ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 249— 2017

КАУЧУК НАТУРАЛЬНЫЙ

Определение содержания примесей

(ISO 249:2016, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 4

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 18 июля 2017 г. № 701-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 249:2016 «Каучук натуральный. Определение содержания загрязнений» (ISO 249:2016 «Rubber, raw natural — Determination of dirt content», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» технического комитета по стандартизации ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации ISO.

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

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

© Стандартинформ, 2017

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

КАУЧУК НАТУРАЛЬНЫЙ

Определение содержания примесей

Raw natural rubber. Determination of dirt content

Дата введения — 2019—01—01

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания примесей в натуральном каучуке.

Метод не используют для определения примесей в виде поверхностного загрязнения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 565, Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings (Испытательные сита. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий)

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

3 Реактивы

Предупреждение — При выполнении испытания следует соблюдать все установленные правила по технике безопасности и охране здоровья, особое внимание уделяя безопасному обращению с горючими растворителями. Все растворители не должны содержать воду и загрязнения.

По возможности при проведении испытания следует использовать только реактивы квалификации ч. д. а.

3.1 Смешанные ксилолы с температурой выкипания от 139 °С до 141 °С.

3.2 Высоко-ароматический углеводородный растворитель, известный как уайт-спирит, с температурой выкипания от 155 °С до 198 °С или другие углеводородные растворители с подобным интервалом выкипания.

3.3 Петролейный эфир с температурой выкипания от 60 °С до 80 °С или другие углеводородные растворители с подобным интервалом выкипания.

3.4 Толуол.

Издание официальное

3.5 Пластификаторы

3.5.1 Раствор ксилил-меркаптана в минеральном масле концентрацией 36 % масс.

3.5.2 2-Меркаптобензотиазол.

3.5.3 Бис-(2-бензамидофенил)дисульфид.

3.5.4 Раствор толил-меркаптана в минеральном масле концентрацией от 20 % масс. до 40 % масс.

3.5.5 Другие полностью растворимые пластификаторы.

4 Аппаратура

Применяют обычное лабораторное оборудование, а также следующее.

4.1 Коническая колба вместимостью 250 или 500 $см^3$ с соответствующей пробкой или лабораторный стакан вместимостью 250 или 500 $см^3$ и часовое стекло соответствующего диаметра в качестве крышки.

4.2 Короткий холодильник с воздушным охлаждением (при необходимости).

4.3 Термометр, обеспечивающий определение температуры не ниже 200 °С.

4.4 Нагреватель для нагревания конической колбы или стакана (4.1) с содержимым (см. 5.3.4).

Рекомендуется использовать электрические плитки, обеспечивающие равномерное нагревание поверхности, или инфракрасные лампы. Инфракрасные лампы (мощностью 250 Вт) могут быть размещены рядами, при этом основание конической колбы располагают на расстоянии примерно 20 см от верхней части лампы. Для предотвращения локального перегрева рекомендуется раздельное управление каждой лампой. Допускается использовать песчаную баню.

4.5 Сито с номинальным размером отверстий от 44 до 45 мкм (325 меш) из коррозионно-стойкой проволочной ткани, предпочтительно из нержавеющей стали, соответствующее ИСО 565.

4.5.1 Проволочную ткань следует закреплять на конце металлической трубки диаметром примерно 25 мм и длиной более 20 мм в поперечном направлении.

4.5.2 Конструкция сита должна исключать искажение (перекос) проволочной ткани и обеспечивать защиту от случайного повреждения.

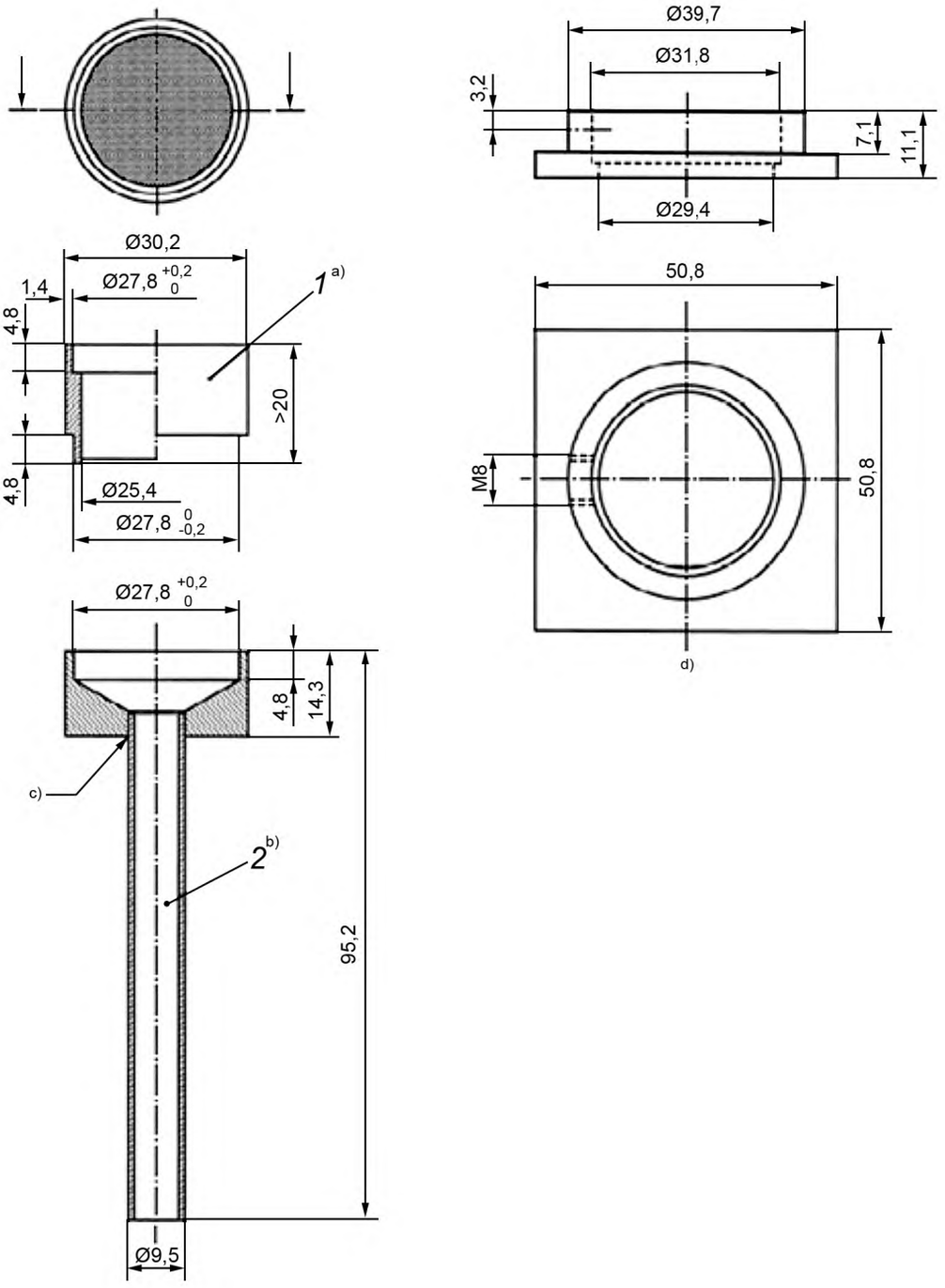
Подходящая конструкция показана на рисунке 1.

4.5.3 Сита и держатели можно изготовить из металлического тигля соответствующих размеров припаиванием сита к тиглю после удаления его нижней части. При этом получают контейнер достаточной вместимости для фильтрования раствора каучука.

4.5.4 Для защиты от случайного повреждения под проволочной тканью с размером отверстий от 44 до 45 мкм (325 меш) можно припаять сито с крупными ячейками. Такое защитное сито поддерживает проволочную ткань и не препятствует фильтрованию.

4.5.5 Допускается использовать имеющийся в продаже аппарат для фильтрования с проволочной тканью с размером отверстий от 44 до 45 мкм (325 меш) при условии, что его можно использовать, как указано в настоящем стандарте.

4.6 Ультразвуковое оборудование для очистки сит (4.5) (не обязательно, но желательно).



a) Внутренняя кромка верхней части и наружная кромка нижней части должны иметь углубление 1 мм для легкой укладки сит.

b) Наружный диаметр — 30 мм, толщина стенки — 2—3 мм, высота — 3 мм.

c) Припаивают снаружи.

d) Держатель для осмотра сита.

1 — сито (кольцо из нержавеющей стали с припаянной к нему проволочной тканью);

2 — держатель сита (цилиндр из нержавеющей стали или латуни)

Рисунок 1 — Детали подходящего сита и держателя для определения содержания примесей

5 Проведение испытаний

5.1 Приготовление навески для испытаний

5.1.1 Готовят гомогенизированный лабораторный образец натурального каучука по ИСО 1795. От гомогенизированного лабораторного образца отбирают примерно 30 г и два раза пропускают пробу на холодных лабораторных вальцах с зазором между валками (0,5 ± 0,1) мм, установленным при помощи свинцовой полоски (см. стандарт [1]).

5.1.2 Сразу же взвешивают навеску для испытания массой от 10 до 20 г с точностью до 0,1 г (для каучуков с низким содержанием примесей рекомендуемая масса навески — 20 г. Для сильно загрязненных каучуков следует использовать навеску меньшей массы).

5.1.3 Проводят два параллельных испытания.

5.2 Подготовка пластификатора

5.2.1 При применении ксилил-меркаптана (3.5.1) для навески используют 1 г раствора и от 150 до 230 $см^3$ растворителя (3.1 или 3.2).

5.2.2 При применении 2-меркаптобензотиазола (3.5.2) или бис-(2-бензамидофенил)дисульфида (3.5.3) для навески используют 0,5 г пластификатора. Готовят раствор, растворяя 0,5 г твердого вещества в 200 $см^3$ растворителя (3.1 или 3.2), и отфильтровывают нерастворенный материал.

5.2.3 При применении толил-меркаптана (3.5.4) для навески используют от 1 до 1,5 г раствора и 200 $см^3$ растворителя (3.1 или 3.2).

5.3 Проведение испытаний

5.3.1 В коническую колбу или лабораторный стакан (4.1) добавляют растворитель и пластификатор (см. 5.2.1, 5.2.2 и 5.2.3).

5.3.2 Разрезают навеску на кусочки массой примерно по 1 г и по отдельности помещают каждый кусок в колбу или стакан с растворителем (5.3.1).

5.3.3 Нагревают колбу или химический стакан с содержимым (см. 4.4) при температуре от 125 °С до 130 °С до получения однородного раствора, или закрывают колбу пробкой, или накрывают стакан часовым стеклом и выдерживают несколько часов при температуре окружающей среды перед нагреванием до температуры от 125 °С до 130 °С. Для уменьшения испарения растворителя при нагревании можно использовать короткий холодильник с воздушным охлаждением (4.2).

5.3.4 Колбу или лабораторный стакан периодически вручную перемешивают встряхиванием.

Кипение или перегревание раствора каучука может привести к образованию гелеобразного вещества, которое затрудняет последующее фильтрование и может привести к более высокому кажущемуся содержанию примесей. Поэтому следует избегать использования аппаратуры и условий, приводящих к локальному перегреву.

5.3.5 После полного растворения каучука (раствор становится текучим) декантируют горячий раствор через взвешенное с точностью до 0,1 мг сито (4.5), сохраняя при этом основную массу примесей в колбе или стакане.

5.3.6 Промывают колбу или стакан и оставшиеся примеси горячим растворителем (3.1 или 3.2) до полного удаления каучука. Снова сохраняют бóльшую часть примесей в колбе или стакане (обычно для эффективной промывки требуется примерно 100 $см^3$ горячего растворителя). На последних этапах промывания смывают примеси из колбы или стакана в сито. Счищают прилипшие к колбе или стакану примеси стеклянной палочкой, чтобы смыть их на сито.

5.3.7 Удаляют гелеобразный каучук, не прошедший через сито, одним из методов:

a) аккуратно очищают нижнюю часть проволочной ткани небольшой собольей кистью, пока горячий растворитель остается в сите;

b) помещают сито в стакан с толуолом (3.4) высотой слоя примерно 10 мм, накрывают стакан часовым стеклом и осторожно кипятят в течение 1 ч.

Процедуры предпочтительно проводить под вытяжкой.

5.3.8 Дважды промывают сито петролейным эфиром (3.3) и затем сушат при температуре 100 °С в течение 30 мин или уайт-спиритом (3.2) и затем сушат при температуре 100 °С в течение 1 ч.

5.3.9 После высушивания примеси на сите должны быть рыхлыми и сыпучими, кроме волокнистых веществ. Примеси должны легко удаляться с проволочной ткани, в противном случае обрабатывают сито кипящим толуолом по 5.3.7, перечисление b).

5.3.10 Если гелеобразный каучук все еще остается, прекращают испытание и проводят повторное определение.

5.3.11 Охлаждают сито с остатком в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

5.4 Уход за ситом

5.4.1 На всех этапах следует аккуратно обращаться с ситом. После каждого определения проверяют сито на наличие повреждений, например под микроскопом с использованием диапроектора (для проецирования изображения проволочной ткани на экран) или с помощью увеличительного стекла (с десятикратным увеличением). При обнаружении деформации проволочной ткани ее заменяют новой.

5.4.2 После каждого определения аккуратно счищают щеткой рыхлое загрязнение. Частично забитые сита обычно очищают кипячением в ксилоле, более эффективная очистка возможна при помощи ультразвукового оборудования (4.6). Если, несмотря на эту обработку, проволочная ткань сильно забита и масса сита увеличилась более чем на 1 мг, заменяют проволочную ткань.

5.4.3 Для снижения скорости налипания каучука сита можно хранить в теплом толуоле.

6 Оформление результатов

Содержание примесей, % масс., в навеске каучука определяют по формуле

$$\text{Содержание примесей} = \frac{m_1}{m_0} 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса примесей, г;

m_0 — масса навески каучука, г.

Результаты регистрируют с точностью до 0,01 %.

7 Прецизионность

Прецизионность приведена в приложении В.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) все детали, необходимые для идентификации испытуемого материала;

c) среднеарифметическое значение двух результатов испытаний;

d) использованный растворитель и пластификатор;

e) любые необычные особенности, отмеченные во время испытания;

f) процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или ссылочными стандартами, а также все необязательные процедуры.

Приложение А
(справочное)

Руководство по использованию результатов определения прецизионности

А.1 В настоящем приложении приведена общая процедура использования результатов определения прецизионности, в которой условное обозначение $|x_1 - x_2|$ применено для положительного расхождения двух любых значений измерений (т. е. без учета знака).

А.2 В соответствующей таблице прецизионности (для любого рассматриваемого параметра испытания) находят среднее значение измеряемого параметра, ближайшего к среднему значению рассматриваемых «испытательных» данных. Эта строка даст соответствующие значения r, (r), R или (R) для использования при принятии решений.

А.3 При принятии решений можно использовать следующие общие утверждения по повторяемости со значениями r и (r).

А.3.1 Для абсолютного расхождения: расхождение $|x_1 - x_2|$ между двумя средними значениями результатов (значений) испытаний, полученными на номинально идентичных образцах материала при нормальном и правильном выполнении процедуры испытаний, будет превышать табличное значение повторяемости r в среднем не более чем в одном случае из двадцати.

А.3.2 Для процентного расхождения между двумя средними значениями результатов (значений) испытаний: процентное расхождение между двумя результатами испытаний, полученными на номинально идентичных образцах материала при нормальном и правильном выполнении процедуры испытаний, будет превышать табличное значение повторяемости (r) в среднем не более чем в одном случае из двадцати.

$$(r) = \frac{|x_1 - x_2|}{2(x_1 + x_2)} 100. \qquad (A.1)$$

А.4 При принятии решений могут быть использованы следующие общие утверждения по воспроизводимости со значениями R и (R).

А.4.1 Для абсолютного расхождения: абсолютное расхождение $|x_1 - x_2|$ между двумя независимыми средними значениями результатов (значений) испытаний, полученными в двух лабораториях с использованием нормальных и правильных процедур испытаний на номинально идентичных образцах материала, будет превышать табличное значение воспроизводимости R не более чем в одном случае из двадцати.

А.4.2 Для процентного расхождения между двумя средними значениями результатов (значений) испытаний: процентное расхождение между двумя независимыми средними значениями результатов (значений) испытаний, полученными в двух лабораториях с использованием нормальных и правильных процедур испытания на номинально идентичных образцах материала, будет превышать табличное значение воспроизводимости (R) не более чем в одном случае из двадцати.

$$(R) = \frac{|x_1 - x_2|}{2(x_1 + x_2)} 100. \qquad (A.2)$$

Приложение В
(справочное)

Прецизионность

В.1 Общие положения

Расчеты прецизионности для определения повторяемости и воспроизводимости были проведены в соответствии со стандартом [2], в котором приведены основные понятия и терминология по прецизионности. В приложении А приведены указания по использованию повторяемости и воспроизводимости.

Программа межлабораторных испытаний была проведена в конце 2010 г. и 2011 г. Малазийским комитетом по натуральному каучуку. Были проведены две отдельные программы, одна — в марте, вторая — в сентябре. В каждую лабораторию были отправлены следующие два типа материалов:

a) смешанные образцы двух каучуков А и В;

b) несмешанные (нормальные) образцы двух каучуков А и В.

За результат испытания смешанных и несмешанных образцов принимали среднеарифметическое значение пяти отдельных определений.

Примечание — Смешанные образцы — образцы, смешанные перед направлением участникам, несмешанные образцы — образцы, которые перед направлением участникам не смешивали.

В программе межлабораторных испытаний была определена прецизионность типа 1. Период времени для повторяемости и воспроизводимости отсчитывался по шкале в днях. В программе с использованием смешанных образцов участвовали 11 лабораторий, в программе для несмешанных образцов — 10 лабораторий.

В.2 Показатели прецизионности

Результаты определения прецизионности по программе для смешанных образцов приведены в таблице В.1, а результаты по программе для несмешанных образцов — в таблице В.2.

Таблица В.1 — Прецизионность типа 1 — испытание смешанных образцов с использованием терпентина в качестве растворителя и сита с размером отверстий 44 мкм

Образец каучука	Среднее содержание примесей, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность (повторяемость)		Межлабораторная прецизионность (воспроизводимость)	
		r	(r)	R	(R)
А	0,0491	0,0128	26,07	0,0369	75,15
В	0,1494	0,0194	12,99	0,1273	85,21
r — повторяемость, % масс.; (r) — повторяемость, % (относительные) от среднего; R — воспроизводимость, % масс.; (R) — воспроизводимость, % (относительные) от среднего.					

Таблица В.2 — Прецизионность типа 1 — испытание несмешанных образцов с использованием терпентина в качестве растворителя и сита с размером отверстий 44 мкм

Образец каучука	Среднее содержание примесей, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность (повторяемость)		Межлабораторная прецизионность (воспроизводимость)	
		r	(r)	R	(R)
А	0,0452	0,0081	17,92	0,0282	62,39
В	0,0504	0,0104	20,63	0,0190	37,70
Определения условных обозначений приведены в таблице В.1.					

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 565	—	*
ISO 1795	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 «Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры»

* Соответствующий национальный, межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Официальный перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- NEQ — неэквивалентные стандарты.

Библиография

[1] ISO 2393, Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures (Резиновые смеси для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры)*

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

* Официальный перевод этого стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

УДК 678.4:543.612:006.354 ОКС 83.040.10

Ключевые слова: натуральный каучук, определение содержания примесей

БЗ 7—2017/58

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.07.2017. Подписано в печать 03.08.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 23 экз. Зак. 1283.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru