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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34755— 2021

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Определение общей и водорастворимой золы

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 542 «Продукция нефтехимического комплекса»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2021 г. № 59)

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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 ноября 2021 г. № 1436-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34755—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2022 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения стандарта ASTM D5667—95 (2019) «Стандартный метод испытаний синтетических каучуков. Общая и водорастворимая зола» («Standard test method for rubber from synthetic sources — Total and water soluble ash», NEQ)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Определение общей и водорастворимой золы

Synthetic rubbers. Determination of total and water soluble ash

Дата введения — 2022—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы определения общей и водорастворимой золы в синтетических каучуках (далее — каучуки).

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 безопасности и охраны здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия[1)]

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

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

ГОСТ ISO 2393 Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ю указателям национальных стандартов, издаваемым в

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Назначение и применение

3.1 Приведенные в настоящем стандарте методы испытаний применяют для оценки качества каучуков, а также они могут быть использованы для контроля качества при производстве каучуков.

3.2 Наличие общей и водорастворимой золы в каучуках может оказывать влияние на такие свойства резиновых смесей и резин, как абсорбция воды, набухание, диэлектрические свойства и т. д.

4 Аппаратура и материалы

4.1 Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147 или кварцевый по ГОСТ 19908, точно взвешенный, вместимостью не менее 25 $см^3$ в расчете на 1 г пробы.

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

4.2 Печь муфельная, способная поддерживать температуру (550 ± 25) °С.

4.3 Шкаф сушильный.

4.4 Термостат с принудительной циркуляцией воздуха, обеспечивающий поддержание температуры (100 ± 5) °С, и с кратностью воздухообмена в течение 1 ч не менее 50 объемов.

4.5 Эксикатор 2—140, или 2—190, или 2—250 по ГОСТ 25336.

4.6 Весы лабораторные неавтоматического действия высокого класса точности с действительной ценой деления 0,1 мг и наибольшим пределом взвешивания 200 и 1000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или весы по ГОСТ 24104.

4.7 Термометр цифровой малогабаритный для контактных измерений температуры поверхности валков в диапазоне 20 °С — 300 °С с разрешающей способностью 1 °С.

4.8 Фильтр обеззоленный диаметром 150 мм из фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026.

4.9 Палочка стеклянная для перемешивания.

4.10 Наконечник резиновый для стеклянной палочки.

4.11 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

4.12 Осушитель — силикагель технический по ГОСТ 3956 или оксид алюминия технический.

4.13 Насос вакуумный.

4.14 Вода деионизированная по ГОСТ ISO 3696.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ ISO 1795.

5.2 Подготовка проб

Сушат пробы каучука до полного удаления летучих веществ в соответствии с методом А или Б. Метод Б с использованием термостата предназначен для использования в тех случаях, когда каучук липкий и не может быть обработан на горячих вальцах.

5.2.1 Метод А

Взвешивают (250 ± 5) г каучука и листуют на лабораторных вальцах при зазоре между валками (0,50 ± 0,05) мм и при температуре поверхности валков (100 ± 5) °С следующим образом.

Пропускают пробу несколько раз в течение 4 мин на вальцах, не допуская обволакивания валков и потерь образца. Взвешивают с точностью до 0,1 г. Пропускают пробу каучука на вальцах еще в течение

2 мин и вновь взвешивают. Перед каждым взвешиванием охлаждают каучук до комнатной температуры в эксикаторе. Если масса образца по окончании 4 и 6 мин обработки на вальцах отличается более чем на 0,1 г, продолжают вальцевание пробы продолжительностью по 2 мин до достижения постоянной массы, когда уменьшение массы при последовательных взвешиваниях будет не более 0,1 г.

5.2.2 Метод Б

Взвешивают (250 ± 5) г каучука, дважды пропускают на лабораторных вальцах при зазоре между валками (0,50 ± 0,05) мм и температуре поверхности валков не выше 50 °С, затем взвешивают каучук с точностью до 0,1 и помещают в термостат с принудительной циркуляцией воздуха, нагретый до температуры (100 ± 5) °С, и сушат до постоянной массы. Охлаждают каучук в эксикаторе и взвешивают. Продолжают нагревание до достижения постоянной массы в пределах 0,1 г. Для каучуков с массовой долей влаги не более 1,0 %, как правило, достаточно 1 ч.

6 Определение общей золы

6.1 Сущность метода

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

6.2 Проведение испытания

6.2.1 Нагревают чистый тигель в муфельной печи в течение 30 мин при температуре (550 ± 25) °С, затем охлаждают в эксикаторе, заполненном свежепрокаленным хлористым кальцием, или силикагелем, или оксидом алюминия, до комнатной температуры и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Прокаливают тигель до постоянной массы. Расхождение между результатами последовательных взвешиваний не должно превышать 0,0004 г.

Во взвешенном тигле взвешивают от 3 до 5 г листованного высушенного каучука с точностью до 0,1 мг. Пробы каучука, скоагулированного квасцами, во время озоления имеют склонность к вспучиванию и потерям, 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 Дверцу муфельной печи не следует открывать 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.

6.2.2 После полного окисления углерода удаляют тигель из муфельной печи, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если граница золы в тигле находится в пределах 3 мм от его края, результат не учитывают и повторяют испытание.

6.2.3 Нагревают повторно тигель с его содержимым в течение приблизительно 30 мин при температуре (550 ± 25) °С, удаляют тигель из муфельной печи, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если масса тигля отличается более чем на 1 % по сравнению с предыдущим результатом, эту процедуру повторяют.

6.2.4 При необходимости определения водорастворимой золы сохраняют полученную золу и проводят испытание по методу, описанному в разделе 7.

6.3 Вычисление

Содержание золы X, %, вычисляют по формуле

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

где C — масса тигля с золой, г;

B — масса тигля, г;

A — масса тигля с исходной высушенной пробой, г.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 0,02 % при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

7 Определение водорастворимой золы

7.1 Сущность метода

Золу, полученную, как описано в разделе 6, промывают трижды порциями воды по 30 $см^3$, сушат тигель с содержимым в сушильном шкафу, после чего помещают в муфельную печь. Затем охлаждают тигель, взвешивают и вычисляют содержание водорастворимой золы в процентах.

7.2 Проведение испытания

7.2.1 Наливают в тигель 30 $см^3$ горячей деионизированной воды с температурой от 80 °С до 90 °С и перемешивают содержимое в течение 5 мин стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Фильтруют образовавшуюся смесь при помощи вакуум-насоса. Повторяют промывание золы и фильтрование, используя еще две порции горячей воды по 30 $см^3$. Сушат тигель в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре (105 ± 5) °С.

7.2.2 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 с точностью до 0,1 мг.

7.2.3 При использовании кварцевого тигля выполняют процедуры нагревания и охлаждения по примечанию 2 к 6.2.1. 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.

7.3 Вычисление

Содержание водорастворимой золы $X_{в.з}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{в.з} = \frac{C - D}{A - B} \cdot 100, \qquad (2)$$

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.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 0,02 % при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

УДК 678.7:543.632.22:006.354 МКС 83.060

Ключевые слова: каучуки синтетические, определение общей и водорастворимой золы

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 10.11.2021. Подписано в печать 08.12.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru