ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КАУЧУК И РЕЗИНА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ

ГОСТ 19816.4—91
(ИСО 247—90)

Издание официальное

24 руб. БЗ 1—92/9

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.962.2.001.4:006.354 Группа Л09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУК И РЕЗИНА

Определение золы

Rubber.
Determination of ash

ГОСТ
19816.4—91

(ИСО 247—90)

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий стандарт устанавливает методы определения золы в сырых каучуках, резиновых смесях и вулканизатах. Методы применимы для сырых, наполненных и вулканизованных каучуков групп M, N, O, R и U, приведенных в ГОСТ 28860 с учетом ограничений, указанных в пп. 1.2 и 1.3.

Стандарт не интерпретирует результаты определения золы в отношении состава неорганических химических веществ в резиновых смесях и вулканизатах. Это обязанность аналитиков, которые должны быть осведомлены о поведении добавок в резиновой смеси при повышенных температурах.

Метод В применим для тех же каучуков и резин, что и методы А и Б.

Дополнения и изменения, отражающие требования народного хозяйства, выделены курсивом.

1.2. Метод А не применяют для определения золы в резиновых смесях и резинах, содержащих хлор, бром или йод.

1.3. Метод Б может быть применен для резиновых смесей и резин, содержащих хлор, бром или йод, его не применяют для испытания сырых каучуков.

1.4. Соединения лития и фтора вступают в реакцию с кварцевым тиглем с образованием летучих веществ, что приводит к получению заниженных результатов содержания золы. Для определения золы в каучуках, содержащих фтор, а также каучуках, полученных при полимеризации на литьевых катализаторах, используют платиновые тигли.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

1.5. Методы определения золы не всегда дают одинаковые результаты испытаний, поэтому в протоколе испытания указывают применяемый метод.

1.6. Метод В не применяют для определения массовой доли золы резиновых смесей и резин, содержащих хлор, бром или йод.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 19338* Каучук. Определение летучих веществ.
ГОСТ 28860 Каучуки и латексы. Номенклатура.
ГОСТ 27109** Каучуки синтетические. Методы отбора и подготовки проб.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДОВ

3.1. Метод А

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

3.2. Метод Б

Взвешенную пробу нагревают в тигле в присутствии серной кислоты сначала с помощью газовой горелки, затем в муфельной печи до полного выгорания углеродосодержащих веществ и достижения постоянной массы.

Пункт 3.3. Метод В

Нагревают взвешенную пробу, завернутую в обеззоленный фильтр и помещенную в тигель, в муфельной печи до прекращения выделения летучих продуктов разложения, выгорания углеродосодержащих веществ и достижения постоянной массы.

4. РЕАКТИВЫ

Серная кислота (только для метода Б) аналитической чистоты, $\rho = 1{,}84$ г/см^3.

5. АППАРАТУРА

5.1. Обычная лабораторная аппаратура, а также фарфоровый, кварцевый или платиновый тигель вместимостью 50 см^3. Допускается использовать тигель минимальной вместимостью 25 см^3 на грамм испытуемой пробы для испытания синтетических каучуков.

---

* Допускается до введения ИСО 248 в качестве государственного стандарта.

** Допускается до введения ИСО 1795 и ИСО 1796 в качестве государственных стандартов.

5.2. Асбестовая пластина размером 100 мм² толщиной приблизительно 5 мм с отверстием в центре, соответствующим размерам тигля. Приблизительно $^2/_3$ тигля должны находиться ниже асбестовой пластины.

5.3. Горелка Бунзена или горелка аналогичной конструкции.

5.4. Муфельная печь, снабженная вытяжной трубой и устройством для обеспечения циркуляции воздуха в печи (может быть отрегулировано открытием дверцы печи). Муфельная печь должна обеспечить температуру (550±25)°С или (950±25)°С.

5.5. Бумага фильтровальная обеззоленная диаметром 90 мм.

5.6. Чашка фарфоровая для выпаривания.

6. ПОДГОТОВКА ИСПЫТУЕМОЙ ПРОБЫ

6.1. Пробы натурального каучука должны быть взяты из гомогенизированного образца, приготовленного в соответствии с ГОСТ 27109.

Пробы синтетического каучука должны быть взяты из высушенного каучука, полученного после определения содержания летучих веществ по ГОСТ 19338.

Допускается при использовании метода В отбирать пробы синтетического каучука по ГОСТ 27109 без предварительного высушивания.

6.2. Пробы резиновых смесей измельчают вручную.

6.3. Пробы вулканизатов листуют или измельчают в дробилке или вручную.

6.4. Необходимо следить за тем, чтобы испытуемые образцы резиновых смесей или вулканизатов соответствовали пробе.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

7.1. Метод А

Чистый тигель (п. 5.1) нагревают в муфельной печи (п. 5.4) при температуре (550±25)°С около 30 мин. Вынимают тигель из печи, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Пробу каучука массой 5 г или резиновой смеси или вулканизата массой от 1 до 5 г в зависимости от ожидаемой массы золы взвешивают с точностью до 0,1 мг. Помещают взвешенную пробу в тигель, установленный в отверстие асбестовой пластины (п. 5.2). Осторожно нагревают тигель на горелке (п. 5.3) под колпаком вытяжной вентиляции, следя за тем, чтобы каучук не воспламенился. При выбросе или иной 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 му-

фельную 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. Эта масса не должна отличаться от массы, полученной при предыдущем взвешивании 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 тех пор, пока это условие не будет выполнено.

Примечание. Для резиновых смесей или вулканизатов может быть использована температура (950±25)°С.

7.2. Метод Б

Чистый тигель (п. 5.1) нагревают в муфельной печи (п. 5.4) в течение 30 мин при температуре (950±25)°С, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Пробу массой от 1 до 5 г из резиновой смеси или вулканизата взвешивают с точностью до 0,1 мг, помещают в тигель и заливают 3,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты (разд. 4) так, чтобы вся проба была полностью погружена в кислоту. Тигель с содержимым устанавливают в отверстие асбестовой пластины (п. 5.2) и осторожно нагревают с помощью газовой горелки под колпаком вытяжной вентиляции. Если в начале реакции смесь интенсивно набухает, отодвигают горелку, чтобы избежать потери продукта. Когда реакция пойдет более спокойно, увеличивают пламя горелки и продолжают нагревать 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 в течение 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. Вновь 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 данная масса отличается от предыдущей более чем на 1 отн. % от массы золы, повторяют нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока результаты двух последовательных взвешиваний не будут отличаться менее чем на 1% отн. от массы золы.

7.3. Метод В

7.3.1. От 2 до 20 г каучука взвешивают с погрешностью не более 2 мг, заворачивают в кусочек беззольного фильтра (для высокомолекулярных каучуков) и помещают в тигель. Навеску низкомолекулярного каучука, помещенную в тигель, накрывают кусочком фильтровальной бумаги, вырезанной по диаметру тигля.

Пробу сжигают при полуоткрытом отверстии в дверце. После обугливания пробы каучука тигель прокаливают в печи до получения светлой золы; при наличии в золе черных включений тигель вынимают из печи, охлаждают и остаток смачивают 6—10 каплями дистиллированной воды. После этого упаривают воду в тигле на плитке, затем тигель помещают в печь и прокаливают до получения светлой золы.

Если через 10—15 мин зола не посветлеет, обработку водой повторяют. Озоление считают законченным при отсутствии в золе черных включений. Тигель с золой охлаждают в эксикаторе, взвешивают с точностью до 0,2 мг и снова помещают в муфельную печь на 20—30 мин. Прокаливание, охлаждение и взвешивание проводят до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,4 мг.

7.3.2. Определение водорастворимой части золы

В тигель с золой наливают 10 см³ горячей дистиллированной воды и кипятят 2—3 мин, после этого воду из тигля декантируют через беззольный фильтр в чашку для выпаривания. Операцию обработки золы 10 см³ воды выполняют еще дважды. Затем осадок переносят на фильтр и промывают три раза горячей водой порциями по 5 см³, собирая промывные воды в ту же чашку. Если предполагается незначительное количество водорастворимой золы (до 50% общей зольности), фильтр с осадком помещают в тот же тигель, подсушивают на электроплитке и сжигают в муфельной печи. После охлаждения в эксикаторе остаток взвешивают с точностью до 0,2 мг.

Если предполагается значительное количество водорастворимой золы, чашку с фильтратом помещают на песчаную или водяную баню и упаривают ее содержимое досуха Затем полученный остаток прокаливают в муфельной печи.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание проводят до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,4 мг.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю золы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 100,$$

где m_0 — масса пробы, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с золой, г.

Количество водорастворимой части золы в процентах (по массе) вычисляют по формулам:

для незначительного количества водорастворимой части золы

$$X_1 = \frac{m_3 - m_4}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески каучука, г;

m_3 — масса золы до растворения, г;

m_4 — масса золы после растворения, г.

для значительного количества водорастворимой части золы

$$X_2 = \frac{m_5}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески каучука, г;

m_5 — масса осадка после упаривания фильтрата, г.

Проводят не менее двух параллельных определений.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 15 отн. % по отношению к найденному среднему значению.

9. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

полную идентификацию испытуемого образца или пробы;

обозначение настоящего стандарта;

применяемый метод;

температуру испытания или причины использования температуры (950±25)°С в методе А;

массовую долю золы в процентах;

дату испытания.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским институтом синтетического каучука (ВНИИСК)

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2155
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 247—90 «Каучук и резина. Определение зольности» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. ВЗАМЕН ГОСТ 19816.4—74

4. Срок проверки стандарта — 1998 г.

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Пункт, раздел
ГОСТ 19338—90	2, 6
ГОСТ 27109—86	2, 6
ГОСТ 28860—90	1.1; 2

Редактор *В. П. Огурцов*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *И. Л. Асауленко*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 21.01.92 Подп. в печ. 14.04.92 Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,41. Тир. 640 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 864