
**Каучук. Определение содержания
веществ, экстрагируемых
растворителем**

Rubber – Determination of solvent extract

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1407:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011>

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



Ссылочный номер
ISO 1407:2011(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 интегрированные шрифты, и они не будут установлены на 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 фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были 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, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1407:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не оговорено другое, никакая часть этой публикации не может быть воспроизведена или использована в любой форме или любыми средствами, электронными или механическими, включая фотокопирование и микрофильмирование, без предварительного письменного разрешения либо от ISO по нижеприведенному адресу, либо от комитета-члена ISO страны запрашивающей организации.

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
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Сущность метода	2
4 Растворитель	2
5 Аппаратура	2
6 Подготовка образцов для испытания	3
6.1 Методы А и В	3
6.2 Метод С (только для каучука)	3
6.3 Метод D (только для каучука)	5
7 Проведение испытания	5
7.1 Общие положения	5
7.2 Метод А	5
7.3 Метод В	6
7.4 Метод С	6
7.5 Метод D	7
8 Расчет и обработка результатов	9
8.1 Метод А	9
8.2 Метод В	9
8.3 Method C	9
8.4 Метод D	10
8.5 Обработка результатов	10
9 Прецизионность	10
10 Протокол испытания	10
Приложение А (информативное) Рекомендуемые растворители	12
Приложение В (информативное) Прецизионность	14
Приложение С (информативное) Пример определения минимального числа циклов экстракции для комбинации каучук-растворитель: EPDM и 2-бутанон	18
Библиография	19

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких бы то ни было или всех подобных патентных прав.

ISO 1407 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 2, *Испытания и анализ*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 1407:2009) после технического пересмотра с добавлением Метода D только для каучука.

Каучук. Определение содержания веществ, экстрагируемых растворителем

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пользователи данного международного стандарта должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий международный стандарт не ставит цели решить все существующие проблемы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь сам несет ответственность за технику безопасности и охрану здоровья с целью обеспечения соответствия условиям национальных регламентов.

ВНИМАНИЕ! — Определенные методики, установленные в данном международном стандарте, могут включать применение или образование веществ или отходов, которые представляют опасность для окружающей среды. Необходимо пользоваться соответствующей документацией по безопасному обращению и утилизации после использования вредных веществ.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает четыре метода количественного определения содержания веществ, экстрагируемых из каучуков, натуральных и синтетических, два из них применимы также к невулканизированным и вулканизированным резиновым смесям.

Метод А измеряет массу материала, экстрагированного растворителем, после выпаривания растворителя, относительно массы исходного образца для испытания.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778->

Метод В измеряет разность масс испытуемого образца до и после экстракции.

Метод С, который используется только для каучука, измеряет разность масс испытуемого образца до и после экстракции с использованием кипящего растворителя.

Метод D, который используется только для каучука, измеряет разность масс испытуемого образца до и после экстракции относительно первоначальной массы испытуемого образца.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 В зависимости от используемого метода испытания, условий кондиционирования испытуемого образца и используемого растворителя результат испытания не обязательно будет одинаковым.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Метод С обычно дает результаты, которые ниже результатов, полученных методами А и В за счет устанавливающегося равновесия, особенно, если используют образцы для испытания большого размера, а также в зависимости от содержания и природы экстрагируемого материала. Метод С в то же время является более быстрым методом, чем метод А или метод В.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Если анализируемая проба разлагается в процессе экстракции, то методы С и D применять нельзя.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 Метод D обычно используется для производственного контроля.

Рекомендации в отношении того, какой растворитель наиболее подходит к каждому типу каучука, приводятся в Приложении А.

2 Нормативные ссылки

Следующие ниже стандарты являются обязательными для применения настоящего документа. В отношении жестких ссылок действительно только приведенное издание. В отношении плавающих ссылок действует последнее издание (включая любые изменения).

ISO 1795, *Каучук, натуральный и синтетический. Отбор проб и подготовка образцов*

ISO 4661-2, *Каучук вулканизированный. Подготовка проб и образцов для испытания. Часть 2: Химические испытания*

3 Сущность метода

Экстракцию анализируемого образца каучука выполняют подходящим растворителем на подходящем оборудовании.

Экстрагированное количество материала определяют измерением либо массы экстракта, либо массы испытуемого образца после экстракции и сопоставлением полученного значения с массой исходного образца для анализа.

4 Растворитель

В процессе анализа используют растворители только признанной аналитической чистоты.

Предпочтительно использовать один из растворителей, рекомендованных в Таблице А.1, если нет иных указаний или договоренностей между заинтересованными сторонами.

ВНИМАНИЕ! — Пользователям настоящего международного стандарта рекомендуется предварительно изучить данные по технике безопасности при работе с растворителями и принять соответствующие меры.

5 Аппаратура

5.1 **Весы**, точность $\pm 0,1$ мг.

5.2 **Экстрактор**: Примеры подходящих типов аппаратов для экстракции показаны на Рисунке 1. Можно использовать любой другой тип экстрактора, который выполняет аналогичную функцию, при условии, что полученные результаты будут такими же, как результаты, полученные на экстракторе, показанном на Рисунке 1.

ПРИМЕЧАНИЕ Аппарат, используемый для методов С и D, такой же, как используется в методах А и В, но без камеры для экстракции.

5.3 **Регулируемая система нагревания.**

5.4 **Роторный испаритель** или оборудование для выпаривания любого другого типа.

5.5 **Оборудование для сушки**, типа сушильной печи или эксикатора вакуумного типа.

6 Подготовка образцов для испытания

6.1 Методы А и В

От каучука и невулканизированной резиновой смеси отбирают лабораторный образец в соответствии с ISO 1795 и пропускают его при температуре окружающей среды через лабораторные вальцы с двумя валками или прессуют для получения листов толщиной порядка 0,5 мм..

От вулканизированного каучука отбирают лабораторный образец в соответствии с ISO 4661-2. Поскольку эффективность экстракции является функцией площади контакта твердого вещества с растворителем, образец измельчают, если необходимо, чтобы получить фрагменты с максимальной площадью поверхности не более 2 мм².

6.2 Метод С (только для каучука)

6.2.1 Отбирают образец в соответствии с ISO 1795 и готовят его в соответствии с 6.2.2 или 6.2.3.

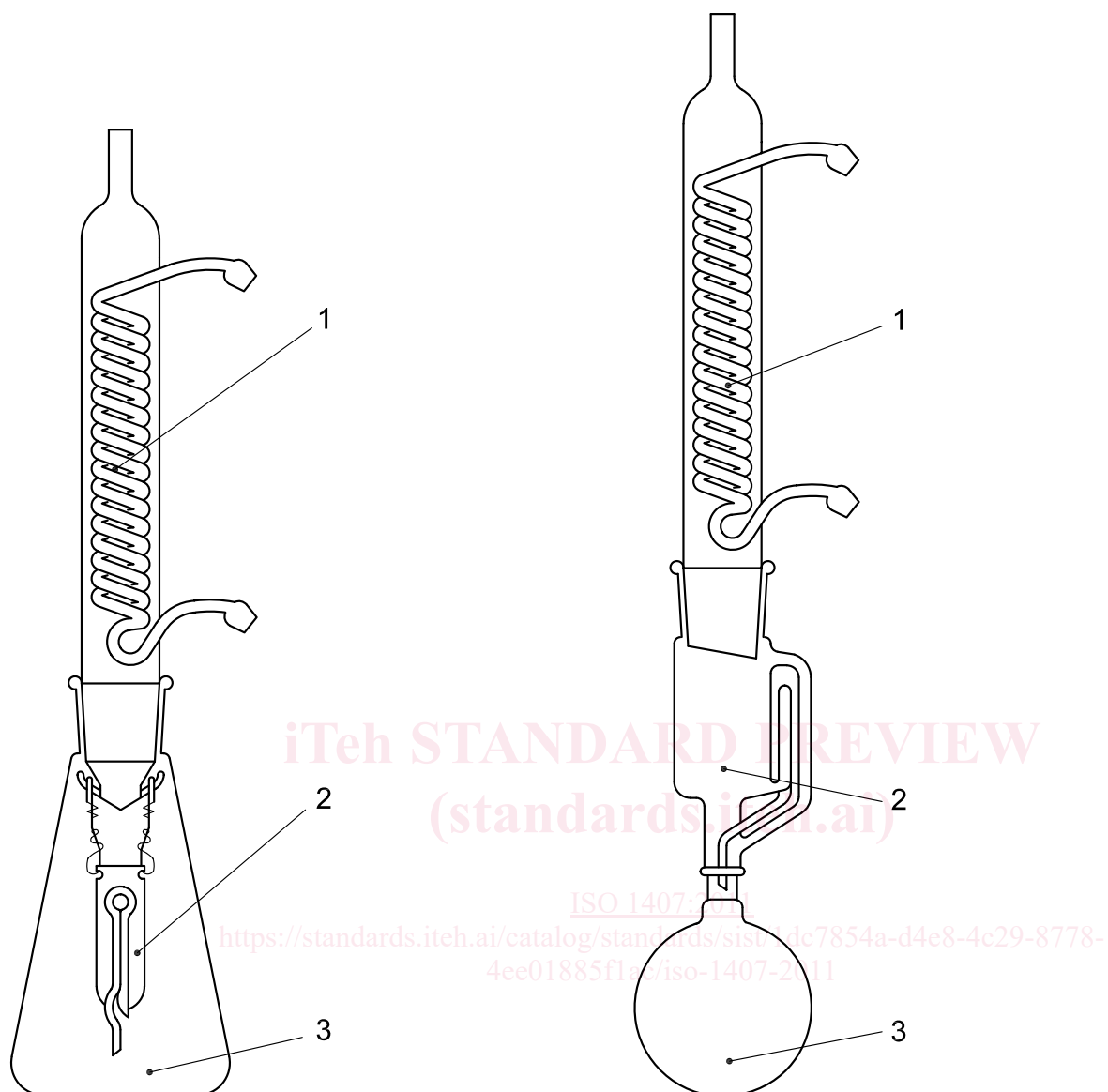
6.2.2 Пропускают образец при температуре окружающей среды через лабораторные вальцы с двумя валками или прессуют, чтобы получить листы толщиной не более 0,5 мм.

Толщина листов имеет большое значение для эффективности экстракции. Если затруднительно получить листы толщиной 0,5 мм или меньше, температуру вальцевания или прессования можно увеличить максимум до 100 °С.

6.2.3 Измельчают образец, чтобы получить фрагменты с максимальной площадью поверхности не более 2 мм².

ISO 1407:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011>



**а) Экстрактор Кумагавы,
стеклянный**

**б) Экстрактор Soxhlet,
стеклянный**

Обозначение

- 1 холодильник
- 2 камера для экстракции
- 3 колба-приемник

Рекомендуется соединения на шлифе оставлять без смазки.

Рисунок 1 — Подходящие экстракторы

6.3 Метод D (только для каучука)

Отбирают образец в соответствии с ISO 1795. Впрессовывают в образец сетку из хромоникелевой проволоки, сворачивают в трубку.

7 Проведение испытания

7.1 Общие положения

Определение выполняют двумя параллельными опытами.

7.2 Метод А

7.2.1 Просушивают пустую колбу-приемник до постоянной массы и взвешивают ее (m_1).

7.2.2 Взвешивают, с точностью до 1 мг, образец для анализа массой от 2 г до 5 г (m_0), в зависимости от ожидаемого количества экстракта.

7.2.3 Помещают взвешенный образец в экстракционную гильзу из целлюлозы или заворачивают его в фильтровальную бумагу или в металлотканую сетку с ячейками, подходящими по размеру и форме к фрагментам испытуемого образца (например, 150 мкм или 100 меш). Такие оберточные материалы необходимо заранее промыть растворителем, который будет использован для экстракции. Помещают завернутый образец в камеру для экстракции.

7.2.4 Вводят объем растворителя, в два-три раза превышающий объем камеры для экстракции, в колбу-приемник. Затем собирают экстрактор.

7.2.5 Выполняют экстракцию в течение $16 \text{ ч} \pm 0,5 \text{ ч}$ (или менее продолжительное время, если можно продемонстрировать, что экстракция при этом будет полной). В процессе экстракции поддерживают условия нагревания таким образом, чтобы растворитель перегонялся со скоростью, при которой экстракционная камера будет наполняться не реже 5 раз в час.

7.2.6 В конце периода нагревания нагреватель отключают, дают аппарату остыть, извлекают экстракционную камеру из аппарата и выбрасывают испытуемый образец, если он не понадобится для последующих испытаний.

7.2.7 С помощью роторного испарителя и/или другого подходящего оборудования удаляют растворитель из экстракта до получения постоянной массы (т.е. пока разность между двумя последовательными взвешиваниями с интервалом в 30 мин не составит 0,2 % или меньше). Записывают массу колбы-приемника с экстрактом (m_2).

Растворитель также можно выпаривать из открытой колбы при небольшом нагревании с помощью нагревателя, использованного при экстракции.

ВНИМАНИЕ! — Это можно проделать только в том случае, если местный регламент по безопасности и охране здоровья не запрещает таких процедур, и только в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу.

7.2.8 Выполняют холостой опыт, проводя весь процесс на том же оборудовании с таким же количеством растворителя, как в испытании, но без анализируемого образца.

7.3 Метод В

7.3.1 Взвешивают, с точностью до 1 мг, образец для анализа массой от 0,5 г до 5 г (m_0), в зависимости от ожидаемого количества экстрагируемого материала.

7.3.2 Помещают взвешенный образец в экстракционную гильзу из целлюлозы или заворачивают его в фильтровальную бумагу или в металлотканую сетку с ячейками, подходящими по размеру и форме к фрагментам испытуемого образца (например, 150 мкм или 100 меш). Такие оберточные материалы необходимо заранее промыть растворителем, который будет использован для экстракции. Помещают завернутый образец в камеру для экстракции.

7.3.3 Вводят объем растворителя, в два-три раза превышающий объем камеры для экстракции, в колбу-приемник. Затем собирают экстрактор.

7.3.4 Выполняют экстракцию в течение $16 \text{ ч} \pm 0,5 \text{ ч}$ (или менее продолжительное время, если можно продемонстрировать, что экстракция при этом будет полной). В процессе экстракции поддерживают условия нагревания таким образом, чтобы растворитель перегонялся со скоростью, при которой экстракционная камера будет наполняться не реже 5 раз в час.

7.3.5 В конце периода нагревания нагреватель отключают, дают аппарату остыть, извлекают экстракционную камеру из аппарата и извлекают испытуемый образец. Растворитель утилизируют соответствующим образом.

7.3.6 Просушивают анализируемый образец в печи до постоянной массы (т.е. пока разность между двумя последовательными взвешиваниями с интервалом в 30 мин не составит 0,2 % или меньше) при температуре выше температуры кипения использованного растворителя. Продолжительность сушки порядка 1 ч при температуре 100 °С в вентилируемой сушильной печи обычно бывает достаточной.

ВНИМАНИЕ! — В целях безопасности осторожно промокают анализируемый образец абсорбирующей тканью, чтобы удалить избыток растворителя или сушат на воздухе в сушильной камере перед тем, как поместить в печь.

Высушенный образец оставляют в эксикаторе для охлаждения и затем взвешивают.

Рекомендуется проверить высушенный образец на возможное окисление.

ПРИМЕЧАНИЕ В присутствии воздуха слишком высокая температура в печи может привести к разложению анализируемого образца, что повлияет на результат. Применение вакуума снижает температуру кипения растворителя.

7.4 Метод С

7.4.1 Разрезают лабораторный образец каучука на листы массой от 90 мг до 110 мг.

7.4.2 Взвешивают, с точностью до 0,1 мг, образец для анализа массой от 200 мг до 600 мг (m_0), в зависимости от ожидаемого количества экстракта.

7.4.3 Помещают взвешенный испытуемый образец в колбу-приемник вместимостью от 150 мл до 300 мл.

7.4.4 Добавляют 25 см³ растворителя на каждые 100 мг анализируемого образца. Присоединяют холодильник к колбе-приемнику и кипятят колбу с обратным холодильником в течение 30 мин.

7.4.5 В конце этого периода дают аппарату остыть и отсоединяют колбу-приемник от холодильника. Декантируют растворитель и добавляют такое же количество свежего растворителя, как добавляли в 7.4.4. Присоединяют холодильник к колбе-приемнику и кипятят колбу с обратным холодильником еще в течение 30 мин.

7.4.6 В конце второго периода кипячения дают аппарату остыть и отсоединяют колбу-приемник от холодильника. Декантируют растворитель и добавляют такое же количество свежего растворителя, как добавляли в 7.4.4. Присоединяют холодильник к колбе-приемнику и кипятят колбу с обратным холодильником еще в течение 30 мин.

7.4.7 В конце третьего периода кипячения выключают нагреватель, дают аппарату остыть и отсоединяют колбу-приемник от холодильника. Выливают содержимое колбы-приемника на чистый тканевой фильтр с размером отверстий, подходящим для частиц анализируемого образца, чтобы получить пробу экстракта для анализа. От растворителя избавляются надлежащим образом.

Если частицы проходят через тканевой фильтр, то выполняют либо все процедуры с 7.4.1 по 7.4.7 снова, используя более подходящий фильтр, либо используют метод А или В.

Если масса тканевого фильтра известна, последующие операции сушки и взвешивания можно выполнять с испытуемым образцом на ткани.

7.4.8 Сушат образец в печи до постоянной массы (т.е. пока разность между двумя последовательными взвешиваниями с интервалом в 30 мин не составит 0,2 % или меньше) при температуре выше точки кипения используемого растворителя. Продолжительность сушки порядка 1 ч при температуре 100 °С в вентилируемой сушильной печи обычно бывает достаточной.

ВНИМАНИЕ! — В целях безопасности осторожно промокают анализируемый образец абсорбирующей тканью, чтобы удалить избыток растворителя или сушат на воздухе в сушильной камере перед тем, как поместить в печь.

Высушенный образец оставляют в эксикаторе для охлаждения и затем взвешивают.

Рекомендуется проверить высушенный образец на возможное окисление.

ПРИМЕЧАНИЕ В присутствии воздуха слишком высокая температура в печи может привести к разложению анализируемого образца, что повлияет на результат. Применение вакуума снижает температуру кипения растворителя.

7.5 Метод D

7.5.1 Взвешивают образец для анализа массой $0,5 \text{ г} \pm 0,05 \text{ г}$ с точностью до 1 мг.

7.5.2 Готовят трубку из хромоникелевой сетки¹ следующим образом.

- a) Замачивают сетку в выбранном растворителе в течение 8 ч и затем сушат в печи, поддерживаемой при температуре $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ в течение 1 ч. Взвешивают сетку с точностью до 0,1 мг (m_7) и готовят пресс в сборе, как показано на Рисунке 2, следя за тем, чтобы испытуемый образец находился в середине сетки.

¹ Хромоникелевая сетка (тканая проволочная сетка), размерами: 80 мм × 80 мм; число ячеек на 25,4 мм²: 100; номинальный размер отверстия: 0,14 мм; диаметр проволоки: 0,11 мм.