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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 248-1—
2023**

КАУЧУК

Определение содержания летучих веществ

Часть 1

Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата

(ISO 248-1:2021, IDT)

Издание официальное

**Москва
Российский институт стандартизации
2023**

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 «Институт стандартизации»), 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 31 мая 2023 г. № 162-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июня 2023 г. № 467-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 248-1—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 248-1:2021 «Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата» («Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 1: Hot-mill method and oven method», 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 248-1—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, 2021
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023



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

КАУЧУК

Определение содержания летучих веществ

Часть 1

Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата

Raw rubber. Determination of volatile-matter content. Part 1. Hot-mill method and oven method

Дата введения — 2025—07—01

Предупреждение 1 — Пользователи настоящего стандарта должны быть знакомы с нормальной лабораторной практикой. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за разработку соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

Предупреждение 2 — Некоторые процедуры, описанные в настоящем стандарте, могут включать использование или образование веществ либо отходов, которые могут представлять опасность для окружающей среды. Следует использовать документацию по безопасному обращению и утилизации данных веществ после использования.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения содержания летучих веществ в каучуках: метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата.

Методы применяют для определения содержания летучих веществ в каучуках группы R по ISO 1629, имеющих ненасыщенную углеродную цепь, например, натуральный каучук и синтетические каучуки, полученные с использованием диолефинов. Методы также можно использовать для испытания других каучуков, при этом должно быть подтверждение, что изменение массы обусловлено только потерей летучих веществ, а не деструкцией каучука.

Метод горячего вальцевания не применяют для испытания натуральных и синтетических каучуков, которые трудно обрабатываются на горячих вальцах, и синтетических каучуков в форме порошка или чешуек.

Результаты, полученные при применении указанных методов испытаний, не всегда идентичны. При разногласиях применяют метод с использованием термостата, процедура А.

Примечание — Информация о выборе метода испытания для разных типов каучуков приведена в приложении А.

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)]:

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

Издание официальное

ISO 2393, Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures (Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

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

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

3.1 **испытуемая порция пробы** (test portion): Количество каучука, отобранное от пробы для испытания или лабораторной пробы для одного конкретного испытания, например, взвешенное количество каучука для одного определения содержания летучих веществ.

4 Сущность метода

4.1 Метод горячего вальцевания

Испытуемую порцию пробы вальцуют на горячих вальцах до полного удаления летучих веществ. Вычисляют потерю массы пробы во время вальцевания и принимают ее за результат определения содержания летучих веществ.

4.2 Метод с использованием термостата

Испытуемую порцию пробы высушивают в термостате до постоянной массы. Вычисляют потерю массы и принимают ее за результат определения содержания летучих веществ.

5 Метод горячего вальцевания

5.1 Общие положения

5.1.1 Используют две процедуры (А и В):

- процедура А: гомогенизируют пробу на лабораторных вальцах, затем испытуемую порцию пробы, отобранную от гомогенизированной пробы, высушивают до постоянной массы на горячих вальцах;
- процедура В: высушивают испытуемую порцию пробы до постоянной массы на горячих вальцах.

Примечание — Процедура В упрощенная, не предусматривает гомогенизацию.

5.1.2 Для проб в форме чешуек или проб, прилипающих к горячим валкам, для которых взвешивание затруднено или не представляется возможным, применяют метод с использованием термостата.

5.1.3 Количество испытуемых порций пробы устанавливают по согласованию между заинтересованными сторонами.

5.2 Аппаратура

5.2.1 Вальцы, соответствующие требованиям ISO 2393.

5.2.2 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 г.

5.3 Проведение испытания

5.3.1 Метод горячего вальцевания — процедура А

5.3.1.1 Пробу для испытаний массой приблизительно 250 г отбирают от лабораторной пробы по ISO 1795 и гомогенизируют в соответствии с приложением В.

Взвешивают отобранную пробу с точностью до 0,1 г до и после гомогенизации (массы m_1 и m_2 соответственно). При необходимости от гомогенизированной пробы отрезают испытуемые порции для проведения других испытаний.

5.3.1.2 Используя свинцовые пластинки, устанавливают зазор между валками вальцов (0,25 ± 0,05) мм в соответствии с ISO 2393. Поддерживают температуру поверхности валков (105 ± 5) °С.

5.3.1.3 Взвешенную испытуемую порцию пробы массой желательно не менее 100 г (масса m_3), отобранную от гомогенизированной пробы, многократно вальцуют, подрезая ножом каучук с двух сторон, в течение 4 мин, при этом не допускают провисания каучука, а также его прилипания к поверхности валков и потери материала. Взвешивают испытуемую порцию пробы с точностью до 0,1 г. Вальцуют пробу еще 2 мин и повторно взвешивают. Вычисляют содержание летучих веществ, если разность между результатами взвешивания через 4 мин и 6 мин менее 0,1 г.

Если данное условие не выполняется, продолжают вальцевать периодами продолжительностью 2 мин до тех пор, пока уменьшение массы между двумя последовательными взвешиваниями будет менее 0,1 г (окончательная масса m_4). Перед каждым взвешиванием испытуемую порцию пробы охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды.

5.3.2 Метод горячего вальцевания — процедура В

5.3.2.1 Отбирают от лабораторной пробы испытуемую порцию пробы массой приблизительно 250 г и взвешивают с точностью до 0,1 г (масса m_5).

5.3.2.2 Используя свинцовые пластинки, устанавливают зазор между валками вальцов (0,25 ± 0,05) мм в соответствии с ISO 2393. Поддерживают температуру поверхности валков (105 ± 5) °С. Испытуемую порцию пробы многократно вальцуют, подрезая ножом каучук с двух сторон, в течение 4 мин, при этом не допускают провисания каучука, а также его прилипания к поверхности валков и потери материала. Взвешивают испытуемую порцию пробы с точностью до 0,1 г, затем вальцуют еще 2 мин и повторно взвешивают.

5.3.2.3 Если разность между результатами взвешивания испытуемой порции пробы до и после вальцевания менее 0,1 г, испытуемую порцию пробы считают высушенной. Если испытуемая порция пробы высушена недостаточно, ее продолжают вальцевать периодами продолжительностью 2 мин до тех пор, пока разность между результатами взвешивания пробы до и после вальцевания будет менее 0,1 г (окончательная масса m_6).

Примечание — Рекомендуется перед взвешиванием охлаждать пробу в эксикаторе.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Метод горячего вальцевания — процедура А

Содержание летучих веществ w_1, % масс., вычисляют по формуле

$$w_1 = \left(1 - \frac{m_2 \cdot m_4}{m_1 \cdot m_3}\right) \cdot 100, \quad (1)$$

где m_2 — масса пробы для испытаний после гомогенизации, г;

m_4 — масса испытуемой порции пробы после вальцевания, г;

m_1 — масса пробы для испытаний до гомогенизации, г;

m_3 — масса испытуемой порции пробы до вальцевания, г.

5.4.2 Метод горячего вальцевания — процедура В

Содержание летучих веществ w_2, % масс., вычисляют по формуле

$$w_2 = \frac{m_5 - m_6}{m_5} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_5 — масса испытуемой порции пробы до вальцевания, г;

m_6 — масса испытуемой порции пробы после вальцевания, г.

6 Метод с использованием термостата

6.1 Общие положения

6.1.1 Используют две процедуры:

- процедура А: пробу для испытаний гомогенизируют на лабораторных вальцах, затем испытуемую порцию пробы, отобранную от гомогенизированной пробы, высушивают в термостате до постоянной массы. Если проба в виде порошка или ее невозможно взвесить до и после гомогенизации, испытуемую порцию пробы высушивают без гомогенизации;

- процедура В: пробу для испытаний листуют на лабораторных вальцах, затем отбирают испытуемую порцию пробы и сушат в термостате до постоянной массы. Если испытуемая проба в виде по-

рошка или ее вальцевание затруднено, испытуемую порцию пробы сушат без листования. Процедуру В используют только для испытания синтетических каучуков, т. к. для натурального каучука требуется гомогенизация.

6.1.2 Количество испытуемых порций пробы устанавливают по согласованию между заинтересованными сторонами.

6.2 Аппаратура

6.2.1 Термостат вентилируемый, предпочтительно с принудительной циркуляцией воздуха, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 3) °С.

6.2.2 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

6.2.3 Вальцы, соответствующие требованиям ISO 2393.

6.3 Проведение испытания

6.3.1 Метод с использованием термостата — процедура А

6.3.1.1 Натуральный каучук

6.3.1.1.1 От лабораторной пробы отбирают пробу для испытаний по ISO 1795 массой приблизительно 250 г и гомогенизируют в соответствии с приложением В. Взвешивают пробу с точностью до 0,1 г до и после гомогенизации (массы m_7 и m_8 соответственно). Перед взвешиванием охлаждают пробу до температуры окружающей среды. При необходимости от гомогенизированной пробы отрезают испытуемые порции для проведения других испытаний.

6.3.1.1.2 От гомогенизированной пробы отбирают испытуемую порцию массой приблизительно 10 г и взвешивают ее с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.1.3 Дважды вальцуют испытуемую порцию пробы при температуре поверхности валков, равной температуре окружающей среды, и зазоре, обеспечивающем получение листа толщиной менее 2 мм.

6.3.1.1.4 Испытуемую порцию пробы сушат в течение не менее 3,5 ч в термостате при температуре (105 ± 3) °С с открытыми вентиляционными отверстиями и включенным вентилятором (при наличии) для циркуляции воздуха. Испытуемую порцию пробы размещают так, чтобы по возможности максимальная площадь ее поверхности была обращена к горячему воздуху. Охлаждают испытуемую порцию пробы в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают. Повторяют процедуру нагревания периодами продолжительностью 30 мин до тех пор, пока уменьшение массы между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 1 мг (окончательная масса m_{10}).

6.3.1.1.5 Если проба в виде порошка, методом случайной выборки отбирают испытуемую порцию пробы массой приблизительно 10 г и помещают ее на чистое часовое стекло или чистый алюминиевый лоток, взвешенные с точностью до 1 мг (масса m_0), для облегчения взвешивания. Взвешивают часовое стекло/лоток с испытуемой порцией пробы с точностью до 1 мг (масса m_{11}). Сушат испытуемую порцию пробы по 6.3.1.1.4 и взвешивают часовое стекло/лоток с высушенной испытуемой порцией пробы с точностью до 1 мг (окончательная масса m_{12}).

6.3.1.2 Синтетический каучук

6.3.1.2.1 От лабораторной пробы отбирают пробу для испытаний по ISO 1795 массой приблизительно 250 г и гомогенизируют в соответствии с приложением В. Взвешивают пробу до и после гомогенизации с точностью до 0,1 г (массы m_7 и m_8 соответственно). При необходимости от гомогенизированной пробы отрезают испытуемые порции для проведения других испытаний.

6.3.1.2.2 Отбирают от гомогенизированной пробы испытуемую порцию массой приблизительно 10 г и взвешивают ее с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.2.3 Дважды вальцуют испытуемую порцию пробы при температуре поверхности валков (70 ± 5) °С и зазоре, обеспечивающем получение листа толщиной менее 2 мм.

6.3.1.2.4 Если вальцевание пробы невозможно, отбирают от гомогенизированной пробы испытуемую порцию массой приблизительно 10 г и измельчают вручную на небольшие кубики с размером граней от 2 до 5 мм. Помещают кубики на чистое часовое стекло или чистый алюминиевый лоток для облегчения взвешивания. Взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.2.5 Испытуемую порцию пробы сушат в течение 1 ч в термостате при температуре (105 ± 3) °С с открытыми вентиляционными отверстиями и включенным вентилятором (при наличии) для циркуляции воздуха. Испытуемую порцию пробы размещают так, чтобы по возможности максимальная площадь ее поверхности была обращена к горячему воздуху. Охлаждают испытуемую порцию пробы в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 1 мг. Повторяют про-

цедуру нагревания периодами продолжительностью 30 мин до тех пор, пока уменьшение массы между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 1 мг (окончательная масса m_{10}).

6.3.1.2.6 Если испытуемую порцию пробы сложно взвесить до и после гомогенизации из-за ее прилипания к поверхности валков, испытуемую порцию пробы массой приблизительно 10 г отбирают от лабораторной пробы и измельчают вручную на небольшие кубики с размером граней от 2 до 5 мм. Помещают кубики на чистое часовое стекло или на чистый алюминиевый лоток, взвешенные с точностью до 1 мг (масса m_0), для облегчения взвешивания. Взвешивают часовое стекло/лоток с испытуемой порцией пробы с точностью до 1 мг (масса m_{11}). Сушат испытуемую порцию пробы по 6.3.1.2.5 и взвешивают часовое стекло/лоток с высушенной испытуемой порцией пробы с точностью до 1 мг (окончательная масса m_{12}).

6.3.1.2.7 Если проба в виде порошка, методом случайной выборки отбирают испытуемую порцию пробы массой приблизительно 10 г и помещают ее на чистое часовое стекло или чистый алюминиевый лоток, взвешенные с точностью до 1 мг (масса m_0), для облегчения взвешивания. Взвешивают часовое стекло/лоток с испытуемой порцией пробы с точностью до 1 мг (масса m_{11}). Сушат испытуемую порцию пробы по 6.3.1.2.5 и взвешивают часовое стекло/лоток с высушенной испытуемой порцией пробы с точностью до 1 мг (окончательная масса m_{12}).

6.3.2 Метод с использованием термостата — процедура В

6.3.2.1 Отбирают пробу для испытания массой приблизительно 250 г и вальцуют при температуре валков приблизительно 30 °С и зазоре между валками (0,25 ± 0,05) мм, обеспечивающем получение тонкого листа. От листованной пробы отбирают для испытания две испытуемые порции массой приблизительно 50 г и взвешивают каждую порцию с точностью до 10 мг (масса m_{13}). Сушат испытуемые порции пробы по 6.3.1.2.5. Испытуемые порции пробы извлекают из термостата, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 10 мг (масса m_{14}).

6.3.2.2 Если проба в виде порошка (чешуек) или ее листование невозможно из-за прилипания к валкам, отбирают две испытуемые порции пробы массой приблизительно 10 г непосредственно от лабораторной пробы. При необходимости испытуемую порцию пробы измельчают вручную на небольшие кубики с размером граней от 2 до 5 мм. Помещают каждую испытуемую порцию пробы на предварительно взвешенный (масса m_0) чистый алюминиевый лоток глубиной 15 мм и диаметром 60 мм или лоток аналогичной формы и взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_{15}). Сушат испытуемые порции пробы по 6.3.1.2.5. Извлекают лотки из термостата, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_{16}).

6.4 Оформление результатов

6.4.1 Метод с использованием термостата — процедура А

6.4.1.1 Если испытуемая порция пробы отобрана от гомогенизированной пробы (см. 6.3.1.1.1, 6.3.1.1.2, 6.3.1.1.4, 6.3.1.2.1, 6.3.1.2.2 и 6.3.1.2.5), содержание летучих веществ w_3, % масс., вычисляют по формуле

$$w_3 = \left(1 - \frac{m_8 \cdot m_{10}}{m_7 \cdot m_9}\right) \cdot 100, \quad (3)$$

где m_8 — масса пробы для испытаний после гомогенизации, г;

m_{10} — масса испытуемой порции пробы после высушивания, г;

m_7 — масса пробы для испытаний до гомогенизации, г;

m_9 — масса испытуемой порции пробы до высушивания, г.

6.4.1.2 Если испытуемая проба в виде порошка или прилипает к поверхности валков (см. 6.3.1.1.5, 6.3.1.2.6 и 6.3.1.2.7), содержание летучих веществ w_4, % масс., вычисляют по формуле

$$w_4 = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11} - m_0} \cdot 100, \quad (4)$$

где m_{11} — масса часового стекла/лотка с испытуемой порцией пробы до высушивания, г;

m_{12} — масса часового стекла/лотка с испытуемой порцией пробы после высушивания, г;

m_0 — масса часового стекла или алюминиевого лотка, г.

6.4.2 Метод с использованием термостата — процедура В

6.4.2.1 Если испытуемая порция пробы отобрана от листованной пробы (см. 6.3.2.1), содержание летучих веществ w_5, % масс., вычисляют по формуле

$$w_5 = \frac{m_{13} - m_{14}}{m_{13}} \cdot 100, \quad (5)$$

где m_{13} — масса испытуемой порции пробы до высушивания, г;

m_{14} — масса испытуемой порции пробы после высушивания, г.

6.4.2.2 Если испытуемая проба в виде порошка или прилипает к поверхности валков (см. 6.3.2.2), содержание летучих веществ w_6, % масс., вычисляют по формуле

$$w_6 = \frac{m_{15} - m_{16}}{m_{15} - m_0} \cdot 100, \quad (6)$$

где m_{15} — масса часового стекла/лотка с испытуемой порцией пробы до высушивания, г;

m_{16} — масса часового стекла/лотка с испытуемой порцией пробы после высушивания, г;

m_0 — масса часового стекла или алюминиевого лотка, г.

7 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложении С.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) информацию, необходимую для идентификации каучука;

b) метод испытания:
   1) обозначение настоящего стандарта;
   2) применяемый метод (метод горячего вальцевания, процедура А; метод горячего вальцевания, процедура В; метод с использованием термостата, процедура А или метод с использованием термостата, процедура В);

c) информацию об испытании:
   1) количество испытуемых порций пробы;
   2) информацию о любой процедуре, не предусмотренной настоящим стандартом, или дополнительной;
   3) отклонения, отмеченные во время определений;

d) результаты испытаний;

e) дату проведения испытаний.

Приложение А
(справочное)

Выбор метода испытания

А.1 Каучуки группы R по ISO 1629

В таблице А.1 приведена обобщенная информация о применимости методов испытаний, установленных в настоящем стандарте, для каучуков группы R по ISO 1629.

Таблица А.1 — Методы испытания каучуков группы R

Метод испытания		Натуральный каучук		Синтетический каучук			
		С использованием гомогенизации	В форме порошка	Можно взвешивать до и после гомогенизации		Невозможно взвешивать до и после гомогенизации	В форме порошка
		Листованный		Листование возможно	Листование невозможно	Прилипает к поверхности валков	
Горячее вальцевание	Процедура А	N	N	Y	N	N	N
	Процедура В	N	N	Y	N	N	N
С использованием термостата	Процедура А	Y	Y	Y	Y	Y	Y
	Процедура В	N	N	Y	Y	Y	Y

Y — применяется;
N — не применяется.

А.2 Каучуки, не включенные в группу R по ISO 1629

При применении методов испытаний, установленных в настоящем стандарте, для каучуков, не относящихся к группе R, должно быть подтверждение, что изменение массы обусловлено только потерей летучих веществ, а не деструкцией каучука. Для выбора метода испытания таких каучуков можно использовать таблицу А.1.

Приложение В
(обязательное)

Гомогенизация

В.1 Аппаратура

В.1.1 Для гомогенизации испытуемых проб используют вальцы, соответствующие ISO 2393.

В.2 Проведение гомогенизации

В.2.1 Натуральный каучук

Взвешивают (250 ± 5) г лабораторной пробы с точностью до 0,1 г и гомогенизируют, вальцуя с зазором между валками (1,69 ± 0,17) мм при температуре поверхности валков, поддерживаемой на уровне температуры окружающей среды. Не нагревают воду, проходящую через валки.

Со второго по пятый пропуск после прохождения через зазор сворачивают пробу в рулон и в следующем проходе пропускают через зазор между валками концом рулона. Возвращают в пробу все отделившиеся от нее твердые частицы.

На шестом пропуске листуют испытуемый образец, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают с точностью до 0,1 г.

Примечание — В зависимости от проводимых испытаний допускается использовать для гомогенизации лабораторную пробу массой более 250 г.

В.2.2 Синтетический каучук

Взвешивают количество пробы для испытания, как указано для каждого метода испытаний, с точностью до 0,1 г и гомогенизируют, вальцуя 10 раз с зазором между валками (1,30 ± 0,15) мм при температуре поверхности валков (70 ± 5) °С.

Со второго по девятый пропуск после прохождения через зазор сворачивают пробу в рулон и в следующем проходе пропускают через зазор между валками концом рулона. Возвращают в пробу все отделившиеся от нее твердые частицы.

На десятом пропуске листуют испытуемый образец, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают с точностью до 0,1 г.

Приложение С
(справочное)

Прецизионность

С.1 Общие положения

В программе межлабораторных испытаний (ITP), проведенных в 2003 г., показатели повторяемости и воспроизводимости, характеризующие прецизионность, вычисляли в соответствии с ISO/TR 9272, в ITP, проведенных в 2020 г., — в соответствии с ISO 19983. В ISO/TR 9272 и ISO 19983 приведены основные положения и терминология по прецизионности. Общая процедура использования результатов определения прецизионности приведена в ISO 19983.

С.2 Информация о программе межлабораторных испытаний, проведенной в 2020 г.

С.2.1 ITP для метода с использованием термостата, процедура А, была организована в июле 2020 г. Были проведены две отдельные программы, в каждую лабораторию направлялись материалы двух типов:

a) смешанные пробы двух материалов А — «SVR CV», и В — «SVR 10»;

b) несмешанные (обычные) пробы двух материалов А — «SVR CV», и В — «SVR 10».

С.2.2 При испытании проб двух типов (смешанных и несмешанных) за результат испытания принимали среднее арифметическое значение результатов трех отдельных определений.

С.2.3 Определяли прецизионность типа 1. Показатели повторяемости и воспроизводимости, характеризующие прецизионность, вычисляли в соответствии с ISO 19983:2017, метод В, выбросы определяли с использованием алгоритмов А и S (см. ISO 5725-5). При определении повторяемости и воспроизводимости использовали шкалу времени в днях. В программе для смешанных проб и программе для несмешанных проб участвовали по семь лабораторий.

С.2.4 Результаты, приведенные в таблице С.1 для смешанных проб и в таблице С.2 для несмешанных проб, являются усредненными значениями. Они дают определенную в рамках ITP оценку прецизионности данного метода испытаний при проведении лабораториями по три параллельных испытания двух проб каучука.

Таблица С.1 — Прецизионность метода с использованием термостата, процедура А — испытание смешанной пробы

Проба	Среднее значение содержания летучих веществ, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
A (SVR CV)	0,39	0,01	0,03	7,4	0,02	0,07	17,5
B (SVR 10)	0,57	0,01	0,03	5,2	0,04	0,12	21,5
Использованы следующие обозначения: s_r — среднеквадратическое отклонение повторяемости; r — предел повторяемости, % масс.; (r) — предел повторяемости, % от среднего значения; s_R — среднеквадратическое отклонение воспроизводимости; R — предел воспроизводимости, % масс.; (R) — предел воспроизводимости, % от среднего значения.							

Таблица С.2 — Прецизионность метода с использованием термостата, процедура А — испытание несмешанной пробы

Проба	Среднее значение содержания летучих веществ, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
A (SVR CV)	0,22	0,01	0,03	14,7	0,02	0,07	32,1
B (SVR 10)	0,37	0,01	0,04	9,78	0,04	0,11	29,9
Использованные обозначения приведены в таблице С.1.							

С.3 Информация о программе межлабораторных испытаний, проведенной в 2003 г.

С.3.1 ITP проводилась с апреля по май 2003 г. с участием семи лабораторий при проведении испытаний методом горячего вальцевания, процедура В, и с участием восьми лабораторий — при проведении испытаний методом с использованием термостата, процедура В.

С.3.2 При проведении испытаний двумя методами использовали две пробы каучука: проба С (каучук SBR 1500) и проба D (не наполненный маслом каучук BR).

С.3.3 Результаты, приведенные в таблице С.3 для метода с использованием термостата, процедура В, и в таблице С.4 для метода горячего вальцевания, процедура В, являются усредненными значениями. Они дают определенную в рамках ITP оценку прецизионности данных методов испытаний при проведении лабораториями по два параллельных испытания двух проб каучука.

Таблица С.3 — Прецизионность метода с использованием термостата, процедура В

Проба	Среднее значение содержания летучих веществ, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
C (SBR)	0,10	0,02	0,04	45,7	0,02	0,06	67,6
D (BR)	0,22	0,03	0,03	35,1	0,08	0,22	99,2
Использованные обозначения приведены в таблице С.1.							

Таблица С.4 — Прецизионность метода горячего вальцевания, процедура В

Проба	Среднее значение содержания летучих веществ, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
C (SBR)	0,07	0,02	0,07	97,8	0,03	0,10	137,3
D (BR)	0,23	0,04	0,10	44,7	0,06	0,18	80,5
Использованные обозначения приведены в таблице С.1.							

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 1795	IDT	ГОСТ ISO 1795—2020 «Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры»
ISO 2393	IDT	ГОСТ ISO 2393—2016 «Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

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

[2] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]

[3] ISO 5725-5 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений]

[4] 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)

[5] ISO 13528 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison (Статистические методы для использования при проверке квалификации путем межлабораторных сравнительных испытаний)

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

УДК 678.4+678.7:543.573:006.354 МКС 83.040.10 IDT

Ключевые слова: каучук, определение содержания летучих веществ, метод горячего вальцевания, метод с использованием термостата

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

Сдано в набор 03.07.2023. Подписано в печать 11.07.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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