ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54546— 2011

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Определение массовой доли летучих веществ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «НИИСК»

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 29 ноября 2011 г. № 630-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д 5668—09 «Стандартные методы испытания синтетического каучука. Определение летучих» (ASTM D 5668—09 «Standard test methods for rubber from synthetic sources — Volatile matter»). При этом дополнительные фразы, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом.

В настоящий стандарт включены требования к аппаратуре, учитывающие потребности национальной экономики Российской Федерации.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандарту АСТМ и международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2013

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 и назначение 2
4 Аппаратура 2
5 Метод А — Метод горячего вальцевания 2
6 Проведение испытания 2
7 Вычисления 2
8 Метод В — Метод термостатирования — для больших образцов 2
9 Проведение испытания 3
10 Вычисления 3
11 Метод С — Метод термостатирования — для маленьких образцов 3
12 Проведение испытания 3
13 Вычисления 4
14 Метод D — Метод прессования 4
15 Проведение испытания 4
16 Вычисления 4
17 Прецизионность 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандарту АСТМ и международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте 5
Библиография 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Определение массовой доли летучих веществ

Synthetic rubber. Determination of volatile matter mass fraction

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает четыре метода определения массовой доли влаги и других летучих веществ в синтетическом каучуке: метод горячего вальцевания, два метода с использованием термостата и метод прессования.

1.2 Методы с использованием термостата предназначены для использования в тех случаях, когда каучук липкий и не может быть обработан на горячих вальцах.

1.3 Метод прессования предназначен для использования в том случае, когда каучук крошится и не может удерживаться на лабораторных вальцах.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54554—2011 Смеси резиновые стандартные. Материалы, оборудование, методы смешения и приготовления вулканизованных пластин

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 745—2003 Фольга алюминиевая для упаковки. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 30263—96 (ИСО 2393—94) Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Сущность методов и назначение

3.1 Настоящие методы испытаний предназначены для арбитражных целей, могут также быть использованы для контроля качества при производстве синтетических каучуков.

3.2 Содержащиеся в каучуке летучие вещества могут оказывать влияние на процесс переработки и вулканизационные свойства резиновых смесей.

4 Аппаратура

4.1 Вальцы в соответствии с требованиями *ГОСТ Р 54554*.

Допускается использовать вальцы, требования к которым установлены в ГОСТ 30263.

4.2 Термостат по [*1*].

4.3 Пресс в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

5 Метод А — Метод горячего вальцевания

5.1 Сущность метода

Взвешенную пробу каучука листуют на нагретых вальцах до полного удаления летучих веществ. Пробу снова взвешивают и рассчитывают массовую долю летучих веществ в процентах по потере массы во время вальцевания.

При испытании по методу А используют:

- *вальцы по ГОСТ 30263;*
- *эксикатор по ГОСТ 25336;*
- *весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.*

6 Проведение испытания

6.1 Пробу для испытания массой не менее 250 г взвешивают с точностью до 0,1 г.

6.2 Устанавливают зазор между валками вальцов (0,50 ± 0,05) мм с помощью свинцовой полоски, поддерживают температуру валков (100 ± 5) °С. Пропускают взвешенную пробу несколько раз в течение 4 мин на лабораторных вальцах, не допуская обволакивания валков и потерь образца. Взвешивают образец с точностью до 0,1 г. Пропускают пробу каучука на вальцах еще в течение 2 мин и вновь взвешивают.

Перед каждым взвешиванием каучук охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе.

Если масса образца по окончании 4 и 6 мин обработки на вальцах отличается менее чем на 0,1 г, вычисляют массовую долю летучих веществ. В противном случае продолжают вальцевание пробы продолжительностью по 2 мин до достижения постоянной массы, когда уменьшение массы при последовательных взвешиваниях будет не более 0,1 г.

7 Вычисления

7.1 Массовую долю летучих веществ X, %, вычисляют по формуле

$$X = [(A - B)/A]\ 100, \qquad (1)$$

где A — масса исходной пробы, г;

B — масса пробы после вальцевания, г.

8 Метод В — Метод термостатирования — для больших образцов

8.1 Сущность метода

8.1.1 Взвешенную пробу каучука листуют на лабораторных вальцах, затем помещают в термостат и сушат до постоянной массы. Массовую долю летучих веществ вычисляют по формуле (2).

При испытании по методу В используют:

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

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ Р 53228;

- эксикатор по ГОСТ 25336.

9 Проведение испытания

9.1 Дважды пропускают пробу каучука массой не менее (250 ± 5) г на лабораторных вальцах с зазором между валками (0,50 ± 0,05) мм и температуре поверхности валков не выше 50 °С.

9.2 Взвешивают весь лист каучука с точностью до 0,1 г и помещают его в термостат с принудительной циркуляцией воздуха, нагретый до температуры (100 ± 5) °С. Располагают лист таким образом, чтобы обе его поверхности подвергались обдуванию. Охлаждают каучук в эксикаторе и взвешивают. Продолжают нагревание до достижения постоянства массы в пределах 0,1 г. Для каучуков с массовой долей влаги не более 1,0 % обычно бывает достаточно 1 ч.

10 Вычисления

Массовую долю летучих веществ X, %, вычисляют по формуле

$$X = [(A - B)/A]\ 100, \qquad (2)$$

где A — масса пробы до сушки, г;

B — масса пробы после сушки, г.

11 Метод С — Метод термостатирования — для маленьких образцов

11.1 Сущность метода

11.1.1 Взвешенную пробу каучука вальцуют на лабораторных вальцах, затем помещают в термостат и сушат до постоянной массы.

Массовую долю летучих веществ вычисляют по формуле (3).

При испытании по методу С используют:

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

- весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ Р 53228;

- эксикатор по ГОСТ 25336;

- кальций хлористый технический по ГОСТ 450;

- силикагель или окись алюминия техническую;

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

Тарелочки из алюминиевой фольги сушат до постоянной массы (допустимое расхождение между последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г), охлаждают в эксикаторе, заполненном свежепрокаленным хлористым кальцием, до температуры окружающей среды и взвешивают.

12 Проведение испытания

12.1 Листуют пробу каучука массой (250 ± 5) г на лабораторных вальцах при зазоре между валками (0,50 ± 0,05) мм, установленном с помощью свинцовой полоски, и температуре поверхности валков не более 50 °С. Пропускают каучук между валками дважды.

12.2 От полученного листа каучука отбирают образец массой 10 г, разрезают или разрубают на кусочки объемом приблизительно 25 мм^3, *помещают на тарелочки из алюминиевой фольги*, взвешивают с точностью до 0,0001 г и помещают в термостат с принудительной циркуляцией воздуха, нагретый до температуры (100 ± 5) °С. Располагают каучук таким образом, чтобы максимальная площадь поверхности образца подвергалась действию горячего воздуха. Выдерживают образец в термостате в течение 1 ч.

Охлаждают образец в эксикаторе, *заполненном свежепрокаленным хлористым кальцием или силикагелем, или окисью алюминия, до температуры окружающей среды* и взвешивают *с точ-*

ностью до четвертого десятичного знака. Повторяют нагревание продолжительностью по 30 мин до тех пор, пока уменьшение массы при последовательных взвешиваниях не станет менее 0,01 % от первоначальной массы. Для каучуков с содержанием влаги не более 1,0 % обычно бывает достаточно 1 ч.

13 Вычисления

Массовую долю летучих веществ X, %, вычисляют по формуле

$$X = [(A - B)/A]\ 100, \quad (3)$$

где A — масса образца до сушки, г;

B — масса образца после сушки, г.

Результат испытания округляют до второго десятичного знака.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух определений, допускаемое расхождение между которыми в условиях повторяемости при доверительной вероятности 0,95 % составляет 15 % относительно среднего результата.

Результат измерений пробы округляют до первого десятичного знака.

14 Метод D — Метод прессования

14.1 Сущность метода

14.1.1 Пробу каучука вальцуют на лабораторных вальцах, взвешивают, а затем помещают в нагретый пресс, где под давлением выдерживают до полного удаления летучих веществ. Пробу вновь взвешивают и рассчитывают массовую долю летучих веществ в процентах по потере массы.

15 Проведение испытания

15.1 Листуют пробу каучука (250 ± 5) г на лабораторных вальцах с зазором (1,40 ± 0,05) мм при температуре поверхности валков не выше 50 °С. Пробу дважды пропускают через вальцы.

15.2 Взвешивают от 5 до 7 г вальцованного каучука с точностью до 0,001 г.

15.3 Помещают каучук в пресс между двумя металлическими пластинами, покрытыми политетрафторэтиленом, после чего размещают в прессе при температуре плит (150 ± 10) °С и выдерживают при давлении (5500 ± 275) кПа в течение 3 мин.

15.4 Если каучук непрозрачный или содержит пузыри, снова прессуют его в течение 3 мин. Охлаждают каучук в эксикаторе и взвешивают.

16 Вычисления

Массовую долю летучих веществ X, %, вычисляют по формуле

$$X = [(A - B)/A]\ 100, \quad (4)$$

где A — масса пробы до помещения в пресс, г;

B — масса пробы после выдерживания в прессе, г.

17 Прецизионность

17.1 Показатели прецизионности будут определены после завершения работы в соответствии с [2] при пересмотре настоящего стандарта.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандарту АСТМ и международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта АСТМ, международного стандарта
ГОСТ Р 53228—2008	MOD	МР 76 (1):2006 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»
ГОСТ Р 54554—2011	MOD	АСТМ Д 3182—2007 «Стандартные методы испытаний резин. Материалы, оборудование и методики смешения стандартных смесей и приготовления стандартных вулканизованных пластин»
ГОСТ 450—77	—	*
ГОСТ 745—2003	—	*
ГОСТ 25336—82	MOD	ИСО 1773:1976 «Посуда лабораторная стеклянная. Перегонные колбы (узкогорлые)»
	MOD	ИСО 3819:1985 «Посуда лабораторная стеклянная. Стаканы»
	MOD	ИСО 4797:1981 «Посуда лабораторная стеклянная. Колбы с коническими пришлифованными соединениями»
ГОСТ 30263—96	IDT	ИСО 2393:1994 «Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы»

* Соответсвующий международный стандарт отсутствует.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

Библиография

[1]	*ASTM E 145—2006*	*Specification for gravity-convection and forced — ventilation ovens*
	(АСТМ Е 145—2006)	*(Спецификация на гравитационные печи и печи с принудительной вентиляцией)*
[2]	*ASTM D 4483—2005*	*Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries*
	(АСТМ Д 4483—2005)	*(Руководство по оценке точности для стандартных методов испытания в производстве каучуков, резин и технического углерода)*

УДК 678.4:543.06:006.354 ОКС 83.040.10 Л69 ОКСТУ 2209

Ключевые слова: синтетические каучуки, массовая доля летучих веществ

Редактор *Н.Н. Кузьмина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 16.07.2013. Подписано в печать 07.08.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 111 экз. Зак. 831.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

ОКС 83.040.10

Изменение № 1 ГОСТ Р 54546—2011 Каучуки синтетические. Определение массовой доли летучих веществ

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.08.2019 № 549-ст

Дата введения — 2019—09—01

Предисловие. Пункт 4. Заменить слова: АСТМ Д 5668—09 на АСТМ Д 5668—09 (2014); ASTM D 5668—09 на ASTM D 5668—09 (2014); «Определение летучих» на «Определение летучих веществ»;

последний абзац. Заменить слова: «ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандарту АСТМ и международным стандартам, использованным в качестве ссылочных» на «ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного».

Содержание. Наименование раздела 4 изложить в новой редакции:

«4 Аппаратура *и материалы*»;

наименование приложения ДА. Заменить слова: «ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандарту АСТМ и международным стандартам, использованным в качестве ссылочных» на «ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного».

Раздел 1 дополнить пунктом 1.3а:

«1.3а Значения показателей в единицах системы СИ являются стандартными. Значения в скобках приведены только для информации».

Раздел 2. Заменить ссылку: *ГОСТ 745—2003* на *ГОСТ 745—2014*;

исключить ссылку на *ГОСТ 30263—96* и его наименование;

дополнить ссылкой: «*ГОСТ ISO 2393—2016 Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры*».

Пункт 3.1 изложить в новой редакции:

«3.1 Настоящие методы испытаний используют для оценки качества, а также они могут быть использованы для контроля при производстве синтетических каучуков».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4 Аппаратура *и материалы*

4.1 Вальцы по *ГОСТ Р 54554*.

Допускается использовать вальцы, требования к которым установлены в ГОСТ ISO 2393.

4.2 Термостат по [*1*].

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

4.3 Пресс по *ГОСТ Р 54554*.

4.4 Эксикатор по ГОСТ 25336.

4.5 Весы неавтоматического действия высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

4.6 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

4.7 Силикагель или окись алюминия техническая.

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

Тарелочки из алюминиевой фольги сушат до постоянной массы (допустимое расхождение между последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г), охлаждают в эксикаторе, заполненном свежепрокаленным хлористым кальцием, до температуры окружающей среды и взвешивают».

Подраздел 5.1. Заменить ссылку: *ГОСТ 30263* на *ГОСТ ISO 2393*.

Пункт 6.2. Заменить слова: «вальцов» на «вальцов *(4.1)*», «*эксикаторе*» на «*эксикаторе (4.4)*».

Подраздел 8.1 изложить в новой редакции:

«8.1 Сущность метода

Взвешенную пробу каучука листуют на лабораторных вальцах, затем помещают в термостат и сушат до постоянной массы. Массовую долю летучих веществ вычисляют по формуле (2)».

Пункт 9.1. Заменить слово: «вальцах» на «вальцах *(4.1)*».

Пункт 9.2. Заменить слова: «термостат» на «термостат *(4.2)*», «*эксикаторе*» на «*эксикаторе (4.4)*», «постоянства массы» на «постоянной массы».

Подраздел 11.1 изложить в новой редакции:

«11.1 Сущность метода

Взвешенную пробу каучука вальцуют на лабораторных вальцах, затем помещают в термостат и сушат до постоянной массы. Массовую долю летучих веществ вычисляют по формуле (3)».

Пункт 12.1. Заменить слово: «вальцах» на «вальцах *(4.1)*».

Пункт 12.2. Первый абзац. Заменить слова: «*фольги*» на «*фольги (4.8)*», «термостат» на «термостат *(4.2)*»;

второй абзац. Заменить слова: «эксикаторе» на «эксикаторе *(4.4)*», «*свежепрокаленным хлористым кальцием или силикагелем, или окисью алюминия*» на «*свежепрокаленным хлористым кальцием (4.6) или силикагелем, или окисью алюминия (4.7)*».

Подраздел 14.1 изложить в новой редакции:

«**14.1 Сущность метода**

Пробу каучука вальцуют на лабораторных вальцах, взвешивают, а затем помещают в нагретый пресс, в котором под давлением выдерживают до полного удаления летучих веществ. Пробу вновь взвешивают и вычисляют массовую долю летучих веществ в процентах по потере массы».

Пункт 15.1. Заменить слово: «вальцах» на «вальцах *(4.1)*».

Пункт 15.3. Заменить слова: «каучук в пресс между» на «каучук между», «размещают в прессе» на «помещают в пресс *(4.3)*».

Пункт 15.4. Заменить слово: «эксикаторе» на «эксикаторе *(4.4)*».

Приложение ДА. Наименование и таблицу ДА.1 изложить в новой редакции:

«Сведения о соответствии ссылочного национального стандарта стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта
ГОСТ Р 54554—2011	MOD	ASTM D 3182 «Стандартные методы испытаний резин. Материалы, оборудование и методики смешения стандартных смесей и приготовления стандартных вулканизованных пластин»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированные стандарты.		

».

Библиографию изложить в новой редакции:

«Библиография

[1] *АСТМ Е 145* *Спецификация на термостаты с естественной и принудительной вентиляцией*

(ASTM E 145 *Specification for gravity-convection and forced — ventilation ovens)*

[2] *АСТМ Д 4483* *Руководство по оценке прецизионности для стандартов на методы испытаний для резиновой промышленности и производства технического углерода*

(ASTM D 4483 *Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries)».*

(ИУС № 11 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru