
**Ингредиенты резиновой смеси.
Углеродная сажа. Определение удельной
поверхности методами адсорбции азота.
Одноточечные методики**

*Rubber compounding ingredients -- Carbon black -- Determination of
specific surface area by nitrogen adsorption methods -- Single-point
procedures*

iTeh ST
(standards.itih.ai)

ISO 4652:2012

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/d0358e9d-9f16-4d78-b90d-e7150e55ddee/iso-4652-2012>

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



Ссылочный номер
ISO 4652:2012(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 4652:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d0358e9d-9f16-4d78-b90d-e7150e55ddee/iso-4652-2012>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2012

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 Метод А, с применением прибора Ni-Count-1	1
3.1 Принцип	2
3.2 Реактивы	2
3.3 Аппаратура.....	2
3.4 Приготовление образца	5
3.5 Условия испытания.....	5
3.6 Процедура	6
3.7 Представление результатов	11
3.8 Протокол испытания.....	12
4 Метод В, с применением измерителя площади - Areameter	12
4.1 Принцип	12
4.2 Реактивы	12
4.3 Аппаратура.....	13
4.4 Приготовление анализируемой пробы	14
4.5 Условия испытания.....	15
4.6 Процедура	15
4.7 Представление результатов	16
4.8 Протокол испытания.....	18
5 Метод С, с применением хроматографии.....	18
5.1 Принцип	18
5.2 Реактивы	18
5.3 Аппаратура.....	18
5.4 Условия испытания.....	19
5.5 Процедура	19
5.6 Представление результатов	20
5.7 Протокол испытания.....	21
6 Метод D, с применением анализатора площади поверхности Monosorb	21
6.1 Принцип	21
6.2 Реактивы	21
6.3 Аппаратура.....	21
6.4 Начальная установка	22
6.5 Условия испытания.....	22
6.6 Калибровка	22
6.7 Процедура	22
6.8 Представление результатов	26
6.9 Протокол испытания.....	26
Приложение А (нормативное) Приготовление измерителя площади.....	27

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, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, заданными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. Организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав

ISO 4652 подготовлен Техническим Комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 3, *Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности*.

Настоящее второе издание ISO 4652 отменяет и заменяет ISO 4652-1:1994, которое было технически пересмотрено. В данную версию вошли следующие изменения:

- Номер стандарта изменен с ISO 4652-1 на ISO 4652, поскольку другие части отсутствуют.
- Соответственно изменен заголовок.
- В область применения добавлено положение о том, что многоточечный метол, установленный в ISO 18852 является предпочтительным.
- Обновлены нормативные ссылки в Разделе 2.
- Аппаратура Ni-Count-1, используемая в методе А, больше не поступает от изготовителя. Однако решено сохранить метод А для тех, которые еще используют эту аппаратуру. Для объяснения этого добавлено примечание в начало Раздела 3.

Ингредиенты резиновой смеси. Углеродная сажа. Определение удельной поверхности методами адсорбции азота. Одноточечные методики

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лица, пользующиеся данным международным стандартом, должны быть знакомы со стандартной лабораторной практикой. Настоящий стандарт не решает все проблемы безопасности, если они возникают, связанные с его применением. Пользователь несет ответственность за установление безопасных и охраняющих здоровье мер и обеспечивает соответствие со всеми национальными регулятивными условиями.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает четыре метода определения удельной поверхности углеродной сажи, типы и марки которой применяются в резиновой промышленности:

- метод А с применением прибора Ni-Count-1 (Раздел 3);
- метод В с применением измерителя площади -Areometer (Раздел 4);
- метод С с применением газовой хроматографии (Раздел 5);
- метод D с применением анализатора площади поверхности Monosorb (Раздел 6).

По этим четырем методам могут быть получены до некоторой степени отличающиеся результаты. Используемая методика вакуумирования отличается от метода к методу, и очень важно исследовать возможность корректировки результатов, используя стандартные справочные углеродные сажи.

Результаты могут также отличаться от тех, которые получены по многоточечному методу, установленному в ISO 18852, который является предпочтительным.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными для применения настоящего документа. Для жестких ссылок применяется только цитируемое издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 1126, *Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании*

ISO 18852, *Ингредиенты резиновой смеси. Определение площади поверхности азота по многим точкам (NSA) и площади поверхности слоя статистическим методом (STSA)*

3 Метод А, с применением прибора Ni-Count-1

ПРИМЕЧАНИЕ Хотя прибор Ni-Count-1 больше не выпускается изготовителем, компанией E.G. & G. Chandler Engineering, Этот метод сохранен для удобства тех, кто еще использует этот прибор.

3.1 Принцип

Анализируемая проба дегазируется и взвешивается, затем подвергается воздействию азота при температуре жидкого азота. Определяют количество азота, адсорбированного на поверхности углеродной сажи при равновесном состоянии. По этому значению и массе дегазированной анализируемой пробы рассчитывают удельную поверхность.

3.2 Реактивы

3.2.1 Азот, в баллоне, или в другом источнике очищенного азота признанного аналитического качества.

Подача азота в прибор Ni-Count-1 (см. 3.3.1) должна регулироваться под давлением от 70 кПа до 140 кПа. Если используется азот из баллона, то баллон должен быть оснащен двухступенчатым регулятором, способным выдерживать давление на выходе в установленном диапазоне.

3.2.2 Жидкий азот (для определения требуется около 300 см³).

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Применять с осторожностью. Необходимо надеть перчатки и защитные очки, поскольку температура жидкого азота – 196 °С.

3.3 Аппаратура

3.3.1 Прибор измерения удельной поверхности Ni-Count-1 (см. Рисунки 1 и 2), или эквивалентный прибор одноточечной адсорбции.

ПРИМЕЧАНИЕ Прибор Ni-Count-1 больше не выпускается (см. Примечание в начале этого раздела).

3.3.2 Нагреватель с устройством регулирования напряжения, способный выдерживать температуру 300 °С ± 10 °С, для дегазации анализируемой пробы.

ПРИМЕЧАНИЕ Нагреватель (см. Рисунок 1) поставляется вместе с прибором Ni-Count-1.

3.3.3 Вакуумный насос, способный создавать предельное давление (1,3 × 10⁻²) Па [(1 × 10⁻⁴) ммHg].

3.3.4 Сосуд Дьюара, вместимостью около 265 см³ и высотой 145 мм.

Сосуд поставляется вместе с прибором Ni-Count-1.

3.3.5 Термометр насыщенных паров азота под давлением (см. Рисунок 2).

Поставляется вместе с прибором Ni-Count-1.

3.3.6 Трубки отборника проб (см. Рисунок 3).

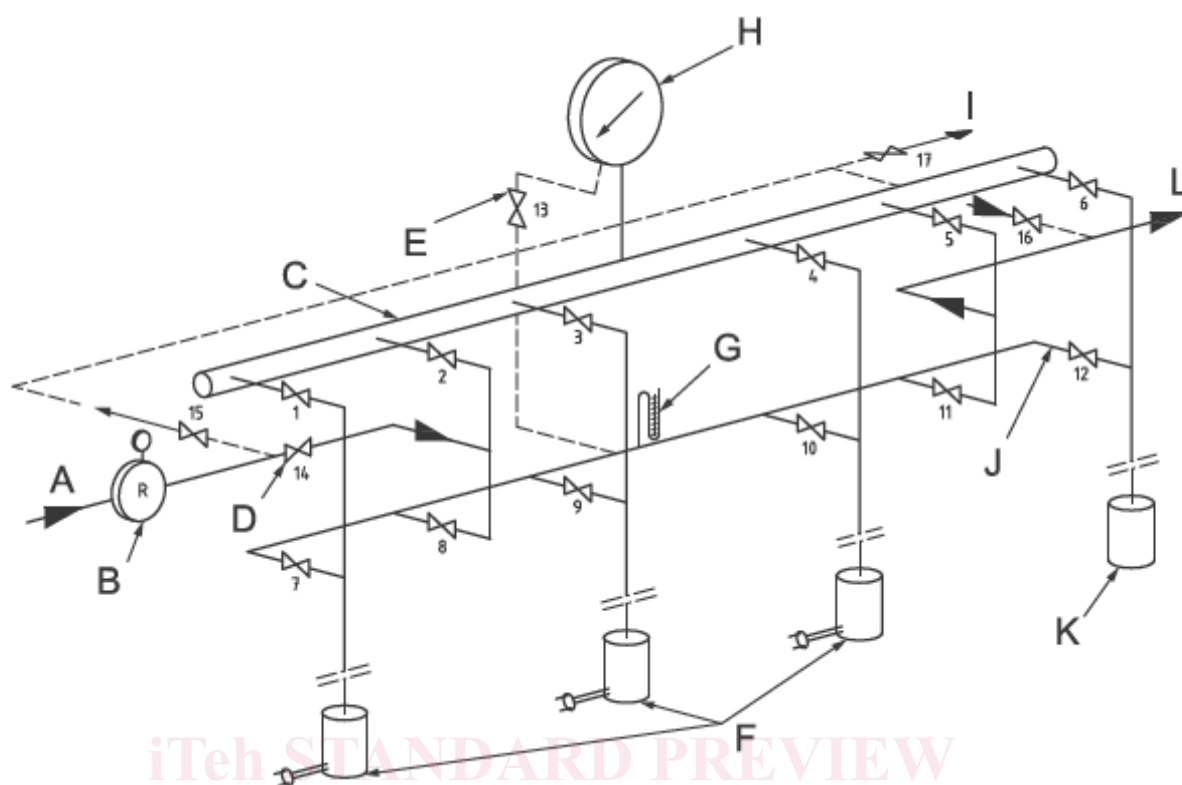
Рекомендуемые объемы приведены в Таблице 1.

3.3.7 Смазка для задвижек или смазка поли(хлоротрифторэтиленовая).

Поставляется вместе с прибором Ni-Count-1.

3.3.8 Тонкая стекловата.

3.3.9 Аналитические весы, с точностью до 0,1 мг.

**Обозначение**

A газ азота

B регулятор потока

C камера калиброванная по объему и распределитель

D клапан регулировки потока

E линия и клапан откачки корпуса манометра

F электрические нагреватели (см. 3.3.2)

G вакуумный индикатор

H прецизионный манометр, 0 кПа до 103 кПа (0 ммHg до 775 ммHg)

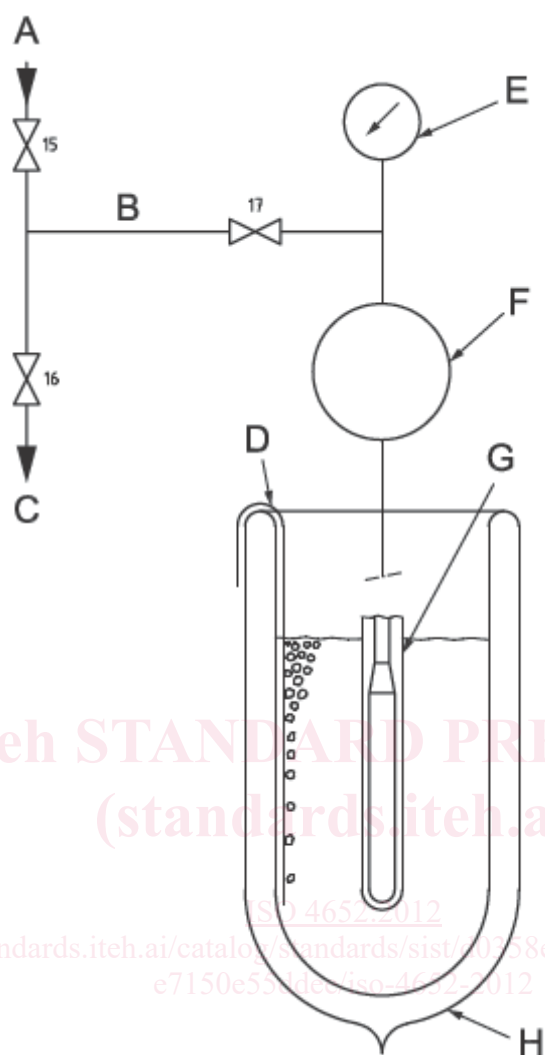
I к термометру насыщенным парам азота под давлением

J вакуумный распределитель

K Сосуд Дьюара с жидким азотом

L к вакуумному насосу

Рисунок 1 — Прибор Ni-Count-1 для четырех анализируемых проб



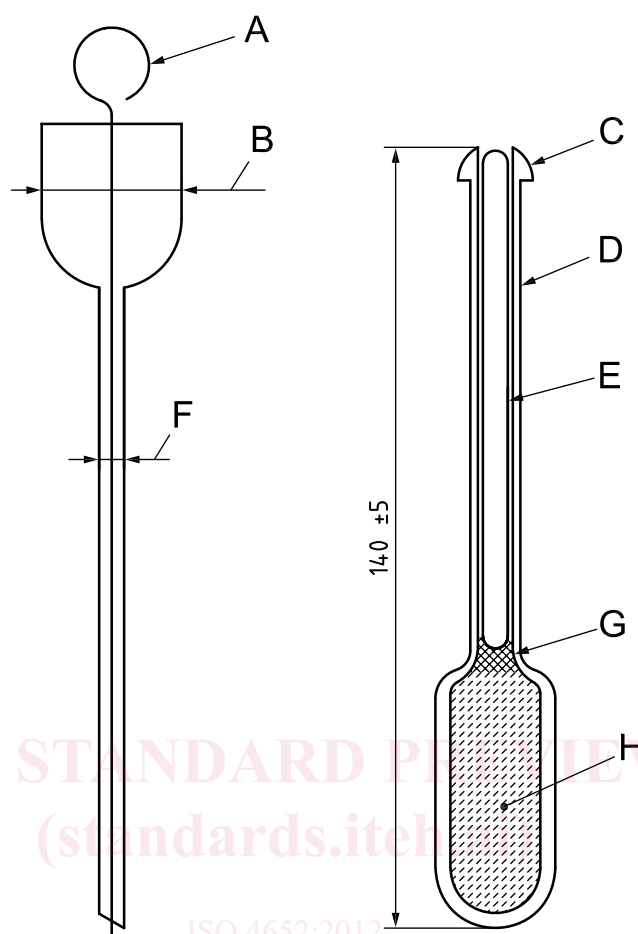
Обозначение

- | | | | |
|---|--------------------------------------------------------|---|---------------------------------------------------------------|
| A | чистый азот | E | прецизионный манометр от 0 кПа до 25 кПа (0 ммHg до 186 ммHg) |
| B | соединительная муфта линии заполнения | F | мерная камера |
| C | к вакуумному насосу | G | чувствительный элемент термометра |
| D | Медная проволока, обмотанная вокруг края сосуда Дьюара | H | Сосуд Дьюара с жидким азотом |

ПРИМЕЧАНИЕ Система заполнена чистым азотом до давления от 13 кПа до 20 кПа (100 ммHg до 150 ммHg).

Рисунок 2 — Термометр насыщенных паров азота под давлением

Размеры в миллиметрах



а) Загрузочная воронка б) Стеклоаналитическая трубка

Обозначение

- | | | | |
|---|--------------------------------------------------------------------------------|---|-----------------------|
| A | стальная нержавеющая проволока | F | наружный диаметр 5 мм |
| B | наружный диаметр 25 мм | G | пробка из стекловаты |
| C | 12/5 шаровое сочленение | H | анализируемая проба |
| D | трубка, наружный диаметр 8 мм, внутренний диаметр 6 мм | | |
| E | присадочный пруток или трубка, наружный диаметр 5 мм, запаянная с обоих концов | | |

Рисунок 3 — Загрузочная воронка и стеклянная трубка пробоотборника

3.4 Приготовление образца

Гранулы углеродной сажи не должны быть окатаны. Не рыхлая, не окатанная углеродная сажа, при желании, может быть уплотнена.

3.5 Условия испытания

Испытание желательно проводить в условиях окружающей среды либо при $23\text{ C} \pm 2\text{ C}$ и относительной влажности $(50 \pm 5)\%$, либо при $27\text{ C} \pm 2\text{ C}$ и относительной влажности $(65 \pm 5)\%$.

Реактивы и прибор должны выдерживаться при температурном равновесии в той же самой комнате в

течение 24 ч перед использованием.

В испытательной лаборатории не должно быть дыма или паров, загрязняющих реактивы или прибор, и влияющих таким образом на результаты.

3.6 Процедура

3.6.1 Приготовление и калибровка прибора

3.6.1.1 Цельнометаллический прибор Ni-Count-1 имеет внутренний объем, регулируемый до 139,5 см³. В этот внутренний объем входят все линии манометра, регулируемого так, что манометр показывает 66,7 кПа (500 ммHg) при температуре лаборатории 27 °С. Таблицы зависимости удельной поверхности от давления (поставляемые с прибором Ni-Count-1) дают точные результаты удельной поверхности, если внутренний объем прибора был точно отрегулирован на заводе до 139,5 см³. Для подтверждения этого объема рекомендуется проводить испытания на стандартной справочной углеродной саже, имеющей согласованную поверхность азота, независимо определенную многоточечным методом, установленным в ISO 18852.

3.6.1.2 Прибор Ni-Count-1 должен быть подготовлен, как установлено в инструкциях, поставляемых вместе с прибором. В процедуру входит следующее: заполнение термометра для измерения температуры паров азота под давлением (3.3.5) очищенным азотом (3.2.1); откачка корпуса манометра большого давления и перекрытие клапана корпуса; многократная прокачка азотом резервуара и вакуумного трубопровода до тех пор, пока полностью не выйдет воздух; и регулировка напряжения нагревателей выдержки температуры 300 °С ± 10 °С, измеряемой термометром в резервуаре нагревателя.

Если воздух попал в резервуар в любое время, то продувку следует повторить.

3.6.1.3 Калибровка и точность оборудования должна проверяться испытаниями на стандартных справочных сажах.

3.6.2 Определение

3.6.2.1 Используя в качестве руководства данные Таблицы 1, выбирают чистую пробоотборную трубку и берут соответствующую массу анализируемой пробы. Если марка сажи неизвестна, проводят предварительное испытание для определения массы сажи, которая показывает давление адсорбции между 20,0 кПа и 33,3 кПа (150 ммHg и 250 ммHg).

Таблица 1 — Рекомендуемые объемы пробоотборных трубок и массы анализируемых проб для обычных марок прессованных и гранулированных углеродных саж

Серии углеродной сажи	Удельная поверхность м ² /г	Объем пробоотборной трубки		Масса анализируемой пробы г
		Спрессованная см ³	Гранулированная см ³	
N100	140	5,0	3,5	1,1
N200 — S200	110	7,5	4,5	1,5
N300 — S300	80	10	5,5	2,0
N500	44	18	9	3,6
N600	30	22	11	5,3
N900	20 до 6	15 до 30	10 до 25	10 до 15

3.6.2.2 Взвешивают с точностью до 0,1 мг, пробку из стекловаты (3.3.8) соответствующего размера для поддержки трубки в стволе пробоотборника. Регистрируют массу.

3.6.2.3 Взвешивают с точностью до 0,1 мг, чисты сухой пробоотборник (3.3.6) вместе с его трубкой и пробкой из стекловаты. Регистрируют массу (m_1).

3.6.2.4 Приблизительно взвешивают предварительно высушенную пробу для анализа. (Это масса не дегазирована и не используется в расчетах.)

3.6.2.5 Помещают пробу для анализа в пробоотборную трубку, вводят пробку из стекловаты и проталкивают в трубке до ее правильного положения.

3.6.2.6 Слегка смазывают шаровое сочленение трубки пробоотборника высоковакуумной смазкой или смазкой (3.3.7), стараясь, чтобы смазка не попала внутрь ствола. Вставляют шарик пробоотборника в сопряженный металлический держатель прибора Ni-Count-1 и удерживают пробоотборную трубку на месте металлическим пружинным зажимом.

3.6.2.7 Начинают откачку пробоотборника через вакуумный распределитель и поднимают нагреватель вокруг трубки для проведения дегазации анализируемой пробы при $300\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ в течение минимум 15 мин.

3.6.2.8 Во время откачки несколько раз продувают пробу газом азота. Для этого закрывают клапан к вакуумному насосу и моментально открывают клапан от подачи азота к вакуумному распределителю и устанавливают скорость клапаном регулировки потока, а затем возобновляют откачку.

3.6.2.9 Закрывают вакуумный клапан и наблюдают за детектором утечки, чтобы обнаружить выделение газов из анализируемой пробы. Если проба должным образом дегазирована, то индикатор утечки не должен показывать изменения давления больше, чем 0,1 кПа (1 ммHg) в течение 5 мин.

3.6.2.10 Отделяют дегазированную пробу от вакуумного распределителя, закрывая клапан. Удаляют нагреватель.

3.6.2.11 Если давление в резервуаре продутом азотом выше 65,7 кПа (493 ммHg) при 23 °C [или выше 66,7 кПа (500 ммHg) при 27 °C], проводят откачку до более низкого давления. Полная откачка не требуется, если воздух был допущен на входе.

Заполняют азотом продутые резервуары прибора и распределителя до давления 65,7 кПа (493 ммHg), при температуре 23 °C , или до 66,7 кПа (500 ммHg) при температуре 27 °C . Для каждого градуса соответственно выше или ниже указанных температур, добавляют или вычитают 0,222 кПа (1,67 ммHg) от установленных давлений.

3.6.2.12 Открывают клапан от резервуара с азотом к трубке пробоотборника, поворачивая его на три полных оборота.

3.6.2.13 Помещают сосуд Дьюара (3.3.4) наполненный жидким азотом (3.2.2) вокруг пробоотборной трубки.

Таблица 2 — Коэффициент коррекции температуры жидкого азота

Давление паров азота p_N		Коэффициент коррекции B	Давление паров азота p_N		Коэффициент коррекции B	Давление паров азота p_N		Коэффициент коррекции B	Давление паров азота p_N		Коэффициент коррекции B
ммHg	кПа		ммHg	кПа		ммHg	кПа		ммHg	кПа	
660	88,0	0,954 16	695	92,7	0,974 22	730	97,3	0,994 27	765	102,0	1,014 32
661	88,1	0,954 73	696	92,8	0,974 79	731	97,5	0,994 84	766	102,1	1,014 90
662	88,3	0,955 31	697	92,9	0,975 36	732	97,6	0,995 42	767	102,3	1,015 47
663	88,4	0,955 88	698	93,1	0,975 93	733	97,7	0,995 99	768	102,4	1,016 04
664	88,5	0,956 45	699	93,2	0,976 51	734	97,9	0,996 56	769	102,5	1,016 62
665	88,7	0,957 03	700	93,3	0,977 08	735	98,0	0,997 14	770	102,7	1,017 19
666	88,8	0,957 60	701	93,5	0,977 65	736	98,1	0,997 71	771	102,8	1,017 76
667	88,9	0,958 17	702	93,6	0,978 23	737	98,3	0,998 28	772	102,9	1,018 34
668	89,1	0,958 74	703	93,7	0,978 80	738	98,4	0,998 85	773	103,1	1,018 91
669	89,2	0,959 32	704	93,9	0,979 37	739	98,5	0,999 43	774	103,2	1,019 48
670	89,3	0,959 89	705	94,0	0,979 95	740	98,7	1,000 00	775	103,3	1,020 05
671	89,5	0,960 46	706	94,1	0,980 52	741	98,8	1,000 57	776	103,5	1,020 63
672	89,6	0,961 04	707	94,3	0,981 09	742	98,9	1,001 15	777	103,6	1,021 20
673	89,7	0,961 61	708	94,4	0,981 66	743	99,1	1,001 72	778	103,7	1,021 77
674	89,9	0,962 18	709	94,5	0,982 24	744	99,2	1,002 29	779	103,9	1,022 35
675	90,0	0,962 76	710	94,7	0,982 81	745	99,3	1,002 86	780	104,0	1,022 92
676	90,1	0,963 33	711	94,8	0,983 38	746	99,5	1,003 44	781	104,1	1,023 49
677	90,3	0,963 90	712	94,9	0,983 96	747	99,6	1,004 01	782	104,3	1,024 07
678	90,4	0,964 47	713	95,1	0,984 53	748	99,7	1,004 58	783	104,4	1,024 64
679	90,5	0,965 05	714	95,2	0,985 10	749	99,9	1,005 16	784	104,5	1,025 21
680	90,7	0,965 62	715	95,3	0,985 68	750	100,0	1,005 73	785	104,7	1,025 78
681	90,8	0,966 19	716	95,5	0,986 25	751	100,1	1,006 30	786	104,8	1,026 36
682	90,9	0,966 77	717	95,6	0,986 82	752	100,3	1,006 88	787	104,9	1,026 93
683	91,1	0,967 34	718	95,7	0,987 39	753	100,4	1,007 45	788	105,1	1,027 50
684	91,2	0,967 91	719	95,9	0,987 97	754	100,5	1,008 02	789	105,2	1,028 08
685	91,3	0,968 49	720	96,0	0,988 54	755	100,7	1,008 59	790	105,3	1,028 65
686	91,5	0,969 06	721	96,1	0,989 11	756	100,8	1,009 17	791	105,5	1,029 22
687	91,6	0,969 63	722	96,3	0,989 69	757	100,9	1,009 74	792	105,6	1,029 80
688	91,7	0,970 20	723	96,4	0,990 26	758	101,1	1,010 31	793	105,7	1,030 37
689	91,9	0,970 78	724	96,5	0,990 83	759	101,2	1,010 89	794	105,9	1,030 94
690	92,0	0,971 35	725	96,7	0,991 41	760	101,3	1,011 46	795	106,0	1,031 51
691	92,1	0,971 92	726	96,8	0,991 98	761	101,5	1,012 03	796	106,1	1,032 09
692	92,3	0,972 50	727	96,9	0,992 55	762	101,6	1,012 61	797	106,3	1,032 66
693	92,4	0,973 07	728	97,1	0,993 12	763	101,7	1,013 18	798	106,4	1,033 23
694	92,5	0,973 64	729	97,2	0,993 70	764	101,9	1,013 75	799	106,5	1,033 81

ПРИМЕЧАНИЕ Коэффициент коррекции температуры жидкого азота B выводится из формулы $1 + 0,057 3 \times [(p_N - 98,7)/13,3]$, где

p_N — давление пара, в килопаскалях, чистого азота при температуре адсорбции, измеренной термометром насыщенных паров азота под давлением (3.3.5);
98,7 — барометрическое давление, в килопаскалях, во время калибровки прибора, для определения площади S при равновесном давлении (см. Таблица 3).

Если давление выражено в миллиметрах ртутного столба, то вышеуказанная формула становится $1 + 0,057 3 \times [(p_N - 740)/100]$.