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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 1407— 2013

КАУЧУК И РЕЗИНА

Определение веществ, экстрагируемых растворителем

(ISO 1407:2011, 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

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 НастоящийстандартидентиченмеждународномустандартуISO1407Rubber — Determinationofsolventextract(Резина. Определение экстрактарастворителем).

Международный стандарт ISO 2007 разработан подкомитетом SC 2 «Испытания и анализ» 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 межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 марта 2014 г. № 256-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO1407–2013 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 ежемесячном информационном указателе«Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© 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 2
4 Растворитель 2
5 Аппаратура 2
6 Подготовка образцов для проведения испытания 4
7 Проведение испытания 4
8 Вычисление и оформление результатов 7
9 Прецизионность 8
10 Протокол испытания 8
Приложение А (справочное) Рекомендуемые растворители 9
Приложение В (справочное) Прецизионность 12
Приложение С(справочное) Пример определения минимального количества циклов экстракции системы каучук-растворитель: EPDM и 2-бутанон 16
Библиография 18
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУК И РЕЗИНА

Определение веществ, экстрагируемых растворителем

Rubber. Determination of solvent extract

Датавведения — 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.

Предупреждение — При выполнении некоторых процедур, установленных настоящим стандартом, могут использоваться или образовываться вещества, или образовываться отходы, представляющие опасность для окружающей среды. Следует руководствоваться соответствующей документацией по безопасному обращению с веществами и утилизациииотходов.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает четыре метода количественного определения содержания веществ, экстрагируемых из натуральных и синтетических каучуков (методы A, B, C, D).

Методы Аи Вможно использовать для испытаниярезиновых смесей ивулканизатов.

Метод Апредусматривает определениемассывеществ, экстрагированных растворителемиз исходной пробы, послевыпариванияраствoрителя.

Метод В предусматривает определение разности масс испытуемой пробы до и после экстракции.

Метод С распространяется только на каучуки ипредусматривает определение разности масс испытуемой пробы до и после экстракции кипящим растворителем.

Метод Dраспространяется только на каучуки ипредусматривает определение разности масс испытуемой пробы до и после экстракции относительно первоначальной массы данной пробы.

Примечание 1 — В зависимости от используемого метода испытания, условий кондиционирования испытуемой пробы и используемого растворителя, результаты испытаниймогут отличаться.

Примечание 2 — Значения, полученные по методу С, обычно нижезначений, полученных при применении методов А и В, поскольку достижение равновесия, особенно при использовании сравнительно больших проб, зависит от содержания и природы экстрагируемых веществ.Метод С является более быстрым, чем метод А или метод В.

Примечание 3 — Методы С и D не применяют, еслипроба для испытанияпри экстракции разлагается.

Примечание 4 — Метод D обычно применяют для производственного контроля.

Рекомендации, касающиесянаиболее подходящего растворителядля каждого типа каучука, приведены в приложении А.

2 Нормативные ссылки

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

ISO 1795Rubber, rawnaturalandrawsynthetic — Sampling and further preparative procedures(Каучукнатуральныйисинтетический. Отборпробидальнейшиеподготовительныепроцедуры)

ISO 4661-2Rubber, vulcanized — Preparation of samples and test pieces — Part 2: Chemicaltests (Резинавулканизованная. Подготовка проб и образцов для испытаний. Часть 2: Химические методы испытаний)

3 Сущность метода

Образец экстрагируют подходящим растворителем,используя соответствующее оборудование.

Количество экстрагированных веществ определяют измерением массы экстракта илиизмерением массы образцапосле экстракции и сопоставлением полученного значения с массой исходного образца.

4 Растворитель

При проведении анализа используют растворителиквалификации ч. д. а.

Если нет других указаний или договоренностей между заинтересованными сторонами,предпочтительно использовать один из рекомендуемых растворителей в соответствии с таблицей А.1.

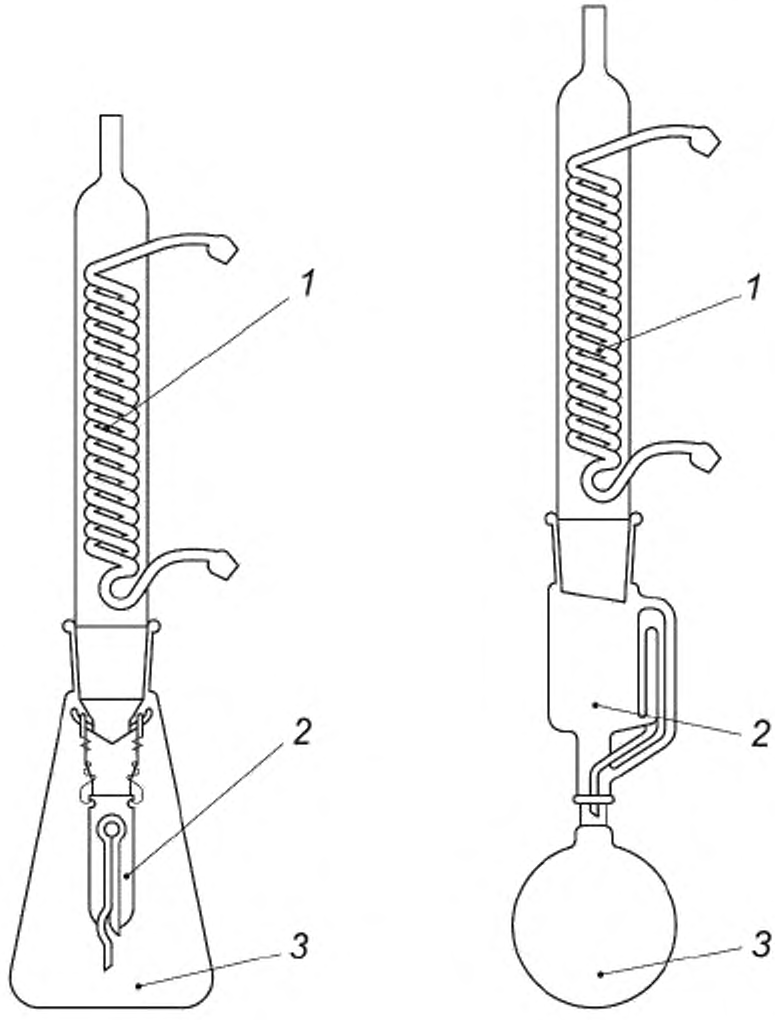
Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта перед использованием растворителя должны ознакомиться с его паспортом безопасности и принять соответствующие меры.

5 Аппаратура

5.1 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностьюдо 0,1 мг.

5.2 Аппарат для экстракции

Примеры подходящих типов аппаратовдля экстракции приведены на рисунке 1. Допускается использоватьаппаратыдругого типа, осуществляющих экстракцию аналогичным образом,при условии получения результатованалогичных результатам, полученнымпри использовании аппаратов, показанных на рисунке 1.



a) Стеклянный аппарат для экстракции Кумагава

b) Стеклянный аппарат для экстракцииСокслета

Не рекомендуется смазывать пришлифованные соединения.

1 — холодильник; 2 — экстракционная камера; 3 — колба-приемник

Рисунок 1 — Подходящие типы аппаратов для экстракции

Примечание — В методах C и D используется такой же аппарат, как и в методах A и B, но без приемника экстракта.

5.3 Регулируемая система нагрева.

5.4 Роторный испаритель или оборудование для выпаривания другого типа.

5.5 Оборудование для сушки, аналогичное сушильномушкафу или вакуумному эксикатору.

6Подготовка образцов для проведения испытания

6.1 Методы A и B

Отбирают лабораторную пробукаучука или резиновой смеси по ISO 1795,затем при температуре окружающей средывальцуют или прессуют пробудля получения листов толщинойприблизительно 0,5 мм.

Отбирают лабораторнуюпробувулканизатапо ISO 4661-2. Поскольку эффективность экстракции зависит от площади контактафаз твердое тело-растворитель, при необходимости измельчают лабораторную пробудочастиц с поверхностнойплощадью не более 2мм^2.

6.2 Метод C (только для каучуков)

6.2.1 Отбирают лабораторную пробупо ISO 1795 и готовят ее в соответствии с 6.2.2 или 6.2.3.

6.2.2 При температуре окружающей средывальцуют или прессуют пробу для получения листов толщиной приблизительно 0,5 мм.

Толщина листаоказывает существенное влияние на эффективность экстракции. Если получение листов толщиной не более 0,5 мм затруднено, температуру вальцевания или прессования можноповысить не более чем до 100 °C.

6.2.3 Измельчают лабораторную пробудочастиц с поверхностнойплощадью не более 2 мм^2.

6.3 Метод D (только для каучуков)

Отбирают лабораторную пробу по ISO 1795. Запрессовываютобразец в сетку из хромникелевой проволоки и сворачивают сетку в трубку.

7Проведение испытания

7.1 Общие положения

Проводят два параллельных определения.

7.2 Метод A

7.2.1 Высушивают пустую колбу-приемник до постоянной массы и взвешивают (m_1).

7.2.2 Взвешивают образец массой от 2 до 5 г (m_0) в зависимости от предполагаемогообъема экстрактас точностью до1 мг.

7.2.3 Помещают взвешенный образецв экстракционную гильзу из целлюлозы или упаковывают его в фильтровальную бумагу или в металлотканую сетку с отверстиями, соответствующими по размеру и форме частицамобразца для испытаний (например, 150 мкм или 100меш). Указанныематериалы для упаковки предварительно очищают растворителем, используемым для экстракции. Помещают упакованный образец в экстракционную камеру аппарата.

7.2.4Добавляют в колбу-приемник объем растворителяв 2–3 раза превышающий объем экстракционной камеры. Затем собирают аппарат для экстракции.

7.2.5Экстрагируют (16,0±0,5) ч или менее приподтверждении полнойэкстракции. Во время экстракции регулируют нагревание таким образом, чтобы перегонка растворителя осуществлялась со скоростью, при которойприемник экстрактав течение часа будет заполняться не менее 5 раз.

7.2.6 После нагревания отключают нагреватель, охлаждают аппарат, извлекают из аппарата экстракционную камеру и утилизируют испытуемую пробу каучука, если она не требуется для дальнейших испытаний.

7.2.7 С помощью роторного испарителя и/или другого подходящего оборудования удаляют растворитель из экстракта до получения постоянной массы (т.е. пока разность между двумя последовательными взвешиваниями с интервалом в 30 мин будет не более 0,2 %). Записывают массу колбыприемника с экстрактом (m_2).

Растворитель также можно выпаривать в открытой колбе прислабом нагревании с помощью нагревателя, используемого при экстракции.

Предупреждение — Выпаривать указанным способомвозможно только в случае, если это допускается правилами охраны труда и техники безопасности и только в вытяжном шкафу с надлежащей вентиляцией.

7.2.8Проводят холостое испытание с растворителем, выполняя всю процедуру с использованием того же оборудованияи такого жеобъема растворителя, каклри испытании анализируемого образца.

7.3 Метод В

7.3.1 Взвешивают образец массой от 0,5 г до 5 г (m_0) взависимости от предполагаемогообъема экстрактас точностью до 1 мг.

7.3.2 Помещают взвешенный образецв экстракционную гильзу из целлюлозы или упаковывают его в фильтровальную бумагу или в металлоткаиую сетку с отверстиями, соответствующими по размеру и форме частицамобразца для испытания (например, 150 мкм или 100меш). Указанные материалы для упаковкипредварительно очищают растворителем, используемым для экстракции. Помещают упакованный образец в экстракционную камеру аппарата.

7.3.3Добавляют в колбу-приемник объем растворителяв 2–3 раза превышающий объем экстракционной камеры. Затем собирают аппарат для экстракции.

7.3.4Экстрагируют (16,0±0,5) ч или менее при подтверждении полнойэкстракции. Во время экстракции нагревание регулируют таким образом, чтобы перегонка растворителя осуществлялась со скоростью, при которой приемник экстракта в течение часа будет заполняться не менее 5 раз.

7.3.5После нагревания отключают нагреватель, охлаждают аппарат, извлекают экстракционную камеру из аппарата и достают образец. Растворитель утилизируют соответствующим образом.

7.3.6Высушивают анализируемый образец в сушильном шкафу до постоянной массы (т.е. пока разность между двумя последовательными взвешиваниями с интервалом в 30 мин будет не более 0,2 %) при температуре, превышающей температуру кипения использованного растворителя. Обычнодостаточновысушиванияв течение 1 чпри температуре 100 °С в вентилируемом сушильном шкафу.

Предупреждение — В целях безопасности осторожно промокают анализируемый образец абсорбирующей тканью для удаления избытка растворителя или перед помещением в сушильный шкаф сушат на воздухе в сушильной камере.

Высушенный образецохлаждают в эксикаторе, затем взвешивают.

Рекомендуется проверять высушенный образец для того, чтобы убедиться в том, что не произошло его окисление.

Примечание — В присутствиивоздуха очень высокая температура в сушильном шкафу может привести к разложению образца, что повлияет на результат испытания. Применение вакуума позволяет снизить температуру кипения растворителя.

7.4 Метод С

7.4.1 Разрезают лабораторную пробу каучука на полоски массой от 90 до 110 мг.

7.4.2 Взвешивают образец массой от 200 до 600 мг (m_0) в зависимости от предполагаемого объемаэкстрактас точностью до 0,1 мг.

7.4.3 Помещают взвешенный образец в колбу-приемник вместимостью от 150 до 300 $см^3$.

7.4.4 Добавляют 25 $см^3$ растворителя на каждые 100 мг образца. Присоединяют холодильник к колбе-приемнику и перегоняют в течение 30 мин.

7.4.5После перегонкиохлаждают аппарат и отсоединяют колбу-приемник от холодильника. Сливают растворитель и добавляют такой же объем свежего растворителя, который добавляли в 7.4.4. Присоединяют холодильник к колбе-приемнику и перегоняют еще 30 мин.

7.4.6 В конце второго периода перегонкиохлаждают аппарат и отсоединяют колбу-приемник от холодильника,сливают растворитель и добавляют такой же объем растворителя, который добавляли в 7.4.4. Присоединяют холодильник к колбе-приемнику и перегоняют еще 30 мин.

7.4.7 В конце третьего периода перегонки выключают нагреватель,охлаждают аппарат иотсоединяют колбу-приемник от холодильника. Выливают содержимое колбы-приемника на чистый тканевой фильтр с размерами отверстий, соответствующимиразмеру частиц образца для получения экстрагированного образца. Растворитель утилизируют соответствующим образом.

Если частицы проходят через тканевой фильтр,вновь выполняют процедуры, приведенные в 7.4.1–7.4.7, используя более подходящий фильтр, илипроводят испытание по методу А илиВ.

Если масса тканевого фильтра известна, последующие процедуры высушивания и взвешивания можновыполнять с образцомна ткани.

7.4.8 Сушат образец в сушильном шкафу до постоянной массы (т.е. пока разность между двумяпоследовательными взвешиваниями с интервалом в 30 мин будет не более 0,2 %) притемпературе,

превышающей температуру кипения используемого растворителя. Обычно достаточновысушиванияв течение 1 чпри температуре 100 °С в вентилируемом сушильном шкафу.

Предупреждение — В целях безопасности осторожно промокают анализируемый образец абсорбирующей тканью для удаления избытка растворителя или сушат на воздухе в сушильной камере перед помещением в сушильный шкаф.

Высушенный образецохлаждают в эксикаторе, затемвзвешивают.

Рекомендуется проверять высушенный образец для того, чтобы убедиться в том, что не произошло его окисление.

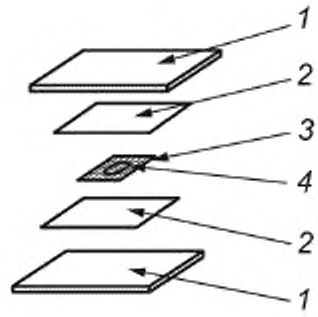
Примечание — В присутствии воздуха очень высокая температура в сушильном шкафу может привести к разложению образца, что повлияет на результат испытания. Применение вакуума позволяет снизить температуру кипения растворителя.

7.5 Метод D

7.5.1 Взвешивают образец массой (0,50± 0,05) г с точностью до1 мг.

7.5.2 Готовят трубку из хромникелевой сетки[1)] следующим образом.

a) Промывают сетку выбранным растворителем в течение 8 ч, затем сушат в сушильном шкафу при температуре (105±5) °С в течение 1 ч. Взвешивают сетку с точностью до 0,1 мг (m_7) и собирают пресс, как показано на рисунке 2, следя за тем, чтобы образец находился на центральной сетке.



1 — плита пресса; *2* — полиэфирная пленка,*3* — хромникелевая сетка; *4* — образец

Рисунок 2 — Сборка пресса для метода D

b) Прессуют образец при температуре (150±5) °С с усилием 130 кН в течение 10 с.

c) Удаляют сетку из пресса и охлаждают до температуры окружающей среды.

d) Взвешивают сетку собразцомс точностью до 0,1 мг (m_5).

e) Аккуратно сворачивают сетку в трубку.

f) Закрывают трубку с одного конца, загибая ее край так, чтобы трубка не развернулась.

7.5.3 Помещают трубку в аппарат Сокслета.

7.5.4 Добавляют 125см^3 растворителя в колбу-приемник. Затем собирают аппарат.

7.5.5 Экстрагируют в течениевремени, обеспечивающего протекание достаточного количества циклов экстракции. Количество циклов экстракции и/или продолжительность экстракциидля каждого типа каучука в сочетании с разными растворителями и используемым нагревательнымоборудованием могут быть разными и должны определяться заранее (см.пример, приведенный вприложении С, для этилен-пропилен-диенового каучука (EPDM) в 2-бутаноне).

Экстракция начинается с момента начала закипания экстракционной жидкости.

7.5.6 В конце экстракции отключают нагревательную систему и охлаждаютаппарат. Утилизируют растворитель соответствующим образом.

[1)] Хромникелевая сетка (металлотканая сетка) размером 80×80 мм; число отверстий на 25,4 мм^2—100; номинальный размер отверстия — 0,14 мм; диаметр проволоки — 0,11 мм.

7.5.7 Извлекают сетчатую трубку из аппарата и высушивают в сушильном шкафупритемпературе, превышающейтемпературу кипения используемого растворителя, до постоянной массы (m_5), т.е. пока разность между двумяпоследовательными взвешиваниями с интервалом в 30 мин будет не более 0,2 %.Обычно достаточновысушиванияв течение 1 чпри температуре 100 °С в вентилируемом сушильном шкафу. Охлаждают сетчатую трубку в эксикаторе при температуре окружающей среды втечение (15 ±1)мин.

8Вычисление и оформление результатов

8.1 Метод А

Массовую долювеществ, экстрагированных растворителем W_{ex1}, % масс., вычисляют по формуле

$$w_{ex1} = \frac{(m_2 - m_1) - (m'_2 - m'_1)}{m_0} 100 , \quad (1)$$

гдеm_2 — масса колбы-приемника вместе с экстрактом, г;
m_1 — масса пустой колбы-приемника, г;
m'_2 — масса колбы-приемника после экстракции при проведении холостого испытания, г.
m'_1 — масса пустой колбы-приемника при проведении холостого испытания, г;
m_0 — масса образца для испытания, г;

8.2 Метод В

Массовую долю веществ, экстрагированных растворителемW_{ex2}, % масс., вычисляют по формуле

$$w_{ex2} = \frac{m_0 - m_3}{m_0} 100 , \quad (2)$$

где m_0 — масса образца для испытания, мг;
m_3 — масса образца для испытания после экстракции, мг.

8.3 Метод С

Массовуюдолю веществ, экстрагированных растворителемW_{ex3}, % масс., вычисляют по формуле

$$w_{ex3} = \frac{m_0 - m_4}{m_0} 100 , \quad (3)$$

где m_0 — масса образца для испытания, мг;
m_4 — масса образца для испытания после экстракции, мг.

8.3 Метод D

Массовую долю веществ, экстрагированных растворителемW_{ex4}, % масс., вычисляют по формуле

$$w_{ex4} = \frac{m_5 - m_6}{m_5 - m_7} 100 , \quad (4)$$

где m_5 — масса сетки и образца для испытаниядо экстракции, мг;
m_6 — масса сетки и образца для испытания после экстракции, мг;
m_7 — масса сетки, мг.

8.5 Оформление результатов

Для всех четырех методов за результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двухопределений.

9 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложение В.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) информацию об образцах:- описание образцов и их происхождение;- метод отбора образцовотлабораторнойпробы;

b) метод испытания:- обозначение настоящего стандарта;- использованный метод испытания (A, B, C или D);- тип использованного аппарата;- использованный растворитель (растворители)для экстракции;

c) условияпроведения испытания:- температуру в лаборатории и при необходимости относительную влажность;- температурувысушивания образцовпосле экстракции;- сведения о процедурах, не установленных в настоящем стандарте, атакже сведения об любых обстоятельствах, которые могли повлиять на результаты;- количество циклов экстракции и продолжительность экстракции (метод D);

d) результаты испытаний:- результаты отдельных определений,- среднеарифметическое значениерезультатов отдельных определений;

e) датупроведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Рекомендуемые растворители

В таблице А.1 приведены рекомендуемые растворители в зависимости откаучука.

Таблица А.1 — Рекомендуемые растворители для каучуков

Группа каучука по ISO 1629	Растворитель[a]	
	Каучук/резиновая смесь	Вулканизат
M		
Сополимер этилакрилата (или других акрилатов) и небольшого количества мономера,способствующего вулканизации (ACM) [акриловый каучук]	Гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Сополимер этилакрилата (или других акрилатов) и этилена (AEM)	Этанол	Этанол
Хлорполиэтилен (CM)	Ацетон	Ацетон
Хлорсульфонилполиэтилен (CSM)	Ацетон	Ацетон
Алкилхлорсульфонилполиэтилен (ACSM)[b]	Ацетон	Ацетон
Сополимер этилена и пропилена (EPM)	Ацетон, 2-бутанон или ETA[c]	Ацетон
Триполимер этилена, пропилена и диена (EPDM)	Ацетон, 2-бутанон или ETA[c]	Ацетон
Сополимер этилена и винилацетата (EVM)	Этанол	Этанол
Фторуглеродные каучуки (FKM)	Этанол	Этанол или ацетон
O		
Полихлорметилоксиран (CO)	Этанол, гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Сополимер этиленоксида и хлорметилоксирана (ECO)	Этанол, гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Сополимер эпихлоргидрина и аллилглицидилового эфира (GCO)	Этанол, гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Триполимер эпихлоргидрина, этиленоксида и аллилглицидилового эфира (GECO)	Этанол, гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан

Продолжение таблицы А.1

Группа каучука по ISO 1629	Растворитель[a]	
	Каучук/резиновая смесь	Вулканизат
Сополимер пропиленоксида и аллилглицидилового эфира (GPO)	Этанол, гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Q		
Полиметилвинилсилоксан (VMQ)	Ацетон	Ацетон
Полиметилвинилсилоксан с фторзамещенными группами (FVMQ)	Ацетон	Ацетон
R		
Натуральный каучук (NR) или синтетический изопреновый каучук (IR)	ЕТА[c] или ацетон	Ацетон или ЕТА[c]
Полибутадиен (BR)	ЕТА[c] или ацетон	Ацетон или ЕТА[c]
Изобутен-изопреновый каучук (IIR)	Ацетон	Ацетон
Бутадиен-стирольный каучук (SBR)	ЕТА[c] или ацетон	Ацетон или ЕТА[c]
Гидрированный бутадиен-стирольный каучук (HSBR)[b]	ЕТА[c] или ацетон	Ацетон или ЕТА[c]
Акрилонитрил-бутадиеновый каучук (NBR)	Этанол, гептан, или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Гидрированный акрилонитрил-бутадиеновый каучук (HNBR)	Этанол, гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Карбоксил-акрилонитрил-бутадиеновый каучук (XNBR)	Этанол, гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Хлоропреновый каучук (CR)	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан	Этанол, ацетон, гептан или *н*-гексан
Бромированный или хлорированный изобутен-изопреновый каучук (BIIR или CIIR)	Ацетон	Ацетон
Норборненовый каучук (NOR)	Ацетон	Ацетон
U		
Полиэфируретановый каучук на основе сложных эфиров (AU) и полиэфируретановый каучук на основе простых эфиров(EU)	Этанол	Этанол
Термопластичные эластомеры (TPE)		
Блоксополимер стирола и бутадиена (TPS-SBS)	Ацетон или ЕТА[c]	Ацетон или ЕТА[c]
Блоксополимер стирола, этилена и бутилена (TPS-SEBS)	Ацетон или ЕТА[c]	Ацетон или ЕТА[c]
Блоксополимер стирола и изопрена (TPS-SIS)	Ацетон или ЕТА[c]	Ацетон или ЕТА[c]

Окончание таблицы А.1

Группа каучука по ISO 1629	Растворитель[a]	
	Каучук/резиновая смесь	Вулканизат
Блоксополимер стирола, этилена и пропилена (TPS-SEPS)	Ацетон или ЕТА[c]	Ацетон или ЕТА[c]
Акрилонитрил-бутадиеновый каучук/поливинилхлоридная смесь [TPZ-(NBR+PVC)]	Этанол	Этанол
Синдиотактический 1,2-полибутадиеновый каучук (TPZ)[b]	Ацетон, этанол или ЕТА[c]	Ацетон, этанол или ЕТА[c]
Олефиновый TPE (TPO)	Ацетон	Ацетон
Полиамидный TPE (TPA)	Этанол	
Сополизфир TPE (TPC)	Этанол	
Полиуретан TPE (TPU)	Этанол	

Если для экстракции используют ацетон, при высокой температуре он может частично перейти в диацетоновый спирт, кипящий при высокой температуре. Если будет отмечено, что растворитель плохо выпаривается на этапе высушивания, повторяют экстракцию, используя другой растворитель или другой метод.

[a] Предпочтительный растворитель указан первым.
[b] В настоящее время не стандартизован.
[c] Азеотропная смесь этанола и толуола (с объемным соотношением 70:30 соответственно).

Приложение В
(справочное)

Прецизионность

В.1 Общие положения

Прецизионностьопределяли по ISO/TR 9272, являющимся руководящим документом для методов испытаний, разработанных ISO/TC 45. В ISO/TR 9272приведена дополнительная информация по прецизионности и терминологии.

В.2 Показатели прецизионности, полученные при проведении межлабораторных программ испытаний в 2006 и 2007 гг.

Межлабораторные программы испытаний (ITP) для определения прецизионности трех методов (A, B, C), установленных в настоящем стандарте, были проведены в 2006 и 2007 гг. с использованием вулканизатов и каучука.

Примечание — В ITPс использованием вулканизатов (см. таблицу В.1) участвовали лаборатории разных стран.ITPс использованием каучуков (см. таблицу В.2) была проведена в Японии.

Испытания каучуковSBR 1712, EPDM и NBRпроводили по методам A, B и C со следующими растворителями: азеотропной смесью этанол-толуол (ETA) — для SBR 1712, ацетоном — для EPDM и этанолом — для NBR.

Испытания вулканизатовна основе каучуков SBR 1500 и SBR 1712 проводили по методам A и B с ацетоном и ETA в качестве растворителей.

При экстракции вулканизатов с использованиемв качестве растворителя ацетона 7 лабораторий испытывали каучуки SBR 1500 и SBR 1712 по методуA,9 лабораторий испытываликаучуки SBR 1500 и SBR 1712 по методуB. С использованием в качестве растворителяETA 7 лабораторий испытывали оба вулканизатапо методуA и 8 лабораторий испытывалиоба вулканизатапо методуB. При экстракции каучуков число лабораторий, испытывавшихEPDMс использованием в качестве растворителя ацетон, составило 8, 11 и 4 для методовA, B и C соответственно. Число лабораторий, испытавших каучук SBR 1712 с использованием в качестве растворителяETA, составило 7, 10 и 4 для методовA, B и C соответственно. Число лабораторий, испытавших каучук NBR с использованием в качестве растворителяэтанола, составило 8, 9 и 4 для методовA, B и C соответственно.

Испытания по оценке повторяемости проводилив двуразных дня: в каждый из днейвыполнялось по одному определению, запланированному на этот день. Каждое измерение былообозначено как результат испытания,был проведен анализ всех полученных результатов.Прецизионность определения веществ, экстрагируемых растворителем, при испытаниивулканизатовприведена в таблице В.1,при испытании каучуков — в таблице В.2.

Таблица В.1 — Прецизионностьопределения веществ, экстрагируемых растворителем, при испытании вулканизатов (массовая доля веществ, экстрагированных растворителем в процентах)

Вулканизат на основе каучука	Растворитель, метод	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
SBR 1500	Ацетон, метод А Ацетон, метод В	7,48 7,42	0,130 0,076	0,36 0,21	4,87 2,86	0,22 0,29	0,63 0,81	8,4 11,0	5 7
SBR 1500	ЕТА, метод А ЕТА, метод В	7,65 7,85	0,125 0,065	0,349 0,181	4,56 2,31	0,106 0,24	0,30 0,67	3,88 8,55	5 6
SBR 1712	Ацетон, метод А Ацетон, метод В	22,80 22,63	0,437 0,152	1,22 0,43	5,36 1,88	0,66 0,36	1,86 1,02	8,16 4,49	6 7
SBR 1712	ЕТА, метод А ЕТА, метод В	22,78 23,02	0,500 0,147	1,40 0,41	6,15 1,79	0,644 0,147	1,804 0,412	7,92 1,79	6 4

[a)] Количество лабораторий, участвовавших в межлабораторнойпрограмме испытаний, оставшихся после исключения выбросов (вариант 1по ISO/TR 9272:2005).

Использованы следующиеусловные обозначения:

s_r – внутрилабораторное стандартное отклонение (в единицах измерения);

r – повторяемость(в единицах измерения);

(r)– повторяемость (процент от среднего значения);

s_R – межлабораторное стандартное отклонение (для общей межлабораторной изменчивости в единицах измерения);

R – воспроизводимость (в единицах измерения);

(R) – воспроизводимость (процент от среднего значения);

ЕТА — азеотропная смесь этанола и толуола.

Следует отметить, что единицами измерения являются проценты, поэтому (r) и (R) выражены как процент от процента.

Таблица В.2 — Прецизионностьопределения веществ, экстрагируемых растворителем, при испытании каучуков (массовая доля веществ, экстрагированных растворителем в процентах)

Каучук	Растворитель, метод	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
SBR 1712	ETA, метод A	33,25	0,179	0,50	1,51	0,27	0,76	2,3	6
	ETA, метод B	33,13	0,218	0,61	1,84	0,73	2,04	6,2	8
	ETA, метод C	33,63	0,085	0,24	0,72	0,23	0,66	1,97	3
EPDM	Ацетон, метод A	41,91	0,381	1,07	2,55	2,02	5,65	13,5	6
	Ацетон, метод B	41,79	0,612	1,71	4,10	1,79	5,01	12,0	9
	Ацетон, метод C	43,30	0,279	0,79	1,82	0,21	0,60	1,39	4
NBR	Этанол, метод A	1,33	0,153	0,43	32,3	0,19	0,52	39,0	7
	Этанол, метод B	1,60	0,058	0,16	10,2	0,43	1,21	75,3	6
	Этанол, метод C	2,72	0,063	0,18	6,57	0,77	2,18	80,26	3

[a)] Количество лабораторий, участвовавших в межлабораторнойпрограмме испытаний, оставшихся после исключения выбросов (вариант 1по ISO/TR 9272:2005).

Использованы следующиеусловные обозначения:

s_r – внутрилабораторное стандартное отклонение (в единицах измерения);

r – повторяемость(в единицах измерения);

(r)– повторяемость (процент от среднего значения);

s_R – межлабораторное стандартное отклонение (для общей межлабораторной изменчивости в единицах измерения);

R – воспроизводимость (в единицах измерения);

(R) – воспроизводимость (процент от среднего значения);

ETA — азеотропная смесь этанола и толуола.

Следует отметить, что единицами измерения являются проценты, поэтому (r) и (R) выражены как процент от процента.

Показатели прецизионности, вычисленные в рамках указанных межлабораторных программ испытаний, не должны использоваться при проведении приемочных испытаний какой-либо группы материалов или продуктов без документального подтверждения того, что данные показатели применимы к этим конкретным материалам или продуктам.

Общие положения, касающиеся использования результатов оценки прецизионности, приведены ниже. Данные результаты представлены абсолютными показателями прецизионности r и Rи относительными показателями прецизионности (r) и (R).

Повторяемость

Повторяемость (внутрилабораторнаяпрецизионность) установлена для каждогопараметра испытания, для каждого вулканизата или каучука в виде значений, указанных в таблицах В.1 или В.2. Результаты двух единичных испытаний (при правильном применении настоящего стандарта), расхождение между которыми превышает табличные значения 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

Воспроизводимость (межлабораторнаяпрецизионность) установлена для каждого параметра испытания, для каждоговулканизата иликаучука в виде значений, указанных в таблицах В.1 или В.2. Результаты двух единичных испытаний, полученные в разных лабораториях (при правильном применении настоящего стандарта), расхождение между которыми превышает табличные значения R в единицах измерения или (R) в процентах, следует считать недостоверными, т. е. полученными из разных совокупностей. В этом случае требуется проведение соответствующей проверки.

В.3 Показатели прецизионности, полученные при проведениимежлабораторной программыиспытаний в 2009 г.

Межлабораторнаяпрограмма испытаний (ITP) оценкипрецизионности метода D, установленного в настоящем стандарте, проводилась в 2009 г. с использованием только каучуков.

Каучуки SBR 1723, EPDM и NBR были испытаны по методу D со следующими растворителями: ETA — для SBR 1723, 2-бутанон и ацетон — для EPDM и этанол — для NBR.

В ITP принимали участие 6 лабораторий, испытания по оценке повторяемости проводилив дваразных дня: в каждый из дней выполнялось по одному определению, запланированному на этот день. Каждое измерение было обозначено как результат испытания,был проведен анализ всех полученных результатов. Показатели прецизионности, полученные при выполнении программы ITP, приведены в таблице В.3.

Показатели прецизионности, вычисленные в рамках указаннойITP, не должны использоваться при проведении приемочных испытаний какой-либо группы материалов или продуктов без документального подтверждения того, что данные показатели применимы к этим конкретным материалам или продуктам.

Общие положения, касающиеся использования результатов оценки прецизионности, приведены ниже. Данные результаты представлены абсолютными показателями прецизионности *r* и *R*и относительными показателями прецизионности (*r*) и (*R*).

Таблица В.3 — Прецизионностьопределения веществ, экстрагируемых растворителем, при испытании каучуков (массовая доля веществ, экстрагированных растворителем в процентах)

Каучук	Растворитель, метод	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
SBR 1723	ETA, метод D	32,12	0,120	0,33	1,01	0,28	0,79	2,46	4
EPDM	2-Бутанон, метод D Ацетон, метод D	50,11 46,10	0,070 1,88	0,20 1,88	0,40 11,42	0,08 3,20	0,23 8,95	0,45 19,41	5 6
NBR	Этанол, метод D	1,91	0,529	0,19	27,70	0,64	1,79	93,93	4

[a)] Количество лабораторий, участвовавших в межлабораторной программе испытаний, оставшихся после исключения выбросов (вариант 1по ISO/TR 9272:2005).

Использованы следующиеусловные обозначения:

s_r – внутрилабораторное стандартное отклонение (в единицах измерения);

r – повторяемость(в единицах измерения);

(r)– повторяемость (процент от среднего значения);

s_R– межлабораторное стандартное отклонение (для общей межлабораторной изменчивости в единицах измерения);

R – воспроизводимость (в единицах измерения);

(R) – воспроизводимость (процент от среднего значения);

ETA — азеотропная смесь этанола и толуола.

Следует отметить, что единицами измерения являются проценты, поэтому (r) и (R) выражены как процент от процента.

Повторяемость

Повторяемость(внутрилабораторнаяпрецизионность) установлена для каждого параметра испытания каждого каучука в виде значений, указанных в таблице В.3. Результаты двух единичных испытаний (полученные при правильном применении настоящего стандарта), расхождение между которыми превышает табличные значения 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

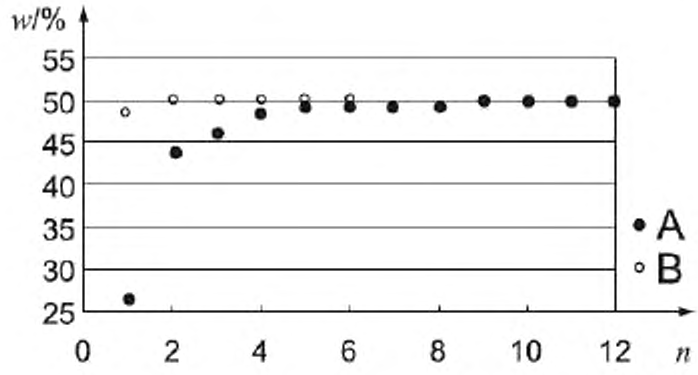
Воспроизводимость (межлабораторнаяпрецизионность)установлена для каждого параметра испытания каждого каучука в виде значений, указанных в таблице В.3. Результаты двух единичных испытаний, полученные в разных лабораториях (при правильном применении настоящего стандарта), расхождение между которыми превышает табличные значения R в единицах измерения или (R) в процентах, следует считать недостоверными, т.е. полученными из разных совокупностей. В этом случае требуется проведение соответствующей проверки.

Приложение С
(справочное)

Пример определения минимального количества циклов экстракции системы каучук-растворитель: EPDM и 2-бутанон

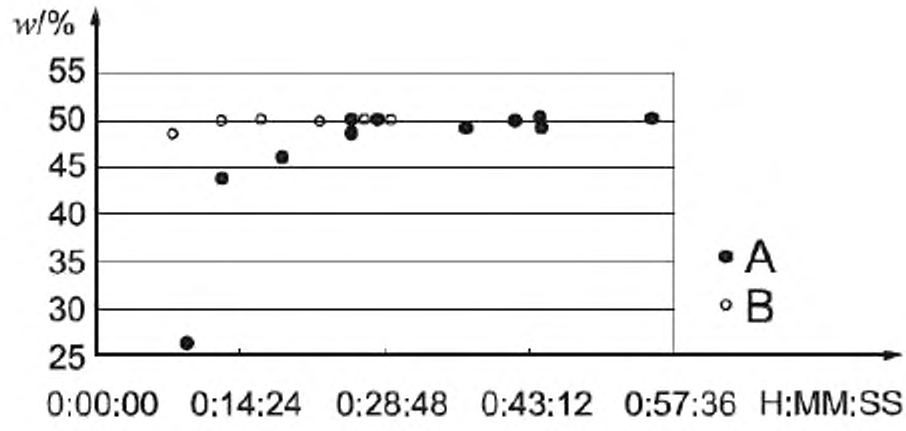
Одним из основных условий метода D является определение минимального количества циклов экстракции для системы каучук-растворитель. Количество циклов, а также продолжительностьэкстракции для каждой выбранной системы каучук-растворитель и используемой системы нагреваниямогут быть разными.

В первом случае испытания проводились в 2 лабораториях для определения требуемогоколичества циклов экстракции для каучука EPDM в растворителе 2-бутанон. Экстракцию проводили с использованием в качестве нагревательных систем колбонагревателя (в лаборатории А) и масляной бани (в лаборатории В). На основаниполученных результатов испытаний минимальное количество циклов экстракции, необходимое для достижения равновесия,составило 5 (см. рисунок С.1) при соответствующей продолжительности процесса экстракции (см. рисунок С.2).



A — лаборатория А;В — лаборатория В;*n* — количество циклов экстракции

Рисунок С.1 — Количество циклов экстракции для EPDM в 2-бутаноне



A — лаборатория A;B — лаборатория B;H:MM:SS — продолжительность экстракции

Рисунок С.2 — Продолжительность экстракции для EPDM в 2-бутаноне

Во втором случае испытания были проведены в 6 лабораториях, в которыхиспользовались разные нагревательные системы (масляные бани и электронагреватели разных типов), в результате чегобыли получены разные значения продолжительности экстракции и количества циклов экстракции (см. таблицу С.1).

Таблица С.1 — Продолжительность экстракции и количество циклов экстракции для пробы EPDM в 2-бутаноне в зависимости от системы нагревания

Номер лаборатории	Количество цикловэкстракции	Продолжительностьэкстракции, мин	Нагревательная система
1	5	84	Колбонагреватель
2	≥5	100	Электронагреватель
3	>5	30	Масляная баня
4	10	30	Нагревательная плитка
5	6	450	Информация отсутствует
6	7	30	Электронагреватель

Библиография

[1] ISO 1629:1995/Amd.1:2007 — Rubber and latices — Nomenclature

(Каучукилатексы. Номенклатура)

[2] ISO/TR 9272:2005 — Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards

(Резинаирезиновыеизделия. Определение прецизионности стандартных методов испытаний)

[3] ISO 18064:2003 — Thermoplastic elastomers — Nomenclature and abbreviated terms

(Термопласти-чныеэластомеры. Номенклатура и сокращенные термины)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
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 4661-2:1987 Резина. Подготовка проб и образцов для испытаний Часть 2: Химические методы испытаний	IDT	ГОСТ 28588.2–90 (ИСО 4661-2–86) Резина. Подготовка проб и образцов для испытаний. Часть 2. Химические испытания

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

-IDT — идентичный стандарт;
- NEQ — неэквивалентный стандарт.

УДК678:542.61:006.354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: каучук, резиновые смеси, вулканизаты, вещества, экстрагируемые растворителем, определение

Подписано в печать 02.10.2014. Формат 60x84⅛.
Усл. печ. л. 2,79. Тираж 35 экз. Зак. 4178

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru