МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
14924—
2019**

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ *ЦИС*-БУТАДИЕНОВЫЕ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт синтетического каучука» (ФГУП «НИИСК»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 542 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 октября 2019 г. № 123-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

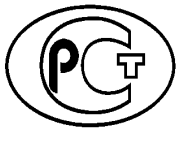
4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2019 г. № 1091-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 14924—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2021 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14924—75

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»

© Стандартинформ, оформление, 2019



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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 3
4 Требования безопасности 6
5 Охрана окружающей среды 6
6 Правила приемки 7
7 Методы испытаний 8
8 Транспортирование и хранение 26
9 Гарантии изготовителя 27
Библиография 27

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ *ЦИС*-БУТАДИЕНОВЫЕ

Технические условия

Synthetic *cis*-butadiene rubbers. Specifications

Дата введения — 2021—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на синтетические *цис*-бутадиеновые каучуки СКД, СКДН, СКД-НД (далее — каучуки), являющиеся продуктом полимеризации 1,3-бутадиена в присутствии комплексных катализаторов:

- СКД (BR-1203Ti) — на основе соединений титана, содержание *цис*-1,4 звеньев — 87 % — 93 %;
- СКДН (BR-1243Nd), СКД-НД (BR-1243Nd) — на основе соединений неодима, содержание *цис*-1,4 звеньев — не менее 96 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.044 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

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

ГОСТ 270 Резина. Метод определения упругопрочностных свойств при растяжении

ГОСТ 427 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 745 Фольга алюминиевая для упаковки. Технические условия

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

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

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

ГОСТ ISO 2476 Каучук бутадиеновый (BR) растворной полимеризации. Методы оценки

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3145 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3778 Свинец. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 7730 Пленка целлюлозная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10722 Каучуки и резиновые смеси. Метод определения вязкости и способности к преждевременной вулканизации

ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11358 Толщиномеры и стенкомеры индикаторные с ценой деления 0,01 и 0,1 мм. Технические условия

ГОСТ 11997 Прессы вулканизационные гидравлические. Типы, параметры и размеры

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15846 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 19816.2 Каучук синтетический. Метод определения меди, железа и титана

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

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия[2)]

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 27109 Каучуки синтетические. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 28840 Машины для испытания материалов на растяжение, сжатие и изгиб. Общие технические требования

ГОСТ 29083 (ИСО 8053—86) Каучук и латекс. Определение содержания меди. Фотометрический метод

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

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

3 Технические требования

3.1 Каучуки должны изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической документации, утвержденной в установленном порядке.

3.2 Каучук СКД должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Требования к каучукам СКД

Наименование показателя	Значение для марки			Метод испытания
	I	II	III	
1 Вязкость по Муни, UML 1 + 4 при температуре 100 °С	30—45	40—49	50—55	По 7.3 настоящего стандарта
2 Разброс вязкости по Муни внутри партии, не более	6			По 7.3.3 настоящего стандарта
3 Массовая доля летучих веществ, %, не более	0,8			По 7.4 настоящего стандарта
4 Массовая доля антиоксиданта*, %: агидола-2 [2,2,1-метиленбис(4-метил-6-*трет*-бутилфенола)], CAS № 119-47-1 или АО-300	 0,2—0,6 0,6—1,0			По 7.5 настоящего стандарта По 7.6 настоящего стандарта
5 Массовая доля металлов**, %, не более: меди железа	 0,0002 0,004			По ГОСТ 19816.2
6 Массовая доля золы, %, не более	0,3			По 7.8 настоящего стандарта
7 Вулканизационные характеристики (безроторный реометр типа MDR-2000)				
7.1 Минимальный крутящий момент M_L, дН · м	2,7—4,0			По 7.9 настоящего стандарта
7.2 Максимальный крутящий момент M_H, дН · м	16,0—20,0			
7.3 Время начала вулканизации t_s1, мин	1,8—3,2			
7.4 Время достижения 50 %-ной степени вулканизации $t'50$, мин	4,5—8,0			
7.5 Время достижения 90 %-ной степени вулканизации $t'90$, мин	8,0—11,0			
8 Упругопрочностные свойства резин при растяжении (в оптимуме вулканизации)				
8.1 Условное напряжение при 300 %-ном удлинении, МПа, не менее	7,5	8,5	8,5	По 7.10 настоящего стандарта
8.2 Условная прочность при растяжении, МПа, не менее	9,5	11,0	11,0	
8.3 Относительное удлинение при разрыве, %, не менее	360			
* Допускается по согласованию с потребителем использовать аналоги указанных антиоксидантов, обеспечивающие соответствие каучука требованиям настоящего стандарта. ** Массовую долю металлов изготовитель не определяет, значение обеспечивается технологией изготовления каучука. Допускается определять массовую долю меди по ГОСТ 29083.				

3.3 Каучук СКДН должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 — Требования к каучукам СКДН

Наименование показателя	Значение для группы			Метод испытания
	1	2	3	
1 Вязкость по Муни UML 1 + 4 при температуре 100 °С	40—49	50—59	60—70	По 7.3 настоящего стандарта
2 Разброс вязкости по Муни внутри партии, не более	6			По 7.3.3 настоящего стандарта
3 Массовая доля летучих веществ, %, не более	0,8			По 7.4 настоящего стандарта
4 Массовая доля антиоксиданта Ирганокса 1520 L [4,6-бис (октилтиометил)-о-крезола]*, CAS № 110553-27-0, %	0,20—0,40			По 7.7 настоящего стандарта
5 Массовая доля золы, %, не более	0,5			По 7.8 настоящего стандарта
6 Вулканизационные характеристики (безроторный реометр типа MDR-2000)				
6.1 Минимальный крутящий момент M_L, дН · м	1,5—4,0			По 7.9 настоящего стандарта
6.2 Максимальный крутящий момент M_H, дН · м	14,0—21,0			
6.3 Время начала вулканизации t_s1, мин	1—5			
6.4 Время достижения 50 %-ной степени вулканизации $t'50$, мин	5—11			
6.5 Время достижения 90 %-ной степени вулканизации $t'90$, мин	9—15			
* Допускается по согласованию с потребителем использовать аналоги указанного антиоксиданта, обеспечивающие соответствие каучука требованиям настоящего стандарта.				

3.4 Каучук СКД-НД должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 — Требования к каучукам СКД-НД

1 Вязкость по Муни UML 1 + 4 при температуре 100 °С	34—42	39—49	44—52	По 7.3 настоящего стандарта
2 Разброс вязкости по Муни внутри партии, не более	6			
3 Массовая доля летучих веществ, %, не более	0,8			По 7.4 настоящего стандарта
4 Массовая доля антиоксиданта Ирганокса 1520 L [4,6-бис (октилтиометил)-о-крезола]**, CAS № 110553-27-0, %	0,20—0,40			По 7.7 настоящего стандарта
5 Массовая доля золы, %, не более	0,7			По 7.8 настоящего стандарта
6 Вулканизационные характеристики (безроторный реометр типа MDR-2000)				

Окончание таблицы 3

Наименование показателя	Значение для марки			Метод испытания
	A	B*	C	
6.1 Минимальный крутящий момент M_L, дН · м	2,4—3,8			По 7.9 настоящего стандарта
6.2 Максимальный крутящий момент M_H, дН · м	16,4—22,0			
6.3 Время начала вулканизации t_s1, мин	2,3—4,5			
6.4 Время достижения 50 %-ной степени вулканизации $t'50$, мин	5,5—8,5			
6.5 Время достижения 90 %-ной степени вулканизации $t'90$, мин	9,0—13,0			
7 Упругопрочностные свойства резин при растяжении (в оптимуме вулканизации)				
7.1 Условное напряжение при 300 %-ном удлинении, МПа, не менее	11,0			По 7.10 настоящего стандарта
7.2 Условная прочность при растяжении, МПа, не менее	16,8	16,8	17,0	
7.3 Относительное удлинение при разрыве, %, не менее	360			

* Каучук СКД-НД марки В с коэффициентом полидисперсности не более 2,85 единиц имеет обозначение — B(LP).

** Допускается по согласованию с потребителем использовать аналоги указанного антиоксиданта, обеспечивающие соответствие каучука требованиям настоящего стандарта.

3.5 Каучуки не должны содержать механических включений и включений структурированного полимера, определяемых по 7.11, а также включений влажного полимера. Наличие включений влажного полимера подтверждается превышением нормы по массовой доле летучих веществ.

3.6 Каучук выпускают в виде брикетов массой (30 ± 1) кг.

3.7 Маркировка

3.7.1 На наружном слое полиэтиленовой пленки, используемой для упаковки каучука, должна быть цветная отличительная маркировка. Маркировка должна содержать: обозначение марки каучука, товарный знак предприятия-изготовителя. Допускается не наносить маркировку на полиэтиленовую пленку.

3.7.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

3.7.3 На каждое грузовое место наносят манипуляционные знаки «Беречь от влаги», «Беречь от солнечных лучей» по ГОСТ 14192, а также следующие данные:

- наименование предприятия-изготовителя и/или его товарный знак;
- наименование и марку каучука;
- номер партии;
- номер места;
- массу нетто;
- массу брутто (для ящичных поддонов);
- месяц и год изготовления;
- обозначение настоящего стандарта;
- штриховой код (при наличии).

3.8 Упаковка

3.8.1 Брикеты каучука упаковывают в полиэтиленовую неокрашенную пленку по ГОСТ 10354 марок М, Н, Т — полотно, рукав, полурукав толщиной (0,050 ± 0,010) мм × 700—800 мм в один или два слоя, толщиной (0,060 ± 0,010) мм в один слой или этиленвинилацетатную (EVA) пленку — полотно 0,050 × 750 мм, рукав, полурукав 0,025 × (750 × 2) мм.

Допускается применять полимерную пленку других марок с аналогичными характеристиками, обеспечивающую сохранность каучука.

Упаковочную пленку маркируют в соответствии с образцом — эталоном маркировки, установленным для данного каучука, повторяющимся по полю пленки.

Сварной шов полиэтиленовой упаковки должен быть по всему периметру без разрывов, за исключением мест для удаления воздуха, предусмотренных конструкцией сварочного аппарата.

Пленка должна обеспечивать целостность упаковки каучука и исключать залипание к упаковочной таре (мешки, контейнеры).

Каучук не должен прилипать к упаковке (мешкам, контейнерам).

Брикеты каучука, обернутые в один слой упаковочной пленки, упаковывают в:

- полимерные, металлические и деревянные ящичные поддоны;
- транспортные гофроконтейнеры из картона;
- многооборотные металлические контейнеры;
- технические мешки из полипропиленовой ткани 500—600 × 1000—1050 мм с открытой горловиной с нитью противоскольжения.

Дно и стенки контейнера выстилают упаковочной пленкой или вставляют цельносварной полиэтиленовый вкладыш (пакет) для предохранения каучука от загрязнения.

3.8.2 Упаковка каучука, предназначенного для поставки на экспорт, — в соответствии с требованиями контракта на поставку.

При транспортировании в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности каучук упаковывают в соответствии с ГОСТ 15846 с применением материалов, сохраняющих свои свойства при температуре до минус 60 °С.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм человека каучук относится к малоопасным веществам.

4.2 При непосредственном контакте местное раздражающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз отсутствует.

Кожно-резорбтивное и сенсибилизирующие действия отсутствуют. Кумулятивные свойства не выявлены.

4.3 При горении опасность представляют продукты сгорания полимера, оксиды углерода, сажа.

4.4 Производственные помещения должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией.

4.5 При производстве и применении каучука следует использовать оборудование в антистатическом пожаровзрывозащищенном герметичном исполнении.

4.6 При температуре переработки каучук невзрывоопасен и горит только при внесении в источник огня.

Температура воспламенения каучука — от 280 °С до 310 °С, температура самовоспламенения каучука — от 325 °С до 355 °С; методы определения — по ГОСТ 12.1.044.

4.7 Средства пожаротушения — вода со смачивателем, воздушно-механическая пена, водяной пар, углекислотные огнетушители.

4.8 Обслуживающий персонал при производстве и переработке каучука должен соблюдать нормы промышленной гигиены и промышленной санитарии, проходить предварительный (при приеме на работу) и периодические профилактические осмотры.

4.9 Обслуживающий персонал должен проводить все работы, связанные с производством и переработкой каучука, в специальной одежде и специальной обуви в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.103, ГОСТ 12.4.011 и типовых норм бесплатной выдачи рабочим и служащим специальной одежды, обуви и других средств индивидуальной защиты, утвержденных в установленном порядке.

5 Охрана окружающей среды

5.1 Основными видами вредного воздействия на окружающую среду являются загрязнения атмосферного воздуха, почвы и водоемов в результате аварийных ситуаций, нарушений правил обращения с каучуком и его отходами.

5.1.1 При производстве каучуков образуются сточные воды, содержащие вредные примеси, которые проходят стадии очистки (локальную, биологическую) до концентраций, не превышающих норм предельно допустимых концентраций (ПДК) в водоемах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования и имеющих рыбохозяйственное значение.

5.1.2 Образующиеся в процессе производства каучука газовые выбросы проходят стадию улавливания.

5.2 Меры и средства защиты природной среды от вредных воздействий:

- использование в технологических процессах герметичного оборудования и трубопроводов;
- применение герметичных пробоотборников;
- установка автоматических стационарных непрерывно действующих сигнализаторов предельно допустимых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны с целью принятия мер по ликвидации аварийных ситуаций и предотвращения загазованности;
- периодичность производственного контроля воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, химически загрязненных стоков — в соответствии с планом-графиком аналитического контроля;
- соблюдение правил хранения, транспортирования и переработки каучука, утилизации и захоронения его отходов.

6 Правила приемки

6.1 Каучук принимают партиями. Партией считают количество каучука, сопровождаемого одним документом о качестве, содержащим:

- наименование предприятия-изготовителя и/или его товарный знак;
- наименование страны-изготовителя;
- наименование и марку каучука;
- обозначение настоящего стандарта;
- номер партии;
- массу нетто партии;
- количество мест;
- дату изготовления;
- показатели качества (нормируемые значения и результаты проведенных испытаний) или подтверждение соответствия требованиям настоящего стандарта;
- ФИО и подпись лица, ответственного за приемочный контроль;
- гарантийный срок хранения.

При формировании документа о качестве в автоматизированных системах оригинальная подпись и печать/штамп изготовителя не требуются.

6.2 Для проверки соответствия каучука требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.

6.3 Объем выборки — по ГОСТ ИСО 1795[1)].

6.4 Приемо-сдаточные испытания проводят на каждой партии каучука по следующим показателям: вязкость по Муни, разброс вязкости по Муни внутри партии, массовая доля летучих веществ, наличие механических включений и включений структурированного полимера.

При получении неудовлетворительных результатов приемо-сдаточных испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенном объеме выборки, взятой от той же партии.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

6.5 Периодические испытания проводят на каждой сороковой партии по показателям: массовая доля антиоксиданта, вулканизационные характеристики, упругопрочностные свойства при растяжении.

Массовую долю золы определяют не реже двух раз в год.

При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний изготовитель переводит испытания по данному показателю в категорию приемо-сдаточных до получения положительных результатов не менее чем на трех партиях подряд.

[1)] См. также [1]. При проведении арбитражных испытаний объем выборки — по стандарту [1]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54549—2011 «Каучуки синтетические. Отбор проб».

7 Методы испытаний

7.1 Перед проведением испытаний необходимо убедиться в соответствии тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта.

При проведении испытаний каучука допускается применять средства измерений, оборудование и посуду с техническими и метрологическими характеристиками, обеспечивающими точность измерения в соответствии с требованиями настоящего стандарта, реактивы (квалификации не ниже указанной в методиках испытаний), при этом арбитражными являются указанные в настоящем стандарте.

7.2 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 27109 или по ГОСТ ИСО 1795[1)].

Допускается проводить отбор проб с потока. Объединенную лабораторную пробу готовят соединением равных частей проб от всей выборки партии.

7.2.1 Оборудование и материалы

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применять смесительные вальцы по ГОСТ 27109.

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

Весы лабораторные среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 2000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или весы по ГОСТ 24104.

Секундомер III класса с ценой деления 0,1 с.

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

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

Свинец по ГОСТ 3778 в виде пластин.

7.2.2 Подготовка образца

Подготовка образца — по ГОСТ 27109.

7.2.2.1 Метод 1

Объединенную пробу каучука массой (450 ± 5) г, взвешенную с точностью до второго десятичного знака, сушат многократным пропусканием через валки вальцов при температуре поверхности валков (100 ± 5) °С и зазоре между валками (0,25 ± 0,05) мм. Установка зазора между валками по свинцу — по 7.2.2.3.

Через 4 мин пробу каучука взвешивают с такой же точностью, затем обрабатывают каучук на вальцах дополнительно еще 2 мин и снова взвешивают. Результаты взвешиваний регистрируют с точностью до второго десятичного знака. Если разность результатов взвешивания после четырех- и шестиминутного периода обработки на вальцах не превышает 0,1 г, пробу считают подготовленной к испытаниям. В противном случае дополнительно пропускают пробу каучука через валки вальцов продолжительностью по 2 мин до достижения постоянной массы (допустимое расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,1 г).

В качестве арбитражного метода используют подготовку пробы каучука по методу 1.

7.2.2.2 Метод 2

Объединенную пробу каучука массой не менее 250 г пропускают через валки вальцов при температуре поверхности валков не выше 32 °С и зазоре между валками (0,25 ± 0,05) мм. Взвешивают пластину каучука с точностью до второго десятичного знака и помещают в сушильный шкаф с принудительной вентиляцией воздуха, нагретый до температуры (100 ± 5) °С, на 1 ч, расположив ее таким образом, чтобы воздействию горячего воздуха подвергались обе поверхности пластины. После сушки взвешивают пробу каучука и снова помещают в сушильный шкаф. Выдерживают каучук в термостате до достижения постоянной массы (допустимое расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,1 г).

Регистрируют массу каучука с точностью до второго десятичного знака.

7.2.2.3 Проверка точности установки величины зазора между валками вальцов (по свинцу)

Проверку зазора между валками вальцов с использованием свинца проводят следующим образом: разогревают вальцы до температуры проведения вальцевания, устанавливают по краям валков

[1)] См. также [1]. При проведении арбитражных испытаний отбор проб — по стандарту [1]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54549—2011 «Каучуки синтетические. Отбор проб».

примерно на расстоянии 25 мм от направляющего устройства вальцов две свинцовые пластины шириной (10 ± 3) мм, длиной не менее 50 мм и толщиной, превышающей измеряемый зазор на 0,25—0,50 мм.

Пропускают пластины один раз между валками вальцов при рабочей температуре поверхности валков одновременно с резиновой смесью, располагаемой в центральной части зазора. Смесь в виде пластины размером примерно 75 × 75 × 6 мм должна иметь вязкость по Муни от 50 до 75 UML 1+4 (100 °С).

За величину зазора между валками вальцов принимают среднее значение толщины развальцованных пластин после прохождения между валками, измеряемой в трех разных точках средней части. Допустимое отклонение на величину зазора — не более ±10 % отн. или 0,05 мм, в зависимости от того, что больше.

7.2.3 При хранении каучука при температуре ниже 0 °С отобранные перед испытанием пробы выдерживают 24 ч при температуре (23 ± 2) °С.

7.2.4 Отобранные пробы каучука до окончания испытаний хранят в полиэтиленовой пленке при температуре не выше 30 °С защищенными от воздействия атмосферных осадков и прямого солнечного света.

7.3 Определение вязкости по Муни

Вязкость по Муни определяют без предварительного вальцевания[1)]. Допускается определять вязкость по Муни по ГОСТ 10722.

7.3.1 Аппаратура и материалы

Вискозиметр ротационный типа Муни.

Весы лабораторные неавтоматического действия среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104 или весы с аналогичными техническими характеристиками.

Нож цилиндрический для вырубки образцов.

Пресс пневматический или ручной для вырубки образцов.

Секундомер III класса с ценой деления 0,1 с.

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

Целлофан по ГОСТ 7730 толщиной не более 0,03 мм и номинальной поверхностной плотностью 45 г/м^2.

7.3.2 Проведение испытания

Вязкость каучука по Муни определяют на вискозиметре ротационного типа на большом роторе при температуре испытания (100,0 ± 0,5) °С через 4 мин от начала вращения ротора. Продолжительность предварительного прогрева образца в приборе — 1 мин.

Для испытания готовят невальцованную пробу каучука размером примерно 60 × 150 × 10 мм, из которой вырубают образец, состоящий из двух частей, общей массой (27 ± 3) г.

Допускается вкладывать между образцом и стенкой испытательной камеры слой целлофана.

За результат испытания принимают результат одного определения.

Результат испытания пробы округляют до целого числа.

Стандартный формат записи результатов испытаний:

50—UML 1 + 4 (100 °С),

где 50 — значение вязкости;

U — образец не был предварительно гомогенизирован;

M — условные единицы Муни;

L — использован большой ротор;

1 — время предварительного прогрева образца, мин;

+ 4 — продолжительность испытания образца, мин;

100 °С — температура испытания.

7.3.3 Разброс вязкости по Муни внутри партии каучука вычисляют как разность между максимальным и минимальным значениями, полученными при проведении испытаний отдельных проб.

[1)] См. [2]. Арбитражные испытания проводят по стандарту [2]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54552—2011 «Каучуки и резиновые смеси. Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации с использованием вискозиметра Муни» или по ГОСТ Р ИСО 289-1—2017 «Каучуки и резиновые смеси. Испытания на роторном дисковом вискозиметре. Часть 1. Определение вязкости по Муни».

7.4 Определение массовой доли летучих веществ

Для определения массовой доли летучих веществ используются пробы от каждой упаковочной единицы, отобранной по 7.2. Каждую пробу испытывают отдельно.

Определение массовой доли летучих веществ методом термостатирования для маленьких образцов[1)] — арбитражный метод.

7.4.1 Аппаратура и материалы

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применять смесительные вальцы по ГОСТ 27109.

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

Свинец по ГОСТ 3778 в виде пластин.

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

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

Весы лабораторные неавтоматического действия высокого и среднего классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 и 1000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

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

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Осушитель — силикагель по ГОСТ 3956 или окись алюминия техническая.

Тарелочки из алюминиевой фольги по ГОСТ 745 размером 100 × 75 × 8 мм.

7.4.2 Подготовка к проведению испытания

7.4.2.1 Установка зазора между валками вальцов — по 7.2.2.3.

Пропускают пробу каучука массой (250 ± 5) г дважды на вальцах при зазоре между валками (0,50 ± 0,05) мм и температуре валков не выше 50 °С.

7.4.2.2 Сушат тарелочки из алюминиевой фольги до постоянной массы (допустимое расхождение между последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,0004 г), охлаждают в эксикаторе, заполненном свежепрокаленным хлористым кальцием, или силикагелем, или окисью алюминия, до температуры окружающей среды и взвешивают, фиксируя показания весов до четвертого десятичного знака.

7.4.3 Проведение испытания

7.4.3.1 Отрезают от полученного листа каучука образец массой (10,0 ± 0,1) г, разрезают на кусочки объемом приблизительно 25 мм^3, помещают на подготовленные по 7.4.2.2 тарелочки из алюминиевой фольги и взвешивают.

Помещают образец в термостат с принудительной циркуляцией воздуха, нагретый до температуры (100 ± 5) °С. Располагают образец таким образом, чтобы воздействию горячего воздуха подвергалась максимальная площадь поверхности. Выдерживают образец в термостате 2 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Результаты взвешиваний регистрируют до четвертого десятичного знака.

7.4.3.2 Обработка результатов

Массовую долю летучих веществ в каучуке X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_s - m}{m_s} 100, \qquad (1)$$

где m_s — масса каучука до сушки перед помещением в термостат, г;

m — масса каучука после сушки в термостате, г.

Результат определения вычисляют до второго десятичного знака.

[1)] См. [3], метод С. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54546—2011 «Каучуки синтетические. Определение массовой доли летучих веществ» (метод С).

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

для каучука СКД:

- 0,03 % — при содержании массовой доли летучих веществ не более 0,3 %;
- 0,05 % — при содержании массовой доли летучих веществ от 0,3 % до 0,6 %;
- 15 % относительно среднего значения — при массовой доле летучих веществ свыше 0,6 %;

для каучука СКД-НД — 0,2 %.

Результат испытания пробы округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания партии принимают среднеарифметическое значение результатов испытаний отдельных проб, при этом массовая доля летучих веществ каждой пробы должна соответствовать значению, указанному в разделе 3 (в зависимости от каучука).

Результат испытания партии округляют до первого десятичного знака.

7.5 Определение массовой доли антиоксиданта агидола-2

Массовую долю антиоксиданта агидола-2 определяют спектрофотометрическим или хроматографическим методом (арбитражным).

При разногласиях в оценке качества каучука используют хроматографический метод (арбитражный).

7.5.1 Спектрофотометрический метод определения массовой доли антиоксиданта агидола-2

7.5.1.1 Аппаратура, посуда и реактивы

Спектрофотометр ультрафиолетовый любого типа.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Часы механические по ГОСТ 3145 с сигнальным устройством.

Колбы Кн-1—100—29/32 ТХС, П-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336 с пришлифованным воздушным холодильником (длина — 1000 мм, диаметр — от 10 до12 мм).

Колбы мерные 2—25—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Гексан, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Антиоксидант агидол-2 [2,2,1-метиленбис(4-метил-6-*трет*-бутилфенол)], CAS № 119-47-1, перекристаллизованный из гексана.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

7.5.1.2 Подготовка к проведению испытания

Перекристаллизация агидола-2

Растворяют при нагревании (5,0 ± 0,1) г агидола-2 в 60 $см^3$ гексана и фильтруют горячий раствор через бумажный фильтр. После выпадения значительного количества кристаллов при постепенном охлаждении охлаждают раствор водой до завершения кристаллизации. Выпавшие кристаллы отделяют под вакуумом (на воронке Бюхнера), промывают небольшим количеством растворителя и сушат на воздухе.

Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия

Растворяют (6,0 ± 0,1) г гидроокиси калия в 100 $см^3$ этилового спирта. Приготовленный раствор хранят в защищенном от света месте. При появлении осадка или мути раствор фильтруют. В случае появления желтого окрашивания готовят свежий раствор.

Приготовление градуировочных растворов антиоксиданта

Исходный раствор

Растворяют (0,1000 ± 0,0002) г агидола-2 в этиловом спирте, полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Уровень раствора в колбе доводят до метки тем же растворителем и тщательно перемешивают содержимое колбы. В 1 $см^3$ полученного раствора содержится 0,001 г антиоксиданта.

Образцы для градуировки (далее — ОГ)

В пять мерных колб вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой аликвотные порции исходного раствора антиоксиданта, затем добавляют этиловый спирт, доводя уровень раствора в каждой колбе до метки, после чего содержимое колб тщательно перемешивают. Объем аликвотных порций исходного раствора, масса антиоксиданта в полученных растворах и массовая концентрация растворов (г/дм^3) указаны в таблице 4.

Таблица 4 — Приготовление ОГ — растворов агидола-2

Номер $ОГ_i$	Объем аликвотной порции исходного раствора агидола-2, см^3	Масса агидола-2 в ОГ m_i, г	Массовая концентрация агидола-2 в ОГ, г/дм^3
1	0,5	0,00050	0,005
2	1,0	0,00100	0,010
3	2,0	0,00200	0,020
4	3,0	0,00300	0,030
5	3,5	0,00350	0,035

Определение градуировочного коэффициента

Для каждого ОГ готовят нейтральный и щелочной растворы.

Для приготовления нейтрального раствора в мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят градуированной пипеткой 2,5 см^3 спирта и доводят уровень раствора в колбе до метки образцом ОГ.

Для приготовления щелочного раствора в другую мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят градуированной пипеткой 2,5 см^3 раствора гидроокиси калия и доводят уровень раствора в колбе до метки тем же ОГ.

Закрывают колбы пробками и тщательно перемешивают их содержимое.

В рабочую кювету спектрофотометра с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм добавляют щелочной раствор, в кювету сравнения той же толщины — нейтральный раствор. Измеряют оптические плотности щелочного раствора относительно нейтрального раствора при длинах волн 309 и 350 нм (D_{309} и D_{350} соответственно).

Готовят вторую серию из пяти ОГ, начиная с приготовления исходного раствора, и проводят измерение оптических плотностей щелочных растворов относительно нейтральных растворов в соответствии с приведенным выше алгоритмом.

Вычисляют коэффициент пропорциональности k_i^j между массовой концентрацией антиоксиданта в растворе и разностью оптических плотностей при указанных длинах волн для каждого из десяти ОГ (две серии по пять ОГ) по формуле

$$k_i^j = \frac{D_{309} - D_{350}}{c_i \cdot l}, \qquad (2)$$

где j — номер серии ОГ (j = 1,2);

i — номер градуировочного раствора (i = от 1 до 5, см. таблицу 4);

D_{309} и D_{350} — оптические плотности щелочного раствора, измеренные относительно нейтрального раствора при 309 и 350 нм соответственно;

c_i — массовая концентрация антиоксиданта в i-м ОГ, г/дм^3 (см. таблицу 4);

l — толщина поглощающего свет слоя раствора (кюветы), см (l = 1).

Результат вычисления k_i^j округляют до второго десятичного знака.

Вычисляют градуировочный коэффициент K как среднеарифметическое значение десяти найденных коэффициентов пропорциональности k_i^j при условии, что расхождение между наибольшим и наименьшим из них не превышает 10 % по отношению к среднеарифметическому значению. При вычислении градуировочного коэффициента допускается отбрасывать не более 2 из десяти полученных значений k_i^j при условии, что отбрасываемые значения относятся к градуировочным растворам с разными массовыми концентрациями антиоксиданта.

При несоблюдении указанного условия готовят новые серии ОГ.

Полученное значение K округляют до первого десятичного знака.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в три месяца, а также при замене реактивов и после поверки и ремонта прибора.

7.5.1.3 Проведение испытания

Взвешивают (0,50 ± 0,01) г мелко нарезанного каучука с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в колбу для экстрагирования вместимостью 100 см^3 и добавляют в нее 30 см^3 спирта. Присоединяют колбу к воздушному холодильнику и кипятят ее содержимое на песчаной бане в течение 30 мин.

После этого колбу отделяют от холодильника, переносят экстракт в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Экстрагирование проводят еще дважды, прибавляя каждый раз по 30 см^3 спирта и проводя кипячение по 30 мин. Экстракты сливают в ту же мерную колбу.

Объединенный экстракт охлаждают до комнатной температуры, доводят уровень раствора в колбе до метки этиловым спиртом, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают ее содержимое. Затем готовят щелочной и нейтральный растворы, заменяя ОГ экстрактом каучука, и измеряют оптические плотности при длинах волн 309 и 350 нм (D_{309} и D_{350}), как это описано выше.

Проводят не менее двух параллельных определений.

7.5.1.4 Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта агидола-2 в каучуке X_{A1}, %, вычисляют по формуле

$$X_{A1} = \frac{\left(D_{309} - D_{350}\right) \cdot 100 \cdot 100}{Km l \cdot 1000}, \qquad (3)$$

где D_{309} и D_{350} — оптическая плотность щелочного раствора, измеренная относительно нейтрального раствора при длинах волн 309 и 350 нм;

K — градуировочный коэффициент, вычисленный по двум сериям ОГ;

m — масса пробы каучука, взятого для испытания, г;

l — толщина поглощающего слоя раствора (кюветы), см (l = 1).

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 7 % среднего значения. При невыполнении указанного условия проводят дополнительные определения.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

7.5.2 Хроматографический метод определения массовой доли агидола-2 (арбитражный)

Метод основан на экстрагировании антиоксиданта из каучука этиловым спиртом с последующим хроматографическим определением его методом внутреннего стандарта.

7.5.2.1 Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Хроматограф газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.

Баня водяная или песчаная.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706 с ценой деления 0,1 мм.

Линейка измерительная по ГОСТ 427.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Термометр по ГОСТ 28498, диапазон измеряемых температур — от 0 °С до 100 °С.

Часы механические по ГОСТ 3145 с сигнальным устройством.

Колбы К-1—100—14/23 (29/32) ТХС; Кн-1—100—14/23 (29/32) ТХС, К-2—250—34 по ГОСТ 25336.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Холодильник воздушный с трубкой длиной от 800 до 1000 мм, диаметром от 10 до 12 мм, с приваренным шлифом 14/23 или 29/32.

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

Пипетки 1—2—2—1, 1—2—1—25 по ГОСТ 29228.

Микрошприц типа МШ-10.

Носитель твердый: хроматон N, динохром П, хромосорб W, цветохром с частицами размером от 0,20 до 0,25 мм или другой диатомитовый носитель, обеспечивающий аналогичное разделение.

Фаза жидкая: силиконовый каучук СКТ, SE-30, Е-301.

Диоктилфталат для хроматографии (внутренний стандарт).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Газ-носитель: аргон по ГОСТ 10157 или гелий.

Антиоксидант агидол-2 с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Воздух по ГОСТ 17433 для питания контрольно-измерительных приборов.

Водород по ГОСТ 3022 марки А или электролитический.

7.5.2.2 Подготовка к проведению испытания

Перекристаллизация агидола-2

Растворяют при нагревании (5,0 ± 0,1) г антиоксиданта в 60 $см^3$ гексана и фильтруют горячий раствор через бумажный фильтр. Охлаждают раствор до завершения кристаллизации. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом, промывают небольшим количеством растворителя и сушат на воздухе.

Приготовление сорбента

Твердый носитель в объеме, превышающем на 10 % — 15 % расчетный объем колонки, помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$.

Жидкую фазу в количестве 5 % массы твердого носителя растворяют в (30 ± 5) $см^3$ хлороформа. Переносят раствор в колбу с твердым носителем, оставляют на 30 мин. После пропитки твердого носителя удаляют растворитель на водяной бане, нагретой до температуры (50 ± 5) °С, в токе воздуха до полного отсутствия запаха хлороформа.

Допускается использовать готовый сорбент.

Заполнение колонки и ее кондиционирование

Подготовку колонки и ее заполнение выполняют в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации хроматографа. Устанавливают колонку в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют в потоке газа-носителя в течение 1 ч: сначала 30 мин при температуре (60 ± 5) °С, затем еще 30 мин при температуре (120 ± 5) °С. После этого газ-носитель отключают, а температуру термостата повышают до (280 ± 5) °С.

Выдерживают колонку при этой температуре 4 ч, вновь включают газ-носитель и продувают ее при этой температуре еще 2 ч. Затем охлаждают колонку до температуры (20 ± 5) °С, подсоединяют к детектору и подбирают оптимальные параметры хроматографического разделения:

- температура колонки — от 210 °С до 230 °С;
- температура испарителя — 280 °С;
- температура детектора — 280 °С;
- расход газа-носителя — от 30 до 50 $см^3$/мин;
- скорость диаграммной ленты — 240 мм/ч;
- объем вводимой пробы — от 1,0 до 2,0 $мм^3$.

Приготовление раствора внутреннего стандарта

При определении содержания агидола-2 в качестве внутреннего стандарта применяют диоктилфталат.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают (1,0 ± 0,3) г диоктилфталата и взвешивают. Результаты взвешивания фиксируют до четвертого десятичного знака. Растворяют навески в этиловом спирте, доводят раствор до метки спиртом, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Вычисляют массовую концентрацию внутреннего стандарта (диоктилфталата) в растворе C, г/$см^3$, по формуле

$$C = \frac{m}{100}, \quad (4)$$

где m — масса диоктилфталата, г.

Результат вычисления округляют до четвертого десятичного знака.

Определение относительных градуировочных коэффициентов

Для определения относительного градуировочного коэффициента готовят не менее трех искусственных смесей агидола-2 и диоктилфталата в этиловом спирте.

Для этого в колбе с пробкой вместимостью 100 см^3 взвешивают и регистрируют с точностью до четвертого десятичного знака 0,01 г (раствор 1), 0,015 г (раствор 2), 0,02 г (раствор 3) агидола-2 и 0,015 г диоктилфталата. Растворяют навески в 50 см^3 этилового спирта.

Вводят в испаритель хроматографа по 1,0 мм^3 искусственных смесей и снимают хроматограммы в режиме заполнения колонки.

Для каждой искусственной смеси снимают не менее трех хроматограмм.

Вычисляют относительный градуировочный коэффициент K по формуле

$$K = \frac{m_x S_{ст}}{m_{ст} S_x}, \quad (5)$$

где m_x — масса определяемого антиоксиданта, г;

$S_{ст}$ — площадь пика внутреннего стандарта, мм^2;

$m_{ст}$ — масса внутреннего стандарта, г;

S_x — площадь пика определяемого антиоксиданта, мм^2.

Результат вычисления округляют до третьего десятичного знака.

Вычисляют среднеарифметическое значение относительного градуировочного коэффициента по результатам обработки не менее девяти хроматограмм. При этом расхождение между максимальным и минимальным значениями в группе из девяти и более результатов, отнесенное к среднеарифметическому значению, не должно превышать 10 %.

Полученное среднеарифметическое значение округляют до второго десятичного знака.

Относительный градуировочный коэффициент проверяют не реже одного раза в 6 мес на одной смеси. При этом относительное отклонение не должно превышать 12 %.

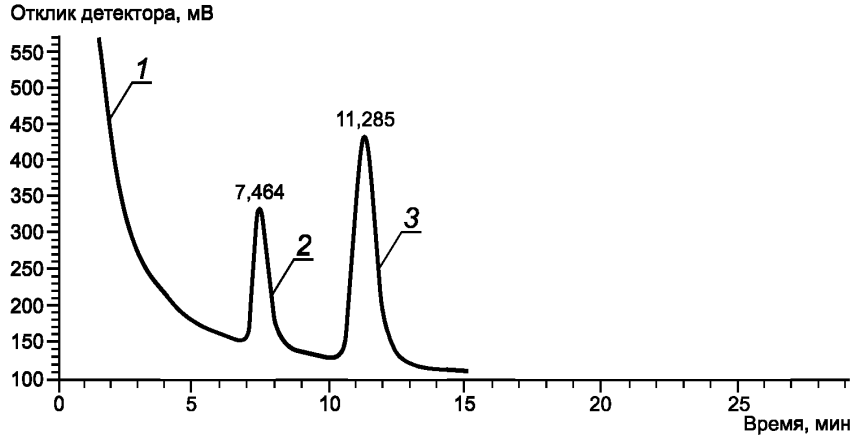
Относительный градуировочный коэффициент вычисляют каждый раз при замене сорбента хроматографической колонки или других элементов хроматографической системы.

7.5.2.3 Проведение испытания

Помещают в коническую или круглодонную колбу вместимостью 100 см^3, снабженную воздушным холодильником, (2,0 ± 0,1) г мелко нарезанного каучука, подготовленного по 7.2, взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, и экстрагируют при кипячении на бане дважды по 30 мин, используя на каждое экстрагирование по 20 см^3 этилового спирта. Переносят экстракт в одну колбу, добавляют пипеткой 1,0 см^3 раствора внутреннего стандарта (диоктилфталата в этиловом спирте), перемешивают и снимают хроматограмму в режиме заполнения и кондиционирования колонки.

На рисунке 1 приведена хроматограмма определения антиоксиданта агидола-2.

Проводят два параллельных определения.



1 — растворитель; *2* — агидол-2; *3* — диоктилфталат (внутренний стандарт)

Рисунок 1 — Хроматограмма определения антиоксиданта агидола-2

7.5.2.4 Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта агидола-2 в каучуке X_{A2}, %, вычисляют формуле

$$X_{A2} = \frac{K S_x m_{ст}}{S_{ст} m} 100, \quad (6)$$

где K — относительный градуировочный коэффициент;

S_x — площадь пика определяемого антиоксиданта, мм^2;

$m_{ст}$ — масса внутреннего стандарта в 1 см^3 раствора внутреннего стандарта, г;

$S_{ст}$ — площадь пика внутреннего стандарта, мм^2;

m — масса каучука, г.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 0,04 % при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

7.6 Определение массовой доли антиоксиданта АО-300

7.6.1 Аппаратура, посуда и реактивы

Спектрофотометр для измерений в ультрафиолетовой области спектра.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Часы механические по ГОСТ 3145 с сигнальным устройством.

Колбы Кн-1—100—29/32 ТХС, П-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336 с пришлифованным воздушным холодильником (длина — 1000 мм, диаметр — от 10 до 12 мм).

Колбы 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Гексан, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Антиоксидант агидол-2, перекристаллизованный из гексана.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

7.6.2 Подготовка к проведению испытания

7.6.2.1 Перекристаллизация антиоксиданта агидола-2

Растворяют при нагревании (5,0 ± 0,1) г антиоксиданта агидола-2 в 60 см^3 гексана и фильтруют горячий раствор через бумажный фильтр. После выпадения значительного количества кристаллов при постепенном охлаждении охлаждают раствор водой до завершения кристаллизации. Выпавшие кристаллы отделяют под вакуумом (на воронке Бюхнера), промывают небольшим количеством растворителя и сушат на воздухе. Выход составляет примерно 50 %.

7.6.2.2 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия

Растворяют (6,0 ± 0,1) г гидроокиси калия в 100 см^3 этилового спирта. Приготовленный раствор хранят в защищенном от света месте. Фильтруют раствор перед каждым определением. Готовят свежий раствор при появлении желтого окрашивания.

7.6.2.3 Калибровка прибора

Помещают в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая по 0,01—0,02 г антиоксиданта, растворяют в спирте, доводят объем раствора до метки спиртом, перемешивают. Разбавляют растворы в 10 раз (5 см^3 раствора доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см^3). Добавляют в мерную колбу вместимостью 25 см^3 пипеткой 2,5 см^3 спиртового раствора гидроокиси калия и доливают до метки спиртовым раствором антиоксиданта (щелочной раствор). В другую аналогичную колбу добавляют 2,5 см^3 спирта и доливают до метки тем же раствором антиоксиданта (нейтральный раствор).

Переносят щелочной раствор в рабочую кювету с толщиной поглощающего свет слоя 1 см. В кювету сравнения добавляют нейтральный раствор. Определяют оптическую плотность щелочного раствора по отношению к нейтральному раствору при длинах волн 309 и 350 нм.

Вычисляют для каждого раствора коэффициент пропорциональности K между содержанием антиоксиданта в растворе и оптической плотностью по формуле

$$K = \frac{m}{D_{309} - D_{350}}, \quad (7)$$

где m — масса антиоксиданта в растворе, г;

D_{309} и D_{350} — оптические плотности при длинах волн 309 и 350 нм.

За коэффициент пропорциональности принимают среднеарифметическое значение $K_{ср}$ результатов пяти полученных значений K, расхождение между максимальным и минимальным значениями которых не превышает 0,005.

7.6.3 Проведение испытания

Помещают в колбу для экстрагирования (2,00 ± 0,01) г мелко нарезанного каучука и кипятят три раза в течение 30 мин на водяной бане с 30 см^3 спирта, сливают экстракты в мерную колбу вместимостью 100 см^3. После охлаждения доводят раствор в колбе до метки спиртом и перемешивают. Разбавляют экстракт спиртом в 10 раз (5 см^3 экстракта доводят до метки спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см^3). Готовят щелочной и нейтральный растворы по 7.6.2.3, заменяя раствор антиоксиданта экстрактом каучука. В таких же условиях измеряют разности оптических плотностей полученных растворов.

7.6.4 Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта АО-300 в каучуке $X_{АО\text{-}300}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{АО\text{-}300} = 1{,}57 \frac{(D_{309} - D_{350})K_{ср}}{m} 100, \quad (8)$$

где 1,57 — поправочный коэффициент при определении антиоксиданта АО-300;

m — масса каучука, г.

Результаты вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,05 % среднего значения.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

7.7 Определение массовой доли антиоксиданта Ирганокса 1520 L

Сущность метода заключается в экстрагировании антиоксиданта из каучука этиловым спиртом (метод 1) или этанол-толуольной смесью (метод 2) с последующим измерением разности оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов при длинах волн 295, 307, 325 и 340 нм.

При разногласиях в оценке качества каучука используют метод 1.

Метод 1

7.7.1 Аппаратура, посуда и реактивы

Спектрофотометр ультрафиолетовый любого типа.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г, с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные неавтоматического действия класса точности III с наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Баня песчаная любого типа.

Часы механические по ГОСТ 3145 с сигнальным устройством.

Колба П-1—100—14/23 (29/32) ТС по ГОСТ 25336 с пришлифованным воздушным холодильником с трубкой длиной от 800 до 1000 мм и диаметром от 10 до 12 мм.

Колбы мерные 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—2—5, 2—2—5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Антиоксидант Ирганокс 1520 L с массовой долей основного вещества не менее 95,0 %.

7.7.2 Подготовка к проведению испытания

7.7.2.1 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия

Растворяют в 100 см^3 этилового спирта (6,0 ± 0,1) г гидроокиси калия, взвешенной с точностью до второго десятичного знака. Приготовленный раствор хранят в темном прохладном месте. При появлении осадка или мути раствор фильтруют. В случае появления желтого окрашивания готовят свежий раствор.

7.7.2.2 Приготовление градуировочных растворов антиоксиданта Ирганокса 1520 L

Исходный раствор

Взвешивают (0,050 ± 0,003) г антиоксиданта с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в этиловом спирте и количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Уровень раствора в колбе доводят до метки спиртом, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация антиоксиданта в полученном растворе составляет 1,0 г/дм^3.

Образцы для градуировки (далее — ОГ)

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипетками аликвотные порции исходного раствора антиоксиданта. Доводят раствор в каждой колбе до метки этиловым спиртом. Закрывают колбы пробками и тщательно перемешивают. Объем вносимых аликвотных порций исходного раствора антиоксиданта, масса антиоксиданта в ОГ и массовая концентрация антиоксиданта в растворах приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Приготовление ОГ — растворов Ирганокса 1520 L

Номер ОГ$_i$	Объем аликвотной порции исходного раствора антиоксиданта V_i, см^3	Масса антиоксиданта в ОГ, г	Массовая концентрация c_i антиоксиданта в ОГ, г/дм^3
1	1,0	0,0010	0,01
2	2,0	0,0020	0,02
3	3,0	0,0030	0,03
4	4,0	0,0040	0,04
5	5,0	0,0050	0,05

Следует готовить не менее двух независимых серий стандартных растворов антиоксиданта (начиная от приготовления исходного раствора Ирганокса 1520 L).

7.7.2.3 Определение градуировочного коэффициента

Для каждого ОГ готовят нейтральный и щелочной растворы.

Для приготовления нейтрального раствора в мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят градуированной пипеткой 2,5 см^3 спирта и доводят уровень раствора в колбе до метки образцом для градуировки — раствором антиоксиданта.

Для приготовления щелочного раствора в другую мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят градуированной пипеткой 2,5 см^3 раствора гидроокиси калия и доводят уровень раствора в колбе до метки тем же ОГ.

Закрывают колбы пробками и тщательно перемешивают.

В рабочую кювету спектрофотометра с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм наливают щелочной раствор, в кювету сравнения той же толщины — нейтральный раствор. Измеряют оптические плотности щелочного раствора относительно нейтрального раствора при длинах волн 307 и 340 нм (D_{307} и D_{340} соответственно).

Готовят вторую серию из пяти ОГ, начиная с приготовления исходного раствора А, и проводят операции по измерению оптических плотностей щелочных растворов относительно нейтральных в соответствии с приведенным выше алгоритмом.

Вычисляют для каждого из десяти ОГ коэффициент пропорциональности k_i^j между массой антиоксиданта в растворе и разностью оптических плотностей при указанных длинах волн по формуле

$$k_i^j = \frac{mV_i}{50(D_{307}-D_{340})}, \quad (9)$$

где j — номер серии градуировочного раствора (j = 1,2);

i — номер градуировочного раствора (i = от 1 до 5, см. таблицу 5);

m — масса навески антиоксиданта, взятого для приготовления исходного раствора, г;

V_i — объем аликвотной порции исходного раствора антиоксиданта, отобранного для приготовления разбавленного ОГ (см. таблицу 5), см^3;

D_{307} и D_{340} — разности оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов, измеренных при 307 и 340 нм соответственно.

Вычисляют коэффициент k_i^j с точностью до пятого десятичного знака.

За градуировочный коэффициент K принимают среднеарифметическое значение десяти значений коэффициентов пропорциональности k_i^j при условии, что расхождение между наибольшим и наименьшим из них не превышает 15 % по отношению к среднеарифметическому значению. При вычислении градуировочного коэффициента допускается отбрасывать не более 2 из десяти полученных значений k_i^j при условии, что отбрасываемые значения относятся к градуировочным растворам с разными массовыми концентрациями антиоксиданта.

При несоблюдении указанного условия готовят новые серии градуировочных растворов.

Полученное значение K округляют до четвертого десятичного знака.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в три месяца или при смене реактивов и после поверки и ремонта прибора.

Средствами контроля являются вновь приготовленные градуировочные растворы (не менее трех).

7.7.3 Проведение испытания

Взвешивают (1,00 ± 0,01) г мелко нарезанного каучука с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в колбу для экстрагирования вместимостью 100 см^3 и добавляют в нее 30 см^3 спирта. Затем присоединяют колбу к воздушному холодильнику и кипятят содержимое на песчаной бане в течение 30 мин.

После этого отсоединяют колбу от холодильника, охлаждают экстракт до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Аналогичное экстрагирование проводят еще два раза, прибавляя каждый раз по 30 см^3 спирта и проводя кипячение по 30 мин. Переносят экстракты в ту же мерную колбу. Охлаждают экстракты до комнатной температуры, доводят уровень раствора в колбе до метки спиртом, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Затем готовят щелочной и нейтральный растворы, заменяя градуировочный раствор антиоксиданта экстрактом каучука, и измеряют разности оптических плотностей D_{307} и D_{340}, как описано выше.

Проводят не менее двух параллельных определений.

7.7.4 Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта Ирганокса 1520 L $X_{И1}$ в каучуке, %, вычисляют по формуле

$$X_{И1} = \frac{(D_{307} - D_{340})K}{m}100, \quad (10)$$

где D_{307} и D_{340} — разности оптических плотностей щелочного и нейтрального растворов экстракта при длинах волн 307 и 340 нм;

K — градуировочный коэффициент;

m — масса каучука при испытании, г.

Результат определения вычисляют с точностью до третьего десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух результатов определений, расхождение между которыми не превышает 5 % от среднеарифметического значения. При невыполнении указанного условия проводят дополнительные определения.

Результат испытания округляют до второго десятичного знака.

Метод 2

7.7.5 Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Спектрофотометр ультрафиолетовый любого типа.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Плитка электрическая закрытого типа с регулятором температуры типа ПЭК-800/3.

Часы механические по ГОСТ 3145 с сигнальным устройством.

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Баня водяная или песчаная любого типа.

Цилиндр 1—50(100) по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336 с воздушным холодильником на шлифе (длина — 1000 мм, диаметр — от 10 до 12 мм).

Пипетки 1(2,3)—1(2)—2—5 по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1—(50)250 ТС по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «белая лента».

Толуол по ГОСТ 5789, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а.

Антиоксидант Ирганокс 1520 L с массовой долей основного вещества не менее 95,0 %.

7.7.6 Подготовка к проведению испытания

7.7.6.1 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия

Растворяют (6,0 ± 0,1) г гидроокиси калия в стакане вместимостью 250 см^3 в 100 см^3 этилового спирта и фильтруют через фильтр «белая лента» в склянку из темного стекла. Полученный раствор выдерживают в течение суток и хранят в защищенном от света месте. Используют раствор до появления желтого окрашивания.

7.7.6.2 Приготовление этанол-толуольной смеси

Смешивают 70 объемов этилового спирта с 30 объемами толуола.

7.7.6.3 Приготовление основного раствора Ирганокса 1520 L в этанол-толуольной смеси массовой концентрацией 1 г/дм^3

Растворяют (0,1000 ± 0,0002) г Ирганокса 1520 L, взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, в этанол-толуольной смеси в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки этанол-толуольной смесью и тщательно перемешивают.

7.7.6.4 Приготовление градуировочных растворов антиоксиданта

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вносят пипеткой 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 основного раствора антиоксиданта, доводят объем раствора в колбе до метки этанол-толуольной смесью и тщательно перемешивают. Содержание антиоксиданта Ирганокса 1520 L в градуировочных растворах составляет 0,04; 0,08; 0,12; 0,16; 0,20 г/дм^3.

7.7.6.5 Установление градуировочной характеристики

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вносят пипеткой по 2,5 см^3 спиртового раствора щелочи и по 10 см^3 каждого градуировочного раствора Ирганокса 1520 L. Доводят растворы в колбах до метки этанол-толуольной смесью, полученные щелочные растворы перемешивают.

В другие мерные колбы вместимостью 25 см^3 вносят пипеткой по 10 см^3 тех же градуировочных растворов антиоксиданта. Доводят растворы в колбах до метки этанол-толуольной смесью, полученные нейтральные растворы перемешивают.

Приготовленные щелочные растворы поочередно помещают в рабочую кювету спектрофотометра с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В кювету сравнения наливают соответствующие нейтральные растворы.

Измеряют оптические плотности приготовленных щелочных растворов при длинах волн 295, 307 и 325 нм и вычисляют разность оптических плотностей D_{1i} по формуле

$$D_{1i} = D_{307} - 0{,}6 \cdot D_{295} - 0{,}4 \cdot D_{325}, \qquad (11)$$

где D_{307}, D_{295} и D_{325} — оптические плотности для каждого i-го щелочного раствора, приготовленного из первой серии градуировочных растворов при длинах волн 295, 307 и 325 нм соответственно.

Затем готовят вторую серию градуировочных растворов, начиная с процедуры по 7.7.6.4, из которых готовят щелочные и нейтральные растворы, измеряют для второй серии растворов оптические плотности при указанных длинах волн и вычисляют их разность D_{2i} по формуле (11).

Вычисляют среднеарифметическое значение разности оптических плотностей для одной и той же концентрации в обеих сериях $D_{i\text{ср}}$, удовлетворяющее условию

$$|D_{1i} - D_{2i}| \le Y \cdot D_{i\text{ср}}, \qquad (12)$$

где Y — норматив контроля, равный 0,20 для концентрации антиоксиданта 0,04 г/дм^3 и 0,15 — для остальных концентраций.

Если указанное требование не выполняется, готовят дополнительную серию градуировочных растворов и вновь проводят измерения.

Среднеарифметическое значение разности оптических плотностей $D_{i\text{ср}}$ и произведение $Y \cdot D_{i\text{ср}}$ записывают с такой же точностью, как и значение оптической плотности.

Вычисляют для каждой концентрации градуировочный коэффициент K_i по формуле

$$K_i = \frac{D_{i\text{ср}}}{C_i \cdot l}, \qquad (13)$$

где C_i — содержание Ирганокса 1520 L в i-м градуировочном растворе, г/дм^3;

l — толщина поглощающего свет слоя, равная 1 см.

Вычисляют среднеарифметическое значение градуировочного коэффициента $K_{\text{ср}}$ по полученным значениям градуировочных коэффициентов, отличающимся не более чем на 7,0 % от среднего значения.

7.7.6.6 Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал, а также после ремонта спектрофотометра. Проверку проводят, используя вновь приготовленные градуировочные растворы концентрациями 0,08 и 0,16 г/дм^3.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия для каждой контролируемой точки $|C_{K_i} - C_{\text{И}}| \le G$,

где C_{K_i} — результат контрольного измерения массовой концентрации Ирганокса 1520 L, г/дм^3, определенного с использованием градуировочного коэффициента по формуле

$$C_{K_i} = \frac{D_{307} - 0,6 \cdot D_{295} - 0,4 \cdot D_{325}}{K_{\text{ср}}\, l}; \qquad (14)$$

$C_{\text{И}}$ — массовая концентрация Ирганокса 1520 L в приготовленных градуировочных контрольных растворах, г/дм^3;

G — норматив стабильности градуировочной характеристики, равный $G = C_{\text{И}} \cdot K_{\text{гр}}/100$ ($K_{\text{гр}}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, равный 10 % отн.).

При несоблюдении этого условия устанавливают повторно градуировочную характеристику.

7.7.7 Проведение испытания

Взвешивают (4,0 ± 0,1) г мелко нарезанного каучука размером 2 × 2 × 2 мм с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в коническую колбу для экстрагирования вместимостью 100 см^3 и добавляют в нее 30 см^3 этанола. Содержимое колбы кипятят на водяной бане с воздушным холодильником в течение 30 мин с момента закипания. Затем охлаждают колбу, отсоединяют от холодильника, переносят экстракт в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и повторяют экстрагирование еще дважды в таких же условиях. Полученные экстракты объединяют. Ополаскивают каучук в колбе для экстрагирования 5 см^3 этанола и сливают смесь в ту же мерную колбу. После охлаждения колбы до комнатной температуры доводят объем раствора в колбе до метки этанолом и тщательно перемешивают.

Готовят щелочной и нейтральный растворы по 7.7.6.5, заменяя градуировочные растворы антиоксиданта экстрактом каучука. Разность оптических плотностей этих растворов измеряют в условиях градуировки.

Проводят два параллельных определения.

7.7.8 Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта Ирганокса 1520 L $X_{И2}$ в каучуке, %, вычисляют по формуле

$$X_{И2} = \frac{\left(D_{307} - 0{,}6 \cdot D_{295} - 0{,}4 \cdot D_{325}\right) V 100}{l K_{ср} m 1000}, \quad (15)$$

где D_{307}, D_{295}, D_{325} — оптические плотности приготовленного из экстракта пробы щелочного раствора при 295, 307 и 325 нм соответственно;

V — общий объем экстракта каучука, равный 100 см^3;

l — толщина поглощающего свет слоя, см;

$K_{ср}$ — градуировочный коэффициент;

m — масса каучука, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию

$$\left|X_{И2_1} - X_{И2_2}\right| \le Y_1 \cdot X_{И2}, \quad (16)$$

где $X_{И2_1}$, $X_{И2_2}$ — массовая доля Ирганокса 1520 L в каучуке первого и второго параллельного определения, %;

Y_1 — норматив контроля, равный 0,20;

$X_{И2}$ — среднеарифметическое значение результатов первого и второго параллельных определений.

Если указанное требование не выполняется, проводят дополнительные испытания.

Результат вычисления округляют до третьего десятичного знака.

Результат испытания округляют до второго десятичного знака.

Доверительные границы относительной суммарной погрешности измерений при доверительной вероятности P = 0,95 составляют 10 %.

7.8 Определение массовой доли золы[1)]

7.8.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные неавтоматического действия высокого и среднего классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 и 1000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру (550 ± 25) °С.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147 или кварцевый по ГОСТ 19908, или платиновый по ГОСТ 6563 вместимостью 50 см^3. Допускается использовать тигель минимальной вместимости 25 см^3 на 1 г испытуемой пробы.

Фильтр беззольный диаметром 150 мм из фильтровальной лабораторной бумаги по ГОСТ 12026.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

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

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

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

7.8.2 Подготовка к проведению испытания

Нагревают чистый тигель в муфельной печи в течение 30 мин при температуре (550 ± 25) °С, затем охлаждают в эксикаторе, заполненном свежепрокаленным хлористым кальцием или силикагелем,

---

[1)] См. также [4]. Арбитражные испытания проводят по стандарту [4]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54545—2011 «Каучуки синтетические. Определение общей и водорастворимой золы».

или оксидом алюминия, до комнатной температуры и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

Прокаливают тигель до постоянной массы. Расхождение между результатами последовательных взвешиваний не должно превышать 0,0004 г.

7.8.3 Проведение испытания

Заворачивают в беззольный фильтр от 3 до 5 г каучука, подготовленного по 7.2.2 и взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, и помещают в тигель.

Устанавливают тигель с каучуком в муфельную печь при температуре (550 ± 25) °С и выдерживают до полного окисления углеродсодержащего вещества в каучуке (до получения светлой золы без черных включений). Затем охлаждают тигель в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем повторно прокаливают тигель с образцом в течение 30 мин при температуре (550 ± 25) °С, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают тигель. Прокаливание, охлаждение и взвешивание тигля с золой повторяют до получения расхождения между результатами двух последовательных взвешиваний, не превышающего 0,0004 г.

7.8.4 Обработка результатов

Массовую долю золы в каучуке X_0, %, вычисляют по формуле

$$X_0 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} 100, \qquad (17)$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса тигля, г;

m_0 — масса каучука, г.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

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

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

7.9 Определение вулканизационных характеристик

Требования к ингредиентам резиновых смесей и кондиционирование смесей — по ГОСТ ISO 2476[1)].

7.9.1 Аппаратура и материалы

Вулкаметр безроторный типа MDR-2000.

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применение смесительных вальцов по ГОСТ 27109. Для арбитражных испытаний используют смесительные вальцы по ГОСТ ISO 2393.

Весы лабораторные среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 2000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Термокамера, обеспечивающая поддержание температуры (23 ± 2) °С.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Секундомер III класса с ценой деления 0,1 с.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С.

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

Термостат с естественной циркуляцией воздуха, обеспечивающий поддержание температуры (125 ± 3) °С.

Свинец по ГОСТ 3778 в виде пластин.

Ингредиенты резиновой смеси — по таблице 6.

Примечание — Для приготовления стандартной резиновой смеси для арбитражных испытаний используют стандартные (контрольные) национальные или международные ингредиенты, соответствующие требованиям, предъявляемым к контрольным ингредиентам. При отсутствии контрольных ингредиентов используют ингре-

[1)] См. также [5]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54558—2011 «Каучуки бутадиеновые растворной полимеризации (BR). Приготовление и испытание резиновых смесей».

диенты, применение которых согласовывает изготовитель с потребителем. Замена ингредиентов может привести к получению отличающихся результатов.

7.9.2 Подготовка к проведению испытания

Масса объединенной пробы каучука и ингредиентов (в граммах) должна в два раза превышать значения их массовых частей, указанных в рецептуре. Смешение проб для приготовления объединенной пробы проводят на начальной стадии приготовления резиновой смеси. Рецептура резиновой смеси приведена в таблице 6.

Таблица 6 — Рецептура резиновой смеси

Наименование ингредиента	Массовая часть
Каучук	100,00
Технический углерод, соответствующий IRB	60,00
Оксид цинка	3,00
Стеариновая кислота	2,00
Нафтеновое масло типа ASTM 103	15,00
Сера	1,50
Сульфенамид Т (TBBS) N-*трет*-бутил-2-бенз-тиазолилсульфенамид	0,90
Всего	182,40

Точность взвешивания каучука, ингредиентов, правила ввода ингредиентов, проведение подрезов — по ГОСТ ISO 2393.

Технический углерод перед взвешиванием кондиционируют в термостате при температуре (125 ± 3) °С в течение 1 ч. Для этого технический углерод помещают в открытый сосуд соответствующих размеров, чтобы толщина слоя технического углерода не превышала 10 мм. После кондиционирования технический углерод хранят в закрытом влагонепроницаемом сосуде.

Допускается кондиционировать технический углерод в термостате при температуре (105 ± 5) °С в течение 2 ч. Температуру кондиционирования следует указывать в протоколе испытания.

Проверку точности установки зазора между валками вальцов (по свинцу) проводят по 7.2.2.3. Каучук смешивают с ингредиентами на вальцах при температуре поверхности валков (35 ± 5) °С по процедуре, приведенной в таблице 7.

Таблица 7 — Процедура смешения

Последовательность смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
Пропускают каучук два раза между валками вальцов при зазоре (0,45 ± 0,05) мм, затем его вальцуют. Делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	2,0
Вводят оксид цинка и стеариновую кислоту. Делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	4,0
Вводят попеременно 1/2 часть масла и 1/2 часть технического углерода. Делают по семь подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	12,0	16,0
Вводят попеременно оставшиеся масло и технический углерод, а также технический углерод с поддона вальцов. Делают по семь подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	12,0	28,0
Вводят серу и сульфенамид Т. Делают по шесть подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	4,0	32,0

Окончание таблицы 7

Последовательность смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками от 0,7 до 0,8 мм и пропускают смесь рулоном перпендикулярно к поверхности валков шесть раз	3,0	35,0
Листуют смесь на вальцах до толщины примерно 6 мм, проверяют массу смеси. Если она отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или на минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси (от 40 до 44 г) для определения вулканизационных характеристик. Листуют смесь до толщины примерно 2,2 мм, снимают с вальцов в развернутом виде и охлаждают на гладкой сухой металлической поверхности.		
Примечание — При смешении в зазоре вальцов необходимо поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Ингредиенты вводят в смесь медленно и равномерно вдоль валков. Смесь не следует подрезать до тех пор, пока ингредиенты полностью не войдут в каучук.		

Вулканизационные характеристики образца резиновой смеси определяют на безроторном вулкаметре типа MDR-2000[1)] при следующих условиях испытания:

- продолжительность выдержки образцов перед испытанием — от 2 до 24 ч при температуре (23 ± 2) °С;
- частота колебаний — (1,7 ± 0,1) Гц (100 циклов в минуту);
- амплитуда колебаний — 0,50° ± 0,03°;
- продолжительность испытания — 30 мин;
- температура испытания — (160,0 ± 0,3) °С.

За результат испытания принимают значения вулканизационных характеристик одного образца.

7.10 Определение упругопрочностных свойств резин при растяжении (условного напряжения при 300 %-ном удлинении, условной прочности при растяжении и относительного удлинения при разрыве)[2)]

Упругопрочностные свойства резин при растяжении определяют на образцах, приготовленных из резиновой смеси по 7.9.2.

После приготовления резиновую смесь кондиционируют не менее 4 ч и не более 24 ч при температуре (23 ± 3) °С и относительной влажности воздуха не более 55 %.

7.10.1 Аппаратура, материалы

Пресс вулканизационный по ГОСТ 11997[3)].

Машина разрывная по ГОСТ 28840 или другая, обеспечивающая требования ГОСТ 270.

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Пресс-форма для вулканизации пластин по ГОСТ ISO 2393.

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

Нож штанцевый типа I по ГОСТ 270[4)].

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

[1)] См. [6]. Арбитражные испытания проводят по стандарту [6]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54547—2011 «Смеси резиновые. Определение вулканизационных характеристик с использованием безроторных реометров».

[2)] См. также [7]. Арбитражные испытания проводят по стандарту [7]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54553—2011 «Резина и термопластичные эластомеры. Определение упругопрочностных свойств при растяжении» (метод А).

[3)] См. также [8]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54554—2011 «Смеси резиновые стандартные. Материалы, оборудование, методы смешения и приготовления вулканизованных пластин».

[4)] Допускается использовать нож типа С по [7].

7.10.2 Подготовка образцов для испытания

Разрезают резиновую смесь на пластины, соответствующие размеру ячейки пресс-формы, указывая направление вальцевания.

Помещают пластины в предварительно выдержанные в прессе не менее 20 мин при температуре (145,0 ± 0,5) °С четырехместные вулканизационные пресс-формы с глубиной ячеек (2,0 ± 0,2) мм. При отсутствии четырехместных форм допускается использовать двухместные пресс-формы. Закрывают пресс-формы и помещают в пресс, предварительно нагретый до температуры (145,0 ± 0,5) °С.

Вулканизуют резиновую смесь при температуре (145,0 ± 0,5) °С и давлении на площадь ячейки гнезда формы не менее 3,5 МПа в течение 25, 35 и 50 мин для определения оптимума вулканизации.

Выдерживают пластины после вулканизации до испытания при температуре (23 ± 2) °С не менее 16 ч, но не более 96 ч.

7.10.3 Проведение испытания

Условную прочность при растяжении, условное напряжение при 300 %-ном удлинении и относительное удлинение при разрыве определяют по ГОСТ 270 на образцах типа I толщиной от 1,80 до 2,20 мм.

Для вычисления используют результаты всех определений при условии нормального разрыва в узкой части лопаток. При разрыве образца за пределами узкой части результат определения не учитывают. За результат испытания каждого показателя принимают медиану.

Для определения медианы результаты определений показателей, признанные годными, располагают в ряд по возрастанию. Медиана равна значению срединного члена ряда, если количество результатов нечетное, и среднеарифметическому значению двух срединных членов ряда, если количество результатов четное.

Значение относительного удлинения при разрыве округляют до целого десятка, условного напряжения и условной прочности — до первого десятичного знака. Результаты испытаний должны соответствовать требованиям таблицы 1 при вулканизации в течение 25 или 35, или 50 мин.

7.11 Определение механических включений и включений структурированного полимера

Наличие крупных механических включений определяют визуально до вальцевания каучука.

7.11.1 Аппаратура

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применять смесительные вальцы по ГОСТ 27109.

Весы лабораторные среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

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

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

7.11.2 Подготовка к проведению испытания

Готовят образец для испытания массой (200 ± 1) г из проб каучука, отобранных по ГОСТ ИСО 1795, вальцеванием в течение 1 мин при температуре поверхности валков, не превышающей 50 °С, и зазоре между валками (0,25 ± 0,05) мм.

Проверку точности установки зазора между валками вальцов (по свинцу) проводят по 7.2.2.3.

7.11.3 Проведение испытания

Полученную тонкую пластину просматривают в проходящем свете. Наличие механических включений и включений структурированного полимера определяют визуально.

За результат испытания принимают наличие или отсутствие механических включений и включений структурированного полимера.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Каучук в соответствии с классификацией «Рекомендаций ООН по перевозке опасных грузов» и «Правилами перевозки опасных грузов по железным дорогам» не относится к опасным грузам.

8.2 Каучук транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах при температуре не выше 30 °С в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Допускается по согласованию с потребителем загружать в один вагон несколько партий каучука при транспортировании каучука повагонными отправками.

8.3 Каучук, упакованный в ящичные поддоны или специальные контейнеры, хранят при температуре не выше 30 °С в складских помещениях. При хранении каучук должен быть защищен от загрязнения, воздействия прямых солнечных лучей и атмосферных осадков.

8.4 Каучук, упакованный в ящичные поддоны или в гофроконтейнеры, или в полимерные контейнеры, хранят в штабелях, состоящих не более чем из трех поддонов по высоте. Каучук, упакованный в металлические контейнеры, хранят в штабелях, состоящих не более чем из четырех поддонов по высоте.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие каучука требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения и транспортирования, установленных настоящим стандартом.

9.2 Гарантийный срок хранения каучуков — один год с даты изготовления.

9.3 По истечении гарантийного срока хранения каучуки могут быть использованы по назначению после предварительной проверки качества каучуков на соответствие требованиям настоящего стандарта.

Библиография

[1]	АСТМ Д3896	Стандартная практика для синтетических каучуков. Отбор проб
	(ASTM D3896)	(Standard practice for rubber from synthetic sources — Sampling)
[2]	АСТМ Д1646	Стандартные методы испытания каучуков. Вязкость, релаксация напряжений и характеристики предварительной вулканизации (вискозиметр Муни)
	(ASTM D1646)	[Standard test methods for rubber — Viscosity, stress relaxation, and pre-vulcanization characteristics (Mooney viscometer)]
[3]	АСТМ Д5668	Стандартные методы испытаний синтетических каучуков. Летучие вещества
	(ASTM D5668)	(Standard test methods for rubber from synthetic sources — Volatile matter)
[4]	АСТМ Д5667	Стандартные методы испытаний синтетических каучуков. Общая и растворимая в воде зола
	(ASTM D5667)	(Standard test method for rubber from synthetic sources — Total and water soluble ash)
[5]	АСТМ Д3189	Стандартные методы испытаний каучуков. Полибутадиеновые каучуки растворной полимеризации (BR)
	(ASTM D3189)	[Standard test methods for rubber — Evaluation of solution BR (polybutadiene rubber)]
[6]	АСТМ Д5289	Стандартный метод определения свойств каучуков. Вулканизация с использованием безроторных реометров
	(ASTM D5289)	(Standard test method for rubber property — Vulcanization using rotorless curemeters)
[7]	АСТМ Д412	Стандартные методы испытаний вулканизованной резины и термопластичных эластомеров. Растяжение
	(ASTM D412)	(Standard test methods for vulcanized rubber and thermoplastic elastomers — Tension)
[8]	АСТМ Д3182	Стандартная практика для каучуков. Материалы, оборудование и процедуры приготовления стандартных смесей и подготовка стандартных вулканизованных пластин
	(ASTM D3182)	(Standard practice for rubber — Materials, equipment, and procedures for mixing standard compounds and preparing standard vulcanized sheets)

УДК 678.762.2:006.354 МКС 83.040.10

Ключевые слова: синтетические *цис*-бутадиеновые каучуки, технические условия

БЗ 10—2019/115

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 08.11.2019. Подписано в печать 11.12.2019. Формат 60×84$^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,34.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» 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