . . . . 1
4 Реактивы . . . . . 1
5 Аппаратура . . . . . 2
6 Подготовка пробы . . . . . 2
7 Условия проведения испытания . . . . . 3
8 Проведение испытания . . . . . 3
9 Прецизионность и смещение . . . . . 4
10 Протокол испытания . . . . . 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам . . . . . 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ. УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта

Rubber compounding ingredients. Carbon black. Determination of light transmittance of toluene extract

**Дата введения — 2016—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 устанавливает метод определения коэффициента светопропускания толуольного экстракта технического углерода, применяемого в резиновой промышленности. Метод основан на определении изменения окраски, вызванной экстрагируемыми веществами.

Значение коэффициента светопропускания представляет собой оценку степени изменения окраски раствора, вызванного присутствием толуол-экстрагируемых веществ на поверхности технического углерода.

Данный метод не распространяется на технический углерод с высоким содержанием экстрагируемых веществ.

## 2 Нормативные ссылки

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

ISO 1124 Rubber compounding ingredients — Carbon black shipment sampling procedures (Ингредиенты резиновой смеси. Метод отбора проб технического углерода от партии)

ISO 1126:2006 Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of loss on heating (Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании)

ISO/TR 9272 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards (Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартных методов испытаний)

## 3 Сущность метода

Пробу технического углерода высушивают, взвешивают испытуемую порцию пробы и перемешивают ее с отмеренным объемом толуола при температуре окружающей среды. Полученную смесь фильтруют и порцию фильтрата переносят в абсорбционную кювету. Определяют коэффициент светопропускания фильтрата относительно чистого толуола при установленной длине волны с использованием спектрофотометра.

## 4 Реактивы

4.1 Толуол квалификации ч. д. а. (номер CAS 108-88-3).

**Издание официальное**

## 5 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование, а также оборудование, приведенное ниже.

5.1 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

5.2 Сушильный шкаф с естественной конвекцией, обеспечивающий поддержание температуры (125 ± 1) °С и ее равномерное распределение в пределах ±5 °С.

5.3 Спектрофотометр с вольфрамовой лампой накаливания, максимальной шириной спектральной полосы пропускания 20 нм, обеспечивающий измерение процентного светопропускания при длине волны 425 нм. Прибор должен быть оснащен призмой с высокой разрешающей способностью или дифракционной решеткой, позволяющей работать без оптического фильтра. Для обеспечения оптимальных рабочих характеристик прибор должен эксплуатироваться в соответствии с инструкциями изготовителя. Для некоторых приборов для компенсации колебаний напряжения, превышающих 4 В, необходимо использовать в электрической цепи трансформатор постоянного напряжения.

Примечание — Можно использовать современные спектрофотометры. Однако они обычно отличаются по ширине полосы пропускания от вышеуказанного прибора и при их применении могут быть получены отличающиеся результаты. Для внесения поправок в показания рекомендуется проводить надлежащую калибровку таких приборов по всему диапазону коэффициента пропускания по спектрофотометру высокой разрешающей способности (например, с шириной полосы пропускания 2 нм при длине волны 425 нм).

5.4 Абсорбционные кюветы с параллельными сторонами, полированные до плоскостности в пределах 10 нм.

Расстояние между параллельными сторонами в кювете должно быть (10,00 ± 0,05) мм.

Примечание 1 — Если используемая кювета имеет длину оптического пути, отличающуюся от 10 мм, коэффициент пропускания, соответствующий кювете с длиной оптического пути 10 мм, вычисляют по формуле

$$\lg \tau_0 = \frac{10}{L} \cdot \lg \tau - \frac{20}{L} + 2, \qquad (1)$$

где $\tau_0$ — коэффициент пропускания в кювете с длиной оптического пути 10 мм, %;

$L$ — длина оптического пути используемой кюветы, мм;

$\tau$ — коэффициент пропускания, наблюдаемый в используемой кювете, %.

Примечание 2 — Абсорбционные кюветы могут отличаться по коэффициенту пропускания. Рекомендуется использовать одну и ту же абсорбционную кювету при настройке спектрофотометра и проведении испытания.

5.5 Конические колбы с притертыми пробками вместимостью 100 или 125 см$^3$.

5.6 Мерный цилиндр вместимостью 50 см$^3$ с ценой деления 1 см$^3$ или автоматический дозатор бутылочного типа.

5.7 Фильтровальная воронка из химически стойкого стекла внутренним диаметром верхней части 75 мм.

5.8 Фильтровальная бумага диаметром 150 мм, не содержащая веществ, экстрагируемых толуолом, и задерживающая весь технический углерод.

5.9 Химические стаканы с носиком вместимостью 50 или 100 см$^3$.

5.10 Безворсовая бумага для протирания или ткань для протирания оптических линз.

5.11 Ватные тампоны.

5.12 Вытяжной шкаф, закрытый с трех сторон, с соответствующим поглотителем дыма, вентилятором и мотором в искробезопасном исполнении.

5.13 Контейнер для сбора использованного толуола и экстракта технического углерода.

## 6 Подготовка пробы

6.1 Пробы отбирают по ISO 1124.

6.2 Пробу технического углерода массой приблизительно 4 г сушат в сушильном шкафу (5.2) в соответствии с ISO 1126 (метод 1) при температуре 125 °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды. Высушенную пробу хранят в эксикаторе до начала испытаний.

Технический углерод не рекомендуется сушить при температуре выше установленной или с использованием инфракрасных ламп, поскольку можно потерять часть экстрагируемых веществ, что повлияет на результаты определений.

Примечание — Допускается не сушить термический технический углерод, получаемый сухим способом.

## 7 Условия проведения испытания

Испытания проводят при стандартных условиях — температуре (23 ± 2) °С и относительной влажности (50 ± 5) % или при температуре (27 ± 2) °С и относительной влажности (65 ± 5) %. Реактивы и аппаратуру перед применением выдерживают в помещении, в котором будут проводить испытания, до достижения температуры окружающей среды.

**Предупреждение** — Толуол является опасным веществом, поэтому испытания следует проводить в вытяжном шкафу с соответствующим поглотителем дыма. Мотор, вентилятор и др. должны быть в искробезопасном исполнении. В вытяжном шкафу также не должно быть дыма и паров, загрязняющих используемые реактивы и оборудование и влияющих на результат испытания.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Калибровка спектрофотометра

8.1.1 Прогревают спектрофотометр (5.3) в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

8.1.2 Устанавливают длину волны на приборе на значение 425 нм. Проверяют нулевое показание прибора и при необходимости регулируют.

8.1.3 Помещают фильтровальную бумагу (5.8) в воронку (5.7) и фильтруют приблизительно 30 см$^3$ толуола (4.1) в коническую колбу (5.5), закрывают колбу пробкой.

8.1.4 Наливают порцию профильтрованного толуола в химический стакан (5.9).

8.1.5 С помощью стакана с носиком три раза ополаскивают абсорбционную кювету (5.4) профильтрованным толуолом, наполняя ее каждый раз приблизительно на одну треть.

Абсорбционную кювету берут только за матовые грани. Не прикасаются к прозрачным гладким сторонам.

8.1.6 Наполняют кювету профильтрованным толуолом и тщательно протирают наружную поверхность безворсовой бумагой или тканью для протирки оптических линз (5.10), удерживая кювету перед удобным источником света для надлежащего контроля.

В содержимом кюветы не должно быть таких примесей, как ворсинки, которые могут рассеивать свет и влиять на результат испытания. При необходимости очищают внутреннюю поверхность кюветы ватным тампоном (5.11) или снова протирают наружную поверхность до полной прозрачности. Если требуется очистка внутренней поверхности кюветы, повторяют процедуру по 8.1.5.

8.1.7 Помещают абсорбционную кювету в спектрофотометр и настраивают прибор на считывание пропускания 100 % при длине волны 425 нм.

### 8.2 Проведение испытания

8.2.1 Взвешивают (2,00 ± 0,01) г высушенного технического углерода (за исключением технического углерода N990, N991, N907 и N908) и переносят в коническую колбу (5.5).

Взвешивают (5,00 ± 0,01) г технического углерода N990 и N 991 или (3,00 ± 0,01) г технического углерода N907 и N908 и переносят в коническую колбу (5.5).

8.2.2 С помощью мерного цилиндра или автоматического дозатора (5.6) добавляют в коническую колбу с анализируемой пробой (20,0 ± 0,5) см$^3$ толуола, закрывают колбу пробкой (для технического углерода N990 и N991 добавляют (50,0 ± 0,5) см$^3$ толуола, для технического углерода N907 и N908 — (30,0 ± 0,5) см$^3$ толуола).

При необходимости можно использовать большие объемы анализируемой пробы и толуола, но должно сохраняться соотношение: 10 см$^3$ толуола на каждый 1 г технического углерода.

8.2.3 Через 5 с после добавления толуола энергично вручную встряхивают смесь в течение 60—65 с. Можно использовать механический встряхиватель, обеспечивающий энергичное встряхивание со скоростью 240 встряхиваний в минуту.

8.2.4 Сразу после встряхивания фильтруют смесь через воронку (5.7) с фильтровальной бумагой (5.8) во вторую коническую колбу (5.5) и закрывают колбу пробкой.

Если в фильтрате наблюдается небольшое количество углерода, фильтрат удаляют и повторяют процедуру.

Для каждой анализируемой пробы меняют фильтровальную бумагу.

**Предупреждение** — Технический углерод может содержать полициклические ароматические соединения, некоторые из которых являются канцерогенами. Такие соединения прочно соединены с техническим углеродом и являются биологически неактивными, их можно извлечь методом настоящего

стандарта. Следует избегать попадания на кожу растворителя, содержащего экстракты из технического углерода.

8.2.5 Применяют абсорбционную кювету, соответствующую по коэффициенту пропускания кювете, использованной в 8.1.5, или при возможности ту же кювету, повторяют с фильтратом (8.2.4) процедуры по 8.1.4—8.1.6.

8.2.6 Помещают абсорбционную кювету в калиброванный спектрофотометр (см. 8.1) и регистрируют коэффициент светопропускания в процентах при длине волны 425 нм с точностью до 1 %.

Сразу ополаскивают абсорбционную кювету толуолом (4.1) после каждого определения.

8.2.7 По возможности корректируют значения коэффициента пропускания, полученные на спектрофотометре, согласно примечанию к 5.3 и примечанию 1 к 5.4 и регистрируют результат с точностью до 1 %.

## 9 Прецизионность и смещение

9.1 Прецизионность и смещение метода установлена по результатам проведения межлабораторных испытаний в соответствии с ISO/TR 9272.

9.2 Оценка прецизионности метода испытания приведена ниже. Показатели прецизионности не используются при проведении приемочных испытаний материалов без документального подтверждения их применимости к конкретным материалам и конкретным протоколам испытаний, включающим данный метод.

9.3 Информация о программе межлабораторных испытаний определения прецизионности типа 1 приведена в таблице 1. Значения повторяемости и воспроизводимости характеризуют испытания, проведенные за короткий промежуток времени. Испытания проводились двумя операторами в каждой лаборатории один раз в каждый из двух дней. За результат испытания принимали значение, полученное при проведении одного определения. Допустимые значения расхождения не определялись. Компонент отклонения, обусловленный расхождением результатов, полученных разными операторами, включен в значения, вычисленные для *r* и *R*.

Таблица 1 — Информация о программе межлабораторных испытаний

| Номинальный период испытания | Материал | Количество лабораторий |
|---|---|---|
| Март 1996 | N650 | 48 |
| Октябрь 1996 | IRB 6 (N330) | 40 |
| Март 1997 | SRB N762 | 44 |
| Сентябрь 1997 | SRB A5 (N135) | 39 |
| Март 1998 | N550 | 45 |

9.4 Результаты вычисления прецизионности, выраженные в абсолютных значениях (коэффициент светопропускания в процентах), приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Показатели прецизионности

Значения в процентах

| Материал | Среднее значение | $s_r$ | $(r)$ | $s_R$ | $(R)$ |
|---|---|---|---|---|---|
| N550 | 96,91 | 0,68 | 1,93 | 1,87 | 5,28 |
| N660 | 97,41 | 0,65 | 1,83 | 1,34 | 3,79 |
| SRB N762 | 98,01 | 0,65 | 1,84 | 1,23 | 3,49 |
| SRB A5 (N135) | 98,99 | 0,39 | 1,09 | 0,64 | 1,81 |
| IRB 6 (N330) | 98,99 | 0,38 | 1,08 | 0,81 | 2,30 |
| Среднеарифметическое значение | 98,06 | | | | |
| Объединенное значение | | 0,56 | 1,60 | 1,25 | 3,55 |

9.5 Прецизионность для объединенных значений коэффициента светопропускания толуольного экстракта можно выразить следующим образом.

**9.5.1 Повторяемость *r***

Относительная повторяемость для объединенных значений, полученных при испытании по настоящему методу, равна 1,60 %. При необходимости для оценки повторяемости можно использовать любое другое значение из таблицы 2. Расхождение результатов двух отдельных испытаний, полученных на идентичном испытуемом материале в условиях повторяемости для данного испытания, превышает повторяемость относительно среднего значения не более чем в одном случае из 20 при нормальном и правильном выполнении метода. Два результата отдельных испытаний, которые отличаются более чем на соответствующее значение из таблицы 2, должны вызвать сомнение в принадлежности к одной генеральной совокупности и привести к принятию необходимых мер.

**9.5.2 Воспроизводимость *R***

Относительная воспроизводимость для объединенных значений, полученная при испытании по настоящему методу, равна 3,55 %. При необходимости для оценки воспроизводимости можно использовать любое другое значение из таблицы 2. Расхождение результатов двух отдельных и независимых испытаний, полученных двумя операторами, работающими при установленных значениях воспроизводимости в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале, превышает воспроизводимость относительно среднего значения не более чем в одном случае из 20 при нормальном и правильном выполнении метода. Два результата отдельных испытаний, полученные в разных лабораториях, которые отличаются более чем на соответствующее значение из таблицы 2, должны вызвать сомнение в принадлежности к одной генеральной совокупности и привести к принятию необходимых исследовательских, технических или коммерческих мер.

**9.6 Смещение**

Согласно терминологии, относящейся к методам испытаний, смещение — это разность между средним значением определяемой характеристики, полученным в результате испытания, и принятым опорным (действительным) значением определяемой характеристики. Опорные значения определяемой характеристики для настоящего метода испытания отсутствуют, поскольку значение (или уровень) определяемой характеристики может быть установлено только при применении данного метода. Следовательно, смещение метода не может быть установлено.

## 10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
b) обозначение настоящего стандарта;
c) значение ширины полосы пропускания спектрофотометра;
d) значение коэффициента пропускания толуольного экстракта, округленное до целого числа;
e) дату проведения испытания.

**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 1124:1988 Ингредиенты резиновой смеси. Метод отбора проб технического углерода от партии | — | * |
| ISO 1126:1992 Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании | IDT | ГОСТ ISO 1126—2013 «Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании» |
| ISO/TR 9272:2005 Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартных методов испытаний | — | * |

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
IDT — идентичный стандарт.

УДК 678.046.2:543.422.3:006.354 МКС 83.040.20 IDT

Ключевые слова: ингредиенты резиновой смеси, технический углерод, коэффициент светопропускания, толуольный экстракт

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 29.07.2014. Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 41 экз. Зак. 3025.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru