
**Каучук. Определение содержания
летучих веществ.**

Часть 1.

**Метод горячего вальцевания и метод с
использованием термостата**

*Rubber, raw — Determination of volatile-matter content —
Part 1: Hot mill method and oven method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 248-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011>

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



Ссылочный номер
ISO 248-1:2011(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 248-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2011

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	1
3 Термины и определения.....	2
4 Сущность методов	2
5 Метод горячего вальцевания.....	2
6 Метод с использованием термостата	4
7 Прецизионность.....	7
8 Протокол испытания.....	7
Приложение А (информативное) Выбор подходящего метода испытания	8
Приложение В (нормативное) Гомогенизация	9
Приложение С (информативное) Прецизионность.....	10
Библиография.....	13

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 248-1:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) 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 248-1 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 1.

Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата

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

1 Область применения

1.1 Настоящая часть ISO 248 устанавливает два метода определения содержания летучих веществ в каучуках: с использованием горячих вальцов или термостата.

1.2 Эти методы применимы для определения летучих веществ в каучуках, относящихся к группе R, приведенных в ISO 1629. К ним относятся каучуки, имеющие ненасыщенную углеродную цепь, например, натуральный каучук или синтетические каучуки, полученные хотя бы частично из диолефинов. Приведенные методы могут применяться для других каучуков, но в этих случаях необходимо быть уверенным, что изменение массы обусловлено исключительно потерей летучих веществ, а не деструкцией каучука.

1.3 Метод горячего вальцевания не применим к натуральному каучуку и к синтетическим каучукам, которые трудно обрабатываются на горячих вальцах, а также к синтетическим каучукам в форме порошка или чешуек.

1.4 Приведенные методы испытания не всегда дают идентичные результаты. В случае разногласий в качестве арбитражного метода используют метод с применением термостата, процедуру А.

ПРИМЕЧАНИЕ В Приложении А приведена информация о применимости каждого из методов к разным типам каучуков.

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 1629, *Каучук и латексы. Номенклатура*

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

ISO 2393, *Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы*

3 Термины и определения

В настоящем стандарте использованы термины и определения, приведенные в ISO 1795, а также следующее.

3.1 навеска
test portion
количество каучука, отобранного от пробы для испытания или лабораторной пробы с целью проведения единичного определения, например, взвешенное количество каучука для единичного определения содержания летучих веществ

4 Сущность методов

4.1 Метод горячего вальцевания

Навеску каучука пропускают через подогретые вальцы до полного удаления летучих веществ. Содержание летучих веществ рассчитывают по потере массы во время вальцевания. Если навеска перед проведением испытания гомогенизирована в соответствии с Приложением В, в расчет включают потерю массы во время гомогенизации.

4.2 Метод с применением термостата [ISO 248-1:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011)

Навеску каучука сушат в термостате до постоянной массы. Содержание летучих веществ рассчитывают по потере массы во время сушки. Если навеска перед проведением испытания гомогенизирована в соответствии с Приложением В, потерю массы во время гомогенизации включают в расчет.

5 Метод горячего вальцевания

5.1 Общие положения

5.1.1 Стандарт предусматривает два метода, приведенных ниже:

- Метод горячего вальцевания А. Пробу для испытания гомогенизируют на лабораторных вальцах, навеску из гомогенизированной пробы для испытания высушивают до постоянной массы на горячих вальцах.
- Метод горячего вальцевания В. Навеску каучука высушивают до постоянной массы на горячих вальцах.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод В является упрощенным, поскольку в нем исключается процесс гомогенизации

5.1.2 Если каучук в форме крошки или прилипает к горячим вальцам, что затрудняет взвешивание или делает его невозможным, следует использовать метод с применением термостата.

5.1.3 Количество навесок должно быть согласовано между заинтересованными сторонами.

5.2 Оборудование

5.2.1 Смесительные вальцы, соответствующие требованиям ISO 2393.

5.2.2 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 г.

5.3 Проведение испытания

5.3.1 Метод горячего вальцевания, процедура А

5.3.1.1 Отбирают пробу для испытания массой около 250 г от лабораторной пробы в соответствии с ISO 1795 и гомогенизируют ее в соответствии приложением В. Взвешивание проводят с точностью до 0,1 г до и после гомогенизации (массы m_1 и m_2 , соответственно). При необходимости от гомогенизированной пробы отрезают навески каучука для проведения других химических и физических испытаний.

5.3.1.2 Устанавливают зазор между валками $0,25 \text{ мм} \pm 0,05 \text{ мм}$, используя свинцовые полоски, как указано в ISO 2393. Поддерживают температуру поверхности валков $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$.

5.3.1.3 Пропускают взвешенную навеску (масса m_3), предпочтительно 100 г или более, отобранную от гомогенизированной пробы для испытания, через вальцы несколько раз в течение 4 мин. Нельзя допускать обволакивания валка и потерь каучука. Взвешивают навеску с точностью до 0,1 г. Пропускают каучук через вальцы еще в течение 2 мин и взвешивают повторно. Если массы по окончании 4 мин и 6 мин отличаются менее, чем на 0,1 г, рассчитывают содержание летучих веществ.

В противном случае продолжают обработку навески на вальцах в течение 2 мин несколько раз до тех пор, пока уменьшение массы при последовательных взвешиваниях будет не более 0,1 г (конечная масса m_4). Перед каждым взвешиванием каучук охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе.

5.3.2 Метод горячего вальцевания, процедура В

5.3.2.1 Отбирают навеску массой около 250 г от лабораторной пробы и взвешивают ее с точностью до 0,1 г (масса m_5).

5.3.2.2 Устанавливают зазор между валками $0,25 \text{ мм} \pm 0,05 \text{ мм}$, используя свинцовые полоски, как указано в ISO 2393. Поддерживают температуру поверхности валков $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$. Пропускают навеску через вальцы не менее двух раз, затем снова взвешивают с точностью до 0,1 г, после чего снова пропускают через вальцы не менее двух раз и еще раз взвешивают.

5.3.2.3 Если разница в массах навески до и после пропускания через вальцы менее 0,1 г, навеска каучука считается хорошо высушенной. Если она недостаточно высушена, продолжают пропуск каучука через вальцы, пока разница в результатах взвешивания не станет менее 0,1 г (конечная масса m_6).

ПРИМЕЧАНИЕ Охлаждение в эксикаторе перед взвешиванием является желательным.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Метод горячего вальцевания, процедура А

Содержание летучих веществ w_1 рассчитывают как массовую долю, в процентах, по формуле:

$$w_1 = \left(1 - \frac{m_2 \times m_4}{m_1 \times m_3} \right) \times 100$$

где

m_1 — масса пробы для испытания до гомогенизации, г;

m_2 масса пробы для испытания после гомогенизации, г;

m_3 масса навески до вальцевания, г;

m_4 масса навески после вальцевания, г.

5.4.2 Метод горячего вальцевания, процедура В

Содержание летучих веществ w_2 рассчитывают как массовую долю, в процентах, по формуле:

$$w_2 = \frac{m_5 - m_6}{m_5} \times 100$$

где

m_5 масса навески до вальцевания, г;

m_6 масса навески после вальцевания, г.

6 Метод с использованием термостата

6.1 Общие положения

6.1.1 Метод предусматривает две следующие процедуры:

- Метод с использованием термостата, процедура А: Пробу для испытания гомогенизируют, используя лабораторные вальцы, навеску, отобранную от гомогенизированной пробы для испытания, высушивают в термостате до постоянной массы. Если проба в порошковой форме или невозможно взвешивание до и после гомогенизации, навеску просто высушивают без проведения процесса гомогенизации.
- Метод с использованием термостата, процедура В: Пробу для испытания листуют на лабораторных вальцах, навеску, отобранную от листованной пробы для испытания, сушат в термостате в течение 1 ч. Если проба в порошковой форме или трудно обрабатывается на вальцах, навеску просто высушивают без проведения листования. Эта процедура применима только к синтетическим каучукам, в то время как натуральный каучук необходимо гомогенизировать.

6.1.2 Количество навесок должно быть согласовано заинтересованными сторонами.

6.2 Оборудование

6.2.1 Термостат вентилируемый, предпочтительно с принудительной циркуляцией воздуха, обеспечивающий поддержание температуры $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

6.2.2 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

6.2.3 Вальцы смесительные, соответствующие требованиям ISO 2393.

6.3 Проведение испытания

6.3.1 Метод с использованием термостата, процедура А

6.3.1.1 Натуральный каучук

6.3.1.1.1 От лабораторной пробы отбирают пробу для испытания массой около 600 г в соответствии с ISO 1795 и гомогенизируют ее в соответствии с Приложением В. Взвешивают пробу для испытания с точностью до 0,1 г до и после гомогенизации (массы m_7 и m_8 , соответственно). Перед последним взвешиванием каучуку дают остыть до комнатной температуры. Если необходимо, от гомогенизированной пробы для испытаний отрезают навески для проведения других химических и физических испытаний.

6.3.1.1.2 От гомогенизированной пробы для испытаний отбирают навеску массой около 10 г и взвешивают ее с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.1.3 Дважды пропускают навеску каучука через вальцы, нагретые до температуры $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, с зазором, обеспечивающим получение листа толщиной менее 2 мм.

6.3.1.1.4 Навеску каучука сушат в течение 1 ч в термостате при температуре $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ с открытыми вентиляционными отверстиями и включенным вентилятором, если это предусмотрено конструкцией. Навеску каучука помещают таким образом, чтобы как можно большая часть поверхности была обращена к горячему воздуху. Дают каучуку остыть до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают. Повторяют нагревание периодами по 30 мин до тех пор, пока разность между результатами последовательных взвешиваний будет не более 1 мг (конечная масса m_{10}).

6.3.1.1.5 Если проба в форме порошка, от нее случайным образом отбирают навеску около 10 г и помещают ее для облегчения взвешивания на чистое часовое стекло или чистую алюминиевую тарелочку. Взвешивание проводят с точностью до 1 мг (масса m_9). Сушат навеску в соответствии с 6.3.1.1.4 и взвешивают с точностью до 1 мг (конечная масса m_{10}).

6.3.1.2 Синтетический каучук

6.3.1.2.1 В соответствии с ISO 1795 от лабораторной пробы отбирают пробу для испытания массой около 250 г и гомогенизируют ее в соответствии с Приложением В. Взвешивают пробу для испытания с точностью до 0,1 г до и после гомогенизации (массы m_7 и m_8 , соответственно). Если необходимо, от гомогенизированной пробы для испытаний отрезают навески для проведения других химических и физических испытаний.

6.3.1.2.2 От гомогенизированной пробы для испытаний отбирают навеску массой около 10 г и взвешивают ее с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.2.3 Дважды пропускают навеску каучука через вальцы, нагретые до температуры $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, с зазором, обеспечивающим получение листа толщиной менее 2 мм.

6.3.1.2.4 Если листование невозможно, отбирают навеску массой около 10 г от гомогенизированной пробы для испытания и вручную нарезают ее на кубики со стороной от 2 мм до 5 мм. Помещают кубики на чистое часовое стекло или чистую алюминиевую тарелочку для облегчения взвешивания. Взвешивание проводят с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.2.5 Навеску каучука сушат в соответствии с 6.3.1.1.4 и взвешивают с точностью до 1 мг (конечная масса m_{10}).

6.3.1.2.6 Если взвешивание навески до и после гомогенизации затруднено вследствие прилипания каучука к поверхности валков, отбирают навеску массой около 10 г непосредственно от лабораторной пробы и вручную нарезают ее на кубики со стороной от 2 мм до 5 мм. Помещают кубики на чистое часовое стекло или чистую алюминиевую тарелочку для облегчения взвешивания. Взвешивание

проводят с точностью до 1 мг (масса m_9). Сушат навеску в соответствии с 6.3.1.1.4 и взвешивают с точностью до 1 мг (конечная масса m_{10}).

6.3.1.2.7 Если проба в форме порошка, от нее случайным образом отбирают навеску около 10 г и помещают ее для облегчения взвешивания на чистое часовое стекло или чистую алюминиевую тарелочку. Взвешивание проводят с точностью до 1 мг (масса m_9). Сушат навеску в соответствии с 6.3.1.1.4 и взвешивают с точностью до 1 мг (конечная масса m_{10}).

6.3.2 Метод с использованием термостата, процедура В

6.3.2.1 Отбирают навеску массой около 250 г и пропускают ее на вальцах при температуре поверхности валков около 30 °С и зазоре между валками 0,25 мм ± 0,05 мм для получения тонкого листа. От листованной пробы для испытания отбирают две навески массой около 50 г и взвешивают каждую с точностью до 10 мг (масса m_{11}). Сушат навески в термостате в течение 1 ч при температуре 105 °С ± 5 °С. Вынимают навески из термостата и охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе. Повторно взвешивают с точностью до 10 мг (масса m_{12}).

6.3.2.2 Если проба в форме порошка или листование невозможно вследствие прилипания каучука к поверхности валков, отбирают две навески массой около 10 г непосредственно от лабораторной пробы. Если необходимо, нарезают навески вручную на кубики со стороной от 2 мм до 5 мм. Помещают каждую навеску на взвешенную чистую алюминиевую тарелочку глубиной 15 мм и диаметром 60 мм или подобной формы и взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_{11}). Помещают тарелочки с навесками в термостат при температуре 105 °С ± 5 °С на 1 ч. Вынимают тарелочки из термостата и дают им охладиться в эксикаторе до комнатной температуры. Повторно взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_{12}).

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Метод с использованием термостата, процедура А

6.4.1.1 Если навеску отбирают от гомогенизированной пробы для испытания (см. 6.3.1.1.2, 6.3.1.2.2 и 6.3.1.2.4), содержание летучих веществ w_3 в процентах (по массе) вычисляют по формуле:

$$w_3 = \left(1 - \frac{m_8 \times m_{10}}{m_7 \times m_9} \right) \times 100$$

где

m_7 масса пробы для испытания до гомогенизации, г;

m_8 масса пробы для испытания после гомогенизации, г;

m_9 масса навески до высушивания, г;

m_{10} масса навески после высушивания, г.

6.4.1.2 Если проба в порошковой форме или прилипает к поверхности валков (см. 6.3.1.1.5, 6.3.1.2.6 и 6.3.1.2.7), содержание летучих веществ w_4 в процентах (по массе) вычисляют по формуле:

$$w_4 = \frac{m_9 - m_{10}}{m_9} \times 100$$

где

m_9 масса навески до высушивания, г;

m_{10} масса навески после высушивания, г;