
**Ингредиенты резиновой смеси.
Технический углерод. Определение
коэффициента маслостойкости (OAN) и
коэффициента маслостойкости
спрессованного образца (COAN)**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of
oil absorption number (OAN) and oil absorption number of compressed
sample (COAN)*

iTeh STA (standards.iteh.ai)

ISO 4656:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012>

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



Ссылочный номер
ISO 4656:2012(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 установку интегрированных шрифтов в 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 Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF 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, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4656:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012>



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 по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

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 Сущность метода	2
4 Реактивы	2
5 Аппаратура	2
6 Подготовка образцов	3
7 Условия испытания	3
8 Проведение испытания	4
8.1 Проверка абсорбциометра и бюретки постоянной скорости	4
8.2 Калибровка и нормализация абсорбциометра	4
8.3 Навеска для испытания	5
8.4 Определение	5
9 Обработка результатов	6
10 Прецизионность и систематическая погрешность	6
11 Протокол испытания	6
Приложение А (нормативное) Приготовление прессованных образцов	7
Приложение В (нормативное) Проверка и настройка крутящего момента и гидравлического демпфирования	12
Приложение С (нормативное) Проверка бюретки постоянной скорости	14
Приложение D (информативное) Прецизионность и систематическая погрешность	16
Библиография	18

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. Что касается стандартизации в области электротехники, то ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами Директив ISO/IEC, Часть 2.

Основной задачей технических комитетов является подготовка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. Международная организация по стандартизации не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 4656 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 3, *Сырье (включая латекс) для использования в резиновой промышленности*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 4656-2007) после технического пересмотра. В дополнение к незначительным редакторским правкам были внесены следующие изменения:

- предупреждение относительно опасности дибутилфталата добавлено в начало Раздела 4;
- в Таблицу 1 добавлен находящийся в обращении стандартный образец технического углерода SBR D8;
- в А.3.7 “меш” заменен на “номинальный размер отверстий”;
- в Приложении А касательно подготовки спрессованных образцов для анализа переписаны подразделы А.5.1.2, А.5.1.11, А.5.2.1 и А.5.2.14, чтобы задать для каждого типа технического углерода массу технического углерода, которую необходимо взять для прессования и массу, которую затем необходимо брать в качестве навески для анализа для определения коэффициента маслосъемкости прессованного образца;
- показатели прецизионности (ранее представленные в Разделе 10) перемещены в информативное приложение (Приложение D);

ISO/TR 9272:2005 перемещен из раздела нормативных ссылок в, библиографию.

Ингредиенты резиновой смеси. Технический углерод. Определение коэффициента маслосъемности (OAN) и коэффициента маслосъемности спрессованного образца (COAN)

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лица, использующие настоящий международный стандарт, должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий международный стандарт не ставит целью решить все проблемы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь данного международного стандарта сам несет ответственность за разработку соответствующей техники безопасности и правил охраны здоровья, а также за обеспечение соответствия условиям всех национальных регламентов.

1 Область применения

Коэффициент маслосъемности (OAN) является мерой способности технического углерода к абсорбции жидкостей. Это свойство является функцией структуры технического углерода. Для применения со стандартными гранулированными сортами, включая N-ряд технического углерода, описанный в ASTM D 1765, используют дибутилфталат (DBP) или парафиновое масло, хотя определение OAN с помощью парафинового масла на некоторых видах технического углерода и порошкообразного углерода может показать неприемлемые отличия по сравнению с определением OAN с применением масла DBP. В то время, как исследования показали, что эти два масла дают сопоставимую прецизионность, у парафинового масла имеется преимущество: оно не такое вредное.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012)

Настоящий международный стандарт устанавливает метод, использующий абсорбциометр для определения коэффициента маслосъемности технического углерода, используемого в резиновой промышленности.

Этот же метод используют для определения коэффициента маслосъемности спрессованных образцов технического углерода. Методика приготовления спрессованных образцов описана в Приложении А.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 1126, *Ингредиенты резиновой смеси. Технический углерод. Определение потерь при нагревании*

ASTM D 1765, *Стандартная система классификации технических углеродов, используемая в резиновой промышленности*

ASTM D 4821, *Стандартное руководство по техническому углероду. Валидация прецизионности и систематической погрешности методов испытаний*

3 Сущность метода

В навеску технического углерода, которая постоянно находится в движении за счет вращающихся лопастей (лепестков), добавляют масло. По мере добавления жидкости смесь преобразуется из свободно текущего порошка в полупластичную массу. Конечная точка для определения достигается, когда крутящий момент в результате такого изменения вязкостных характеристик достигает либо заранее установленного значения, либо составляет определенный процент от максимального крутящего момента, рассчитанного по построенной кривой зарегистрированных крутящих моментов.

4 Реактивы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Дибутилфталат классифицируют как «особо опасное вещество» (SVHC), поскольку считается «токсическим для репродуктивности». Его производство и продажа в некоторых странах регламентирована. Необходимо надевать защитную одежду. Замена его парафиновым маслом технически осуществима.

4.1 Дибутилфталат, $\rho_{25} =$ от 1,042 Мг/м³ до 1,047 Мг/м³;

или

4.2 Парафиновое масло, имеющее кинематическую вязкость от 10 мм²/с до 34 мм²/с (от 10 сСт до 34 сСт) при температуре 40 °С.

4.3 Стандартные образцы технического углерода (SRB).¹⁾

5 Аппаратура

5.1 Абсорбиометр²⁾, состоящий из элементов, описанных в 5.2 – 5.5.

Используют абсорбиометры двух основных типов:

- a) электронные модели (типы С, Е и DABS), оснащенные датчиком нагрузки и цифровым индикатором крутящего момента;
- b) механические модели (типы А и В), которые являются более старыми и основаны на пружинах и механических индикаторах крутящего момента.

Хотя механических измерителей в продаже больше не имеется, пользоваться ими можно.

5.2 Смесительная камера, нержавеющая сталь.

Можно применять камеры, изготовленные из других материалов, например, алюминия с мягким или твердым анодированным покрытием, при условии, что они дадут приемлемые показания для SRB-F

1) Стандартные образцы технического углерода имеются в Лаборатории стандартов и технологий (Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset Street, Borger, TX 79007, USA, Tel/Fax: + 1 806 273 3006, E-mail: wesb@cableone.net, Интернет: www.carbonstandard.com. Эта информация дается только для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении продукции, произведенные данной компанией.

2) Подходящий аппарат имеется от Brabender GmbH & Co KG, Kulturstr. 51-55, 47055 Duisburg, Germany, Tel: + 49 203 7788-0, Fax: + 49 203 7788-100, E-mail: brabender@brabender.com, Web site: www.brabender.com, и от HITEC Luxembourg, 5, rue de l'Église, L-1458 Luxembourg, Tel: + 352 49 84 78, Fax: + 352 40 13 03, E-mail: info@hitec.lu, Web site: www.hitec.lu. Эта информация дается только для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении указанного аппарата. Можно использовать равноценные аппараты, при условии получения аналогичных результатов.

после калибровки (см. 8.2.9). Отделка поверхности смесительной камеры является важным моментом для поддержания надежной калибровки, не допускается модификаций смесительной камеры для поддержания калибровки.

Рекомендуется предварительно полировать новые камеры для замены в течение 16 ч, чтобы свести к минимуму эффекты изменений поверхности камеры на калибровку при первоначальном использовании.

5.3 Роторы с приводом, подогнанные под смесительную камеру (5.2) и вращающиеся с частотой 13 рад/с (125 об/мин).

5.4 Датчик крутящего момента, состоящий из датчика нагрузки для измерения кривой крутящего момента.

Абсорбциометры типов С и DABS оснащены интегрированной системой сбора данных для записи кривой крутящего момента и вычисления конечной точки. Абсорбциометр типа Е можно оснастить внешней системой сбора данных³⁾. Абсорбциометры типов А и В используют пружину и амортизатор, имеющий дроссельную задвижку, от которой срабатывает переключатель предельного крутящего момента, который автоматически останавливает роторы (5.3) и бюретку (5.5), когда предварительно заданный крутящий момент достигнут. Инструкции по проверке и регулировке установочных параметров приведены в Приложении В.

5.5 Бюретка постоянной скорости, предварительно установленная на подачу масла со скоростью $(0,067 \pm 0,0004) \text{ см}^3/\text{с}$ [$(4,0 \pm 0,025) \text{ см}^3/\text{мин}$]. Инструкции по проверке бюретки приведены в Приложении С.

5.6 Печь, гравитационно-конвекторного типа, обеспечивающая регулировку температуры в пределах $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ при температуре $125 \text{ }^\circ\text{C}$ и однородность температуры в пределах $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.7 Весы, точность взвешивания 10 мг.

5.8 Эксикатор.

5.9 Шпатель, изготовленный из мягкого материала, чтобы не поцарапать смесительную камеру.

6 Подготовка образцов

Сушат массу технического углерода, установленную в 8.3, в течение 1 ч в печи (5.6), настроенной на $125 \text{ }^\circ\text{C}$, по методике, установленной в ISO 1126. Дают остыть до окружающей температуры в эксикаторе (5.8). Держат высушенный образец в эксикаторе до начала испытания.

7 Условия испытания

Испытание предпочтительно проводить при температуре $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$. Температуру смесительной камеры следует держать ниже $30 \text{ }^\circ\text{C}$.

3) Этот аппарат можно приобрести у HITEC, Luxembourg, (см. Сноску 2). Эта информация дается только для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении указанного аппарата. Можно использовать равноценные аппараты, при условии получения аналогичных результатов.

8 Проведение испытания

8.1 Проверка абсорбциометра и бюретки постоянной скорости

Поступают в соответствии с Приложениями В и С.

8.2 Калибровка и нормализация абсорбциометра

8.2.1 Следуют процедуре, указанной в 8.3 и 8.4, используя одну серию стандартных образцов технического углерода (SRB) как указано в ASTM D 4821. Каждый стандартный образец должен быть испытан необходимое число раз, чтобы установить надежные значения измерений.

Определенные полу-усиливающие технические углероды, т.е. углероды ряда N500, N600 и N700 и термические сажи (N900), могут не достичь конечной точки ввиду недостаточного уровня крутящего момента. Поэтому предпочтительным методом испытания технических углеродов мягких сортов является регистрация кривой крутящего момента и использованием чернильного самописца или системы сбора данных и считывание конечной точки на 70 % максимума кривой. Если применяют такой подход, то необходимо убедиться, что калибровку выполняли таким же способом.

8.2.2 Испытывают шесть стандартных образцов параллельно, чтобы установить среднее измеренное значение. Дополнительные значения добавляют периодически раз в неделю. Скользящее среднее измеренных значений вычисляют по последним четырем значениям.

Если испытывают только полу-усиливающие или усиливающие в высокой степени технические углероды, калибровку можно ограничить до любого из трех стандартных образцов твердого технического углерода (А, В, С) или из трех стандартных образцов мягкого технического углерода (D, E, F).

8.2.3 Выполняют анализ регрессии, используя стандартное значение (стандартного) образца технического углерода (y -значение) и скользящее среднее измеренного значения (x -значение). Рекомендуется записывать калибровочные кривые для твердых и мягких марок технического углерода по отдельности.

8.2.4 Нормализуют значения всех последующих определений следующим образом:

Нормализованное значение = (измеренное значение \times наклон) + y -отрезок

8.2.5 В другом варианте можно составить таблицу чисел на основе уравнений регрессии, чтобы обнаружить соответствие между измеренным и калиброванным значением.

8.2.6 Для SRB, которые постоянно дают измеренные значения, выходящие за рамки ожидаемой изменчивости, испытательную установку необходимо калибровать повторно.

8.2.7 Если происходят изменения в абсорбциометре или калибровке, необходимо строить новую калибровочную кривую в соответствии с 8.2.1.

8.2.8 В большинстве примеров, если невозможно получить надежную калибровку, следуя 8.2.2 – 8.2.5, потребуется заменить смесительную камеру с лучшей отделкой поверхности.

8.2.9 Регулируют переключатель предела крутящего момента таким образом, чтобы используемая серия стандартных образцов марки F давала значение в границах приемлемого диапазона [SRB F5: $(129,5 \pm 1,5)$ см³/100 г; SRB F6: $(133,6 \pm 3,3)$ см³/100 г; SRB F7: $(129,3 \pm 2,0)$ см³/100 г]. После калибровки, этот установочный параметр менять нельзя.

8.2.10 Необходимо отметить, что для абсорбциометров типов С, Е и DABS:

- датчик крутящего момента предварительно устанавливается с выдержкой времени 3 с;
- если используют систему сбора данных, значения последующих определений автоматически корректируются программой.

8.2.11 Для абсорбциометров типов А и В:

- проверяют, чтобы селектор скорости (если имеется) записывающего крутящий момент устройства находился в нужном положении;
- обязательно применять нормализацию в соответствии с 8.2.2 – 8.2.9 для расчета правильных значений коэффициента маслосъемности.

8.3 Навеска для испытания**8.3.1 Определения OAN**

Берут навеску с точностью до 20 мг, просушенного технического углерода в соответствии с Таблицей 1.

Таблица 1 — Масса навески для определения маслосъемности

Тип технического углерода	Масса навески
	г
Ряд N630, N642, N700, исключая N765	25
Ряд N800 и N900 и SRB D7 и SBR D8	40
Все другие типы (включая N765)	20

При высокой насыпной плотности технических углеродов, которые заполняют смесительную камеру до недостаточного уровня, может потребоваться применение навески большей массы, так чтобы мог развиваться достаточный крутящий момент для активизации переключателя предельного крутящего момента.

8.3.2 Определения COAN

См. Приложение А.

8.4 Определение

8.4.1 Переносят навеску (см. 8.3) в смесительную камеру абсорбциометра, калиброванного в соответствии с 8.2.

8.4.2 Возвращают на место крышку камеры.

8.4.3 Проверяют поток реактива, свесив подающую трубку в емкость для отходов и включив подачу. Бюретка (5.5) должна давать не содержащий воздуха поток масла (4.1 или 4.2), а подающая трубка не должна содержать пузырьков воздуха. Отключают подачу. Выравнивают подающую трубку в смесительной камере и переключают на “автоматическую подачу”.

8.4.4 Выставляют счетчик бюретки на ноль. Если используется система сбора данных, это производится системой автоматически.

8.4.5 Нажимают кнопку старта.

8.4.6 Записывают показания счетчика бюретки после того, как прибор остановлен.

8.4.7 Снимают смесительную камеру и чистят лопасти роторов (5.3) и смесительную камеру шпателем (5.9).

Процесс очистки можно упростить, добавив некоторое количество сухого технического углерода и включив абсорбциометр до съемки камеры, пока снова не наполнят бюретку.

8.4.8 Снова вставляют смесительную камеру.

9 Обработка результатов

Коэффициент маслосъемкости OAN (или COAN, если образец спрессован перед испытанием) технического углерода, выраженный в кубических сантиметрах на 100 г, задается следующим уравнением:

$$\text{OAN или COAN} = \frac{V}{m} \times 100$$

где

V объем, в кубических сантиметрах, использованного масла (см. 8.4.6);

m масса, в граммах, навески для испытания (см. 8.3).

Нормализуют измеренное значение, используя формулу из 8.2.4.

10 Прецизионность и систематическая погрешность

См. Приложение D.

11 Протокол испытания

ISO 4656:2012

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012)

Протокол испытания должен включать следующие сведения:

- a) ссылку на данный международный стандарт;
- b) все детали, необходимые для полной идентификации образца;
- c) использованную температуру сушки (125 °C);
- d) прессовали технический углерод перед испытанием (COAN) или нет (OAN);
- e) условия проведения испытания;
- f) использованную массу навески;
- g) использованный метод определения конечной точки (фиксированное значение для переключателя предельного крутящего момента или 70 % от максимального крутящего момента);
- h) значение установочного параметра переключателя предельного крутящего момента;
- i) результаты, полученные от отдельных определений, и их среднее значение;
- j) дату выполнения испытания.

Приложение А (нормативное)

Приготовление прессованных образцов

А.1 Область применения

В данном приложении устанавливаются процедуры приготовления образцов для определения коэффициента маслосъемности образцов в спрессованном состоянии технического углерода, применяемого в резиновой промышленности.

А.2 Сущность метода

Некоторое количество сухого технического углерода прессуют в четыре раза при давлении 165 МПа и затем определяют коэффициент маслосъемности в соответствии с настоящим международным стандартом.

А.3 Аппаратура

А.3.1 Весы, точностью до 10 мг.

А.3.2 Печь, гравитационно-конвекторного типа, обеспечивающая регулировку температуры в пределах ± 1 °C при температуре 125 °C и однородность температуры в пределах ± 5 °C.

А.3.3 Цилиндр с поршнем для прессования (тип А или В).

А.3.4 Гидравлический пресс, с электроприводом, имеющий достаточную мощность для вдавливания поршня в цилиндр во время прессования образца со скоростью 4,2 мм/с и создающий конечное давление 165 МПа на образец.

А.3.5 Шпатель.

А.3.6 Стальной стакан.

А.3.7 Сито, номинальный размер отверстий 850 мкм.

А.3.8 Щетка, с жесткой щетиной 38 мм.

А.3.9 Эксикатор.

А.4 Подготовка образца

Сушат нужное количество технического углерода в течение 1 ч в печи (А.3.2), поддерживаемой при температуре 125 °C. Дают остыть до температуры окружающей среды в эксикаторе (А.3.9).