
**Каучук натуральный. Определение
содержания сорных примесей**

Rubber, raw natural. Determination of dirt content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 249:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c34fd2d5-5ec7-4f41-9367-f05906f55e85/iso-249-2014>

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



Ссылочный номер
ISO 249:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 249:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c34fd2d5-5ec7-4f41-9367-f05906f55e85/iso-249-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

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 соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

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 Реактивы.....	1
4 Аппаратура	2
5 Методика.....	3
5.1 Приготовление пробы для анализа	3
5.2 Приготовление пептизатора	3
5.3 Определение.....	3
5.4 Обработка сита	5
6 Выражение результатов.....	5
7 Прецизионность.....	6
8 Протокол испытания.....	6
Приложение А (информативное) Руководство по использованию результатов определения показателей прецизионности.....	7
Приложение В (информативное) Прецизионность.....	8
Библиография	10

ISO 249:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c34fd2d5-5ec7-4f41-9367-f05906f55e85/iso-249-2014>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

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 Directives, Part 2 (см. 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).

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.

[ISO 249:2014](#)

Для пояснения значений конкретных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информация о соблюдении Международной организацией ISO принципов ВТО по техническим барьерам в торговле (ТБТ), см. следующий унифицированный локатор ресурса (URL): Foreword - Supplementary information

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ, ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитет SC 2, *Испытания и анализ*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 249:1995), которое подверглось техническому пересмотру.

Каучук натуральный. Определение содержания сорных примесей

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ - Лица, применяющие данный международный стандарт, должны быть знакомы с обычной практикой проведения лабораторных исследований. В данном стандарте не ставится цель описать все возможные проблемы, связанные с обеспечением безопасности при его применении. Пользователь сам несет ответственность за меры безопасности и охрану здоровья, а также обеспечение соответствия всем национальным регулятивным нормам.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания сорных примесей в натуральном каучуке.

Стандарт не применим к примесям, которые присутствуют в виде загрязнения поверхности.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы, частично или полностью, являются обязательными при применении данного документа. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание документа. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 565, *Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий*

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

3 Реактивы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Необходимо принять все известные меры по обеспечению безопасности и охране здоровья при проведении этого анализа, обращая особое внимание на безопасную работу с горючими растворителями. Все растворители не должны содержать воду и примеси.

При анализе, по возможности, используют реактивы только аналитической чистоты.

3.1 Смешанные ксилолы, пределы кипения 139°C - 141°C.

3.2 Высоко ароматический углеводородный растворитель, известный как уайт-спирит, пределы кипения 155°C - 198°C, или другой углеводородный растворитель с аналогичными пределами кипения.

3.3 Петролейный эфир, пределы кипения 60°C - 80°C или другой углеводородный растворитель с аналогичными пределами кипения.

3.4 Толуол.

3.5 Пептизаторы каучука

- 3.5.1 Ксиллилмеркаптан, раствор, 36%-ный (по массе) раствор в минеральном масле.
- 3.5.2 Меркаптобензотиазол.
- 3.5.3 Ди-(2-бензамидофенил) дисульфид.
- 3.5.4 Толлилмеркаптан, раствор, 20% - 40%-ный (по массе) раствор в минеральном масле.
- 3.5.5 Другие полностью растворимые пептизаторы каучука.

4 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также

4.1 Коническая колба, вместимостью 250 см³ или 500 см³, снабженная подходящей пробкой; или химический стакан, вместимостью 250 см³ или 500 см³, и часовое стекло нужного диаметра в качестве крышки.

4.2 Короткий воздушный конденсатор (необязательно).

4.3 Термометр, отсчёт по шкале, по меньшей мере, до 200 °С.

4.4 Нагреватель, для подогрева конической колбы или химического стакана (4.1) и их содержимого (см. Примечание к 5.3.4).

Рекомендуют использовать нагревательные плитки, обеспечивающие равномерный подогрев поверхностей, или инфракрасные лампы. Инфракрасные лампы (250 Вт) можно устанавливать рядами, основание конической колбы должно находиться на расстоянии приблизительно 20 см от верхней части лампы. Для предотвращения локального перегрева рекомендуется проводить индивидуальную проверку каждой лампы. В качестве альтернативы можно использовать песчаную баню.

4.5 Сито, с номинальным размером отверстий 44 мкм - 45 мкм (325 меш), изготовленное из коррозионно-стойкой тканой проволочной сетки, предпочтительно из нержавеющей стали, в соответствии с ISO 565.

4.5.1 Тканая проволочная сетка должна устанавливаться на конце металлической трубки диаметром приблизительно 25 мм и длиной более 20 мм

4.5.2 Конструкция сита должна препятствовать деформации проволочной сетки и защищать ее от случайного повреждения. Подходящая конструкция показана на Рисунке 1.

4.5.3 Сита и держатели могут также иметь такую конструкцию, в которой снимается дно металлического тигля, имеющего соответствующие размеры, и сито припаивается непосредственно к тиглю. Это позволяет значительно увеличить емкость для раствора каучука при фильтрации.

4.5.4 К тканой проволочной сетке с размером отверстий 44 мкм - 45 мкм (325 меш) снизу также можно припаять грубое сито, чтобы защитить ее от случайного повреждения. Это "защитное" сито не должно препятствовать фильтрации, оно должно только поддерживать проволочную сетку.

4.5.5 Допустимы имеющиеся в продаже фильтрационные устройства с проволочной сеткой с размером отверстий 44 мкм - 45 мкм (325 меш) при условии, что они будут использоваться так, как указано в настоящем международном стандарте.

4.6 Ультразвуковое оборудование, для очистки сит (необязательно, но желательно).

5 Методика

5.1 Приготовление пробы для анализа

5.1.1 Готовят гомогенизированную лабораторную пробу соответствующего натурального каучука объемом 250 см³ или 500 см³, диаметр которой соответствует диаметру часового стекла, в соответствии с ISO 1795. Из гомогенизированной лабораторной пробы отбирают приблизительно 30 г и дважды пропускают между холодными валками лабораторных вальцов, устанавливая зазор 0,5 мм ± 0,1 мм с помощью свинцовой пластины (см. ISO 2393).^[1]

5.1.2 Немедленно взвешивают пробу для анализа массой от 10 г до 20 г с точностью до 0,1 г. (Для “чистых” каучуков с низким содержанием сорных примесей рекомендуется брать пробу для анализа массой 20 г. Для сильно загрязненных каучуков следует брать пробу меньшей массы).

5.1.3 Выполняют определение в двух повторностях.

5.2 Приготовление пептизатора

5.2.1 Если используется ксиллмеркаптан (3.5.1), используют 1 г раствора на пробу для анализа и от 150 см³ до 230 см³ растворителя (3.1 или 3.2).

5.2.2 Если используется 2-меркаптобензотиазол (3.5.2) или ди-(2-бензамидофенил) дисульфид (3.5.3), берут 0,5 г на пробу для анализа. Готовят раствор, растворяя 0,5 г твердого вещества в 200 см³ растворителя (3.1 или 3.2) и отфильтровывают нерастворимый материал.

5.2.3 Если используется толилмеркаптан (3.5.4), берут от 1 г до 1,5 г раствора на пробу для анализа и 200 см³ растворителя (3.1 или 3.2).

5.3 Определение

5.3.1 В коническую колбу или стакан (4.1) добавляют растворитель и пептизатор в соответствии с 5.2.1, 5.2.2 и 5.2.3.

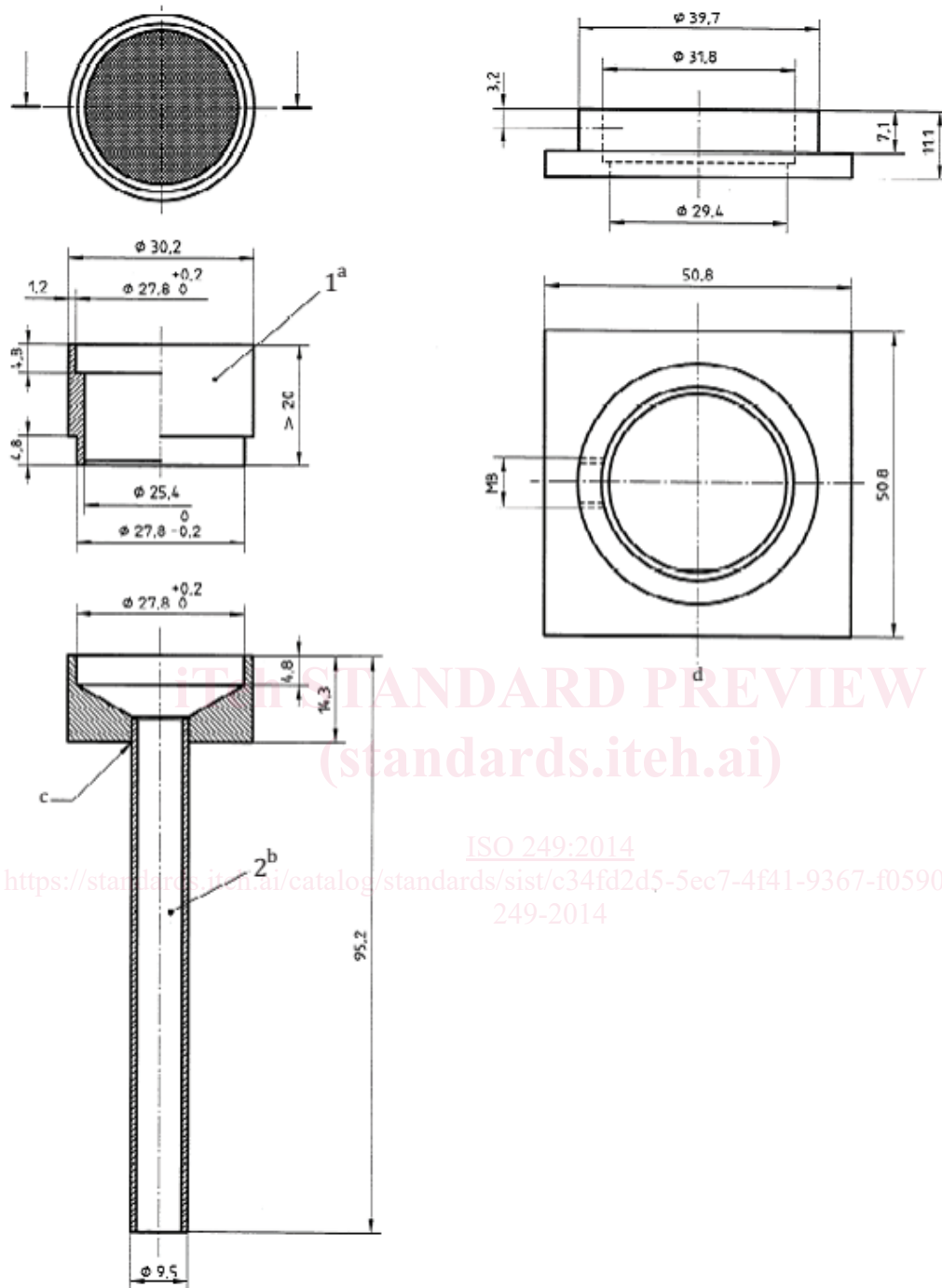
5.3.2 Нарезают пробу для анализа на кусочки, каждый массой около 1 г, и опускают каждый кусочек отдельно в колбу или стакан с растворителем (5.3.1).

5.3.3 Нагревают колбу или стакан и их содержимое (см. 4.4) при температуре 125°C - 130°C до тех пор, пока не будет получен однородный раствор, либо закрывают пробкой колбу, или накрывают стакан часовым стеклом и оставляют на несколько часов при комнатной температуре перед нагреванием до 125°C - 130°C. Во время нагревания может использоваться короткий воздушный конденсатор (4.2), чтобы уменьшить испарение растворителя.

5.3.4 Вручную осторожно взбалтывают колбу или стакан.

Кипячение или перегрев раствора каучука может привести к образованию гелеобразной субстанции, которая затрудняет последующую фильтрацию, и в результате может повысить содержание сорных примесей. Следовательно, следует избегать использования приборов и условия, которые могут вызвать местный перегрев.

5.3.5 Когда каучук полностью растворится (и раствор станет достаточно подвижным), декантируют горячий раствор через сито (4.5), которое было взвешено с точностью до 0,1 мг, оставляя массу примесей в колбе или стакане.



Обозначение

- 1 Сито (кольцо сита из нержавеющей стали с припаянной к нему тканой проволочной сеткой).
- 2 Держатель сита (цилиндр из нержавеющей стали или латуни).
- ^a Для облегчения сборки сит допускается паз 1 мм вокруг внутренней кромки верхней части и наружной кромки нижней части.
- ^b Размеры: наружный диаметр 30 мм, толщина стенки 2 мм – 3 мм и высота 3 мм.
- ^c Латунь снаружи
- ^d Держатель сита для проверки сита.

Рисунок 1 — Элементы подходящего сита и держателя для определения содержания сорных примесей

5.3.6 Промывают колбу или стакан и оставшиеся примеси горячим растворителем (3.1 или 3.2) до тех пор, пока полностью не удалят каучук. Снова удерживают массу сорных примесей в колбе или стакане. (Для эффективной промывки обычно требуется около 100 см³ горячего растворителя). На последних стадиях промывки смывают сорные примеси из колбы или стакана на сито. Счищают стеклянной палочкой любую примесь, прилипшую к колбе или стакану, чтобы ее можно было промыть на сите.

5.3.7 Удаляют весь гель-каучук, который не проходит через сито, одним из следующих методов:

- a) осторожно очищают маленькой кисточкой из собольего меха обратную сторону тканой проволочной сетки в то время, пока горячий растворитель остается на сите;
- b) оставляют сито в стакане, который заполнен толуолом (3.4) примерно на 10 мм его глубины, и осторожно кипятят в течение 1 ч, накрыв стакан часовым стеклом.

Предпочтительно выполнять эти процедуры в вытяжном шкафу.

5.3.8 Дважды промывают сито либо петролейным эфиром (3.3), и в этом случае высушивают при температуре 100 °C в течение 30 мин, либо уайт-спиритом (3.2), в этом случае высушивают при температуре 100 °C в течение 1 ч.

5.3.9 Сорные примеси на сите после сушки должны быть рыхлыми и, не считая волокнистого материала, свободнотекучими. Они должны легко удаляться с тканой проволочной сетки. Если этого не происходит, обрабатывают сито кипящим толуолом, как указано в 5.3.7 пункт b.

5.3.10 Если гель-каучук еще остается на сите, прекращают определение и проводят повторное определение.

5.3.11 Охлаждают сито и остаток в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

5.4 Обработка сита

ISO 249:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c34fd2d5-5ec7-4f41-9367-f05906f35e85/iso->

5.4.1 На всех стадиях осторожно обращаются с ситом. Обследуют его после каждого определения на предмет повреждения, например, под микроскопом, с помощью диапроектора (для проецирования изображения тканой проволочной сетки на экран) или лупы (X 10). Если обнаруживают деформацию проволочной сетки, заменяют ее на новую.

5.4.2 После каждого определения осторожно удаляют кисточкой рыхлые примеси. Частично забитые отверстия сита обычно можно осторожно очистить путем кипячения в ксилоле, но более эффективным является обработка с помощью ультразвукового оборудования (4.6). Если, несмотря на такую обработку, тканая проволочная сетка сильно забита и масса сита увеличилась более чем на 1 мг, заменяют проволочную сетку.

5.4.3 Сита могут храниться в теплом толуоле, чтобы уменьшить формирование каучука.

6 Выражение результатов

Содержание сорных примесей в пробе для анализа, выраженное в процентах по массе, рассчитывают по следующей формуле:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

где

m_0 масса пробы для анализа, в граммах;

m_1 масса примесей, в граммах.

Выражают результат с точностью до 0,01%.

7 Прецизионность

См. Приложение В.

8 Протокол испытания

В протокол испытаний должна быть включена следующая информация:

- a) ссылка на данный международный стандарт, т.е. ISO 249;
- b) любые подробности, необходимые для идентификации пробы;
- c) среднее значение двух результатов;
- d) используемый растворитель и пептизатор;
- e) любые необычные явления, замеченные при испытании;
- f) любые действия, не включенные в данный международный стандарт или в другие международные стандарты, на которые дается ссылка, и любые действия, считающиеся необязательными.

IT IS STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 249:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c34fd2d5-5ec7-4f41-9367-f05906f55e85/iso-249-2014>