

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
248-2**

Первое издание
2012-05-01

Каучук. Определение содержания летучих веществ.

Часть 2. Термогравиметрические методы с использованием автоматического анализатора с инфракрасным высушивающим устройством

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263ff8eb-e52e-417b-92a7-b958bce9bbce/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263ff8eb-e52e-417b-92a7-b958bce9bbce/iso-248-2)

Rubber, raw — Determination of volatile-matter content —

Part 2: Thermogravimetric methods using an automatic analyser with an infrared drying unit

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



Ссылочный номер
ISO 248-2:2012(R)

© ISO 2012

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 фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным 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 248-2:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263ff8eb-e52e-417b-92a7-b958bce9bbce/iso-248-2-2012>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2012

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, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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 Реактивы | 2 |
| 5 Оборудование | 2 |
| 5.1 Автоматический анализатор | 2 |
| 6 Отбор пробы и приготовление образца для испытания | 3 |
| 7 Процедура | 3 |
| 7.1 Общие положения | 3 |
| 7.2 Определение конечной точки для метода А и для метода В | 3 |
| 7.3 Метод А (метод с установленным временем сушки) | 5 |
| 7.4 Метод В (в котором сушка заканчивается, когда скорость потери массы снизилась до установленного уровня) | 5 |
| 7.5 Вычисление содержания летучих веществ | 5 |
| 8 Прецизионность..... | 6 |
| 9 Протокол испытания..... | 6 |
| Приложение А (информативное) Примеры условий испытаний..... | 7 |
| Приложение В (информативное) Прецизионность | 8 |
| Библиография..... | 10 |

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263ff8eb-e52e-417b-92a7-b958bce9bbce/iso-248-2-2012>

Предисловие

(Международная организация по стандартизации) представляет собой международное объединение национальных организаций по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно осуществляется через технические комитеты ISO. Каждая организация-член ISO может принимать участие в работе любого технического комитета по интересующему её вопросу. Другие международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в этой 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 организациям-членам ISO на голосование. Для публикации документа в качестве международного стандарта требуется одобрение не менее 75 % организаций-членов, участвующих в голосовании.

Необходимо иметь в виду, что некоторые аспекты настоящего международного стандарта могут быть предметом патентных прав. ISO не несет ответственности за установление частично или полностью таких прав.

ISO 248-2 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 2, *Испытания и анализы*.

Настоящее первое издание отменяет и заменяет ISO 248:2005, который был технически пересмотрен.

ISO 248 состоит из следующих частей, под общим наименованием *Каучук. Определение содержания летучих веществ*:

- *Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата*
- *Часть 2. Термогравиметрические методы с использованием автоматического анализатора с инфракрасным высушивающим устройством*

Каучук. Определение содержания летучих веществ.

Часть 2.

Термогравиметрические методы с использованием автоматического анализатора с инфракрасным высушивающим устройством

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Применяющие настоящий международный стандарт должны быть хорошо знакомы с обычной лабораторной практикой. Стандарт не преследует цели отразить все проблемы безопасности, связанные с его использованием. На применяющих стандарт лежит ответственность по установлению необходимых правил безопасности и охраны здоровья и по обеспечению соответствия их национальным правилам и предписаниям

ВАЖНО — Определенные процедуры, указанные в настоящем стандарте, могут включать в себя использование или производство веществ, или производство отходов, которые могут послужить причиной местной экологической опасности. Следует сделать ссылку на соответствующую документацию по безопасному обращению и утилизации после использования

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Область применения

1.1 Настоящая часть ISO 248 устанавливает два термогравиметрических метода определения содержания влаги и других летучих соединений в каучуках с использованием автоматического анализатора с инфракрасным высушивающим устройством.

1.2 Эти методы применимы для определения содержания летучих веществ в синтетических каучуках (SBR, NBR, BR, IR, CR, IIR, галогенированном IIR и EPDM), приведенных в ISO 1629, и к различным формам каучуков, таким как кипы, блоки, гранулы, крошка, порошок и пластины. Эти методы могут быть также применимы к другим каучукам, но в этих случаях необходимо быть уверенным, что изменение массы обусловлено исключительно потерей первоначально содержащихся в нем летучих веществ, а не деструкцией каучука.

1.3 Приведенные методы не применимы к каучукам, нуждающимся в гомогенизации в соответствии с ISO 1795.

1.4 Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата, описанные в ISO 248-1, и методы, описанные в настоящей части ISO 248, могут приводить к не совпадающим результатам. В случаях разногласий в качестве арбитражного следует использовать метод с использованием термостата, процедура A, описанный в ISO 248-1:2011.

ПРИМЕЧАНИЕ Эти методы могут использоваться при повседневных определениях, например, при контроле качества каучуков, если условия определения с использованием автоматического анализатора установлены для испытываемого каучука или марки каучука.

2 Нормативные ссылки

Приведенные ниже ссылочные документы необходимы для использования настоящего стандарта. При наличии датированных ссылок применяют только указанное издание документа. При недатированных ссылках необходимо использовать самое последнее издание документа (включая дополнения).

ISO 248-1:2011, *Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата*

ISO 1629, *Каучук и латексы. Номенклатура*

ISO 1795, *Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры*

3 Сущность метода

Образец каучука непрерывно взвешивается до достижения постоянной массы термогравиметрическим методом с использованием автоматического анализатора с инфракрасным высушивающим устройством. Содержание летучих веществ рассчитывают как потерю массы во время этой процедуры.

4 Реактивы

4.1 **L-тарtrate дигидрат натрия** чистотой $\geq 99\%$, используемый в качестве стандартного контрольного материала.

5 Оборудование

5.1 Автоматический анализатор

5.1.1 Общие положения

Автоматический анализатор состоит из следующих составных частей:

- a) высушивающее устройство, работающее в ИК-диапазоне, либо в ближнем ИК-диапазоне, либо в дальнем ИК-диапазоне;
- b) весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 1 мг;
- c) микропроцессор, обеспечивающий управление условиями сушки, такими как температура и точка окончания сушки, а также непрерывное вычисление содержания летучих веществ как потерю массы во время сушки.

5.1.2 Требования к прибору

Точность системы должна быть подтверждена выполнением 10 успешных определений на стандартном контрольном материале L-тарtrate дигидрате натрия. Среднее значение 10 определений должно составлять $(15,66 \pm 0,5)\%$. Относительное стандартное отклонение, полученное по приведенному ниже уравнению, должно быть менее 1,0 %.

$$\text{Относительное стандартное отклонение}(\%) = \frac{s}{w} \times 100$$

где

s стандартное отклонение;

w среднее значение содержания летучих веществ, в % по массе.

6 Отбор пробы и приготовление образца для испытания

Отбирают лабораторную пробу в соответствии с методом, описанным в ISO 1795, после чего из нее готовят образец для испытания массой от 2 г до 15 г. Действительная масса образца для испытания зависит от типа анализатора, ожидаемого содержания летучих веществ и формы пробы. Для каучуков в форме кип образец для испытания нарезают на маленькие кусочки объемом менее 350 мм³ (предпочтительно в виде кубиков с длиной стороны около 7 мм). Эту операцию следует проводить по возможности быстро, во избежание потери летучих веществ.

За результат испытания принимают результат одного определения содержания летучих веществ.

7 Процедура

7.1 Общие положения

Для испытания может быть выбран метод А (в котором предусматривается заранее определенное время сушки) или метод В (в котором сушка заканчивается, когда скорость потери массы снижается до установленного уровня), при условии, что используемый автоматический анализатор предусматривает такой выбор. Конечную точку (заранее установленное время сушки для метода А или заранее установленную скорость потери массы для метода В) следует определять для каждого из двух методов и для каждого типа или марки испытуемого каучука.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263ff8cb-e52e-417b-92a7-b958bce9bbce/iso-248-2-2012>

7.2 Определение конечной точки для метода А и для метода В

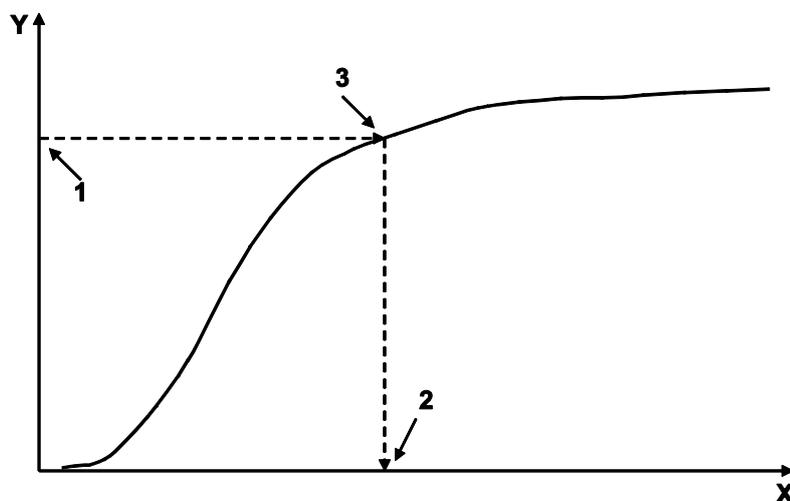
7.2.1 Сначала берут типичную пробу для каждого типа или марки испытуемого каучука и определяют содержание летучих веществ в соответствии с одним из методов, описанных в ISO 248-1.

7.2.2 Затем для метода А берут образец для испытания массой от 2 г до 15 г и взвешивают его с точностью до 1 мг. Используют автоматический анализатор в соответствии с инструкцией изготовителя, устанавливают температуру сушки (предпочтительно в интервале от 100 °С до 120 °С) и получают график сушки (Х-ось: время в мин, Y-ось: потеря летучих веществ, в %). По графику (см. Рисунок 1), определяют время, при котором содержание летучих веществ, определенное с помощью автоматического анализатора, совпадает со значением, полученным по 7.2.1. Полученное время сушки принимают как установленное время сушки для использования в методе А для данного определенного типа и марки каучука.

7.2.3 Для метода В берут образец для испытания массой от 2 г до 15 г и взвешивают его с точностью до 1 мг. Используют автоматический анализатор в соответствии с инструкцией изготовителя, устанавливают температуру сушки (предпочтительно в интервале от 100 °С до 120 °С) и получают график сушки (Х-ось: время, Y-ось: масса). По графику (см. Рисунок 2), определяют скорость потери массы в точке на графике, где содержание летучих веществ совпадает со значением, полученным по 7.2.1. Полученное значение скорости потери массы принимают за конечную точку для использования в методе В для данного определенного типа и марки каучука.

ПРИМЕЧАНИЕ Автоматический анализатор может быть запрограммирован на автоматическое вычисление этого значения.

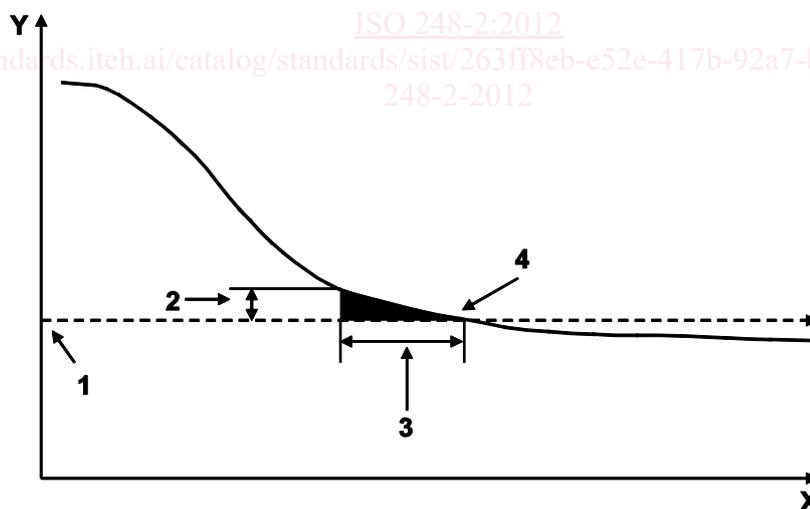
7.2.4 Операции, предусмотренные 7.2.1 и 7.2.2 или 7.2.3, осуществляются отдельно для каждого типа или марки каучука, подлежащего испытанию.



Обозначение

- X время, мин
- Y потеря летучих веществ образцом для испытания, %
- 1 содержание летучих веществ, определенное по ISO 248-1
- 2 время сушки
- 3 конечная точка сушки

Рисунок 1 — График сушки и конечная точка сушки по методу А



Обозначение

- X время
- Y масса образца для испытания
- 1 окончательная (после сушки) масса образца для испытания при определении содержания летучих веществ по ISO 248-1
- 2 приращение потери массы, мг
- 3 интервал измерения массы, с
- 4 конечная точка сушки

Рисунок 2 — График сушки и конечная точка сушки по методу В

7.3 Метод А (метод с установленным временем сушки)

7.3.1 Прибор используют в соответствии с инструкцией изготовителя. Основные процедуры описаны в 7.3.2 – 7.3.7.

7.3.2 Вводят в микропроцессор прибора температуру сушки и установленное время сушки, определенное по 7.2.2.

7.3.3 Помещают пустой лоток для образца в отведенное для этого место и выставляют ноль на шкале весов.

7.3.4 Берут образец для испытания приблизительно той же массы ($\pm 10\%$) что и образец, взятый для построения графика сушки в 7.2.2, распределяют его в лотке как можно равномернее и быстрее и нажимают кнопку включения. Начальная масса (m_A) образца для испытания до начала сушки измеряется и записывается автоматически. Сушка начинается немедленно.

7.3.5 Когда время сушки достигает установленного значения, сушка автоматически прекращается.

7.3.6 Окончательная масса (m_B) образца для испытания после сушки измеряется и записывается автоматически.

7.3.7 Содержание летучих веществ вычисляется автоматически в соответствии с 7.5.

7.4 Метод В (в котором сушка заканчивается, когда скорость потери массы снизилась до установленного уровня)

7.4.1 Прибор используют в соответствии с инструкцией изготовителя. Основные процедуры описаны в 7.4.2 – 7.4.8.

7.4.2 Вводят в микропроцессор прибора температуру сушки и установленную скорость потери массы, определенную по 7.2.3.

7.4.3 Помещают пустой лоток для образца в отведенное для этого место и выставляют ноль на шкале весов.

7.4.4 Берут образец для испытания приблизительно той же массы ($\pm 10\%$) что и образец, взятый для построения графика сушки в 7.2.3, распределяют его в лотке как можно равномернее и быстрее и нажимают кнопку включения. Начальная масса (m_A) образца для испытания до начала сушки измеряется и записывается автоматически. Сушка начинается немедленно.

7.4.5 Во время сушки масса образца для испытания непрерывно измеряется и записывается, а также непрерывно вычисляется скорость потери массы.

7.4.6 Когда скорость потери массы достигнет установленного значения, сушка автоматически прекращается.

7.4.7 Окончательная масса (m_B) образца для испытания после сушки измеряется и записывается автоматически.

7.4.8 Содержание летучих веществ вычисляется автоматически в соответствии с 7.5.

7.5 Вычисление содержания летучих веществ

Содержание летучих веществ вычисляют по формуле:

$$w = \frac{m_A - m_B}{m_A} \times 100$$

где

w содержание летучих веществ, в % масс;

m_A масса образца для испытания до сушки, в г;

m_B масса образца для испытания после сушки, в г.

8 Прецизионность

См. Приложение В.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- a) все подробности, необходимые для полной идентификации испытуемого каучука;
- b) метод испытания:
 - 1) ссылку на настоящую часть ISO 248,
 - 2) использованный метод (метод А или метод В),
 - 3) все особенности прибора и условия измерения,
 - 4) метод и связанные с ним процедуры в ISO 248-1, использованные при определении установленного времени сушки (метод А) или установленной скорости потери массы (метод В);
- c) отклонения от описанных процедур:
 - 1) подробности любых операций, не описанных в настоящей части ISO 248, и любых дополнительных операций;
 - 2) любые необычные особенности, отмеченные во время испытания;
- d) результат испытания;
- e) дату испытания.