МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й
С Т А Н Д А Р Т

ГОСТ ISO 247— 2013

КАУЧУК И РЕЗИНА

Определение золы

(ISO 247:2006, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 247:2006 Rubber — Determination of ash (Резина. Определение золы).

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

Перевод с английского языка (en).

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

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 марта 2014 г. № 255-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 247—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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 Сущность методов 2
4 Реактивы 2
5 Оборудование 2
6 Подготовка проб 2
7 Проведение испытания 2
8 Оформление результатов 3
9 Протокол испытания 3
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУК И РЕЗИНА

Определение золы

Rubber. Determination of ash

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает два метода (А и В) определения золы в каучуках, резиновых смесях и вулканизатах. Методы применяют для испытания каучуков, резиновых смесей и вулканизатов, в том числе наполненных и вулканизованных, групп M, N, O, R и U по ISO 1629, с учетом ограничений, приведенных ниже:

- метод А не применяют для определения золы в резиновых смесях и резинах, содержащих хлор, бром или йод;
- метод В применяют для резиновых смесей и резин, содержащих хлор, бром или йод; метод не применяют для ненаполненных резиновых смесей.

Соединения лития и фтора могут вступать в реакцию с кварцевыми тиглями с образованием летучих веществ, что приводит к получению заниженных результатов определения содержания золы. Поэтому для определения золы в каучуках, содержащих фтор, а также каучуков, полученных при полимеризации на литиевых катализаторах, используют платиновые тигли.

Настоящий стандарт не интерпретирует результаты определения золы неорганических химических веществ в смеси или вулканизате. Ответственность за интерпретацию результатов несет испытатель, который должен быть осведомлен о поведении добавок в резиновой смеси при повышенных температурах.

Результаты определения золы по методу А и В не всегда одинаковые, поэтому в протоколе испытания необходимо указывать применяемый метод определения золы.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

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

ISO 1629 Rubber and lattices — Nomenclature (Резина и латексы. Номенклатура)

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

Издание официальное

3 Сущность методов

3.1 Метод А

Взвешенную пробу нагревают в тигле на газовой горелке. После полного удаления летучих веществ тигель помещают в муфельную печь и нагревают до полного выгорания углеродсодержащих веществ и достижения постоянной массы.

3.2 Метод В

Взвешенную пробу нагревают в тигле в присутствии серной кислоты сначала на газовой горелке, затем в муфельной печи до полного выгорания углеродсодержащих веществ и достижения постоянной массы.

4 Реактивы

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

5 Оборудование

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

5.1 Тигель фарфоровый, кварцевый или платиновый вместимостью 50 см^3. Для испытаний синтетических каучуков допускается использовать тигель вместимостью не более 25 см^3 на грамм испытуемой пробы.

5.2 Жаропрочная теплоизоляционная пластина площадью 100 мм^2, толщиной приблизительно 5 мм с отверстием в центре, соответствующим размерам тигля (5.1). Приблизительно 2/3 тигля должно находиться ниже пластины.

5.3 Горелка Бунзена или газовая горелка аналогичной конструкции.

5.4 Муфельная печь с вытяжной трубой и устройством для обеспечения циркуляции воздуха в печи, обеспечивающая поддержание температуры (550 ± 25) °С или (950 ± 25) °С. (Циркуляцию воздуха можно регулировать дверцей печи).

6 Подготовка проб

6.1 Пробы натурального каучука отрезают от гомогенизированной пробы, подготовленной по ISO 1795. Пробы синтетического каучука отрезают от высушенного каучука после определения содержания летучих веществ по ISO 248-1.

6.2 Пробы резиновых смесей измельчают вручную.

6.3 Пробы вулканизатов вальцуют, измельчают в дробилке или вручную.

6.4 Отобранные для испытаний пробы резиновых смесей и вулканизатов должны быть представительными.

7 Проведение испытания

7.1 Метод А

Чистый тигель (5.1) соответствующего размера нагревают в муфельной печи (5.4) при температуре (550 ± 25) °С приблизительно 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Пробу каучука массой приблизительно 5 г или резиновой смеси или вулканизата массой 1—5 г (в зависимости от предполагаемой массы золы) взвешивают с точностью до 0,1 мг. Взвешенную пробу помещают в тигель, установленный в отверстие теплоизоляционной пластины (5.2). Осторожно нагревают тигель на горелке (5.3) в вытяжном шкафу (для обеспечения надлежащей вентиляции), следя за тем, чтобы каучук не загорался. При любой потере продукта испытание повторяют с новой пробой.

После обугливания каучука постепенно увеличивают нагрев горелкой до полного удаления летучих веществ и получения сухого углеродного остатка. Тигель с содержимым помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (550 ± 25) °С (см. примечание), оставляя дверцу печи приоткрытой, что обеспечивает приток воздуха, необходимого для окисления углерода.

Продолжают нагревание до полного окисления углерода и получения светлой золы. Вынимают тигель с содержимым из муфельной печи, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Снова нагревают тигель с содержимым в течение 30 мин в муфельной печи, нагретой до температуры (550 ± 25) °С или до (950 ± 25) °С (см. примечание), охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Полученное значение массы не должно отличаться от результата предыдущего взвешивания более чем на 0,1 мг для каучуков или более чем на 1 % от массы золы — для резиновых смесей и вулканизатов. Если это условие не выполняется, повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до получения расхождения между результатами двух последовательных взвешиваний, соответствующего указанному требованию.

Примечание — Для резиновых смесей или вулканизатов можно использовать температуру (950 ± 25) °С.

7.2 Метод В

Чистый тигель (5.1) нагревают в муфельной печи (5.4) при температуре (950 ± 25) °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Пробу резиновой смеси или вулканизата массой 1—5 г взвешивают с точностью до 0,1 мг. Пробу помещают в тигель и заливают 3,5 см^3 концентрированной серной кислоты (4.1) так, чтобы проба была полностью покрыта кислотой. Тигель с содержимым устанавливают в отверстие теплоизоляционной пластины (5.2) и осторожно нагревают газовой горелкой в вытяжном шкафу (для обеспечения надлежащей вентиляции). Если в начале реакции смесь интенсивно набухает, отодвигают горелку, чтобы избежать потери продукта.

Когда реакция станет протекать более спокойно, увеличивают пламя горелки и продолжают нагревание до полного испарения избытка серной кислоты и образования сухого углеродного остатка. Помещают тигель с содержимым в муфельную печь, нагретую до температуры (950 ± 25) °С, и нагревают 1 ч до полного окисления углерода и получения светлой золы. Вынимают тигель с содержимым из печи, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Затем снова нагревают тигель в муфельной печи при температуре (950 ± 25) °С в течение 30 мин, вынимают из печи, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Если полученное значение массы отличается от предыдущего более чем на 1 % от массы золы, повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока результаты двух последовательных взвешиваний будут отличаться не более чем на 1 % от массы золы.

8 Оформление результатов

Массовую долю золы, %, вычисляют по формуле

$$\text{массовая доля золы} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} 100,$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_0 — масса пробы, г.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) информацию, необходимую для полной идентификации испытуемой пробы;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) использованный метод (А или В);

d) температуру проведения испытания и обоснование выбора температуры, если в методе А использовалась температура 950 °С;

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

f) дату проведения испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 248-1:2011 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата	IDT	ГОСТ ISO 248-1—2013 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата
ISO 1629:1995 Каучуки латексы. Номенклатура	—	*
ISO 1795:2007 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 678:543.573:006.354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: каучук, резина, резиновые смеси, определение золы

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 02.06.2014. Подписано в печать 14.07.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 41 экз. Зак. 2583.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru