ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 21461— 2024

РЕЗИНА

Определение ароматичности масла в вулканизованных резиновых смесях

(ISO 21461:2012, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Управляющая компания «Биохимического холдинга «Оргхим» (АО Управляющая компания БХХ «Оргхим») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса»

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 13 марта 2024 г. № 300-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 21461:2012 «Резина. Определение ароматичности масла в вулканизованных резиновых смесях» (ISO 21461:2012 «Rubber — Determination of the aromaticity of oil in vulcanized rubber compounds», IDT).

Стандарт разработан Техническим комитетом ТК 45 «Резина и продукты из резины», подкомитетом ПК 3 «Сырьевые материалы (включая латекс) для использования в производстве резины» Международной организации по стандартизации (ИСО).

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

Дополнительные сноски в тексте стандарта, выделенные курсивом, приведены для пояснения текста оригинала

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

© ISO, 2012
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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

РЕЗИНА

Определение ароматичности масла в вулканизованных резиновых смесях

Rubber. Determination of the aromaticity of oil in vulcanized rubber compounds

Дата введения — 2026—01—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 разработку соответствующих правил безопасности и охраны здоровья, а также за обеспечение соответствия национальным нормативным требованиям.

Важно — Электронный файл настоящего стандарта содержит цветные рисунки, которые считают полезными для правильного понимания стандарта. Поэтому пользователям следует рассмотреть возможность печати настоящего стандарта на цветном принтере.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод селективного определения полиароматичности масла в вулканизованной резиновой смеси. Данный метод основан на спектроскопии ядерного магнитного резонанса (ЯМР).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 1407, Rubber — Determination of solvent extract (Каучук. Определение веществ, экстрагируемых растворителем)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **полициклические ароматические углеводороды;** ПАУ (polycyclic aromatic hydrocarbon, PAH): Органические соединения, состоящие из двух или более ароматических колец, в которых определенные атомы углерода являются общими для двух или трех колец.

4 Реактивы и материалы

Все реактивы должны иметь аналитическую степень чистоты, если не указано иное.

4.1 Экстракция

4.1.1 Ацетон.

Издание официальное

4.2 Приготовление проб

4.2.1 *н*-Гептан, квалификации ч. д. а.

4.2.2 Азот, требуемая чистота >99,9 %, для защиты экстракта от окисления во время этапа сушки.

4.2.3 Гексаметилдисилоксан (HMDS), степень чистоты 99,5 %, для ЯМР-анализа или тетраметилсилан (TMS), степень чистоты 99,5 %, для ЯМР-анализа.

4.2.4 Дейтерированный хлороформ ($CDCl_3$), степень дегидрирования > 99,95 %, для ЯМР-анализа, с содержанием 0,05 % TMS или 0,03 % HMDS (4.2.3). Резонансный пик TMS или HMDS используют для калибровки горизонтальной шкалы спектра.

4.2.5 Ацетальдегид чистотой ≥ 99,5 %, допускается при необходимости добавлять раствор ацетальдегида концентрацией 0,6 % к дейтерированному хлороформу, содержащему TMS или HMDS (4.2.4). Добавленный ацетальдегид обеспечивает резонансный пик при 9,8 ppm, что полезно для хорошего фазирования спектра. Раствор должен быть свежеприготовленным во избежание влияния продуктов разложения ацетальдегида, образующихся при старении.

5 Аппаратура

5.1 Весы аналитические с точностью до 0,1 мг.

5.2 Аппарат экстракционный, как указано в ИСО 1407.

5.3 Баня водяная.

5.4 Аппаратура для очистки экстракта, состоящая из компонентов, указанных в 5.4.1—5.4.4.

5.4.1 Для очистки одного образца за один раз (ручная фильтрация):

a) шприцы вместимостью 2, 5, 10 $см^3$ и 25 $см^3$ или 30 $см^3$ с конической насадкой, совместимой с колонками для твердофазной экстракции (SPE) для ручной очистки;

b) картридж для твердофазной экстракции (SPE), содержащий 500 или 1000 мг силикагеля[1),*].

5.4.2 Для одновременной очистки нескольких образцов (при необходимости):

a) шприцы вместимостью 2, 5, 10 и 25 $см^3$ или 30 $см^3$ с конической насадкой, совместимой с колонками для твердофазной экстракции (SPE) для ручной очистки;

b) картридж для твердофазной экстракции (SPE), содержащий 500 или 1000 мг силикагеля[2),*];

c) оборудование для твердофазной экстракции, соединенное с вакуумным насосом, для одновременной очистки нескольких образцов[3),*];

d) стеклянные пробирки для сбора фильтрата, совместимые с устройством фильтрации[4),*].

5.4.3 Посуда лабораторная стеклянная.

5.4.4 Игла одноразовая.

5.5 ЯМР-спектрометр, с частотой не менее 200 МГц, предпочтительно обеспечивающий следующие параметры снятия спектра:

- детектор: ^1H;
- фаза импульсов: 30°;
- ширина спектра: от минус 2 до плюс 12 ppm;
- число сканирований: 256;
- релаксационная задержка: 2 с.

---

1) Пример подходящего поставщика — Varian Bond Elut JR-SI, 1000 мг, номер детали 12166008B или аналогичный. Информация предоставлена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением ИСО этого поставщика.

2) Пример подходящего поставщика — Varian Bond Elut Mega BE-SI, 1000 мг, номер детали: 12256008 или аналогичный. Информация предоставлена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением ИСО этого поставщика.

3) Пример подходящего поставщика — Varian Vac Elut 20, манифольд с высоким стеклянным резервуаром, номер детали 12234104 или аналогичный. Информация предоставлена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением ИСО этого поставщика.

4) Для Varian Vac Elut 20 — пробирки диаметром 16 мм, длиной 150 мм.

* *Допускается использовать другие картриджи, оборудование (аппаратуру) для твердофазной экстракции и стеклянные пробирки, обеспечивающие получение сопоставимых результатов определения.*

6 Процедура

6.1 Экстракция образца

6.1.1 Образец вулканизованной резиновой смеси должен иметь достаточные размеры для получения не менее 350 мг экстрагированного масла. При использовании образца из шины образец готовят по приложению В.

6.1.2 Пропускают образец между валками лабораторных вальцов для уменьшения толщины до значения не более 0,7 мм или нарезают образец на кусочки размером менее 1 × 1 × 2 мм.

6.1.3 Заворачивают образец в небольшой кусок фильтровальной бумаги и помещают его в экстракционный аппарат (5.2) или наполняют аппарат небольшими нарезанными кусочками. Заполняют колбу экстракционного аппарата ацетоном (4.1.1) и экстрагируют в течение 8 ч.

6.1.4 Выпаривают экстракт досуха в струе азота (4.2.2) во избежание окисления.

6.2 Очистка экстракта

6.2.1 Взвешивают высушенный экстракт с точностью до 0,1 мг. Добавляют *н*-гептан (4.2.1) в объеме, необходимом для получения концентрации 100 мг/см^3. Возможно образование незначительного осадка. Готовят три пробирки, каждая из которых содержит по 1 см^3 раствора *н*-гептана.

6.2.2 Готовят картридж SPE (см. 5.4.1 или 5.4.2) путем элюирования 5 или 10 см^3 *н*-гептана (4.2.1), используя шприц вместимостью 5 или 10 см^3 (см. 5.4.1 или 5.4.2).

6.2.3 Когда *н*-гептан почти полностью элюирован, переносят количественно раствор образца в *н*-гептане из одной пробирки (6.2.1) в картридж SPE и начинают сбор фильтрата в химический стакан или стеклянную пробирку. Промывают пробирку дополнительной порцией 0,5 см^3 *н*-гептана для полного перемещения осадка.

6.2.4 Когда раствор образца в *н*-гептане полностью впитается в картридж SPE, элюируют неполярную фракцию с помощью 25 см^3 *н*-гептана. Во время элюирования необходимо сохранять постоянный поток растворителя со скоростью, не превышающей 5 см^3/мин.

6.2.5 Завершают сбор очищенной фракции, когда весь объем 25 см^3 *н*-гептана добавлен в картридж SPE.

6.2.6 Выпаривают *н*-гептан досуха в струе азота (4.2.2) во избежание окисления. Для ускорения этапа окончательной сушки можно поместить образец в вакуумную печь при температуре 50 °С на 2—3 ч.

6.2.7 Взвешивают сухой остаток с точностью до 0,1 мг и вычисляют его содержание в процентах.

6.2.8 Повторяют процедуру очистки экстракта еще два раза, используя две другие пробирки, приготовленные по 6.2.1.

6.2.9 Вычисляют среднее значение трех вычислений содержания сухого остатка в процентах (по 6.2.7). Если каждое из полученных значений укладывается в пределы ±5 % от среднего значения, продолжают процедуру по 6.3. В противном случае повторяют подготовку образцов до тех пор, пока три значения не будут находиться в пределах ±5 % от среднего значения.

6.3 ЯМР-анализ (NMR)

6.3.1 Сущность метода

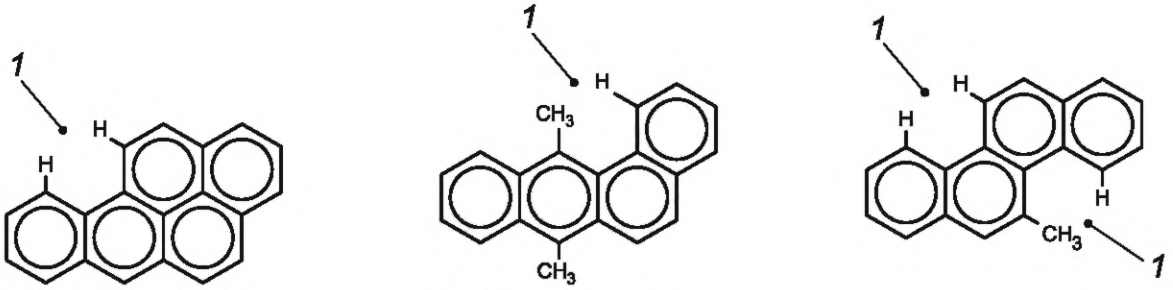
Ароматичность масла, присутствующего в сухом остатке, полученном по 6.2.7 и 6.2.8, определяют методом спектроскопии ^{1}H-ЯМР.

Молекулярная структура нелинейных ПАУ с тремя или несколькими сочлененными кольцами содержит характерный трехсторонний вогнутый участок, расположенный на периферии молекулы ароматических углеводородов: эти особые атомы водорода в данной зоне называют водородом области залива (см. рисунок 1).

Спектроскопия ^{1}H-ЯМР позволяет избирательно идентифицировать и количественно определять атомы водорода в области залива, которые характерны для ароматических масел.

Метод описывает процедуру определения процентного содержания водорода области залива (% H_{Bay}) в растворе образца с помощью спектроскопии ^{1}H-ЯМР, что позволяет сделать вывод о характере ароматичности масла.

Чем больше количество атомов водорода в области залива, тем выше ароматичность.



a) Бензопирен b) 7,12-диметилбензаантрацен c) 5-метилхризен

1 — область залива

Рисунок 1

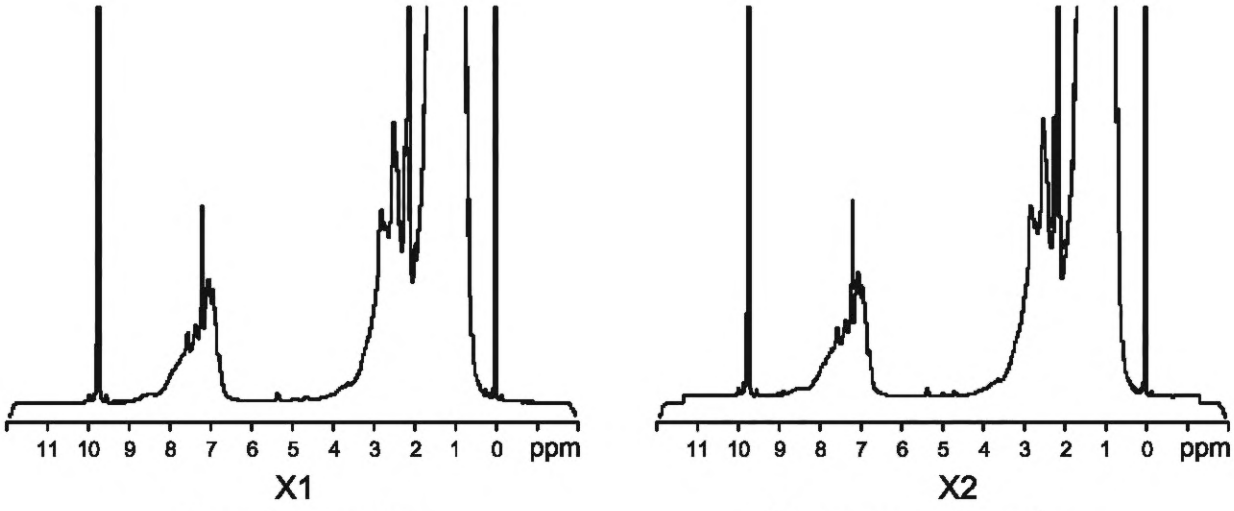
6.3.2 ЯМР-измерение

6.3.2.1 Растворяют один из сухих остатков, полученных по 6.2.7 и 6.2.8, в стеклянной пробирке [например, примерно 1 см^3 $CDCl_3$ (4.2.4) для пробирки диаметром 5 мм]. При необходимости можно ускорить растворение, используя небольшую магнитную мешалку или механический шейкер; если этого недостаточно, добавляют $CDCl_3$.

6.3.2.2 Получают сигнал спада свободной индукции (FID) и применяют преобразование Фурье, умноженное на экспоненциальную функцию (LB = 0,3 Гц) для получения спектра (см. примеры в приложении А). Настраивают резонанс опорного пика на 0,00 ppm для TMS или 0,06 ppm — для HMDS, соответственно.

6.3.2.3 Корректируют базовую линию спектра.

6.3.2.4 Корректируют базовую линию, используя кубический сплайн, установив точки для коррекции 11,5; 10,5; 6,0; минус 0,5 и минус 1,5 ppm. Пример спектра после коррекции фазы и базовой линии представлен на рисунке 2.



a) После коррекции фазы b) После коррекции базовой линии

Рисунок 2

6.3.2.5 Объединяют спектр и отмечают следующие зоны:

I_0 — область ароматических протонов, от 6,0 до 9,5 ppm, включая сигнал $CHCl_3$ (примесь, содержащаяся в $CDCl_3$);

I_{00} — область алифатических и этиленовых протонов, от 0,2 до 5,8 ppm, включая сигнал воды (вода из $CDCl_3$) при 1,5 ppm;

I_2 — область протонов в заливе от 8,3 до 9,5 ppm.

6.3.2.6 В качестве холостого образца измеряют спектр ^{1}H-ЯМР дейтерированного хлороформа, содержащего TMS или HMDS (4.2.4). Используя данный холостой образец, корректируют ароматиче-

скую область I_0 и алифатическую и этиленовую области I_{00} с учетом чистоты раствора $CHCl_3$ и содержанием воды в растворе.

Вышеуказанные корректировки выполняют с помощью следующих уравнений:

$$I_1 = I_0 - CH_{холостой} \cdot \frac{TMS}{TMS_{холостой}} \quad (1a)$$

или

$$I_1 = I_0 - CH_{холостой} \cdot \frac{HDMS}{HDMS_{холостой}}; \quad (1b)$$

$$I_3 = I_{00} - H_2O_{холостой} \cdot \frac{TMS}{TMS_{холостой}} \quad (2a)$$

или

$$I_3 = I_{00} - H_2O_{холостой} \cdot \frac{HDMS}{HDMS_{холостой}}, \quad (2b)$$

где $CH_{холостой}$ — интегрированная область ароматических протонов от 6,0 до 9,5 ppm в дейтерированном хлороформе, содержащем TMS или HMDS (4.2.4);

$H_2O_{холостой}$ — интегрированная область от 1,0 до 1,8 ppm в дейтерированном хлороформе, содержащем TMS или HMDS (4.2.4). Интенсивность данного сигнала обусловлена содержанием воды в растворе;

$TMS_{холостой}$ или $HMDS_{холостой}$ — интегрированная плотность сигнала TMS (или HMDS) в дейтерированном хлороформе, содержащем TMS или HMDS (4.2.4);

TMS или HMDS — интегрированная плотность сигнала TMS (или HMDS) в растворе образца (4.2.4).

6.3.2.7 Дополнительная процедура с использованием ацетальдегида

При возникновении сложностей с получением хорошего фазирования спектра допускается добавлять 0,6 % ацетальдегида к раствору хлороформа (см. 4.2.5) для способствования фазированию спектра: корректировка фазы выполняется с использованием пиков при 9,8 ppm (ацетальдегид) и при 0,0 ppm (TMS) или 0,06 ppm (HMDS). Процесс завершается также, как и для образцов без ацетальдегида, со следующими изменениями.

Интегральное число I_{00} включает также сигнал алифатических протонов ацетальдегида при 2,2 ppm.

Корректировку алифатических протонов ацетальдегида выполняют с помощью интегрированной плотности сигнала (*AA*) альдегидного протона (CHO при 9,8 ppm) в образце, т. к. концентрация ацетальдегида может изменяться со временем из-за очень низкой температуры кипения (21 °C).

Дополнительная корректировка, применяемая к целому I_3, для учета присутствия ацетальдегида:

$$I_3 = I_{00} - H_2O_{холостой} \cdot \frac{TMS}{TMS_{холостой}} - 3 \cdot AA \quad (2c)$$

или

$$I_3 = I_{00} - H_2O_{холостой} \cdot \frac{HDMS}{HDMS_{холостой}} - 3 \cdot AA. \quad (2d)$$

6.3.2.8 Выполняют ЯМР-измерения для каждого очищенного экстракта, полученного по 6.2.7 и 6.2.8.

7 Вычисление

Для каждого из трех очищенных экстрактов вычисляют процентное содержание водорода области залива (% H_{Bay}) до второго десятичного знака, используя следующую формулу

$$\% H_{Bay} = \frac{I_2}{I_1 + I_3} \cdot 100,$$

где обозначения согласно 6.3.2.6 (или 6.3.2.7).

8 Отчет об испытании

Отчет об испытании должен содержать следующую информацию:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) всю информацию, необходимую для идентификации образца(ов) резины;

c) подробную информацию о силикагеле для твердофазной экстракции (SPE) (см. 5.4.1 или 5.4.2);

d) результат для каждой из трех экстракций (6.2.7 и 6.2.8) и среднее значение (6.2.9);

e) средние значения для I_1, I_2, I_3 и значение H_{Bay} в процентах;

f) любые необычные свойства, обнаруженные в процессе определения;

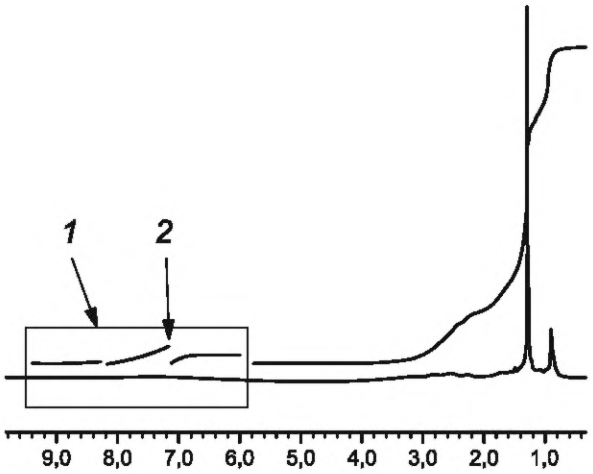
g) любую операцию, не включенную в настоящий стандарт, или рассматриваемую как дополнительную, например параметры ЯМР (5.5), если они отличаются от указанных;

h) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

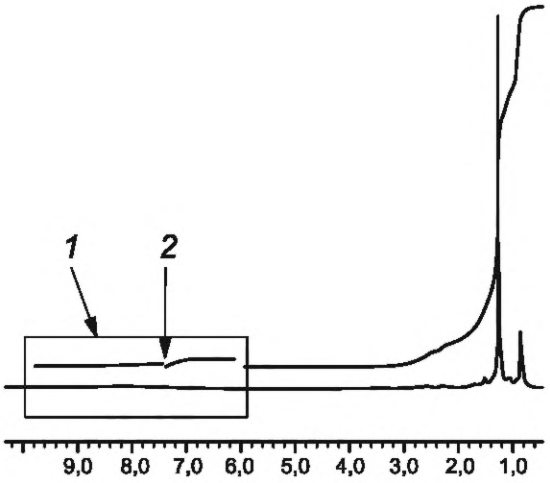
Спектры ^{1}H-ЯМР экстрактов из смесей, содержащих ароматическое масло (см. рисунки А.1 и А.3) и масло MES (см. рисунки А.2 и А.4)

А.1 Полные спектры



1 — ароматическая область; *2* — примесь $CHCl_3$

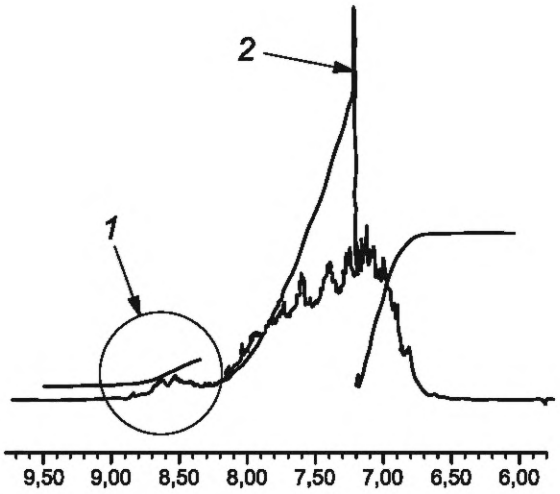
Рисунок А.1 — Спектр ^{1}H-ЯМР экстракта из смеси, содержащей ароматическое масло



1 — ароматическая область; *2* — примесь $CHCl_3$

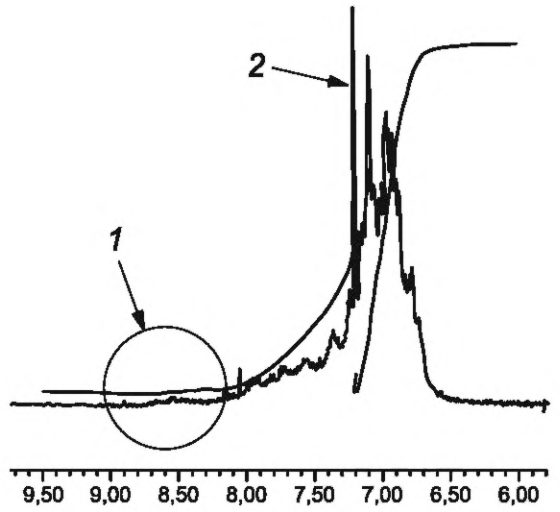
Рисунок А.2 — Спектр ^{1}H-ЯМР экстракта из смеси, содержащей масло MES

А.2 Приближение ароматической области с особыми областями залива (в круге)



1 — область залива (8,3—9,5 ppm); *2* — примесь $CHCl_3$

Рисунок А.3 — Ароматическая область спектра ^{1}H-ЯМР экстракта из смеси, содержащей ароматическое масло (% H_{Bay} = 0,46)



1 — область залива (8,3—9,5 ppm); *2* — примесь $CHCl_3$

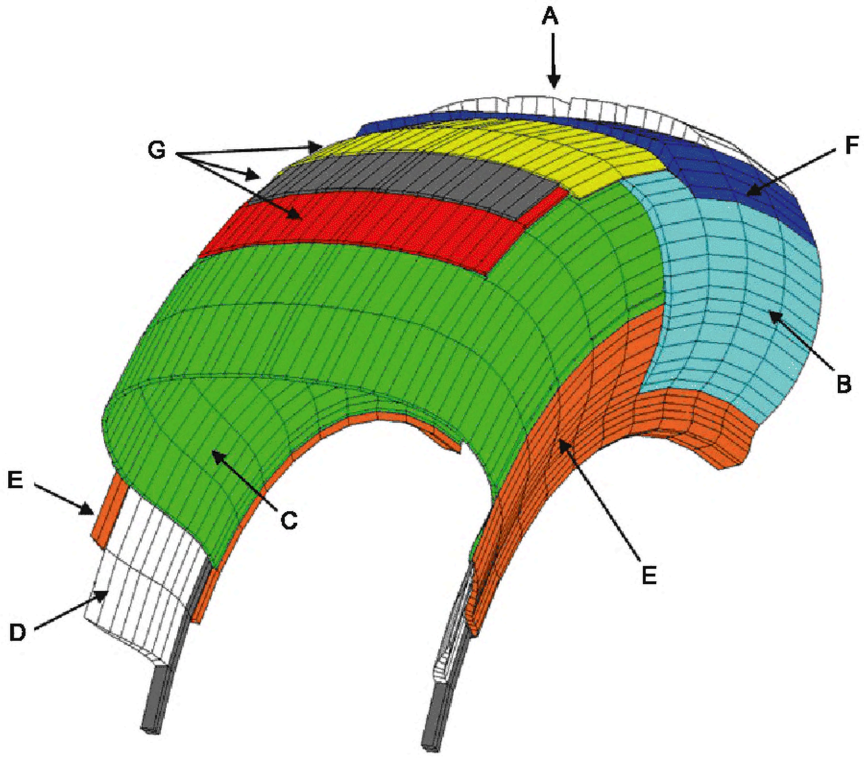
Рисунок А.4 — Ароматическая область спектра ^{1}H-ЯМР экстракта из смеси, содержащей масло MES (% H_{Bay} = 0,04)

Приложение В
(справочное)

Подготовка чистых образцов резины из автомобильных шин

В.1 Общая информация

Получение образцов резины из автомобильных шин является сложным процессом из-за сложности их конструкции, которая включает множество различных компонентов, как показано на рисунке В.1. Визуальный осмотр участков шины требует навыка для идентификации различных компонентов. Целью данного приложения является предоставление основных рекомендаций по разрезанию шины и отбору образцов из полученных срезов.



A — протектор; B — боковина; C — герметизирующий слой и слой каркаса; D — наполнительный шнур; E — бортовая лента; F — подпротекторный слой; G — слои брекера

Рисунок В.1 — Конструкция покрышки

Конструкция, показанная на рисунке В.1, является примером, демонстрирующим основные компоненты покрышки/шины, но в зависимости от конкретной конструкции возможно отсутствие одних компонентов и присутствие других.

Визуальный осмотр аккуратно вырезанного поперечного сечения, при необходимости — с помощью увеличительного стекла, может быть полезным для определения фактической конструкции перед началом процедуры отбора образцов.

В.2 Аппаратура

В.2.1 Разделочная машина[5),*] для резки материалов из покрышки на слои толщиной от 0,1 до 0,2 мм.

В.2.2 Нож и резаки вместе с подходящими защитными перчатками и рукавицами.

В.2.3 Увеличительное стекло.

[5)] Подходящие машины можно приобрести в компании Fortuna Spezialmaschinen GmbH, Eisenbahnstraße 15, D-71263 Weil der Штадт, Германия, gost.e-ecolog.ru . Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением машин со стороны ИСО.

[*] *Допускается использовать ручной или автоматический филярный (двоильный) станок для обработки материалов (например, кожи) любого изготовителя.*

B.3 Процедура

Данная процедура отбора образцов предназначена только для новых покрышек/шин, разрезанных на части подходящих размеров (в зависимости от размера покрышки). Допускается использовать процедуру с незначительными изменениями для покрышек/шин всех типов и размеров, имеющихся на рынке (шины для легковых автомобилей, шины для грузовых автомобилей, мотоциклов и др.).

Как указано в 6.1.1, из каждого компонента необходимо выделить не менее 0,350 мг масла. Это предполагает минимальный размер образца примерно от 2 до 20 г, в зависимости от содержания экстрагируемых веществ. На практике, если компоненты покрышек состоят из слоев вулканизованной резины толщиной менее 1 мм (например, слои брекера и каркаса в шинах для легковых автомобилей), могут возникнуть затруднения при получении образца для анализа надлежащего размера.

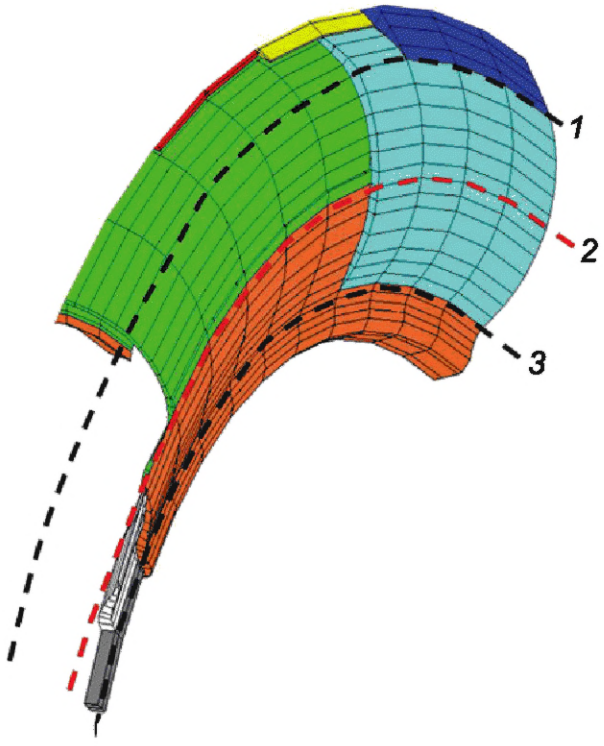
Процедуру отбора образца осуществляют по следующим шагам:

a) шаг 1. Используя подходящий нож, отрезают от покрышки часть протектора, т. е. протектор, подпротекторный слой (при наличии) и слои брекера (A, F и G на рисунке B.1). Проверяют поперечное сечение среза визуально для подтверждения отсутствия любых материалов, которые могут загрязнить образец. Используя разделочную машину, берут чистый образец из протектора и подпротекторного слоя (при наличии). Первые 0,1—0,5 мм поверхности образца удаляют во избежание загрязнения посторонними материалами;

b) шаг 2. Отрезают от покрышки боковую часть, т. е. боковину покрышки, бортовую ленту, наполнительный шнур, герметизирующий слой и прослойки каркаса, находящиеся между герметизирующим слоем и боковиной (B, C, D, E и F на рисунке B.1). Удаляют из заготовки бортовые кольца и разделяют ее последовательно на различные компоненты, как описано в подэтапах:

1) подэтап 2A. Отрезают ножом материал между линиями резки *1* и *2*, показанными на рисунке B.2, устанавливают глубину резки разделочной машины на требуемую толщину и берут чистые образцы из боковины и герметизирующего слоя, определенные при визуальном осмотре сечения куска боковой сборки покрышки. Первые 0,5—1,0 мм поверхности боковины удаляют во избежание загрязнения посторонними веществами. Для герметизирующего слоя из-за его малой толщины данную процедуру осуществить невозможно. В этом случае тщательно проверяют его под увеличительным стеклом для исключения возможности загрязнения материалом защитного слоя;

2) подэтап 2B. Отрезают ножом материал между линиями резки *2* и *3* (см. рисунок B.2), устанавливают глубину резки разделочной машины на требуемую толщину и отбирают чистые образцы из бортовой ленты и наполнительного шнура, определенные при визуальном осмотре сечения боковой части покрышки, осторожно удаляя все остальные компоненты, не представляющие интерес.



1 — линия резки 1; *2* — линия резки 2; *3* — линия резки 3

Рисунок B.2 — Срез боковой части покрышки

В.4 Фотографии процесса

На рисунках В.3—В.15 приведены примеры иллюстраций различных шагов данной процедуры.



Рисунок В.3 — Шаг 1. Вырезание части протектора покрышки с использованием ножа и перчаток, защищающих от порезов

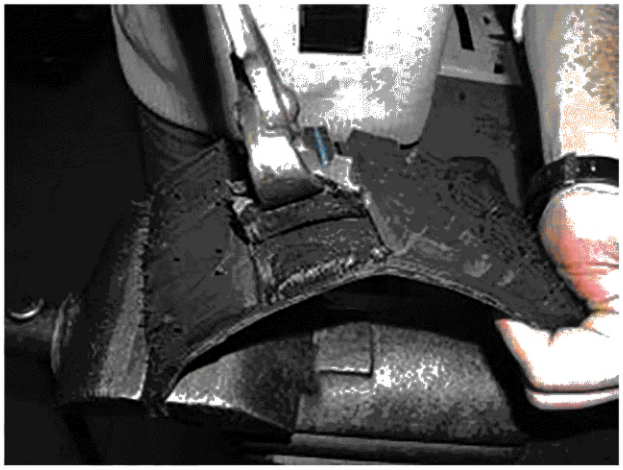


Рисунок В.4 — Шаг 1. Отделение части протектора от протекторного блока

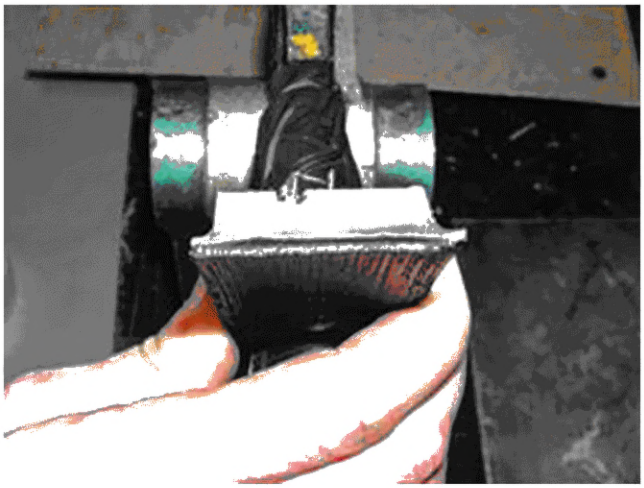


Рисунок В.5 — Шаг 1. Визуальный осмотр перед удалением брекера (в данном случае отсутствует подпротекторный слой)

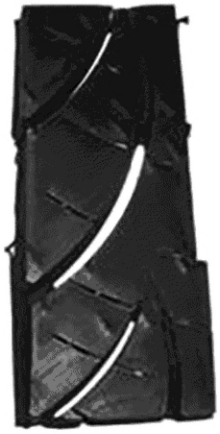


Рисунок В.6 — Шаг 1. Готовый для анализа образец протектора после очистки поверхностного слоя

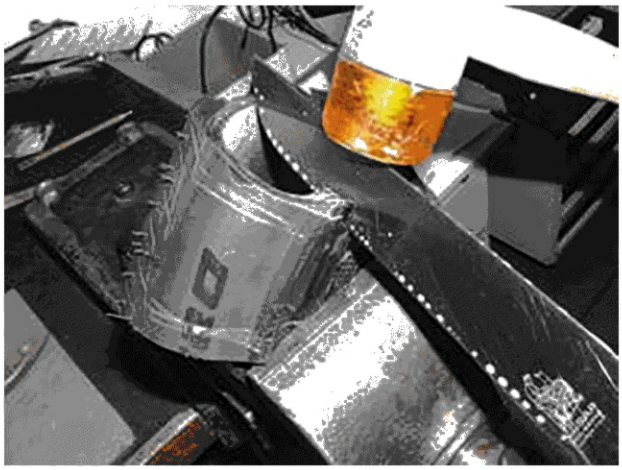


Рисунок В.7 — Шаг 2. Удаление бортового кольца покрышки путем резки вдоль линии *3* рисунка В.2

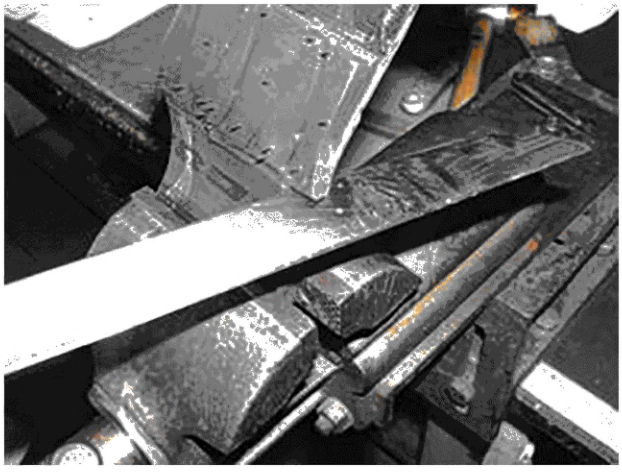


Рисунок В.8 — Шаг 2. Удаление боковой части покрышки путем резки вдоль линии *1* рисунка В.2



Рисунок В.9 — Шаг 2. Отрезание боковой части покрышки от протектора и бортового кольца



Рисунок В.10 — Подэтап 2А. Боковая часть покрышки после резки вдоль линии *2* на рисунке В.2

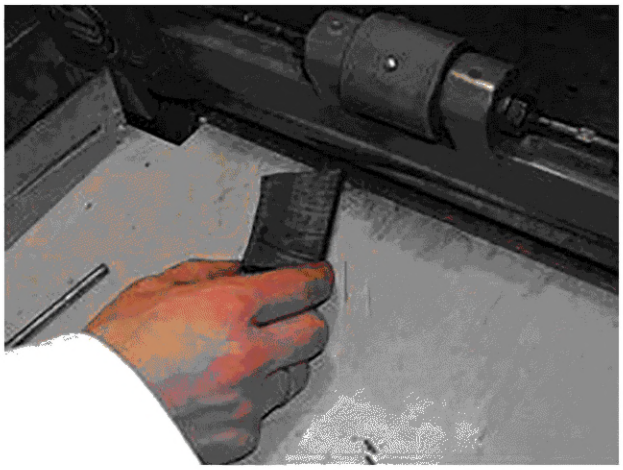


Рисунок В.11 — Подэтап 2А. Резка верхней части боковой части покрышки с помощью разделочной машины для получения чистого образца боковины покрышки

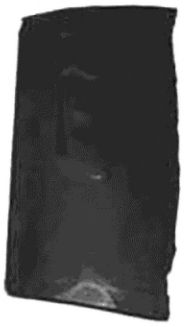


Рисунок В.12 — Подэтап 2А. Готовый для анализа образец боковины после удаления поверхностного слоя

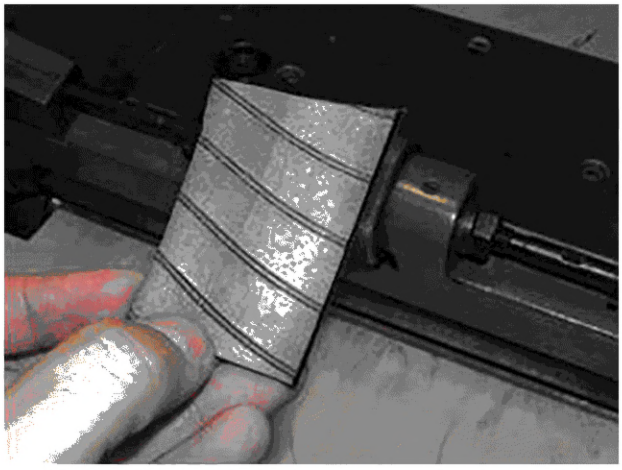


Рисунок В.13 — Подэтап 2А. Образец герметизирующего слоя каркаса, отобранный из боковой части покрышки

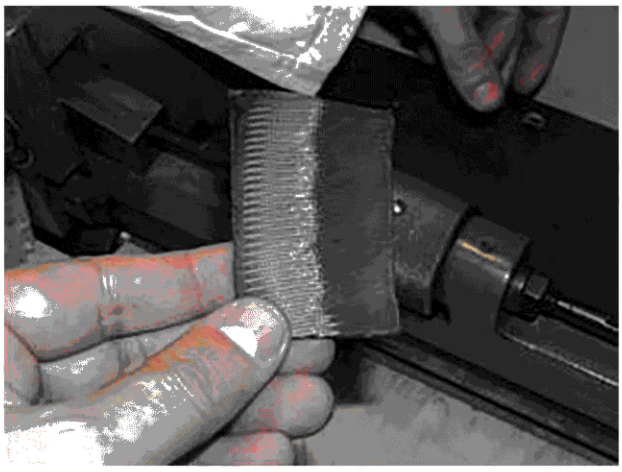
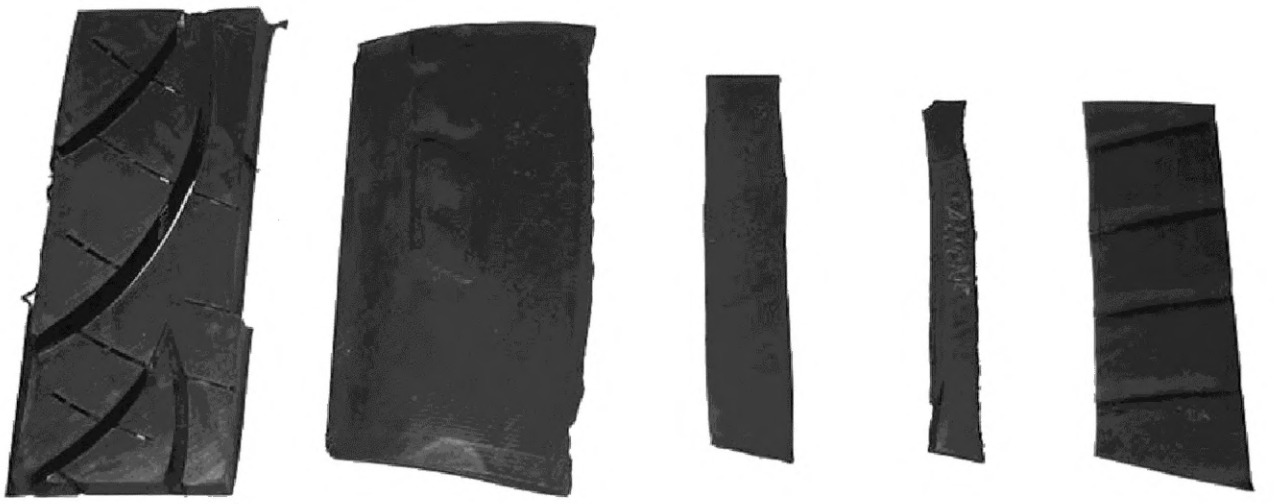


Рисунок В.14 — Подэтап 2В. Отделение бортовой ленты и наполнительного шнура борта шины от боковой части покрышки (между линиями *2* и *3* рисунка В.2)



a) Протектор b) Боковина c) Бортовая лента d) Наполнительный шнур e) Герметизирующий слой каркаса

Рисунок В.15 — Образцы, готовые для анализа

Приложение С
(справочное)

Прецизионность

Программа межлабораторных испытаний проведена в 10 лабораториях. Точные расчеты для выражения повторяемости и воспроизводимости результатов выполнены в соответствии с ISO/TR 9272. Результаты приведены в таблице С.1.

Таблица С.1 — Прецизионность

Среднее значение, %	Внутрилабораторная			Межлабораторная		
	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
0,18	0,018	0,05	28,3	0,019	0,05	30,5
Количество лабораторий p = 10*, количество повторений n = 3.						
s_r — среднеквадратическое отклонение в условиях повторяемости; s_R — среднеквадратическое отклонение в условиях сходимости; r — повторяемость, единицы измерения; (r) — повторяемость, проценты (данные значения представляют относительный процент, т. е. процент от процента); R — воспроизводимость, единицы измерения; (R) — воспроизводимость, проценты (данные значения представляют относительный процент, т. е. процент от процента).						

Таблица С.2 — Рецептура резиновой смеси, используемой в программе межлабораторных испытаний (массовая часть на 100 массовых частей каучука)

Компонент	Состав
Полимер: натуральный каучук (NR)	50
каучук SBR1500	50
Технический углерод (N330)	65
Масло TDAE	20
Антиоксидант (6PPD)	2
Оксид цинка	3
Стеариновая кислота	2
Ускоритель вулканизации (CBS)	1,5
Сера	1,5

* *В ИСО ошибочно указано 9.*

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 1407	IDT	ГОСТ ISO 1407—2013 «Каучук и резина. Определение веществ, экстрагируемых растворителем»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

[1] ISO/TR 9272:2005* Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standarts (Резина и изделия из резины — Определение прецизионности для стандартных методов испытания)

---

* Заменен на ISO 19983:2022, Rubber — Determination of precision of test methods (Резина. Определение прецизионности методов испытаний).

УДК 678:542.61:006.354 ОКС 83.040.10

Ключевые слова: резина, определение ароматичности масла в вулканизованных резиновых смесях

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.01.2024. Подписано в печать 22.03.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,00.

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