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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 247-1— 2021

КАУЧУК И РЕЗИНА

Определение золы

Часть 1

Метод сжигания

(ISO 247-1:2018, Rubber — Determination of ash — Part 1: Combustion method, 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. № 1476-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 247-1—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2022 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 247-1:2018 «Каучук. Определение золы. Часть 1. Метод сжигания» («Rubber — Determination of ash — Part 1: Combustion method», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 2 «Испытания и анализ» Технического комитета ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

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 247—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 247-1—2021 Каучук и резина. Определение золы. Часть 1. Метод сжигания

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

КАУЧУК И РЕЗИНА

Определение золы

Часть 1

Метод сжигания

Raw and vulcanized rubber. Determination of ash. Part 1. Combustion method

Дата введения — 2022—07—01

Предупреждение 1 — 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, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

Предупреждение 2 — Некоторые процедуры, установленные в настоящем стандарте, могут быть связаны с использованием или образованием веществ или образованием отходов, которые могут представлять опасность для окружающей среды. Следует использовать документацию по безопасному обращению и утилизации веществ после использования.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение золы в каучуках групп M, N, O, R и U по ISO 1629, а также резиновых смесях и вулканизатах на их основе методом сжигания с учетом следующих ограничений:

- метод А не применяют для определения золы в резиновых смесях и вулканизованных резинах, содержащих хлор, бром или йод;
- метод В применяют для резиновых смесей и вулканизованных резин, содержащих хлор, бром или йод; метод не применяют для каучуков;
- метод С предназначен для определения золы в каучуках, резиновых смесях и вулканизованных резинах, не содержащих хлор, бром или йод, при этом образец для испытания заворачивают в беззольную фильтровальную бумагу;
- соединения лития и фтора могут вступать в реакцию с кварцевыми тиглями с образованием летучих веществ, что приводит к получению заниженных результатов определения золы. Поэтому для определения золы в каучуках, содержащих фтор, а также каучуках, полученных при полимеризации на литиевых катализаторах, используют платиновые тигли.

Настоящий стандарт не интерпретирует результаты определения золы неорганических химических веществ, содержащихся в резиновой смеси или вулканизате.

Ответственность за интерпретацию результатов несет испытатель, который должен быть осведомлен о поведении ингредиентов в резиновой смеси при высоких температурах.

Издание официальное

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)]:

ISO 248-1, Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 1: Hot-mill method and oven method (Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата)

ISO 1795, Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures (Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры)

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

4.1 Метод А

Нагревают взвешенный образец для испытания в тигле на газовой горелке. После полного удаления летучих веществ помещают тигель в муфельную печь и нагревают до полного выгорания углеродистых веществ и достижения постоянной массы.

4.2 Метод В

Нагревают взвешенный образец для испытания в тигле в присутствии серной кислоты сначала на газовой горелке, а затем в муфельной печи до полного выгорания углеродистых веществ и достижения постоянной массы.

4.3 Метод С

Заворачивают взвешенный образец для испытания в беззольную фильтровальную бумагу, сжигают при температуре (300 ± 25) °С в течение 1 ч, после чего прокаливают в муфельной печи при температуре (550 ± 25) °С от 2 до 4 ч до полного выгорания углеродистых веществ и достижения постоянной массы.

4.4 Результаты испытаний

Результаты определения золы по трем методам не всегда одинаковые, поэтому в протоколе испытания следует указывать применяемый метод определения золы.

5 Реактивы

5.1 Серная кислота (только для метода В) квалификации ч. д. а., ρ = 1,84 г/см^3.

6 Аппаратура

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

6.1 Фарфоровый, кварцевый или платиновый тигель вместимостью 50 см^3. Допускается для испытаний синтетических каучуков использовать тигель вместимостью не менее 25 см^3 на грамм испытуемого образца.

Примечание — Для испытания каучуков, содержащих фтор, а также каучуков, полученных полимеризацией на литиевых катализаторах, используют платиновые тигли, т. к. соединения лития и фтора могут вступать в реакцию с кварцевыми тиглями с образованием летучих веществ, что приводит к получению заниженных результатов определения золы.

6.2 Жаропрочная теплоизоляционная пластина площадью 100 мм^2, толщиной приблизительно 5 мм с отверстием в центре, соответствующим размерам тигля (6.1). Приблизительно 2/3 тигля должно находиться ниже пластины.

6.3 Горелка Бунзена или аналогичная газовая горелка.

6.4 Муфельная печь с вытяжной трубой, с приспособлением для обеспечения циркуляции воздуха в печи (циркуляцию воздуха регулируют степенью открытия дверцы печи) и устройством поддержания температуры (300 ± 25) °С, (550 ± 25) °С или (950 ± 25) °С.

6.5 Беззольная фильтровальная бумага диаметром 15 см.

7 Подготовка образцов для испытания

7.1 Образцы натурального каучука отрезают от гомогенизированной пробы, подготовленной в соответствии с ISO 1795. Пробы синтетического каучука отрезают от высушенного каучука после определения содержания летучих веществ в соответствии с ISO 248-1.

7.2 Образцы резиновых смесей измельчают вручную.

7.3 Образцы вулканизованных резин листуют или измельчают в дробилке (мельнице) или вручную.

7.4 Отобранные для испытаний образцы резиновых смесей и вулканизованных резин должны быть представительными для первоначальной пробы.

8 Проведение испытания

8.1 Метод А

Нагревают чистый пустой тигель (6.1) соответствующего размера в муфельной печи (6.4) при температуре (550 ± 25) °С приблизительно 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Взвешивают с точностью до 0,1 мг образец для испытания каучука массой приблизительно 5 г, образец резиновой смеси или вулканизованной резины массой 1—5 г (в зависимости от предполагаемой массы золы). Помещают взвешенный образец в тигель, установленный в отверстие теплоизоляционной пластины (6.2). Осторожно нагревают тигель на горелке (6.3) в вытяжном шкафу для обеспечения надлежащей вентиляции, следя за тем, чтобы образец не загорелся. При любой потере продукта, например в результате разбрызгивания или вспенивания, повторяют испытание с новым образцом.

После обугливания образца постепенно повышают температуру горелки до полного удаления летучих веществ и получения сухого углеродного остатка. Помещают тигель с содержимым в муфельную печь, нагретую до температуры (550 ± 25) °С [для резиновых смесей или вулканизованных резин допускается использовать температуру (950 ± 25) °С], оставляя дверцу печи приоткрытой в течение 1 мин для обеспечения притока воздуха, необходимого для окисления углерода.

Продолжают нагревание до полного окисления углерода и получения золы светлого цвета. Удаляют тигель с содержимым из муфельной печи, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Снова нагревают тигель с содержимым в течение 30 мин в муфельной печи, нагретой до температуры (550 ± 25) °С [для резиновых смесей или вулканизованных резин допускается использовать температуру (950 ± 25) °С], охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если полученная масса отличается от предыдущей более чем на 1 мг для каучуков или более чем на 1 % массы золы — для резиновых смесей и вулканизованных резин, повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока результаты двух последовательных взвешиваний будут отличаться менее чем на 1 мг для каучуков или менее чем на 1 % массы золы — для резиновых смесей и вулканизованных резин.

8.2 Метод В

Нагревают чистый пустой тигель (6.1) в муфельной печи (6.4) в течение 30 мин при температуре (950 ± 25) °С, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Образец для испытания резиновой смеси или резины массой 1—5 г взвешивают с точностью до 0,1 мг. Помещают образец в тигель и добавляют 3,5 см^3 концентрированной серной кислоты (5.1) таким образом, чтобы образец был полностью смочен кислотой. Устанавливают тигель с содержимым в отверстие

теплоизоляционной пластины (6.2) и осторожно нагревают газовой горелкой в вытяжном шкафу для обеспечения надлежащей вентиляции. Если в начале реакции смесь интенсивно набухает, отодвигают горелку, чтобы избежать потери продукта.

Когда реакция станет протекать более спокойно, увеличивают пламя горелки и продолжают нагревание до полного испарения избытка серной кислоты и образования сухого углеродного остатка. Помещают тигель с содержимым в муфельную печь, нагретую до температуры (950 ± 25) °С, оставляя дверцу печи приоткрытой в течение 1 мин для обеспечения притока воздуха, необходимого для окисления углерода, и нагревают 1 ч до полного окисления углерода и получения светлой золы. Удаляют тигель с содержимым из печи, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Вновь нагревают тигель в муфельной печи при температуре (950 ± 25) °С в течение 30 мин, удаляют из печи, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Если полученная масса отличается от предыдущей более чем на 1 % массы золы, повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока результаты двух последовательных взвешиваний будут отличаться менее чем на 1 % массы золы.

8.3 Метод С

Взвешивают гомогенизированный образец резины массой 5—10 г с точностью до 0,1 мг. Заворачивают образец в беззольную фильтровальную бумагу (6.5) и помещают в предварительно прокаленный и взвешенный с точностью до 0,1 мг тигель (6.1). Помещают тигель в муфельную печь (6.4), нагретую до температуры (300 ± 25) °С, и сжигают его содержимое в течение 1 ч, после чего прокаливают в муфельной печи при температуре (550 ± 25) °С от 2 до 4 ч до полного выгорания углеродистых веществ. По окончании озоления удаляют тигель из печи, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Вновь нагревают тигель в муфельной печи при температуре (550 ± 25) °С в течение 30 мин, удаляют из печи, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если полученная масса отличается от предыдущей более чем на 1 мг, повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока результаты двух последовательных взвешиваний будут отличаться менее чем на 1 мг.

9 Вычисление результатов

Массовую долю золы, %, вычисляют по формуле

$$\text{Массовая доля золы} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_0 — масса образца для испытания, г.

10 Прецизионность

Прецизионность приведена в приложении А.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) информацию, необходимую для полной идентификации образца для испытания или пробы;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) использованный метод (метод А, метод В или метод С);

d) температуру проведения испытания и обоснование выбора температуры 950 °С при использовании метода А;

e) результат определения массовой доли золы в испытуемом продукте в процентах по массе;

f) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие требования

Программа межлабораторных испытаний (ITP) была проведена в марте 2017 г. Повторяемость и воспроизводимость вычислены в соответствии с ISO/TR 9272. Методология и номенклатура по прецизионности также приведены в ISO/TR 9272. Общая процедура использования результатов определения прецизионности приведена в ISO 19983.

А.2 Информация о программах испытаний

ITP с использованием метода С для определения золы в каучуке была проведена в марте 2017 г. Малайзийским советом по резине (MRB). В каждую лабораторию отправляли два типа материалов, обозначенных как материал А и материал В. В ITP участвовало 12 лабораторий. В ITP оценивали прецизионность типа 1. Повторяемость и воспроизводимость определяли по шкале в днях.

Примечание — Материал А и материал В — два разных образца, отобранных из двух разных источников.

А.3 Результаты определения прецизионности

Результаты ITP по определению прецизионности приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Прецизионность типа 1 метода С по настоящему стандарту

Тип материала	Среднее значение содержания золы, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		s_r	r	s_R	R
А	0,3317	0,0086	0,0243	0,0238	0,0672
В	0,4511	0,0080	0,0227	0,0183	0,0519

Примечание — В таблице использованы следующие обозначения:
s_r — среднеквадратическое отклонение повторяемости;
r — повторяемость, единицы измерения;
s_R — среднеквадратическое отклонение воспроизводимости;
R — воспроизводимость, единицы измерения.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 248-1	IDT	ГОСТ ISO 248-1—2013 «Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата»
ISO 1795	IDT	ГОСТ ISO 1795—2020 «Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.		

Библиография

[1] ISO 1629 Rubber and latices — Nomenclature
(Каучуки и латексы. Номенклатура)

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

[3] ISO 19983 Rubber — Determination of precision of test methods
(Резина. Определение прецизионности методов испытаний)

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

УДК 678:543.632.22:006.354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: каучук, резина, определение золы, метод сжигания

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

Сдано в набор 12.11.2021. Подписано в печать 09.12.2021. 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 247-1—2021 Каучук и резина. Определение золы. Часть 1. Метод сжигания

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

(ИУС № 8 2022 г.)

gost.e-ecolog.ru