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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 3858— 2021

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ

Углерод технический. Определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта

(ISO 3858:2018, IDT)

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 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 542 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 26 августа 2021 г. № 142-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 ноября 2021 г. № 1455-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 3858—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2022 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3858:2018 «Ингредиенты резиновой смеси. Технический углерод. Определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта» («Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of light transmittance of toluene extract», IDT).

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).

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

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 3858—2013

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»

© ISO, 2018
© 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

Поправка к ГОСТ ISO 3858—2021 Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2022 г.)

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

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ

Углерод технический. Определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта

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

Дата введения — 2022—07—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта должны быть знакомы со стандартной лабораторной практикой. 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.

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, вызванной присутствием толуол-экстрагируемых веществ на поверхности технического углерода.

Метод не распространяется на технический углерод с высоким содержанием экстрагируемых веществ.

2 Нормативные ссылки

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

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

ISO 1126:2015, Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of loss on heating (Ингредиенты резиновой смеси. Технический углерод. Определение потерь при нагревании)

3 Термины и определения

ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- Платформа интернет-поиска ISO: доступна по адресу gost.e-ecolog.ru ;
- IEC Electropedia: доступна по адресу gost.e-ecolog.ru .

4 Сущность метода

Высушивают пробу технического углерода, взвешивают образец для испытания и смешивают его с определенным объемом толуола при комнатной температуре. Фильтруют полученную смесь и переносят порцию фильтрата в абсорбционную кювету. Используя спектрофотометр, измеряют коэффициент светопропускания фильтрата относительно чистого толуола при установленной длине волны.

Издание официальное

5 Реактивы

Используют реактивы только квалификации ч. д. а. и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

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

6 Аппаратура

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

6.1 Аналитические весы с действительной ценой деления 0,1 мг.

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

6.3 Спектрофотометр с лампой накаливания с вольфрамовой нитью, максимальной шириной спектральной полосы пропускания 20 нм, обеспечивающий измерение коэффициента пропускания в процентах при длине волны 425 нм. Спектрофотометр должен быть оснащен призмой с высокой разрешающей способностью или дифракционной решеткой, позволяющей не применять оптический фильтр. Для обеспечения оптимальных рабочих характеристик следует эксплуатировать спектрофотометр в соответствии с инструкцией изготовителя. Для некоторых спектрофотометров для компенсации колебаний напряжения, превышающих 4 В, необходимо применение в электрической цепи трансформатора постоянного напряжения.

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

6.4 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 — Если используемая кювета имеет длину оптического пути, не равную 10 мм, коэффициент пропускания, соответствующий кювете с длиной оптического пути 10 мм, вычисляют по формуле

$$\log_{10}\tau_0 = \frac{10}{L}\log_{10}\tau - \frac{20}{L} + 2, \quad (1)$$

где τ_0 — коэффициент пропускания в кювете с длиной оптического пути 10 мм, %;

L — длина оптического пути используемой кюветы, мм;

τ — коэффициент пропускания в используемой кювете, %.

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

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

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

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

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

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

6.11 Ватные тампоны.

6.12 Вытяжной шкаф, закрытый с трех сторон, с соответствующим отводом вредных паров и вентилятором с мотором в искробезопасном исполнении.

6.13 Контейнер для сбора использованного толуола и экстракта технического углерода.

7 Подготовка пробы

7.1 Отбирают пробы по ISO 1124.

7.2 Сушат пробу технического углерода массой приблизительно 4 г в течение 1 ч при температуре 125 °С в сушильном шкафу (см. 6.2) в соответствии с ISO 1126:2015, метод 1. Охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры. Высушенную пробу до испытаний хранят в эксикаторе.

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

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

8 Условия проведения испытания

Испытания проводят при стандартной температуре (23 ± 2) °С или (27 ± 2) °С. Перед применением выдерживают реактивы и аппаратуру в помещении, в котором будут проводить испытания, в течение времени, достаточного для 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 постороннего дыма и паров, загрязняющих используемые реактивы и оборудование и влияющих на результат испытания.

9 Проведение испытания

9.1 Калибровка спектрофотометра

9.1.1 Прогревают спектрофотометр (см. 6.3) в течение времени, указанного в инструкции по эксплуатации.

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

9.1.3 Помещают фильтровальную бумагу (см. 6.8) в воронку (см. 6.7) и фильтруют приблизительно 30 $см^3$ толуола (см. 5.1) в коническую колбу (см. 6.5), закрывают колбу пробкой.

9.1.4 Наливают порцию профильтрованного толуола в химический стакан (см. 6.9).

9.1.5 Используя стакан с носиком, трижды ополаскивают абсорбционную кювету (см. 6.4) профильтрованным толуолом, наполняя ее каждый раз приблизительно на одну треть.

Абсорбционную кювету берут только за матовые грани. Не допускается касаться пальцами прозрачных гладких сторон.

9.1.6 Наполняют кювету профильтрованным толуолом и тщательно протирают наружную поверхность бумагой или тканью для протирания оптических линз (см. 6.10), удерживая кювету перед подходящим источником света для надлежащего контроля.

В содержимом кюветы не должно быть таких загрязнений, как твердые частицы, которые могут рассеивать свет и оказывать влияние на результаты. При необходимости очищают внутреннюю поверхность ватным тампоном (см. 6.11) или снова протирают наружную поверхность до полной прозрачности. Если требуется очистка внутренней поверхности кюветы, повторяют процедуру по 9.1.5.

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

9.2 Испытание образца

9.2.1 Взвешивают (2,00 ± 0,01) г высушенного технического углерода (за исключением технического углерода N990, N991, N907 и N908) и переносят в коническую колбу (см. 6.5).

Взвешивают (5,00 ± 0,01) г технического углерода N990 и N991 или (3,00 ± 0,01) г технического углерода N907 и N908 и переносят в коническую колбу (см. 6.5).

9.2.2 Мерным цилиндром или автоматическим дозатором (см. 6.6) добавляют (20,0 ± 0,5) $см^3$ толуола в коническую колбу с образцом для испытания, 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 бóльшие количества образца для испытания и толуола, но следует соблюдать соотношение 10 см^3 толуола на каждый 1 г технического углерода.

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

9.2.4 Сразу же после встряхивания фильтруют смесь через воронку (см. 6.7) с фильтровальной бумагой (см. 6.8) во вторую коническую колбу (см. 6.5) и закрывают колбу пробкой.

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

Для каждого образца меняют фильтровальную бумагу.

Предупреждение — Технический углерод может содержать полициклические ароматические соединения, некоторые из которых являются канцерогенами. Такие соединения настолько прочно соединены с техническим углеродом, что являются биологически неактивными, но они могут быть экстрагированы по настоящему методу. Необходимо следить, чтобы растворитель, содержащий экстрагированные из технического углерода вещества, не попадал на кожу.

9.2.5 Используя абсорбционную кювету, соответствующую по коэффициенту пропускания кювете, применяемой в 9.1.5, или по возможности ту же кювету, повторяют с фильтратом (см. 9.2.4) операции по 9.1.4—9.1.6.

9.2.6 Помещают абсорбционную кювету в калиброванный спектрофотометр (см. 9.1) и регистрируют коэффициент светопропускания в процентах при длине волны 425 нм с точностью до 1 %.

9.2.7 Сразу же после каждого определения ополаскивают абсорбционную кювету чистым толуолом (см. 5.1).

9.2.8 При необходимости корректируют полученные значения коэффициента пропускания согласно примечаниям к 6.3 и 6.4 и регистрируют результат с точностью до 1 %.

10 Прецизионность

Прецизионность метода приведена в приложении А.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

c) ширину полосы пропускания спектрофотометра;

d) результат определения коэффициента пропускания толуольного экстракта в процентах, округленный до целого числа;

e) дату проведения испытаний.

Приложение А
(обязательное)

Прецизионность

А.1 Прецизионность и смещение метода получены по результатам программы межлабораторных испытаний, проведенной в соответствии с ISO/TR 9272 [1].

А.2 Оценка прецизионности метода приведена ниже. Показатели прецизионности не следует использовать при проведении приемо-сдаточных испытаний какой-либо группы материалов без документального подтверждения того, что данные показатели применимы к этим конкретным материалам и конкретным протоколам испытаний, включающим данный метод.

А.3 Сведения о программе межлабораторных испытаний прецизионности типа 1 приведены в таблице А.1. Значения повторяемости и воспроизводимости характеризуют испытания, проведенные за короткий промежуток времени (в днях). Испытания проводили два оператора в каждой лаборатории один раз в каждый из двух дней. За результат испытания принимали значение, полученное при проведении одного определения. Значения допустимого расхождения не определяли. Компонент изменчивости, обусловленный расхождением результатов, полученных разными операторами, включен в вычисленные значения *r* и *R*.

Таблица А.1 — Сведения о программе межлабораторных испытаний

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

А.4 Результаты вычислений прецизионности в абсолютных значениях (коэффициент светопропускания в процентах) приведены в таблице А.2.

Таблица А.2 — Показатели прецизионности

В процентах

Материал	Среднее значение	s_r	(*r*)	s_R	(*R*)
N550	96,91	0,68	1,93	1,87	5,28
N650	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

s_r — внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение;
(*r*) — повторяемость, единицы измерения;
s_R — межлабораторное среднеквадратическое отклонение;
(*R*) — воспроизводимость, единицы измерения.

А.5 Прецизионность для объединенных значений коэффициента светопропускания толуольного экстракта можно выразить следующим образом:

а) Повторяемость

Относительная повторяемость (*r*) для объединенных значений, полученных при испытании по данному методу, равна 1,60 %. При необходимости для оценки повторяемости можно использовать любое другое значение из таблицы А.2. Расхождение результатов двух отдельных испытаний (или определений), полученных на идентич-

ном испытуемом материале в условиях повторяемости для данного метода испытаний, превысит повторяемость в среднем 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 А.2, должны вызывать сомнение в принадлежности к одной генеральной совокупности и привести к принятию необходимых мер.

b) Воспроизводимость

Относительная воспроизводимость (R) для объединенных значений, полученная при испытании по данному методу, равна 3,55 %. При необходимости для оценки воспроизводимости можно использовать любое другое значение из таблицы А.2. Расхождение результатов двух отдельных и независимых испытаний, полученных двумя операторами, работающими в предписанных условиях воспроизводимости в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, превысит воспроизводимость в среднем не более чем в одном случае из 20. Два результата отдельных испытаний, полученные в разных лабораториях, которые отличаются более чем на соответствующее значение из таблицы А.2, должны вызвать сомнение в принадлежности к одной генеральной совокупности и привести к принятию необходимых мер.

А.6 Смещение

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

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1 — Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 1124	NEQ	ГОСТ 25699.1—90 (ИСО 1124—88) «Ингредиенты резиновой смеси. Методы отбора проб технического углерода»
ISO 1126:2015	IDT	ГОСТ ISO 1126—2018 «Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании»

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

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

Библиография

[1] ISO/TR 9272* Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards (Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартов на методы испытаний)

* Действует ISO 19983:2017, Rubber — Determination of precision of test methods (Резина. Определение прецизионности методов испытаний).

УДК 678.046.2:543.422.3:006.354 МКС 83.040.20 IDT

Ключевые слова: ингредиенты резиновой смеси, углерод технический, определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 11.11.2021. Подписано в печать 08.12.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

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

Поправка к ГОСТ ISO 3858—2021 Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение коэффициента светопропускания толуольного экстракта

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2022 г.)

gost.e-ecolog.ru