
**Ингредиенты резиновой смеси.
Углеродная сажа. Определение
коэффициента пропускания света
толуолового экстракта**

*Rubber compounding ingredients – Carbon black -- Determination of
light transmittance of toluene extract*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3858:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b585db31-ff4f-4124-ac19-42e43c0d0f7a/iso-3858-2008>

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



Ссылочный номер
ISO 3858:2008(R)

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 интегрированные шрифты и они не будут установлены на 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, использованные 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 3858:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b585db31-ff4f-4124-ac19-42e43c0d0f7a/iso-3858-2008>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

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 22 734 09 47
E-mail copyright @ iso.org

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

ISO (Международная организация по стандартизации) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех подобных патентных прав.

ISO 3858 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 3, *Сырье (включая латекс) для применения в резиновой промышленности*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 3858:2004), в которое в ходе технического пересмотра были внесены незначительные изменения, главным образом, с целью исключения стадии измельчения гранулированных проб (6.2 в ISO 3858:2004) из процедуры подготовки проб.

Ингредиенты резиновой смеси. Углеродная сажа. Определение коэффициента пропускания света толуолового экстракта

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лица, использующие данный международный стандарт, должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий международный стандарт не ставит целью решить все проблемы, угрожающие безопасности и связанные с использованием настоящего документа. Пользователь данного международного стандарта сам несет ответственность за установление соответствующих правил безопасности и охраны здоровья и определение применимости ограничений, налагаемых местными регламентами, перед его использованием.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения коэффициента пропускания света толуоловым экстрактом углеродной сажи для использования в резиновой промышленности, как средства измерения обесцвечивания, вызванного экстрагируемым материалом.

Значение светопропускаемости обеспечивает оценку степени обесцвечивания, вызванного экстрагируемым толуолом веществом, присутствующим на поверхности углеродной сажи.

Данный метод не следует применять к углеродным сажам с высоким содержанием экстрагируемого вещества.

2 Нормативные ссылки

Нижеследующие документы являются обязательными для применения данного документа. Для датированных ссылок действительно только указанное издание. В случае недатированных ссылок используется последняя редакция документа, на который дается ссылка (включая все изменения).

ISO 1124, *Ингредиенты резиновой смеси. Отбор проб углеродной сажи из партии*

ISO 1126:2006, *Ингредиенты резиновой смеси. Углеродная сажа. Определение потерь при нагревании*

ISO/TR 9272, *Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартов на методы испытания*

3 Сущность метода

Пробу углеродной сажи взвешивают, сушат и берут навеску пробы для анализа и перемешивают с известным измеренным объемом толуола при комнатной температуре. Смесь фильтруют и часть фильтрата переносят в абсорбционную кювету. Светопропускаемость фильтрата измеряют по сравнению с чистым толуолом при длине волны, используемой в спектрофотометре.

4 Реактив

4.1 **Толуол**, аналитической чистоты, С.А.С. No. 108-88-3.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее:

5.1 **Аналитические весы**, точностью до 0,1 мг.

5.2 **Печь**, предпочтительно со свободной конвекцией, обеспечивающая регулирование температуры в пределах ± 1 °С при температуре 125 °С и однородность температуры в пределах ± 5 °С.

5.3 **Спектрофотометр**, с вольфрамовой лампой накаливания, максимальная ширина спектральной полосы пропускания 20 нм, обеспечивающей измерение относительного коэффициента пропускания при длине волны 425 нм. Прибор должен быть на основе призмы высокого разрешения или дифракционной решеткой, устраняющей необходимость использования оптического фильтра. На приборе необходимо работать в соответствии с инструкциями изготовителя по эксплуатации для максимальной эффективности. Некоторые приборы могут потребовать применения трансформатора постоянного напряжения в электрической цепи, чтобы компенсировать колебания напряжения, превышающие 4 В.

ПРИМЕЧАНИЕ Можно использовать современные спектрофотометры. Однако, они обычно отличаются по ширине полосы пропускания от описанного прибора и могут давать отличающиеся результаты. Рекомендуется проведение надлежащей калибровки таких приборов по всему диапазону коэффициента пропускания по спектрофотометру высокой чувствительности (например, с шириной полосы пропускания 2 нм при длине волны 425 нм) для внесения возможных поправок в показания.

5.4 **Фотометрические (абсорбционные) кюветы**, с параллельными боковыми сторонами, плоскополированные в пределах 10 нм.

Внутреннее расстояние между полированными поверхностями должно составлять 10 мм \pm 0,05 мм.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если использованная кювета имеет длину оптического пути, отличающуюся от 10 мм, коэффициент пропускания, который будет получен на кювете на 10 мм задается уравнением

$$\log_{10} \tau_0 = \frac{10}{L} \times \log_{10} \tau - \frac{20}{L} + 2 \quad (1)$$

где

τ_0 относительный коэффициент пропускания через кювету 10 мм;

τ относительный коэффициент пропускания, наблюдаемого через используемую кювету;

L длина оптического пути, в миллиметрах, использованной кюветы.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Абсорбционные кюветы могут отличаться по коэффициенту пропускания. Рекомендуется использовать одну и ту же абсорбционную кювету для настройки спектрофотометра и для фактических измерений.

5.5 **Конические колбы**, вместимостью 100 см³ или 125 см³, с притертыми пробками.

5.6 **Мерный цилиндр**, вместимостью 50 см³, градуированный с ценой деления 1 см³, или **автоматический дозатор**, бутылочного типа.

5.7 **Фильтровальная воронка**, внутренним диаметром 75 мм в верхней части, изготовленная из химически стойкого стекла.

5.8 **Фильтровальная бумага**, диаметром 150 мм, не содержащая веществ, экстрагируемых толуолом и задерживающая всю углеродную сажу.

- 5.9 Химические стаканы**, вместимостью 50 см³ или 100 см³, с носиком.
- 5.10 Бумага для протирания**, безворсовая, или **ткань для протирания оптических линз**.
- 5.11 Ватные тампоны**.
- 5.12 Вытяжной шкаф**, полностью закрытый с трех сторон, с подходящим поглотителем дыма и противоискровым вентилятором и мотором.
- 5.13 Контейнер**, для сливания использованного толуола и экстрактов углеродной сажи.

6 Подготовка образцов

- 6.1** Пробы отбирают в соответствии с ISO 1124.
- 6.2** Сушат приблизительно 4 г пробы углеродной сажи в течение 1 ч при температуре 125 °С в печи (5.2) в соответствии с ISO 1126:2006, метод 1. Дают охладиться до комнатной температуры в эксикаторе. Просушенную пробу держат в эксикаторе до начала испытания.

Углеродную сажу не рекомендуется сушить при температуре выше установленной или с использованием инфракрасных ламп, поскольку можно потерять некоторую часть экстрагированного вещества, что повлияет на результаты.

ПРИМЕЧАНИЕ Сушка не требуется для такого материала как термическая сажа, которая производится по «сухой» технологии.

7 Условия испытания

испытание должно выполняться в стандартных условиях, при температуре $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ и относительной влажности $(50 \pm 5)\%$ или при температуре $27\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ и относительной влажности $(65 \pm 5)\%$. Реактив с оборудование необходимо держать в помещении, где будет проводиться испытание в течение достаточного времени, чтобы достичь окружающей температуры перед применением.

ВНИМАНИЕ! — Тoluол является опасным материалом, поэтому испытание должно выполняться в вытяжном шкафу с соответствующим поглотителем дыма. Мотор, вентилятор и т.п. должны быть безыскровыми. В вытяжном шкафу также не должно быть постороннего дыма и паров, которые могут загрязнить используемый реактив и оборудование и, таким образом, сказаться на результатах.

8 Проведение испытания

8.1 Стандартизация спектрофотометра

8.1.1 Дают спектрофотометру (5.3) прогреться в течение времени, установленного для этого прибора в инструкциях по эксплуатации.

8.1.2 Длину волны на приборе устанавливают на значение 425 нм. Проверяют нуль-показание прибора и, при необходимости, регулируют.

8.1.3 Помещают фильтровальную бумагу (5.8) в воронку (5.7) и фильтруют приблизительно 30 см³ толуола (4.1) в коническую колбу (5.5), и закрывают колбу пробкой.

8.1.4 Наливают порцию профильтрованного толуола в химический стакан (5.9).

8.1.5 Через носик стакана споласкивают абсорбционную кювету (5.4) три раза профильтрованным толуолом, наполняя ее каждый раз приблизительно на одну треть.

Абсорбционную кювету берут только за шлифованные грани. Прозрачные гладкие стороны нельзя трогать пальцами.

8.1.6 Наполняют кювету фильтрованным толуолом и тщательно протирают наружные поверхности специальной бумагой или тканью для протирки оптических линз (5.10), держа кювету перед удобным источником света для надлежащего контроля.

Содержимое кюветы должно быть свободно от примесей, таких как ворсинки, которые могут рассеивать свет и, таким образом, влиять на результаты. Если необходимо, очищают внутреннюю поверхность ватным тампоном (5.11), или снова протирают наружную поверхность до полной прозрачности. Если требуется очистка внутренней поверхности кюветы, повторяют процедуру 8.1.5.

8.1.7 Помещают абсорбционную кювету в спектрофотометр и настраивают прибор на считывание 100 %-ного пропускания при длине волны 425 нм.

8.2 Испытание проб

8.2.1 За исключением углеродной сажи N990, N991, N907 и N908, взвешивают $2 \text{ г} \pm 0,01 \text{ г}$ просушенной углеродной сажи и переносят пробу для анализа в коническую колбу (5.5).

Для углеродной сажи N990 и N991 взвешивают $5,0 \text{ г} \pm 0,01 \text{ г}$; для сажи N907 и N908 взвешивают $3,0 \text{ г} \pm 0,01 \text{ г}$.

8.2.2 С помощью мерного цилиндра или автоматического дозатора (5.6), добавляют $20 \text{ см}^3 \pm 0,5 \text{ см}^3$ толуола в коническую колбу с анализируемой пробой и закрывают колбу пробкой (для N990 и N991 добавляют $50 \text{ см}^3 \pm 0,5 \text{ см}^3$ толуола, для N907 и N908 добавляют $30 \text{ см}^3 \pm 0,5 \text{ см}^3$ толуола).

При необходимости можно использовать большие количества анализируемой пробы и толуола, но соотношение объемов должно оставаться следующим: 10 см^3 толуола на каждый 1 г углеродной сажи.

8.2.3 В течение 5 с после добавления толуола энергично встряхивают смесь вручную в течение 60 с-65 с. Альтернативно можно использовать механический шейкер, обеспечивающий энергичное встряхивание со скоростью 240 встряхиваний в минуту.

8.2.4 Непосредственно после встряхивания фильтруют смесь через воронку (5.7) с фильтровальной бумагой (5.8) во вторую коническую колбу (5.5), и закрывают колбу пробкой.

Если в фильтрате очевидно присутствие сажи, фильтрат отбрасывают и процедуру повторяют.

Для каждой анализируемой пробы фильтровальную бумагу меняют.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Углеродная сажа может содержать полициклические ароматические соединения, некоторые из которых являются известными канцерогенами. Такие соединения, если присутствуют, так прочно связаны с углеродной сажой, что являются биологически неактивными, но их можно удалить методом, описанным в данном стандарте. Необходимо следить, чтобы на кожу не попадали экстракты растворителя из сажи.

8.2.5 Используя абсорбционную кювету соответствующую коэффициенту пропускания кювете, использованной в 8.1.5, или, если возможно, ту же самую кювету, повторяют с фильтратом операции (см. 8.2.4), описанный в 8.1.4 - 8.1.6.

8.2.6 Помещают абсорбционную кювету в стандартизованный спектрофотометр (см. 8.1) и регистрируют коэффициент пропускания в процентах при длине волны 425 нм с точностью до 1 %.

8.2.7 Споласкивают абсорбционную кювету чистым толуолом (4.1) сразу же после каждого определения.

8.2.8 Если возможно, корректируют значения коэффициента пропускания, полученные спектрофотометром, в соответствии с примечанием к 5.3 и Примечанием 1 к 5.4 и регистрируют результат с точностью до 1 %.

9 Прецизионность и систематическая погрешность

9.1 Информация о прецизионности и систематической погрешности получена из программы межлабораторных испытаний, выполненной в соответствии с ISO/TR 9272.

9.2 Результаты дают оценку прецизионности, описанной ниже. Эти показатели прецизионности нельзя использовать в приемочных испытаниях любой группы материалов без документации, которая подтверждает, что эти показатели применимы именно к этим материалам, и без конкретных протоколов испытания, которые включают данный метод.

9.3 Программа межлабораторных исследований прецизионности Типа 1 была проведена в соответствии с Таблицей 1. Повторяемость и воспроизводимость представляют краткосрочные (ежедневные) условия испытания. Испытания проводились двумя операторами в каждой лаборатории, выполнявшими испытание по одному разу в каждый из двух дней. Результатом испытания было значение, полученное от одного определения. Приемлемые значения расхождения не измерялись. Компонент вариации между операторами включен в значения, рассчитанные для r и R .

Таблица 1 — Программа межлабораторных испытаний

Номинальный период испытаний	Материал	Число лабораторий
Март 1996	N650	48
Октябрь 1996	IRB 6 (N330)	40
Март 1997	SRB N762	44
Сентябрь 1997	SRB A5 (N135)	39
Март 1998	N550	45

9.4 Результаты расчета прецизионности приведены в Таблице 2, выраженные в абсолютных значениях (процент пропускания).

Таблица 2 — Показатели прецизионности

Все значения в процентах

Материал	Среднее значение	s_r	(r)	s_R	(R)
N550	96,91	0,68	1,93	1,87	5,28
N660	97,41	0,65	1,83	1,34	3,79
SRB N762	98,01	0,65	1,84	1,23	3,49
SRB A5 (N135)	98,99	0,39	1,09	0,64	1,81
IRB 6 (N330)	98,99	0,38	1,08	0,81	2,30
Среднее	98,06				
Совокупные значения		0,56	1,60	1,25	3,55

9.5 Прецизионность для совокупных значений пропускания света толуоловым экстрактом можно выразить следующим образом:

9.5.1 Повторяемость (сходимость): Обобщенная относительная повторяемость, (r), данного испытания установлена как 1,60 %. Любое другое значение из Таблицы 2 можно использовать в качестве оценки повторяемости, по обстоятельствам. Расхождение между результатами двух отдельных испытаний (или определений), полученных на идентичном исследуемом материале в условиях повторяемости, предписанных для этого испытания, превысит повторяемость на среднем не более чем в одном случае из 20 при нормальной и правильной работе метода. Два результата отдельных испытаний, которые отличаются более чем на соответствующее значение из Таблицы 2, должны вызвать сомнение в принадлежности к одной совокупности и привести к принятию необходимых мер.

9.5.2 Воспроизводимость: Обобщенная относительная воспроизводимость, (R), данного испытания установлена как 3,55 %. Любое другое значение в Таблице 2 можно использовать в качестве оценки воспроизводимости, по обстоятельствам. Расхождение между результатами двух отдельных и независимых испытаний, полученных двумя операторами, работающими в предписанных условиях воспроизводимости в разных лабораториях на идентичном испытываемом материале превысит воспроизводимость на среднем не более чем в одном случае из 20 при нормальной и правильной работе метода. Два результата отдельных испытаний, полученные в разных лабораториях, которые отличаются более чем на соответствующее значение из Таблицы 2 должны вызвать сомнение в принадлежности к одной совокупности и привести к принятию необходимых научных, технических или коммерческих мер.

9.6 Систематическая погрешность: В терминологии данного метода испытания систематическая погрешность представляет собой разность между средним значением результата испытания и контрольным (истинным) значением исследуемой характеристики. Опорных значений для данного метода не существует, поскольку значение (или уровень) испытываемого свойства определяется исключительно данным методом. Поэтому систематическую погрешность определить невозможно.

10 Протокол испытания

ISO 3858:2008

<https://standards.iso.org/standards/catalog/standards/sist/b585db31-ff4f-4124-ac19-42e43c0d0f7a/iso-3858-2008>

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- a) все детали, необходимые для полной идентификации пробы;
- b) ссылку на данный международный стандарт;
- c) указание ширины полосы пропускания спектрофотометра;
- d) результат коэффициента пропускания толуолового экстракта, обычно округленный до 1 %;
- e) дату выполнения испытания.