

---

---

**Каучук сырой гидрированный  
нитрильный (HNBR). Определение  
остаточной ненасыщенности по  
йодному числу**

*Raw hydrogenated nitrile rubber (HNBR) — Determination of residual  
unsaturation by iodine value*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17564:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f83ceacc-e9e4-4a06-91e8-ef6694cc86ac/iso-17564-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 17564:2008(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe — торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами – членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17564:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f83ceacc-e9e4-4a06-91e8-ef6694cc86ac/iso-17564-2008>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

**Содержание**

Страница

Предисловие .....	iv
<b>1 Область применения .....</b>	<b>1</b>
<b>2 Нормативные ссылки .....</b>	<b>1</b>
<b>3 Принцип .....</b>	<b>1</b>
<b>4 Реактивы .....</b>	<b>1</b>
<b>5 Аппаратура.....</b>	<b>2</b>
<b>6 Методика .....</b>	<b>2</b>
<b>7 Расчет .....</b>	<b>3</b>
<b>8 Прецизионность.....</b>	<b>3</b>
<b>9 Протокол испытания.....</b>	<b>3</b>
<b>Приложение А (нормативное) Приготовление раствора Вийса .....</b>	<b>4</b>
<b>Приложение В (информативное) Прецизионность .....</b>	<b>5</b>
<b>Библиография.....</b>	<b>6</b>

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17564:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f83ceacc-e9e4-4a06-91e8-ef6694cc86ac/iso-17564-2008>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 17564 разработан Техническим комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 2, *Испытания и анализ*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 17564:2001), которое было пересмотрено, главным образом, для того, чтобы более четко установить диапазоны размеров проб для анализа в Таблице 1, внести поправки в формулу Раздела 7 и включить новые показатели прецизионности (в Приложении В).

# Каучук сырой гидрированный нитрильный (HNBR). Определение остаточной ненасыщенности по йодному числу

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Пользователи настоящего международного стандарта должны хорошо знать обычную лабораторную практику. Целью данного международного стандарта не является рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователи этого международного стандарта несут ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности и охраны здоровья и гарантируют соответствие любым национальным регулирующим положениям.

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ** — Некоторые методики, установленные в настоящем международном стандарте, могут включать использование или образование веществ либо образование отходов, которые могут оказывать вредное местное воздействие на окружающую среду. Необходимо делать ссылку на соответствующую документацию по безопасному обращению и удалению их после использования.

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения йодного числа (т.е. остаточной ненасыщенности) с помощью раствора Вийса в сыром гидрированном нитрильном каучуке (HNBR).

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 1795, *Каучук сырой натуральный и синтетический. Отбор образцов и процедуры их приготовления*

## 3 Принцип

Растворяют образец HNBR в хлороформе. Добавляют известный избыток раствора Вийса к полученному раствору и оставляют его на заданное время для завершения реакции присоединения йода, чтобы определить остаточную ненасыщенность каучука HNBR. Затем нейтрализуют непрореагировавший раствор Вийса раствором йодида калия, титруют выделенный таким образом йод стандартным раствором тиосульфата натрия и рассчитывают йодное число (остаточную ненасыщенность).

## 4 Реактивы

При анализе используют только реактивы признанного аналитического качества, если не оговорено особо.

**4.1 Вода:** При анализе используют только дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.2 Хлороформ.

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ** — Хлороформ опасен при глотании или вдыхании и вызывает раздражение кожи. Поэтому следует соблюдать специальные меры безопасности, включая использование вытяжного шкафа.

4.3 Раствор Вийса (см. Приложение А).

4.4 Водный раствор йодида калия концентрацией 100 г/л.

4.5 Раствор крахмала концентрацией 10 г/л.

4.6 Титрованный раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/л.

5 Аппаратура

5.1 Механический встряхиватель.

5.2 Баня с постоянной температурой, способная поддерживать температуру  $(25 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

5.3 Аналитические весы, с точностью до 0,1 мг.

5.4 Коническая колба со стеклянной пробкой, вместимостью 300 см<sup>3</sup>.

5.5 Пипетки, вместимостью 10 см<sup>3</sup> и 25 см<sup>3</sup>.

5.6 Бюретка, вместимостью 50 см<sup>3</sup>, с ценой деления шкалы 0,1 см<sup>3</sup>.

6 Методика

6.1 От образца, полученного согласно ISO 1795, отвешивают с точностью до 0,1 мг пробу для анализа, размер которой соответствует предполагаемой степени ненасыщенности (йодному числу), как указано в Таблице 1, и помещают ее в коническую колбу со стеклянной пробкой вместимостью 300 см<sup>3</sup>.

Таблица 1 — Рекомендуемые размеры пробы для анализа

Предполагаемая степень ненасыщенности (йодное число)	Масса пробы г
Более 30	0,35–0,40
Более 15 и до 30	0,40–0,50
Более 8 и до 15	0,50–0,70
до 8	0,90–1

6.2 Добавляют в колбу 50 см<sup>3</sup> хлороформа (4.2), закрывают ее пробкой и помещают на механический встряхиватель до полного растворения пробы для анализа. Затем помещают колбу в баню с постоянной температурой  $(25 \pm 1) ^\circ\text{C}$  на 30 мин.

6.3 Удаляют колбу из бани и отбирают пипеткой точно 25 см<sup>3</sup> раствора Вийса (4.3) в колбу. Сразу же закрывают колбу пробкой и осторожно встряхивают для перемешивания. Помещают колбу в баню с постоянной температурой на 120 мин  $\pm$  5 мин для завершения реакции присоединения йода.

6.4 Как только реакция присоединения завершается, вынимают колбу из бани и быстро добавляют с помощью пипетки 10 см<sup>3</sup> раствора йодида калия (4.4). Сразу же закрывают колбу пробкой и энергично встряхивают.

**6.5** Слегка приподнимают пробку и, используя промывалку, промывают пробку и горло колбы минимальным количеством воды (см. 4.1) таким образом, чтобы промывные воды стекали непосредственно в колбу. Возвращают пробку на место, осторожно взбалтывают и оставляют колбу постоять в течение 5 мин.

**6.6** Через 20 мин титруют раствором тиосульфата натрия (4.6), осторожно взбалтывая колбу. Когда верхний (водный) слой становится бледно-желтым, добавляют приблизительно 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала (4.5). Закрывают колбу пробкой и энергично встряхивают. Продолжают титрование, время от времени энергично встряхивая колбу до исчезновения фиолетовой окраски комплекса йод/крахмал. Важно, чтобы титрование раствором тиосульфата натрия было закончено в пределах 30 мин после добавления раствора йодида калия.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Важно энергично встряхивать колбу после добавления раствора крахмала, чтобы обеспечить полное удаление йода из хлороформа в водный слой, где он становится способным реагировать с крахмалом.

**6.7** Оставляют колбу постоять в течение 30 мин. В случае появления окраски добавляют еще титрант при энергичном встряхивании до тех пор, пока дополнительная окраска не появляется при стоянии в течение 30 мин.

**6.8** Проводят контрольное титрование, выполняя операции, указанные в 6.2–6.7.

## 7 Расчет

Рассчитывают йодное число по следующей формуле:

$$A = \frac{V_0 - V_1 \times c \times 12,69}{m}$$

где

- A* йодное число (г йода/100 г образца);
- V*<sub>1</sub> объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный при титровании пробы для анализа (см<sup>3</sup>);
- V*<sub>0</sub> объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный при контрольном титровании (см<sup>3</sup>);
- m* масса пробы для анализа (г);
- c* концентрация раствора тиосульфата натрия (моль/л);
- 12,69 атомная масса йода × 100/1 000.

## 8 Прецизионность

См. Приложение В.

## 9 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- все детали, необходимые для полной идентификации анализируемого образца;
- ссылку на настоящий международный стандарт;
- любое отклонение от данного международного стандарта;
- йодное число, выраженное с точностью до 0,1 единицы;
- дату анализа.

## Приложение А (нормативное)

### Приготовление раствора Вийса

**A.1** Взвешивают с точностью до 0,1 г от 4,8 г до 5,2 г трихлорида йода и помещают его в склянку из коричневого стекла вместимостью 1 л с навинчивающейся крышкой, облицованной PTFE.

**A.2** Взвешивают с точностью до 0,1 г 5,5 г йода и помещают его в коническую колбу вместимостью 1 л со стеклянной пробкой, содержащую 640 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты. Закрывают колбу пробкой и осторожно взбалтывают ее для растворения йода.

**A.3** Осторожно вливают раствор йода/уксусной кислоты в склянку из коричневого стекла, содержащую трихлорид йода. Закрывают склянку крышкой и осторожно взбалтывают для перемешивания.

**A.4** Приклеивают на склянку этикетку, указывающую дату приготовления раствора. Хранят склянку в темном месте. Раствор не должен использоваться более чем через 30 дней после приготовления.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 17564:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f83ceacc-e9e4-4a06-91e8-ef6694cc86ac/iso-17564-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f83ceacc-e9e4-4a06-91e8-ef6694cc86ac/iso-17564-2008>

## Приложение В (информативное)

### Прецизионность

**В.1** Прецизионность была определена с помощью программы межлабораторных испытаний. В этой программе были использованы три различных материала (марки HNBR) с разной степенью ненасыщенности. Они были проанализированы в четырех лабораториях в течение двух разных дней одной недели, не следующих друг за другом. Повторные анализы проводились каждый день.

**В.2** Расчеты прецизионности для выражения повторяемости и воспроизводимости были выполнены в соответствии с ISO/TR 9272:2005. Следует обращаться к этому стандарту относительно понятий и номенклатуры прецизионности.

**В.3** Была определена межлабораторная прецизионность типа 1. Установленные повторяемость и воспроизводимость являются краткосрочными, поскольку результаты испытаний отделяет друг от друга одна неделя. Для всех данных,  $p = 4$ ,  $q = 3$  и  $n = 4$ .

Анализ прецизионности был проведен согласно общей процедуре, разработанной в ISO/TR 9272:2005. Показатели повторяемости включают два недифференцированных источника вариации, повторенные в пределах одного дня и в разные дни. Конечные значения показателей прецизионности приводятся в Таблице В.1. Эти показатели прецизионности не следует использовать для приемки/отбраковки материалов без наличия документации, предназначенной для этих материалов и содержащей протоколы испытаний, включающие данный метод испытания.

**В.4 Повторяемость:** Повторяемость  $r$  йодного числа каучука HNBR была установлена в виде соответствующего значения любого параметра, указанного в Таблице В.1. Результаты двух отдельных испытаний, полученные в одной и той же лаборатории с применением обычных процедур метода испытаний, которые отличаются более чем на указанное в таблице значение  $r$ , следует рассматривать как сомнительные, что требует проведения соответствующего анализа.

**В.5 Воспроизводимость:** Воспроизводимость  $R$  йодного числа каучука HNBR была установлена в виде соответствующего значения любого параметра, указанного в Таблице В.1. Результаты двух отдельных испытаний, полученные в разных лабораториях с применением обычных процедур метода испытаний, которые отличаются более чем на указанное в таблице значение  $R$ , следует рассматривать как сомнительные, что требует проведения соответствующего анализа.

Таблица В.1 — Показатели прецизионности

Образец HNBR	Йодное число (среднее) г/100 г	В одной лаборатории			Между лабораториями		
		$s_r$	$r$	( $r$ )	$s_R$	$R$	( $R$ )
1	5,05	0,184	0,520	10,30	0,259	0,732	14,50
2	10,38	0,148	0,420	4,05	0,596	1,686	16,24
3	26,86	0,240	0,679	2,53	0,498	1,409	5,25

$s_r$  внутрилабораторное среднее квадратическое отклонение;  
 $r$  повторяемость (в единицах измерения);  
( $r$ ) повторяемость (в процентах среднего значения для материала);  
 $s_R$  межлабораторное среднее квадратическое отклонение;  
 $R$  воспроизводимость (в единицах измерения);  
( $R$ ) воспроизводимость (в процентах среднего значения для материала).

## Библиография

- [1] ISO/TR 9272:2005, *Каучук и каучуковые изделия. Определение прецизионности для стандартов на методы испытаний*
- [2] ASTM D 5902, *Каучук. Стандартный метод определения остаточной ненасыщенности гидрированного нитрильного каучука (HNBR) по йодному числу*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 17564:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f83ceacc-e9e4-4a06-91e8-ef6694cc86ac/iso-17564-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f83ceacc-e9e4-4a06-91e8-ef6694cc86ac/iso-17564-2008>