

---

---

**Каучук натуральный. Определение  
содержания геля в технически  
охарактеризованном каучуке (TSR)**

*Rubber, raw natural — Determination of the gel content of  
technically specified rubber (TSR)*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17278:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfc1f442-00f5-4afe-bc07-e5421c5b7e28/iso-17278-2013>

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



Ссылочный номер  
ISO 17278:2013(R)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17278:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfc1f442-00f5-4afe-bc07-e5421c5b7e28/iso-17278-2013>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2013

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Принцип .....	1
4 Термины и определения .....	1
5 Реактивы .....	2
6 Аппаратура.....	2
7 Условия .....	2
8 Методика .....	2
9 Выражение результата.....	3
10 Прецизионность.....	4
11 Протокол испытания.....	4
Приложение А (информативное) Прецизионность .....	5
Библиография.....	7

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17278:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfc1f442-00f5-4afe-bc07-e5421c5b7e28/iso-17278-2013>

## 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.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC Directives, Part 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC, Часть 2. [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives).

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлений о патентном праве. [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents).

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ, ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитет SC 3, *Исходные материалы (включая латекс), используемые в резиновой промышленности*.

# Каучук натуральный. Определение содержания геля в технически охарактеризованном каучуке (TSR)

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания геля в технически охарактеризованном каучуке (TSR).

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ** — Персонал, использующий этот международный стандарт, должен быть ознакомлен с обычной лабораторной практикой. В данном международном стандарте не ставится цель решить все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь сам несет ответственность за установление соответствующих мер по технике безопасности и охране здоровья, а также обеспечение соответствия любым национальным регламентирующим условиям.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы, полностью или частично, 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).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfc1f442-00f5-4afe-bc07-e5421c5b7e28/iso-20001>, Каучук натуральный. Руководящие указания по составлению спецификаций на технически охарактеризованный каучук (TSR)

ISO 23529, Каучук и резина. Общие процедуры приготовления и кондиционирования образцов для физических методов испытаний

## 3 Принцип

Образец LoV-TSR растворяют в толуоле в заданных условиях и рассчитывают содержание геля в виде массовой доли ( в процентах) нерастворимой части каучука.

## 4 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используют следующие термины и определения.

### 4.1

**технически охарактеризованный каучук**

**technically specified rubber**

**TSR**

натуральный каучук, полученный из латекса *Hevea brasiliensis* (обычно перерабатываемого в блоки), и имеющий свойства, соответствующие критериям каучука рассматриваемого качества

1) В стадии подготовки. (Пересмотр ISO 2000:2003)

## 5 Реактивы

Используют только реактивы признанного аналитического качества.

### 5.1 Толуол, аналитического качества.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Растворитель может испаряться из колбы или пробирки при манипуляциях с ним. Поэтому следует работать с этим растворителем только в том случае, когда это разрешено местными регламентами по охране здоровья и технике безопасности, и только в хорошо проветриваемом соответствующем месте.

## 6 Аппаратура

### 6.1 Лабораторная центрифуга, способная вращаться с минимальной скоростью 14 000 об/мин (оборотов в минуту).

В том случае если вышеупомянутая скорость не может быть достигнута, можно использовать минимальную скорость 8 000 об/мин при большей продолжительности работы (8.2.4).

**ПРИМЕЧАНИЕ** Если центробежная частота вращения (частота вращения) составляет 14 000 об/мин, то ускорение свободного падения равняется 22 000 G. Если центробежная частота вращения составляет 8 000 об/мин, то ускорение свободного падения равняется 7 000 G.

### 6.2 Центрифужные пробирки с навинчивающимся колпачком, минимальной вместимости 30 см<sup>3</sup>, способные выдерживать условия центрифугирования и нагрев до температуры выше 110 °С.

### 6.3 Весы, способные взвешивать с точностью до ± 0,1 мг.

### 6.4 Лабораторный сушильный шкаф, с гравитационной конвекцией, способный регулировать температуру с точностью до ± 10 °С.

### 6.5 Контейнер для взвешивания, т.е. алюминиевая коробка или чашка для взвешивания.

## 7 Условия

Лабораторные условия должны контролироваться в соответствии с ISO 23529.

## 8 Методика

### 8.1 Количество образцов для испытания

Необходимо отбирать два образца в соответствии с Разделом 7 ISO 2000.<sup>1)</sup>

### 8.2 Методика

**8.2.1** Отбирают из кипы без измельчения образец для испытания, масса которого рассчитана из соотношения 0,1 г на 30 см<sup>3</sup> толуола.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Если объем центрифужной пробирки составляет 50 см<sup>3</sup>, объем толуола равняется 30 см<sup>3</sup> (см. 8.2.3), а масса образца — 0,1 г.

**8.2.2** Разрезают образец для испытания на куски размером приблизительно 1 мм<sup>3</sup> с помощью чистых ножниц. Взвешивают подготовленный образец для испытания с точностью до 0,1 мг ( $m_0$ ). Помещают

куски в чистую центрифужную пробирку (6.2), которая была предварительно нагрета до температуры 100 °С в течение 1 ч и хранилась в эксикаторе.

**8.2.3** Добавляют толуол в пробирку до тех пор, пока она не заполнится на 60 %. Закрывают ее колпачком и встряхивают вручную в течение нескольких секунд. Затем оставляют ее постоять в течение 16 ч – 20 ч в темноте без перемешивания при температуре  $(25 \pm 2)$  °С.

**8.2.4** По истечении этого периода встряхивают пробирку вверх и вниз в течение 60 с, чтобы распределить желеобразный осадок по дну.

Перед помещением пробирок в центрифугу все пробирки должны быть заполнены полностью свежим толуолом так, чтобы объем раствора был одинаков во всех пробирках.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Центрифужная пробирка обычно заполняется раствором полностью, чтобы минимизировать мертвое пространство, образующееся вверху пробирки из-за возникновения условий вакуума-давления при вращении

Помещают пробирки в центрифугу и включают ее со скоростью 14 000 об/мин на 2 ч.

Если скорость вращения центрифуги ниже 14 000 об/мин, включают ее со скоростью 8 000 об/мин на 6 ч.

Установочная температура центрифуги обычно указывается в руководстве по эксплуатации в целях безопасности. Если температура не указана, ее можно установить в диапазоне от 0 °С до 25 °С.

**8.2.5** Вынимают пробирку из центрифуги и отбирают пипеткой жидкость из пробирки, держа ее под углом 45°. Необходимо соблюдать меры предосторожности, чтобы предотвратить попадание в пипетку осадка.

**8.2.6** Добавляют к осадку от 1 мл до 3 мл ацетона так, чтобы он мог легко отслаиваться от дна пробирки. Дают возможность пробирке постоять в течение 30 с и затем отбирают пипеткой жидкость из пробирки.

**8.2.7** Отдирают осадок, оставшийся на дне пробирки, шпателем или палочкой и переносят его в контейнер (6.5), который был очищен и взвешен с точностью до 1 мг ( $m_1$ ). При необходимости для промывки шпателя можно использовать ограниченное количество ацетона.

**8.2.8** Выдерживают контейнер в вытяжном шкафу в течение 30 мин для испарения растворителя, чтобы предотвратить мгновенное испарение растворителя при нагревании. Помещают контейнер, содержащий осадок, в сушильный шкаф и высушивают его при температуре 110 °С в течение 1 ч.

**8.2.9** Вынимают контейнер из сушильного шкафа и оставляют его для охлаждения в эксикаторе в течение 30 мин.

**8.2.10** Взвешивают контейнер, содержащий сухой осадок, с точностью до 0,1 мг ( $m_2$ ).

**8.2.11** Повторяют методику, описанную в 8.2.8, 8.2.9 и 8.2.10, до тех пор, пока потеря массы между двумя последовательными взвешиваниями не будет составлять менее 0,2 мг. Отмечают продолжительность сушки для первого образца для испытания и используют ее для следующего образца для испытания в серии испытания. Записывают окончательную массу ( $m_2$ ).

## 9 Выражение результата

Для определения содержания геля используют Формулу (1) и округляют результат с точностью до первого десятичного знака.

$$G = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

где

$G$  содержание геля, в процентах (%);

$m_0$  масса исходного образца для испытания (8.2.2), в граммах (г);

$m_1$  масса пустого контейнера (8.2.7), в граммах(г);

$m_2$  масса контейнера, содержащего сухой осадок (8.2.10), в граммах (г).

За результат берут среднее двух значений содержания геля.

## 10 Прецизионность

Относительно прецизионности см. Приложение А.

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- a) ссылку на настоящий международный стандарт, т.е. ISO 17278.
- b) всю информацию, необходимую для идентификации образца для испытания;
- c) метод испытания;
- d) лабораторную температуру;
- e) диаметр центрифуги, температуру, скорость и продолжительность вращения при испытании;
- f) подробности любой операции, не указанной в данном международном стандарте;
- g) результаты;
- h) количество анализируемых образцов для испытания;
- i) результаты единичных испытаний;
- j) средний результат;
- k) подробности всех побочных обстоятельств, отмеченных во время определения;
- l) дату испытания.



## Приложение А (информативное)

### Прецизионность

#### А.1 Общие положения

Программа межлабораторных испытаний (ИТП) по оценке прецизионности метода испытания для определения содержания геля в технически охарактеризованном каучуке (TSR) была разработана и проведена в январе и феврале 2011 года. Расчеты выполнялись в соответствии с требованиями ISO/TR 9272. В этой программе участвовали десять лабораторий из пяти стран.

Для этих межлабораторных испытаний было приготовлено три образца TSR с различными уровнями содержания геля, как показано в Таблице А.1. Они были поставлены в каждую лабораторию с рекомендациями проводить испытание, как можно скорее, после получения образцов. Межлабораторные испытания были выполнены в два разных дня с интервалом в одну неделю, причем в каждый день проводилось по два испытания ( $n = 2$ ).

Показатели прецизионности, определенные при проведении этой программы ИТП, не следует использовать при испытаниях по приемке/отбраковке любой группы материалов или изделий без документального подтверждения того, что эти показатели применимы для конкретных материалов или изделий и специального протокола этого метода испытания.

Таблица А.1 — Образец TSR

	Образец А	Образец В	Образец С
Уровень содержания геля	Низкий	Средний	Высокий
ПРИМЕЧАНИЕ Каждый образец следует хранить надлежащим образом в кондиционируемом месте до завершения всех испытаний.			

Показатели прецизионности приведены в Таблице А.2. Эти показатели получены с использованием исключения выбросов, как описано в ISO/TR 9272.

#### А.2 Повторяемость

Повторяемость метода испытания,  $r$ , была установлена в виде соответствующего значения, указанного в Таблице А.2 для каждого материала. Результаты двух единичных испытаний, которые отличаются более чем на это значение, должны рассматриваться как сомнительные, и в этом случае рекомендуется предпринять соответствующие действия по выявлению причин.

#### А.3 Воспроизводимость

Воспроизводимость метода испытания,  $R$ , была установлена в виде соответствующего значения, указанного в Таблице А.2 для каждого материала. Результаты двух единичных испытаний, которые отличаются более чем на это значение, должны рассматриваться как сомнительные, и в этом случае рекомендуется предпринять соответствующие действия по выявлению причин.

Таблица А.2 — Прецизионность метода для определения содержания геля

Материал	Среднее %	В пределах лаборатории			Между лабораториями			Количество лабораторий
		$s_r$	$r$	( $r$ )	$s_R$	$R$	( $R$ )	
A	0,80	0,14	0,39	48,8	0,45	1,27	158,8	8
B	5,20	0,26	0,75	14,4	1,52	4,31	82,9	8
C	8,20	0,56	1,57	19,1	2,02	5,71	69,6	9

Количество реплик  $n = 2$ ;

$s_r$  стандартное отклонение повторяемости;

$s_R$  стандартное отклонение воспроизводимости;

$r$  повторяемость, в единицах измерения;

( $r$ ) повторяемость, в процентах (эти значения представляют собой процент от процента);

$R$  воспроизводимость, в единицах измерения;

( $R$ ) воспроизводимость, в процентах (эти значения представляют собой процент от процента).

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17278:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfc1f442-00f5-4afe-bc07-e5421c5b7e28/iso-17278-2013>