ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58529— 2019

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ

Определение содержания золы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

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 11 сентября 2019 г. № 655-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д4574—06 (2017) «Стандартные методы испытаний ингредиентов резиновой смеси. Определение содержания золы» (ASTM D4574—06 (2017) «Standard test methods for rubber compounding materials — Determination of ash content», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом D11.11 по химическому анализу комитета Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) D11 «Резина».

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им национальные и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2019

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ

Определение содержания золы

Rubber compounding materials. Determination of ash content

Дата введения — 2020—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания золы в ингредиентах резиновой смеси.

1.2 Настоящий стандарт распространяется на следующие ингредиенты резиновой смеси:

Ингредиент	Раздел настоящего стандарта
сера	7—13;
n-фенилендиаминовые антиоксиданты	14—22;
бензотиазолсульфенамидные ускорители вулканизации	14—22.

1.3 Значения в единицах системы СИ рассматривают как стандартные. В настоящем стандарте другие единицы измерения не использованы.

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

1.5 Стандарт АСТМ Д4574, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, был разработан в соответствии с признанными на международном уровне принципами стандартизации, установленными в «Решении о принципах разработки международных стандартов, руководств и рекомендаций», изданном Комитетом по техническим барьерам в торговле (ТВТ) Всемирной торговой организации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения к нему)]:

2.1 Стандарты АСТМ[1)]

ASTM D4483, Standard practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries (Стандартная практика оценки прецизионности для стандартов на методы испытаний для резиновой промышленности и производства технического углерода)

ASTM D4676, Standard classification for rubber compounding materials — Antidegradants (Стандартная классификация ингредиентов резиновой смеси. Антиоксиданты)

[1)] Уточнить ссылки на стандарты АСТМ можно на сайте АСТМ www.astm.org или в службе поддержки клиентов АСТМ по адресу электронной почты gost.e-ecolog.ru ормацию о томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует смотреть на странице сводной информации о стандарте на сайте АСТМ.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **проба от партии** («lot» sample): Производственная проба, представительная по отношению к стандартной единице продукции, обычно называемая «проба».

3.2 **испытуемый образец** (test unit): Конкретный материал, используемый для анализа. Он должен быть представительным по отношению к пробе от партии.

4 Сущность методов

4.1 Содержание золы определяют нагреванием известного количества ингредиента резиновой смеси на нагревательной плитке или газовой горелке для испарения летучих компонентов образца, а затем прокаливают в муфельной печи для завершения процесса озоления.

4.2 Подготовка проб, проведение испытаний, вычисления и прецизионность для конкретного ингредиента резиновой смеси приведены в соответствующем разделе настоящего стандарта.

5 Назначение и применение

5.1 Методы испытаний применяют для определения содержания золы в ингредиентах резиновой смеси и используют для контроля качества, приемки продукции или исследований и разработок. Согласно АСТМ Д4676 содержание золы является важной характеристикой антиоксидантов резиновых смесей.

6 Аппаратура

6.1 Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры с точностью ±25 °С в диапазоне от 500 °С до 800 °С.

6.2 Плитка нагревательная (или горелка лабораторная газовая).

6.3 Шкаф лабораторный вытяжной.

6.4 Тигель фарфоровый для сжигания вместимостью 25 $см^3$ в форме капсулы.

6.5 Тигель высокий фарфоровый вместимостью 15 $см^3$, размер 0.

6.6 Треугольник глиняный.

6.7 Щипцы стальные для тиглей.

6.8 Перчатки термостойкие.

6.9 Эксикатор.

6.10 Весы аналитические чувствительностью 0,0001 г.

6.11 Термостат с циркуляцией воздуха, поддерживающий температуру (70 ± 2) °С.

7 Определение содержания золы в сере

7.1 Общие положения

Метод испытаний используют для определения содержания золы в сере.

7.2 См. 1.5.

8 Сущность метода

8.1 Содержание золы в сере определяют контролируемым сжиганием серы с последующим озолением в печи при температуре 600 °С.

9 Аппаратура

9.1 См. раздел 6.

10 Проведение испытаний

10.1 Сушат в печи не менее 6 г серы при температуре 70 °С в течение 2 ч. Охлаждают в эксикаторе.

10.2 Взвешивают 5 г испытуемого образца с точностью до 0,0001 г в предварительно прокаленном и взвешенном фарфоровом тигле вместимостью 25 см^3. Помещают тигель на нагревательную плитку в вытяжной шкаф с хорошей вентиляцией и нагревают до температуры 400 °С—500 °С, сжигая всю серу. Альтернативно можно сжигать серу умеренным нагреванием на газовой горелке. После сжигания всей серы переносят тигель в муфельную печь и выдерживают при температуре (600 ± 25) °С не менее 20 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

11 Вычисления

11.1 Вычисляют содержание золы в сере A, % масс., по формуле

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

где B — масса золы, г;
C — масса образца, г.

12 Протокол испытаний

12.1 Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

12.1.1 надлежащую идентификацию образца;

12.1.2 результаты двух отдельных определений содержания золы в процентах и их среднеарифметическое значение с точностью до 0,01 % масс.

13 Прецизионность и смещение

13.1 Настоящий раздел подготовлен в соответствии с АСТМ Д4483. Терминология и другие статистические детали приведены в АСТМ Д4483.

13.2 Значения, приведенные в настоящем разделе, характеризуют прецизионность метода испытаний материалов (резин), использованных в конкретных программах межлабораторных испытаний, как описано ниже. Показатели прецизионности не следует использовать при приемочных или браковочных испытаниях для любых групп материалов без подтверждения того, что эти параметры применимы к данным материалам, и без протоколов испытаний, в которые включены эти методы.

13.3 Прецизионность типа 1 (межлабораторная) была оценена в 1986 г. Повторяемость и воспроизводимость являются краткосрочными. Период в несколько дней отделяет результаты повторных испытаний. В настоящем методе результатом испытания является среднеарифметическое значение двух определений или измерений рассматриваемого свойства или параметра.

13.4 В программе межлабораторных испытаний испытывали три разных материала в семи лабораториях в два разных дня.

13.5 Результаты вычислений повторяемости и воспроизводимости приведены в таблице 1 в порядке возрастания среднеарифметического значения или уровня для каждого из оцениваемых материалов.

Примечание 1 — Значения содержания золы в процентах умножены на 100, чтобы избежать нулевых старших разрядов в таблице 1. Этот множитель влияет на значения S_r, r, S_R и R. Например, S_r (содержание золы в процентах × 100)/100 = S_r (фактическое содержание золы в процентах).

Таблица 1 — Прецизионность определения содержания золы в сере

В процентах × 100

Материал	Среднеарифметическое значение	Внутрилабораторная прецизионность[A)]		Межлабораторная прецизионность[A)]	
		S_r	r	S_R	R
Нерастворимая сера — А (90 %-ная, обработанная маслом)	0,39	0,318	0,901	0,507	1,43
Измельченная сера общего назначения	3,43	0,847	2,399	1,560	4,41

Окончание таблицы 1

В процентах × 100

Материал	Средне-арифметическое значение	Внутрилабораторная прецизионность[A]		Межлабораторная прецизионность[A]	
		S_r	r	S_R	R
Нерастворимая сера — В (90 %-ная, обработанная маслом)	7,75	1,772	5,015	2,150	6,08
Объединенные значения[B]	3,85	1,149	3,251	1,561	4,41

[A] S_r — среднеквадратическое значение отклонения повторяемости;
r — повторяемость (2,83 × квадратный корень коэффициента вариации повторяемости);
S_R — среднеквадратическое значение отклонения воспроизводимости;
R — воспроизводимость (2,83 × квадратный корень коэффициента вариации воспроизводимости).
[B] Исключенных значений нет.

13.6 Прецизионность настоящего метода испытаний может быть выражена с использованием так называемых «соответствующих значений»: r, R, (r) или (R), т. е. значений, которые следует использовать при принятии решения о результатах испытаний (полученных в соответствии с методом испытания). «Соответствующее значение» — это значение r или R, отвечающее среднему уровню определяемого показателя, приведенному в таблице 1, который является наиболее близким к среднему рассматриваемому уровню в любое время для любого данного материала при рутинных испытаниях.

13.7 Повторяемость

Повторяемость r настоящего метода испытаний была установлена как соответствующее значение, приведенное в таблице 1. Два единичных результата испытаний, полученные при нормальном проведении испытаний, расхождение между которыми превышает приведенное в таблице 1 значение r (для любого заданного уровня), следует рассматривать как относящиеся к различным или неидентичным генеральным совокупностям.

13.8 Воспроизводимость

Воспроизводимость R настоящего метода испытаний была установлена как соответствующее значение, приведенное в таблице 1. Два единичных результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях при нормальном проведении испытаний, расхождение между которыми превышает приведенное в таблице 1 значение R (для любого заданного уровня), должны рассматриваться как относящиеся к различным или неидентичным генеральным совокупностям.

Примечание 2 — Значения r и R относительно велики, тогда как среднеарифметическое значение или средний уровень мал (близок к нулю), что типично для такого типа определения прецизионности. Это следует учитывать при использовании значений r и R.

13.9 Относительная повторяемость (r) и относительная воспроизводимость (R) не были включены в таблицу 1, поскольку уровень полученных значений был чрезвычайно низким и приближался к пределу чувствительности метода испытаний. В этих условиях относительные значения становятся незначимыми.

13.10 Смещение

В терминологии методов испытаний смещение представляет собой разность между средним и эталонным (или истинным) значениями рассматриваемого показателя. Для настоящего метода испытаний эталонных значений не существует, следовательно, смещение не может быть установлено.

14 Определение содержания золы в ускорителях вулканизации и антиоксидантах

14.1 Общие положения

Метод испытаний используют для определения содержания золы в ускорителях вулканизации и антиоксидантах.

14.2 См. 1.5.

15 Сущность метода

15.1 Содержание золы определяют нагреванием известного количества материала над газовой горелкой для удаления органического материала, после чего остается углеродистая масса. Завершают озоление в муфельной печи. Количество оставшейся золы, измеренное по разности масс, выражают в процентах от количества исходного материала.

16 Назначение и применение

16.1 Содержание золы в образце представляет собой количество всех неуглеродных компонентов, остающихся после сгорания, независимо от химической формы. Фактически по данному методу измеряют количество остаточных неорганических примесей, которые могут в малых количествах оставаться в продукте после изготовления.

16.2 Количество золы в ускорителях вулканизации или антиоксидантах может оказывать влияние на эффективность этих ингредиентов в резине при превышении критических уровней.

17 Аппаратура

17.1 См. раздел 6.

18 Отбор проб

18.1 Для обеспечения однородности перед отбором испытуемого образца тщательно перемешивают не менее 250 г пробы от партии.

19 Проведение испытаний

19.1 Прокаливают в муфельной печи тигель вместимостью 15 $см^3$ при температуре (750 ± 25) °С в течение 30 мин.

19.2 Переносят тигель в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,0001 г (масса *B*).

19.3 Взвешивают 5 г испытуемого образца с точностью до 0,0001 г в прокаленном тигле (масса *C*). Помещают тигель на глиняный треугольник и осторожно нагревают тигель с содержимым на газовой горелке до удаления всех летучих материалов и продуктов пиролиза (газы могут воспламеняться) и карбонизации остатка.

19.4 Переносят тигель в муфельную печь температурой (750 ± 25) °С и прокаливают в течение 2 ч.

19.5 Осторожно переносят тигель с золой в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и повторно взвешивают с точностью до 0,0001 г (масса *D*).

19.6 Повторяют испытание на втором образце.

20 Вычисления

20.1 Вычисляют содержание золы *A*, % масс., с точностью до 0,01 % масс. по формуле

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

где *D* — масса тигля с золой, г;

B — масса тигля, г;

C — масса тигля с испытуемым образцом, г.

21 Протокол испытаний

21.1 Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

21.1.1 надлежащую идентификацию образца,

21.1.2 результаты двух отдельных определений содержания золы в процентах и их среднеарифметическое значение с точностью до 0,01 % масс.

22 Прецизионность и смещение

22.1 Настоящий раздел подготовлен в соответствии с АСТМ Д4483. Терминология и другие статистические детали приведены в АСТМ Д4483.

22.2 Значения, приведенные в настоящем разделе, характеризуют прецизионность метода испытаний материалов (резин), использованных в конкретных программах межлабораторных испытаний, как описано ниже. Показатели прецизионности не следует использовать при приемочных или браковочных испытаниях для любых групп материалов без подтверждения того, что эти параметры применимы к данным материалам, и без протоколов испытаний, в которые включены эти методы.

22.3 Прецизионность типа 1 (межлабораторная) была оценена в 1987 г. Повторяемость и воспроизводимость являются краткосрочными. Период в несколько дней отделяет результаты повторных испытаний. Как указано, в настоящем методе результатом испытания является среднеарифметическое значение двух определений или измерений рассматриваемого свойства или параметра.

22.4 В программе межлабораторных испытаний испытывали шесть разных материалов в семи лабораториях в два разных дня.

22.5 Результаты вычислений повторяемости и воспроизводимости приведены в таблице 2 в порядке возрастания среднеарифметического значения или уровня для каждого из оцениваемых материалов.

Таблица 2 — Прецизионность определения содержания золы в ускорителях вулканизации и *п*-фенилендиаминовых антиоксидантах

В процентах

Материал	Среднеарифметическое значение	Внутрилабораторная прецизионность[A]		Межлабораторная прецизионность[A]	
		S_r	r	S_R	R
M1—6PPD	0,02	0,012	0,033	0,013	0,036
M2—IPPD	0,01	0,004	0,013	0,009	0,026
M3—BMPPD	0,01	0,007	0,020	0,012	0,034
M4—DTPD	0,02	0,005	0,015	0,008	0,025
M5—DCBS	0,03	0,002	0,006	0,007	0,020
M6—TBBS	0,05	0,005	0,016	0,009	0,027
Объединенные значения[B]	0,02	0,007	0,020	0,010	0,028

[A] S_r — среднеквадратическое значение отклонения повторяемости;
r — повторяемость (2,83 × квадратный корень коэффициента вариации повторяемости);
S_R — среднеквадратическое значение отклонения воспроизводимости;
R — воспроизводимость (2,83 × квадратный корень коэффициента вариации воспроизводимости).

[B] Исключенных значений нет.

22.6 Прецизионность настоящего метода испытаний может быть выражена с использованием так называемых «соответствующих значений»: r, R, (r) или (R), т. е. значений, которые следует использовать при принятии решения о результатах испытаний (полученных в соответствии с методом испытания). «Соответствующее значение» — это значение r или R, отвечающее среднему уровню определяемого показателя, приведенному в таблице 2, который является наиболее близким к среднему рассматриваемому уровню в любое время для любого данного материала при рутинных испытаниях.

22.7 Повторяемость

Повторяемость r настоящего метода испытаний была установлена как соответствующее значение, приведенное в таблице 2. Два единичных результата испытаний, полученные при нормальном

проведении испытаний, расхождение между которыми превышает приведенное в таблице 2 значение *r* (для любого заданного уровня), следует рассматривать как относящиеся к различным или неидентичным генеральным совокупностям.

22.8 Воспроизводимость

Воспроизводимость *R* настоящего метода испытаний была установлена как соответствующее значение, приведенное в таблице 2. Два единичных результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях при нормальном проведении испытаний, расхождение между которыми превышает приведенное в таблице значение *R* (для любого заданного уровня), следует рассматривать как относящиеся к различным или неидентичным генеральным совокупностям.

22.9 Относительная повторяемость (*r*) и относительная воспроизводимость (*R*) не были включены в таблицу 2, поскольку уровень полученных значений был чрезвычайно низким и приближался к пределу чувствительности метода испытаний. В этих условиях относительные значения становятся незначимыми.

22.10 Смещение

В терминологии методов испытаний смещение представляет собой разность между средним и эталонным (или истинным) значениями рассматриваемого показателя. Для настоящего метода испытаний эталонных значений не существует, следовательно, смещение не может быть установлено.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального, межгосударственного стандарта
ASTM D4483	—	*
ASTM D4676	—	*
* Соответствующий национальный, межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта ASTM.		

УДК 678.04:543.632.22:006.354 ОКС 83.040.20

Ключевые слова: ингредиенты резиновой смеси, определение содержания золы

БЗ 4—2019/41

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.09.2019. Подписано в печать 02.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru