

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 248-1—
2013

КАУЧУК

Определение содержания летучих веществ

Часть 1

Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата

(ISO 248-1:2011, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 248-1:2011 Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 1: Hot-mill method and oven method (Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 2 «Испытания и анализ» технического комитета по стандартизации ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 марта 2014 г. № 257-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 248-1—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

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	3
7 Прецизионность	5
8 Протокол испытания	5
Приложение А (справочное) Выбор метода испытания	7
Приложение В (обязательное) Гомогенизация проб	8
Приложение С (справочное) Прецизионность	9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам	11
Библиография.	11

КАУЧУК

Определение содержания летучих веществ

Часть 1

Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата

Raw rubber. Determination of volatile-matter content. Part 1. Hot-mill method and oven method

Дата введения — 2016—01—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья, а также за соблюдение требований национального законодательства.

Предупреждение — При выполнении некоторых процедур, установленных настоящим стандартом, могут использоваться или образовываться вещества, или образовываться отходы, представляющие опасность для окружающей среды. Следует руководствоваться соответствующей документацией по безопасному обращению с веществами и удалению отходов.

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает два метода определения содержания летучих веществ в каучуках: метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата.

1.2 Методы применяют для определения содержания летучих веществ в каучуках группы R по ISO 1629, имеющих ненасыщенную углеродную цепь, например, натуральный каучук и синтетические каучуки, полученные с использованием диолефинов.

Методы также можно использовать для испытания других каучуков, при этом должно быть подтверждение, что изменение массы обусловлено только потерей летучих веществ, а не деструкцией каучука.

1.3 Метод горячего вальцевания не применяют для испытания натуральных и синтетических каучуков, которые трудно обрабатываются на горячих вальцах, и синтетических каучуков в форме порошка или чешуек.

1.4 Результаты, полученные при применении указанных методов испытаний, не всегда идентичны. При возникновении разногласий в качестве арбитражного применяют метод А — с использованием термостата.

П р и м е ч а н и е — Информация о выборе метода испытания для разных типов каучуков приведена в приложении А.

2 Нормативные ссылки

2.1 Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 1629 Rubber and lattices — Nomenclature (Каучук и латексы. Номенклатура)

ISO 1795 Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures (Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры)

ISO 2393 Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures (Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ISO 1795, а также следующий термин с соответствующим определением.

3.1 **испытуемая порция пробы** (test portion): Количество каучука, отобранное от пробы для испытания или лабораторной пробы для одного конкретного испытания, например, взвешенное количество каучука для одного определения содержания летучих веществ.

4 Сущность методов

4.1 Метод горячего вальцевания

Испытуемую порцию пробы вальцуют до полного удаления летучих веществ. Вычисляют потерю массы пробы во время вальцевания и принимают ее за результат определения содержания летучих веществ. Если испытуемую порцию пробы перед высушиванием гомогенизируют в соответствии с приложением В, при вычислениях учитывают потерю массы при гомогенизации.

4.2 Метод с использованием термостата

Испытуемую порцию пробы высушивают в термостате до постоянной массы. Вычисляют потерю массы и принимают ее за результат определения содержания летучих веществ. Если испытуемую порцию пробы перед высушиванием гомогенизируют в соответствии с приложением В, при расчетах учитывают потерю массы при гомогенизации.

5 Метод горячего вальцевания

5.1 Общие положения

5.1.1 Используют две процедуры (А и В):

- процедура А: пробу гомогенизируют на лабораторных вальцах, затем испытуемую порцию пробы, отобранную от гомогенизированной пробы, высушивают до постоянной массы на горячих вальцах;
- процедура В: испытуемую порцию пробы высушивают до постоянной массы на горячих вальцах.

П р и м е ч а н и е — Процедура В является упрощенной, не предусматривающей гомогенизацию.

5.1.2 Для проб в форме чешуек или проб, прилипающих к горячим валкам вальцов, для которых взвешивание затруднено или не представляется возможным, применяют метод с использованием термостата.

5.1.3 Массу испытуемых порций пробы устанавливают по согласованию между заинтересованными сторонами.

5.2 Аппаратура

5.2.1 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 Пробу для испытаний массой приблизительно 250 г отбирают от лабораторной пробы по ISO 1795 и гомогенизируют в соответствии с приложением В. Взвешивают отобранную пробу с точностью до 0,1 г до и после гомогенизации (массы m_1 и m_2 соответственно). При необходимости от гомогенизированной пробы отрезают испытуемые порции для проведения других испытаний.

5.3.1.2 Устанавливают зазор между валками вальцов ($0,25 \pm 0,05$) мм по ISO 2393, используя свинцовые пластинки. Поддерживают температуру поверхности валков (105 ± 5) °С.

5.3.1.3 Многократно в течение 4 мин пропускают через зазор между валками вальцов взвешенную испытуемую порцию пробы желательного не менее 100 г (масса m_3), отобранную от гомогенизированной пробы. Следят за тем, чтобы не было потери материала, и проба не прилипала к поверхности валков.

Взвешивают испытуемую порцию пробы с точностью до 0,1 г. Пропускают пробу через зазор между валками вальцов еще 2 мин и повторно взвешивают. Вычисляют содержание летучих веществ, если разность между результатами взвешивания через 4 мин и 6 мин не более 0,1 г.

Если данное условие не выполняется, продолжают вальцевать периодами продолжительностью 2 мин до тех пор, пока уменьшение массы между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,1 г (окончательная масса m_4). Перед каждым взвешиванием испытуемую порцию пробы охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды.

5.3.2 Метод горячего вальцевания — процедура В

5.3.2.1 Отбирают от лабораторной пробы испытуемую порцию пробы массой приблизительно 250 г и взвешивают с точностью до 0,1 г (масса m_5).

5.3.2.2 Устанавливают зазор между валками ($0,25 \pm 0,05$) мм по ISO 2393, используя свинцовые пластинки. Поддерживают температуру поверхности валков (105 ± 5) °С. Пропускают испытуемую порцию пробы через зазор между валками вальцов не менее двух раз, затем повторно взвешивают с точностью до 0,1 г, затем пропускают через зазор между валками вальцов не менее двух раз и повторно взвешивают.

5.3.2.3 Если разность между результатами взвешивания испытуемой порции пробы до и после вальцевания не более 0,1 г, испытуемую порцию пробы считают высушенной. Если испытуемая порция пробы высушена недостаточно, ее продолжают пропускать через зазор между валками вальцов до тех пор, пока разность между результатами взвешивания пробы до и после вальцевания будет не более 0,1 г (m_6).

П р и м е ч а н и е — Пробу перед взвешиванием рекомендуется охлаждать в эксикаторе.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Метод горячего вальцевания — процедура А

Массовую долю летучих веществ w_1 , % масс., вычисляют по формуле

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

где m_2 — масса испытуемой пробы после гомогенизации, г;

m_4 — масса испытуемой порции пробы после вальцевания, г;

m_1 — масса испытуемой пробы до гомогенизации, г;

m_3 — масса испытуемой порции пробы до вальцевания, г.

5.4.2 Метод горячего вальцевания — процедура В

Массовую долю летучих веществ w_2 , % масс., вычисляют по формуле

$$w_2 = \frac{m_5 - m_6}{m_5} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_5 — масса испытуемой порции пробы до вальцевания, г;

m_6 — масса испытуемой порции пробы после вальцевания, г.

6 Метод с использованием термостата

6.1 Общие положения

6.1.1 Используют две процедуры:

- процедура А: пробу для испытаний гомогенизируют на вальцах, затем испытуемую порцию пробы, отобранную от гомогенизированной пробы, высушивают в термостате до постоянной массы. Если проба в виде порошка или ее невозможно взвесить до и после гомогенизации, испытуемую порцию пробы высушивают без гомогенизации.

- процедура В: пробу для испытаний вальцуют, затем отбирают испытуемую порцию пробы и сушат в термостате в течение 1 ч. Если испытуемая проба в виде порошка или ее вальцевание затруднено, испытуемую порцию пробы сушат без предварительного вальцевания. Процедуру В используют только для испытания синтетических каучуков, т. к. для натуральных каучуков требуется гомогенизация.

6.1.2 Масса испытуемых порций пробы устанавливается по согласованию между заинтересованными сторонами.

6.2 Аппаратура

6.2.1 Вентилируемый термостат, предпочтительно с принудительной циркуляцией воздуха, обеспечивающий поддержание температуры $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$.

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

6.2.3 Вальцы, 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 по ISO 1795 массой приблизительно 600 г и гомогенизируют в соответствии с приложением В. Взвешивают пробу с точностью до 0,1 г до и после гомогенизации (массы m_7 и m_8 соответственно). Перед взвешиванием охлаждают пробу температуры окружающей среды. При необходимости от гомогенизированной пробы отрезают испытуемые порции для проведения других испытаний.

6.3.1.1.2 От гомогенизированной пробы отбирают испытуемую порцию массой приблизительно 10 г и взвешивают ее с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.1.3 Пропускают два раза испытуемую порцию пробы через валки вальцов при температуре поверхности валков $(70 \pm 5)^\circ\text{C}$ и зазоре, обеспечивающем получение листа толщиной не более 2 мм.

6.3.1.1.4 Испытуемую порцию пробы сушат 1 ч в термостате, поддерживаемом при температуре $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$, с открытыми вентиляционными отверстиями и включенным вентилятором (при наличии) для циркуляции воздуха. Испытуемую порцию пробы размещают так, чтобы по возможности максимальная площадь ее поверхности была обращена к горячему воздуху. Пробу охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают. Повторяют процедуру нагревания периодами продолжительностью не менее 30 мин до тех пор, пока уменьшение массы между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,1 мг (окончательная масса m_{10}).

6.3.1.1.5 Если проба в виде порошка, методом случайной выборки отбирают испытуемую порцию пробы массой приблизительно 10 г и помещают ее на чистое часовое стекло или чистый алюминиевый лоток для облегчения взвешивания. Взвешивают с точностью до 1 мг (окончательная масса m_9). Сушат испытуемую порцию пробы по 6.3.1.1.4 и взвешивают с точностью до 1 мг (окончательная масса m_{10}).

6.3.1.2 Синтетический каучук

6.3.1.2.1 От лабораторной пробы отбирают пробу по ISO 1795 массой приблизительно 250 г и гомогенизируют в соответствии с приложением В. Взвешивают пробу до и после гомогенизации с точностью до 0,1 г (массы m_7 и m_8 соответственно). При необходимости от гомогенизированной пробы отрезают испытуемые порции для проведения других испытаний.

6.3.1.2.2 Отбирают от гомогенизированной пробы испытуемую порцию массой приблизительно 10 г и взвешивают ее с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.2.3 Пропускают два раза испытуемую порцию пробы через валки вальцов при температуре поверхности валков $(70 \pm 5)^\circ\text{C}$ и зазоре, обеспечивающем получение листа толщиной не более 2 мм.

6.3.1.2.4 Если вальцевание пробы невозможно, отбирают от гомогенизированной пробы испытуемую порцию массой приблизительно 10 г и измельчают вручную на небольшие кубики с размером граней 2—5 мм. Помещают кубики на чистое часовое стекло или на чистый алюминиевый лоток для облегчения взвешивания. Взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_9).

6.3.1.2.5 Сушат испытуемую порцию пробы по 6.3.1.1.4 и взвешивают с точностью до 1 мг (окончательная масса m_{10}).

6.3.1.2.6 Если испытуемую порцию пробы сложно взвесить до и после гомогенизации из-за ее прилипания к поверхности валков, испытуемую порцию пробы массой приблизительно 10 г отбирают от лабораторной пробы и измельчают вручную на небольшие кубики с размером граней 2—5 мм. Помещают кубики на чистое часовое стекло или на чистый алюминиевый лоток для облегчения взвешивания. Взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_9). Сушат испытуемую порцию пробы по 6.3.1.1.4 и взвешивают с точностью до 1 мг (окончательная масса m_{10}).

6.3.1.2.7 Если проба в виде порошка, методом случайной выборки отбирают испытуемую порцию пробы массой приблизительно 10 г и помещают ее на чистое часовое стекло или чистый алюминиевый лоток для облегчения взвешивания. Взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_9). Сушат испытуемую порцию пробы по 6.3.1.1.4 и взвешивают с точностью до 1 мг (окончательная масса m_{10}).

6.3.2 Метод с использованием термостата — процедура В

6.3.2.1 Отбирают пробу для испытания массой приблизительно 250 г и пропускают ее через валки вальцов, нагретые до температуры приблизительно 30°C , при зазоре между валками $(0,25 \pm 0,05)$ мм, обеспечивающем получение тонкого листа. От листованной пробы отбирают для испытания две испыту-

емые порции массой приблизительно 50 г и взвешивают каждую порцию с точностью до 10 мг (масса m_{11}). Сушат испытуемые порции пробы 1 ч в термостате, обеспечивающем поддержание температуры $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$. Испытуемые порции пробы извлекают из термостата, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 10 мг (масса m_{12}).

6.3.2.2 Если проба в виде порошка (чешуек) или ее листование невозможно из-за прилипания к валкам, отбирают две испытуемые порции пробы массой приблизительно 10 г непосредственно от лабораторной пробы. При необходимости испытуемую порцию пробы измельчают вручную на небольшие кубики с размером граней 2—5 мм. Помещают каждую испытуемую порцию пробы на предварительно взвешенный чистый алюминиевый лоток глубиной 15 мм и диаметром 60 мм или лоток аналогичной формы и взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_{11}). Помещают лотки, содержащие испытуемые порции пробы в термостат, обеспечивающий поддержание температуры $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$, на 1 ч. Извлекают лотки из термостата, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 1 мг (масса m_{12}).

6.4 Оформление результатов

6.4.1 Метод с использованием термостата — процедура А

6.4.1.1 Если испытуемую порцию пробы отбирают от гомогенизированной пробы (см. 6.3.1.1.2, 6.3.1.2.2 и 6.3.1.2.4), массовую долю летучих веществ w_3 , % масс., вычисляют по формуле

$$w_3 = \left(1 - \frac{m_8 \cdot m_{10}}{m_7 \cdot m_9} \right) \cdot 100, \quad (3)$$

где m_8 — масса испытуемой пробы после гомогенизации, г;

m_{10} — масса испытуемой порции пробы после сушки, г;

m_7 — масса испытуемой пробы до гомогенизации, г

m_9 — масса испытуемой порции пробы до сушки, г.

6.4.1.2 Если испытуемая проба в виде порошка или прилипает к поверхности валков (см. 6.3.1.1.5, 6.3.1.2.6 и 6.3.1.2.7), массовую долю летучих веществ w_4 , % масс., вычисляют по формуле

$$w_4 = \frac{m_9 - m_{10}}{m_9} \cdot 100, \quad (4)$$

где m_9 — масса испытуемой порции пробы до сушки, г;

m_{10} — масса испытуемой порции пробы после сушки, г.

6.4.2 Метод с использованием термостата — процедура В

Вычисляют массовую долю летучих веществ w_5 , % масс., по формуле

$$w_5 = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11}} \cdot 100, \quad (5)$$

где m_{11} — масса испытуемой порции пробы до сушки, г;

m_{12} — масса испытуемой порции пробы после сушки, г.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение результатов определений двух испытуемых порций пробы.

7 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложение С.

8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

а) информацию, необходимую для идентификации каучука;

б) метод испытания:

1) обозначение настоящего стандарта;

2) применяемый метод (метод горячего вальцевания, процедура А; метод горячего вальцевания, процедура В; метод с использованием термостата, процедура А или метод с использованием термостата, процедура В);

- с) информацию об испытании:
 - 1) количество испытываемых порций пробы;
 - 2) информацию о любой процедуре, не предусмотренной настоящим стандартом, или дополнительной;
 - 3) отклонения, отмеченные во время определений;
- d) результаты проведенных испытаний;
- e) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Выбор метода испытания

А.1 Каучуки группы R по ISO 1629

В таблице А.1 приведена обобщенная информация о применимости методов испытаний, установленных в настоящем стандарте, для каучуков группы R по ISO 1629.

Т а б л и ц а А.1 — Методы испытания каучуков

Метод		Каучуки группы R по ISO 1629					
		Натуральный		Синтетический			
		Гомогени- зированный	В форме порошка	Можно взвешивать до и после гомогенизации		Невозможно взвешивать до и после гомогенизации	В форме порошка
		Листованный		Листование возможно	Листование невозможно	Прилипает к поверхности валков	
Горячее вальцевание	Процедура А	N	N	Y	N	N	N
	Процедура В	N	N	Y	N	N	N
С использо- ванием тер- мостата	Процедура А	Y	Y	Y	Y	Y	Y
	Процедура В	N	N	Y	Y	Y	Y
Y — применяется. N — не применяется.							

А.2 Каучуки, не включенные в группу R по ISO 1629

При применении методов испытаний, установленных в настоящем стандарте, для каучуков, не относящихся к группе R, должно быть подтверждение, что изменение массы обусловлено только потерей летучих веществ, а не деструкцией каучука. Для выбора метода испытания таких каучуков можно использовать таблицу А. 1.

Приложение В
(обязательное)

Гомогенизация проб

В.1 Аппаратура

В.1.1 Для гомогенизации испытуемых проб используют вальцы, соответствующие ISO 2393.

В.2 Проведение гомогенизации

В.2.1 Взвешивают пробу в соответствии с используемым методом испытания с точностью до 0,1 г и гомогенизируют, пропуская десять раз между валками вальцов при зазоре $(1,30 \pm 0,15)$ мм и температуре поверхности валков (70 ± 5) °С.

В.2.2 Со второго по девятый раз включительно сворачивают пробу в рулон и концом рулона пропускают через зазор между валками вальцов. Возвращают в пробу любые отделившиеся твердые частицы.

В.2.3 При пропускании пробы в десятый раз ее подают в виде листа, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 г.

Приложение С
(справочное)

Прецизионность

С.1 Общие положения

Показатели повторяемости и воспроизводимости, характеризующие прецизионность, вычисляли по ISO/TR 9272:1986. В ISO/TR 9272:1986 приведена дополнительная информация по прецизионности и терминологии.

С.2 Информация о межлабораторной программе испытаний, проведенной в 1984 г.

С.2.1 Межлабораторная программа испытаний (ИТР) была организована в 1984 г. Малазийским исследовательским институтом каучука. Были проведены две отдельные программы: одна — в марте, другая — в июле. В каждую лабораторию направлялись материалы двух типов:

- а) смешанные пробы двух каучуков А и В;
- б) несмешанные (обычные) пробы каучуков А и В.

С.2.2 При испытании проб двух типов (смешанных и несмешанных) за результат испытания принимали среднеарифметическое значение результатов трех отдельных определений.

С.2.3 При испытании применяли метод с использованием термостата (процедура А).

С.2.4 При выполнении межлабораторной программы испытаний была определена прецизионность типа 1. Период времени, в течение которого определялись повторяемость и воспроизводимость, указан в днях. В рамках ИТР испытания смешанных проб проводили с участием 14 лабораторий, несмешанных проб — с участием 13 лабораторий.

С.3 Информация о межлабораторной программе испытаний, проведенной в 2003 г.

С.3.1 Межлабораторная программа испытаний (ИТР) проводилась с апреля по май 2003 г. с участием 7 лабораторий при проведении испытаний методом горячего вальцевания (процедура В) и с участием 8 лабораторий — при проведении испытаний методом с использованием термостата (процедура В).

С.3.2 При проведении испытаний двумя методами использованы две пробы каучука: проба С (каучук SBR 1500) и проба D (не наполненный маслом каучук BR).

С.3.3 Результаты, приведенные в таблице С.3, для метода с использованием термостата (процедура В) и в таблице С.4 для метода горячего вальцевания (процедура В) являются средними значениями и характеризуют прецизионность данных методов испытаний, определенную в рамках ИТР при проведении лабораториями по два определения двух проб каучука.

С.4 Результаты оценки прецизионности

Результаты, полученные в рамках ИТР 1984 г., для смешанных проб приведены в таблице С.1, для несмешанных проб — в таблице С.2.

Т а б л и ц а С.1 — Прецизионность метода с использованием термостата (процедура А — испытание смешанной пробы)

Проба	Среднее значение содержания летучих веществ, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		<i>r</i>	(<i>r</i>)	<i>R</i>	(<i>R</i>)
А	0,37	0,031	8,54	0,154	41,9
В	0,37	0,032	8,71	0,151	40,7
Объединенное среднее значение	0,37	0,032	8,62	0,152	41,3
Используются следующие обозначения: <i>r</i> — предел повторяемости массовой доли, % масс.; (<i>r</i>) — предел повторяемости от среднего значения, % отн.; <i>R</i> — предел воспроизводимости, % масс.; (<i>R</i>) — предел воспроизводимости от среднего значения, % отн.					

Т а б л и ц а С.2 — Прецизионность метода с использованием термостата (процедура А — испытания несмешанных проб)

Проба	Среднее значение содержания летучих веществ, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(r)	R	(R)
А	0,35	0,081	22,9	0,257	73,1
В	0,40	0,091	23,1	0,299	74,5
Объединенное среднее значение	0,37	0,086	23,0	0,279	74,6
Используются следующие обозначения: r — предел повторяемости, % масс. (r) — предел повторяемости от среднего значения, % отн.; R — предел воспроизводимости, % масс. (R) — предел воспроизводимости от среднего значения, % отн.					

Результаты, полученные в рамках ИТР 2003 г. для метода с использованием термостата (процедура В), приведены в таблице С.3, для метода горячего вальцевания (процедура В) — в таблице С.4.

Т а б л и ц а С.3 — Прецизионность метода с использованием термостата (процедура В)

Проба	Среднее значение содержания летучих веществ, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
С (SBR)	0,10	0,02	0,04	45,7	0,02	0,06	67,6
Д (BR)	0,22	0,03	0,08	35,1	0,08	0,22	99,2
Используются следующие обозначения: s_r — стандартное отклонение повторяемости; s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, а также обозначения, приведенные в таблице С.1.							

Т а б л и ц а С.4 — Прецизионность метода горячего вальцевания (процедура В)

Проба	Среднее значение содержания летучих веществ, % масс.	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
С (SBR)	0,07	0,02	0,07	97,8	0,03	0,10	137,3
Д (BR)	0,23	0,04	0,10	44,7	0,06	0,18	80,5
Используются следующие обозначения: s_r — стандартное отклонение повторяемости; s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, а также обозначения, приведенные в таблице С.1.							

Показатели прецизионности, вычисленные в рамках указанных межлабораторных программ испытаний, не используют при проведении приемочных испытаний группы материалов или продуктов без документального подтверждения того, что данные показатели применимы к этим конкретным материалам или продуктам.

Приложение ДА
(справочное)Сведения о соответствии межгосударственных стандартов
ссылочным международным стандартам

Т а б л и ц а ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 1629:1995 Каучук и латексы. Номенклатура	NEQ	ГОСТ 28860—90 Каучуки и латексы. Номенклатура
ISO 1795:2007 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры
ISO 2393:2008 Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы	NEQ	ГОСТ 30263—96 Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы
П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

Библиография

- [1] ISO/TR 9272:1986* Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards
(Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности стандартных методов испытаний) [в настоящее время отменен]

* Действует ISO/TR 9272:2005.

УДК 678:543.573:006.354

МКС 83.040.10

IDT

Ключевые слова: каучук, определение содержания летучих веществ, метод горячего вальцевания, метод с использованием термостата

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.05.2014. Подписано в печать 01.06.2014. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 41 экз. Зак. 2189.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru