МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 4656— 2013

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ. УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Определение числа абсорбции масла (OAN) и числа абсорбции масла сжатого образца (COAN)

(ISO 4656:2012, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

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 4656:2012 Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of oil absorption number (OAN) and oil absorption number of compressed sample (COAN) [Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение числа абсорбции масла (OAN) и числа абсорбции масла сжатого образца (COAN)].

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» технического комитета ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

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.

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

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 марта 2014 г. № 212-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 4656—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 ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 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 Сущность метода . . . 2
4 Реактивы и материалы . . . 2
5 Аппаратура . . . 2
6 Подготовка пробы . . . 3
7 Условия проведения испытания . . . 3
8 Проведение испытания . . . 3
9 Обработка результатов . . . 5
10 Прецизионность и смещение . . . 5
11 Протокол испытания . . . 5
Приложение А (обязательное) Приготовление сжатых образцов для испытания . . . 6
Приложение В (обязательное) Проверка и регулировка крутящего момента и гидравлического демпфирования . . . 10
Приложение С (обязательное) Проверка бюретки с постоянной скоростью подачи жидкости . . . 12
Приложение D (обязательное) Прецизионность и смещение . . . 13
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам . . . 15
Библиография . . . 15

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИНГРЕДИЕНТЫ РЕЗИНОВОЙ СМЕСИ. УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ

Определение числа абсорбции масла (OAN) и числа абсорбции масла сжатого образца (COAN)

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

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.

1 Область применения

Число абсорбции масла характеризует способность технического углерода поглощать жидкости. Данное свойство технического углерода определяется его структурой. Для испытаний гранулированного технического углерода обычных сортов, включая технический углерод серии N по ASTM D 1756, можно применять дибутилфталат (DBP) или парафиновое масло, в то время как для некоторых специфических сортов технического углерода и порошкообразного углерода при определении OAN с использованием парафинового масла могут быть получены результаты с недопустимым расхождением относительно результатов определения OAN с использованием дибутилфталата. При проведении исследований установлено, что результаты испытаний с использованием двух масел характеризуются сопоставимыми показателями прецизионности, однако парафиновое масло, являющееся неопасным, обладает преимуществом.

Настоящий стандарт устанавливает метод определения числа абсорбции масла технического углерода, предназначенного для применения в резиновой промышленности, с использованием абсорбтометра.

Данный метод также применяется для определения числа абсорбции масла сжатых образцов технического углерода. Процедура приготовления сжатых проб приведена в приложении А.

2 Нормативные ссылки

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

ISO 1126 Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of loss on heating (Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании)

ASTM D 1765 Standard classification system for carbon blacks used in rubber products (Стандартная система классификации технического углерода, используемого в резиновых изделиях)

ASTM D 4821 Standard guide for carbon black — Validation of test method and bias (Стандартное руководство по техническому углероду. Валидация прецизионности и смещения методов испытаний)

Издание официальное

3 Сущность метода

В испытуемую пробу технического углерода добавляют при перемешивании масло. При добавлении жидкости сыпучий порошок превращается в полупластичную массу. Испытание считают завершенным, когда крутящий момент в результате изменения вязкости достигает предварительно заданного значения или значения, равного определенной процентной доле от максимального значения крутящего момента, вычисленного по кривой крутящего момента.

4 Реактивы и материалы

Предупреждение — Дибутилфталат классифицируется как особо опасное вещество (SVHC) и является токсичным, воздействуя на репродуктивную функцию. В некоторых странах его применение и продажа регулируется законодательством. При работе с дибутилфталатом используют защитную одежду. По возможности вместо дибутилфталата следует использовать парафиновое масло.

4.1 Дибутилфталат, ρ_{25} = 1,042 – 1,047 г/см^3.

4.2 Парафиновое масло с кинематической вязкостью (10—34) мм^2/с [(10—34) сСт] при температуре 40 °С.

4.3 Стандартные образцы технического углерода SRB[1)].

5 Аппаратура

5.1 Абсорбтометр[2)], состоящий из деталей, приведенных в 5.2—5.5.

Применяют две основные модели абсорбтометров:

a) электронную (тип C, E и DABS), оборудованную датчиком напряжения и цифровым индикатором крутящего момента;

b) механическую (тип A и B), ранее выпускаемую модель с пружинными и механическими индикаторами крутящего момента.

Несмотря на то что механические приборы в настоящее время не производятся, допускается их использование.

5.2 Смесительная камера из нержавеющей стали

Применяют смесительную камеру из нержавеющей стали.

Допускается использовать смесительные камеры из других материалов, например из алюминия мягкого или жесткого анодирования, если после калибровки (8.2.9) они обеспечивают приемлемые показания для стандартного образца SRB F. Качество обработки поверхности смесительной камеры оказывает существенное влияние на проведение надлежащей калибровки. Для выполнения надлежащей калибровки не допускается модифицировать смесительную камеру.

При замене смесительных камер рекомендуется предварительно в течение 16 ч отполировать новые камеры для снижения влияния на калибровку изменений поверхности камер при их первичном использовании.

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

5.4 Устройство измерения крутящего момента, представляющее собой датчик нагрузки для записи кривой крутящего момента.

[1)] Стандартные образцы технического углерода поставляет фирма «Laboratory Standards and Technologies», 227 Somerset Street, Borger, TX 79007, USA, tel/fax: +1 806 273 3006, e-mail: jwbal@cableone.net, веб-сайт: http://gost.e-ecolog.ru . Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию продуктов, изготовляемых указанной фирмой.

[2)] Прибор поставляют фирмы «Brabender GmbH & Co KG», Kulturstr. 51-55, 47055 Duisburg, Germany, tel: +49 203 7788-0, fax: +49 203 7788-100, e-mail: gost.e-ecolog.ru , веб-сайт: gost.e-ecolog.ru «HITEC» Luxembourg, 5, rue de l'Église, L-1458 Luxembourg, tel: +352 49 84 78-1, fax: +352 40 13 03, e-mail. gost.e-ecolog.ru веб-сайт: gost.e-ecolog.ru нформация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию указанного прибора. Допускается использовать другие приборы, обеспечивающие получение аналогичных результатов.

Абсорбтометры типов C и DABS, оснащенные встроенной системой сбора данных для записи кривой крутящего момента и вычисления конечной точки определения. Абсорбтометр типа E может быть оснащен внешней системой сбора данных[3]. В абсорбтометрах типов A и B используют пружину и амортизатор с клапаном контроля демпфера, приводящий в действие выключатель предельного крутящего момента, автоматически останавливающий роторы (5.3) и бюретку (5.5) после достижения предварительно заданного крутящего момента. Указания по проверке и регулировке приведены в приложении B.

5.5 Бюретка для подачи жидкости с постоянной скоростью, предварительно отрегулированная на подачу масла со скоростью (0,0670 ± 0,0004) $см^3$/с [(4,000 ± 0,025) $см^3$/мин]. Указания по проверке бюретки приведены в приложении C.

5.6 Сушильный шкаф с естественной конвекцией, обеспечивающий поддержание температуры (125 ± 1) °C и равномерное распределение температуры в пределах ±5 °C.

5.7 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 10 мг.

5.8 Эксикатор

5.9 Шпатель из мягкого материала для предотвращения повреждения смесительной камеры.

6 Подготовка пробы

Пробу технического углерода массой, указанной в 8.3, сушат при температуре 125 °C в течение 1 ч в сушильном шкафу (5.6) в соответствии с ISO 1126, затем охлаждают в эксикаторе (5.8) до температуры окружающей среды. Высушенную пробу до проведения испытания хранят в эксикаторе.

7 Условия проведения испытания

Испытания предпочтительно проводить при температуре (23 ± 5) °C. Температуру смесительной камеры следует поддерживать ниже 30 °C.

8 Проведение испытания

8.1 Проверка абсорбтометра и бюретки с постоянной скоростью подачи жидкости

Процедуры проверки абсорбтометра и бюретки с постоянной скоростью подачи жидкости приведены в приложениях B и C.

8.2 Калибровка и нормализация абсорбтометра

8.2.1 Выполняют процедуру по 8.3 и 8.4, используя стандартные образцы технического углерода SRB одной из серий по ASTM D 4821. Каждый стандартный образец технического углерода испытывают достаточное количество раз для получения достоверных результатов измерений.

Для некоторых сортов среднеусиливающего технического углерода, например технического углерода серии N500, N600, N700 и термического технического углерода N900, определение конечной точки может быть невозможно из-за недостаточного крутящего момента. Поэтому предпочтительно при испытании технического углерода мягкого сорта регистрировать кривую крутящего момента с использованием самописца или системы сбора данных и считывать конечную точку при 70 % максимального значения кривой крутящего момента. При применении данного подхода калибровку проводят аналогичным образом.

8.2.2 Проводят по два параллельных испытания шести стандартных образцов технического углерода и вычисляют среднеарифметическое значение полученных результатов. Периодически (один раз в неделю) проводят дополнительные испытания. Скользящее среднее измеренных значений вычисляют, используя последние четыре значения.

При испытании только высоко- или среднеусиливающего технического углерода калибровка может быть ограничена тремя стандартными образцами технического углерода твердых сортов (A, B, C) или тремя стандартными образцами технического углерода мягких сортов (D, E, F).

8.2.3 Проводят регрессионный анализ, используя опорное значение стандартного образца технического углерода (*y*-значение) и скользящее среднее измеренных значений (*x*-значение). Для технического углерода твердых и мягких сортов рекомендуется использовать индивидуальные калибровочные кривые.

---

[3] Прибор поставляет фирма «HITEC», Luxembourg (см. сноску 2). Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию указанного прибора. Допускается использовать другие приборы, обеспечивающие получение аналогичных результатов.

8.2.4 Нормализацию значений всех последующих определений проводят следующим образом.

Нормализованное значение получают умножением измеренного значения на угол наклона кривой и прибавляют к полученному результату отрезок, отсекаемый на оси *y* от начала координат.

8.2.5 Также для определения взаимосвязи между измеренным и калибровочным значением можно составить таблицу чисел, основанную на уравнении регрессии.

8.2.6 Для образцов технического углерода SRB, результаты измерения которых постоянно выходят за пределы ожидаемой вариации значений, повторно проводят калибровку испытательного оборудования.

8.2.7 При внесении изменений в абсорбтометр для калибровки следует построить новую калибровочную кривую, указанную в 8.2.1.

8.2.8 В большинстве случаев, если выполнение надлежащей калибровки в соответствии с 8.2.2—8.2.5 невозможно, используемую смесительную камеру необходимо заменить на новую с более качественной обработанной поверхностью.

8.2.9 Регулируют выключатель предельного крутящего момента таким образом, чтобы измеренные значения серии стандартных образцов технического углерода SRB сорта F были в пределах допускаемых отклонений [SRB F5 — (129,5 ± 1,5) см^3/100 г, SRB F6 — (133,6 ± 3,3) см^3/100 г, SRB F7 — (129,3 ± 2,0) см^3/100 г]. После проведения калибровки установленное положение выключателя не должно изменяться.

8.2.10 Следует отметить, что для абсорбтометров типов C, E и DABS в системе измерения крутящего момента демпфирование по умолчанию установлено при 3 с и при использовании системы сбора данных результаты последующих определений автоматически корректируются программным обеспечением.

8.2.11 Для абсорбтометров типов A и B проверяют правильность установки переключателя скоростей устройства (при наличии), регистрирующего крутящий момент, и для вычисления правильных значений числа абсорбции масла в обязательном порядке проводят нормализацию по 8.2.2—8.2.9.

8.3 Проба технического углерода

8.3.1 Определение OAN

Пробу высушенного технического углерода массой, указанной в таблице 1, взвешивают с точностью до 20 мг.

Таблица 1 — Масса пробы технического углерода для определения числа абсорбции масла OAN

Тип технического углерода	Масса испытуемой пробы, г
Серии N630, N642, N700, кроме серии N765	25
Серии N800 и N900, SRB D7 и SRB D8	40
Все другие типы, включая N765	20

Для технического углерода высокой насыпной плотности степень заполнения которым смесительной камеры является недостаточной, для создания крутящего момента, достаточного для приведения в действие выключателя предельного крутящего момента, может потребоваться проба технического углерода большей массы.

8.3.2 Определение COAN

COAN определяют по приложению А.

8.4 Проведение испытания

8.4.1 Переносят пробу (8.3) в смесительную камеру абсорбтометра, откалиброванного по 8.2.

8.4.2 Закрывают смесительную камеру крышкой.

8.4.3 Проверяют расход масла, поворачивая подающую трубку в положение над сосудом для отходов и включая подачу масла. Бюретка (5.5) должна подавать струю масла (4.1 или 4.2), не содержащего воздух, в подающей трубке не должно быть пузырьков воздуха. Выключают подачу масла. Поворачивают подающую трубку в положение над центром смесительной камеры и переключают на автоматическую подачу.

8.4.4 Устанавливают счетчик бюретки на нуль. При использовании системы сбора данных установка на нуль осуществляется системой автоматически.

8.4.5 Нажимают кнопку пуска.

8.4.6 После остановки прибора регистрируют показание счетчика бюретки.

8.4.7 Разбирают смесительную камеру и очищают лопасти роторов (5.3) и камеру мягким шпателем (5.9).

Процедуру очистки можно упростить, если добавить немного сухого углерода и включить абсорбтометр (перед его разборкой) во время повторного заполнения бюретки.

8.4.8 Снова собирают смесительную камеру.

9 Обработка результатов

Число абсорбции масла OAN (или COAN для пробы, сжатой перед проведением испытания) технического углерода в кубических сантиметрах на 100 г вычисляют по формуле

$$\text{OAN(COAN)} = \frac{V}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где V — объем израсходованного масла (8.4.6), см^3;

m — масса пробы (8.3), г.

Нормализуют измеренное значение по 8.2.4.

10 Прецизионность и смещение

Сведения о прецизионности и смещении приведены в приложении D.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

c) температуру высушивания (125 °C);

d) информацию о сжатии пробы перед испытанием (COAN или OAN);

e) условия проведения испытания;

f) массу испытуемой пробы;

g) метод определения конечной точки (установка выключателя предельного конечного значения на фиксированное значение или 70 % максимального значения крутящего момента);

h) установленное значение выключателя предельного крутящего момента;

i) результаты отдельных определений и среднеарифметическое значение;

j) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Приготовление сжатых образцов для испытания

А.1 Область применения

Настоящее приложение устанавливает процедуры приготовления сжатых образцов (проб) технического углерода, используемого в резиновой промышленности, для определения числа абсорбции масла сжатого образца COAN.

А.2 Сущность метода

Определенную массу сухого технического углерода сжимают четыре раза под давлением 165 МПа, затем определяют число абсорбции масла в соответствии с настоящим стандартом.

А.3 Аппаратура

А.3.1 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 10 мг.

А.3.2 Сушильный шкаф с естественной конвекцией, обеспечивающий поддержание температуры (125 ± 1) °С и равномерное поддержание данной температуры в пределах ±5 °С.

А.3.3 Цилиндр для сжатия и поршень (типа А или В).

А.3.4 Электрический гидравлический пресс мощностью, достаточной для проталкивания поршня в цилиндре во время сжатия пробы со скоростью 4,2 мм/с и достижения конечного давления на пробу 165 МПа.

А.3.5 Шпатель.

А.3.6 Стальной стакан.

А.3.7 Сито с номинальным размером отверстий 850 мкм.

А.3.8 Щетка с жесткой щетиной длиной 38 мм.

А.3.9 Эксикатор.

А.4 Подготовка пробы

Высушивают требуемую массу пробы технического углерода в сушильном шкафу (А.3.2) при температуре 125 °С в течение 1 ч. Охлаждают пробу в эксикаторе (А.3.9) до температуры окружающей среды.

А.5 Приготовление сжатой пробы

А.5.1 Приготовление сжатой пробы с использованием цилиндра для сжатия типа А (см. рисунок А.1)

А.5.1.1 Помещают нижнюю уплотнительную пластину и цилиндр для сжатия (А.3.3) в соответствующее положение в электрическом гидравлическом прессе (А.3.4). Перемещают рукоятку уплотнительной пластины для проверки ее положения в опорной плите. Вращают цилиндр, чтобы убедиться, что он находится на уплотнительной пластине.

А.5.1.2 Высушенный технический углерод массой, указанной в таблице А.1, взвешивают с точностью до 0,1 г.

Таблица А.1 — Масса высушенного технического углерода для сжатия

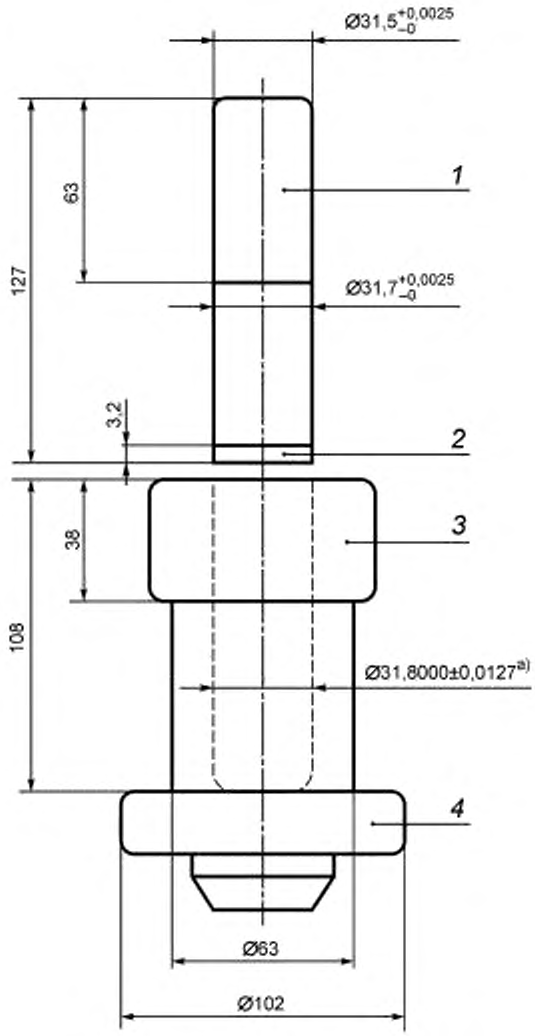
Тип технического углерода	Масса, г
Серии N630, N642, N700, кроме N765	30
Серии N800 и N900, SRB D7 и SRB D8	45
Все другие типы (включая N765)	25
Примечание — Для получения достаточной массы технического углерода после сжатия для определения числа абсорбции масла взвешиваемую массу увеличивают на 5 г по сравнению с массой испытуемой порции пробы, приведенной в таблице 1.	

А.5.1.3 Помещают пробу в цилиндр для сжатия.

А.5.1.4 Устанавливают поршень в цилиндр, направляя нейлоновой вставкой к техническому углероду. Слегка вращают поршень, нажимая на него рукой и продвигая как можно дальше в цилиндр.

А.5.1.5 Регулируют положение поршня, цилиндра и штока для обеспечения свободного движения.

А.5.1.6 Сжимают технический углерод до давления 165 МПа. Убеждаются в том, что необходимое давление достигнуто, выдерживают 1 с, затем снимают давление.



[a] Внутренний диаметр (шероховатость внутренней поверхности — 0,3048 мкм).

1 — поршень; *2* — нейлоновая вставка; *3* — цилиндр; *4* — нижняя уплотнительная пластина

Рисунок А.1 — Общий вид цилиндра для сжатия и поршня типа А

Примечание — Измеряемое давление масла зависит от внутреннего диаметра гидравлического цилиндра и площади поверхности нижней части плунжера. Для цилиндра одностороннего действия ENERPAC RC256[4] давление масла, необходимое для сжатия технического углерода до 165 МПа [24000 фунтов на квадратный дюйм (psi)] при воздействии на поршень площадью 7,916 см^2 силой 131 кН (29450 фунт-силы) составляет 5710 фунтов на квадратный дюйм, для цилиндра двустороннего действия RR308—4357 фунтов на квадратный дюйм.

[4] ENERPAC RC256 и RR308 — торговые марки оборудования, поставляемого ENERPAC. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию данного оборудования. Допускается использовать другое оборудование, обеспечивающее получение аналогичных результатов.

А.5.1.7 Поднимают механический плунжер на высоту, достаточную для извлечения уплотнительной пластины. Затем опускают плунжер, проталкивая поршень и технический углерод через цилиндр в стальной стакан (А.3.6).

А.5.1.8 Протирают цилиндр, поршень и нижнюю уплотнительную пластину для удаления пыли технического углерода и переносят уплотнительную пластину и цилиндр на стенд для прессования в соответствии с А.5.1.1.

А.5.1.9 Измельчают технический углерод шпателем (А.3.5), при этом ширина самого крупного куска должна быть не более 0,25 см. Сжатый технический углерод просеивают через сито (А.3.7) в поддон и пересыпают в цилиндр. Следят за тем, чтобы при проведении данной процедуры не было потерь технического углерода.

А.5.1.10 Повторяют процедуры по А.5.1.4—А.5.1.9, сжимая технический углерод четыре раза. Сжатая проба технического углерода готова после четвертого сжатия. Если сжатый технический углерод не испытывают в течение 15 мин после сжатия, его хранят в эксикаторе (А.3.9) или повторно высушивают перед испытанием при температуре 125 °С в течение 1 ч в соответствии с А.4.

А.5.1.11 Для определения числа абсорбции масла взвешивают сжатый технический углерод массой, указанной в таблице 1, с точностью до 20 мг.

А.5.2 Приготовление сжатой пробы с использованием цилиндра для сжатия типа В (см. рисунок А.2)

А.5.2.1 Высушенный технический углерод массой в соответствии с таблицей А.1 взвешивают с точностью до 0,1 г.

А.5.2.2 Помещают технический углерод в цилиндр для сжатия.

А.5.2.3 Сжимают технический углерод до давления 165 МПа, продвигая шток вниз для открытия правого клапана. Сжимают технический углерод до тех пор, пока показание измерительного прибора, расположенного в верхней части аппарата, не достигнет 103 МПа (15000 фунтов на квадратный дюйм), затем сразу же сбрасывают давление.

Примечание — Измеряемое давление масла зависит от диаметра основного гидравлического цилиндра и площади поперечного сечения поршня. Для данного аппарата давление 103 МПа (15000 фунтов на квадратный дюйм) на измерительном приборе соответствует давлению 165 МПа на поршне.

А.5.2.4 Поднимают плунжер, включая правый клапан в направлении поднятия, пока плунжер не поднимется приблизительно на 4 см над цилиндром, т. е. пока не сравняется с верхом конической втулки.

А.5.2.5 Поднимают выталкивающий поршень цилиндра, включая левый клапан в направлении вверх, пока сжатая проба не возвысится над цилиндром и не рассыплется при контакте с поднятым плунжером. Технический углерод попадает в коническую втулку.

А.5.2.6 Измельчают технический углерод шпателем (А.3.5), при этом ширина самого крупного куска должна быть не более 0,25 см. Следят за тем, чтобы при проведении данной процедуры не было потерь технического углерода.

А.5.2.7 Опускают поршень и позволяют техническому углероду упасть назад в цилиндр. При необходимости очищают щеткой (А.3.8) внутреннюю поверхность втулки для полного перемещения технического углерода назад в цилиндр.

А.5.2.8 Процедуры по А.5.2.3—А.5.2.7 повторяют еще два раза.

А.5.2.9 Извлекают втулку и повторяют процедуру по А.5.2.3 еще один раз.

А.5.2.10 С помощью правого клапана поднимают плунжер в верхнее положение.

А.5.2.11 Выталкивают технический углерод из цилиндра поднятием поршня с помощью левого клапана.

А.5.2.12 Возвращают поршень в нижнее положение с помощью левого клапана.

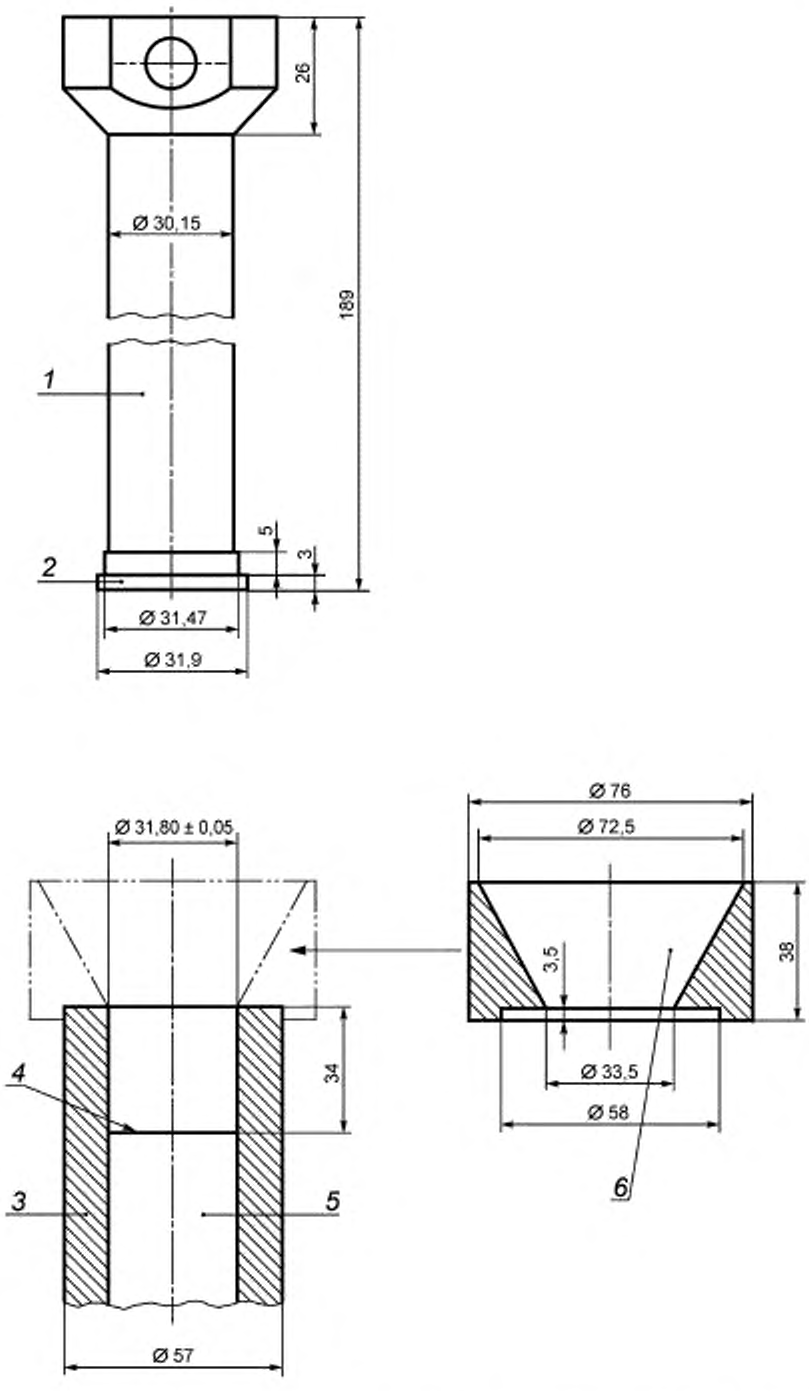
А.5.2.13 Переносят технический углерод в стальной стакан. Если подготовленный технический углерод не испытывают в течение 15 мин после сжатия, его хранят в эксикаторе (А.3.9) или повторно высушивают перед испытанием при температуре 125 °С в течение 1 ч в соответствии с А.4.

А.5.2.14 Для определения числа абсорбции масла взвешивают сжатый технический углерод массой, указанной в таблице 1, с точностью до 20 мг.

А.6 Дополнительная информация

Информация о значении числа абсорбции масла сжатой пробы стандартного образца технического углерода приведена в ASTM D 4821.

Важно проверить результаты, полученные на известном стандартном образце технического углерода, чтобы определить, что результат находится в пределах требуемого интервала.



1 — поршень; *2* — нейлоновая вставка; *3* — цилиндр; *4* — вершина; *5* — выталкивающий поршень; *6* — загрузочная воронка

Рисунок А.2 — Общий вид цилиндра сжатия типа В и поршня

Приложение В
(обязательное)

Проверка и регулировка крутящего момента и гидравлического демпфирования

В.1 Электронные абсорбтометры типов C, E и DABS

Калибровку электронных абсорбтометров проводит изготовитель, обеспечивая прямое считывание крутящего момента (мН · м). Не допускается внесение изменений в проведенную калибровку для получения необходимого значения крутящего момента. При необходимости проведения повторной калибровки следует руководствоваться инструкциями изготовителя.

В.2 Механический абсорбтометр типа А

В.2.1 Аппаратура

В.2.1.1 Динамометр с диапазоном измерения 0—150 Н.

В.2.1.2 Шпагат длиной 450 мм с петлей на каждом конце.

В.2.1.3 Торсионный измеритель крутящего момента.

В.2.1.4 Секундомер.

В.2.2 Проверка

Конец шпагата (В.2.1.2) с помощью петли крепят к гайке, выступающей с задней стороны дифференциального динамометра. Дважды оборачивают шпагат вокруг корпуса динамометра против часовой стрелки.

Закрепляют свободную петлю шпагата на крючок внизу динамометра (В.2.1.1).

Устанавливают переключатель ручного/автоматического режима в положение «автоматический». Включают абсорбтометр и устанавливают значение выключателя предельного крутящего момента на 5.

Прикладывают к динамометру постоянное направленное вверх усилие до получения показания индикатора крутящего момента, равного 0, и выключения прибора.

Снимают показание силы, приложенной к динамометру.

Настройку прибора считают удовлетворительной, если измеренная сила равна 80—90 Н.

В.2.3 Регулировка динамометра

Если после выпуска прибор разбирали, проверяют положение соединительного кольца динамометра и балансировочного груза вала привода и при необходимости регулируют, используя измеритель (В.2.1.3), установленный между соединительным кольцом динамометра и блоком пружинодержателя, поднимая или опуская кольцо динамометра для приведения в соответствие с размерами измерителя. Проверяют высоту вала привода, переворачивая измеритель и устанавливая его на верхнюю часть вала привода и блока пружинодержателя.

При необходимости регулируют высоту вала, ослабляя кольцо динамометра и упорное кольцо и плавно передвигая вал привода вверх или вниз.

Очень высокое показание динамометра указывает на повышенное трение или неправильную настройку пружины регулятора крутящего момента. Проверяют всю систему на наличие достаточного количества смазки, отсутствие в измерительной головке зубчатой передачи изношенных шестерен, подшипников сухого трения или заклинивших подшипников в измерительной головке зубчатой передачи, обусловленных загустевшей смазкой. При выявлении загущения смазки следует отрегулировать или заменить пружину регулятора крутящего момента для обеспечения показаний прибора в диапазоне 80—90 Н.

В.2.4 Регулировка демпферного клапана амортизатора

Проверяют заполнение амортизатора маслом надлежащего качества (например, General Electric silicone 96 или его аналогом[5]). Регулируют демпферный клапан таким образом, чтобы время полного восстановления системы измерения крутящего момента было (11 ± 1) с. Для этого вручную поднимают установку, а затем опускают.

В.3 Механический абсорбтометр типа В

В.3.1 Аппаратура

В.3.1.1 Динамометр с диапазоном измерения 0—150 Н.

В.3.1.2 Секундомер.

В.3.2 Проверка

Помещают крючок динамометра (В.3.1.1) под стержень, к которому прикреплена упругая пружина.

Устанавливают переключатель ручного/автоматического режима в положение «автоматический». Включают абсорбтометр и устанавливают значение выключателя предельного крутящего момента на 5.

---

[5] В продаже имеется подходящее масло General Electric silicone 96. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию данного продукта. Допускается использовать эквивалентные продукты, обеспечивающие получение аналогичных результатов.

Прикладывают к динамометру постоянное, направленное вверх усилие до получения показания индикатора крутящего момента, равного 0, и выключения прибора.

Снимают показание силы, приложенной к динамометру. Настройку прибора считают удовлетворительной, если измеренная сила составляет 17,5—25,0 Н.

В.3.3 Регулировка пружины с постоянной жесткостью

Если показание динамометра выходит за пределы указанного выше диапазона, проверяют систему на повышенное трение, наличие достаточного количества смазки, отсутствие изношенных шестерен, сухих подшипников и загустевшей смазки. Корректируют, регулируя винт внизу динамометра или смещая груз противовеса.

В.3.4 Регулировка демпферного клапана амортизатора

Проверяют, чтобы амортизатор был заполнен маслом надлежащего качества (например, General Electric silicone 96 или его аналогом[6)]). Регулируют демпферный клапан таким образом, чтобы время полного восстановления системы измерения крутящего момента было (3,0 ± 0,5) с. Для этого вручную поднимают установку, а затем опускают.

[6)] В продаже имеется подходящее масло General Electric silicone 96. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию данного продукта. Допускается использовать эквивалентные продукты, обеспечивающие получение аналогичных результатов.

Приложение С
(обязательное)

Проверка бюретки с постоянной скоростью подачи жидкости

С.1 Общие положения

Бюретка с постоянной скоростью подачи жидкости является составной частью системы измерения абсорбции. Невыполнение требования к подаче бюреткой реактива в технический углерод в заданном количестве приводит к получению ошибочных значений абсорбции.

С.2 Реактивы

С.2.1 Дибутилфталат, ρ_{25} = 1,042 – 1,047 г/см^3 (см. предупреждение в разделе 4 настоящего стандарта).

С.2.2 Парафиновое масло с кинематической вязкостью (10 – 34) мм^2/с [(10 – 34) сСт] при температуре 40 °С.

С.3 Аппаратура

С.3.1 Секундомер.

С.3.2 Лабораторный стакан вместимостью 150 см^3.

С.3.3 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 10 мг.

С.3.4 Пластмассовые трубки, устойчивые к воздействию масла.

С.4 Предварительная проверка

Проверяют отсутствие воздуха в пластмассовых трубках (С.3.4) и в подающей трубке, особенно над распылителем. Наличие воздуха может стать причиной неправильной подачи реактива.

С.5 Процедура проверки

Убеждаются в том, что уплотнительное кольцо и пластмассовые трубки не размягчились под воздействием реактива, и собирают бюретку.

Бюретку и подающие трубки заполняют маслом (С.2.1 или С.2.2). Убеждаются в отсутствии воздуха в системе.

После полного заполнения бюретки маслом устанавливают запорный кран в положение подачи масла. Бюретка должна оставаться в положении «подачи» до постоянной скорости подачи жидкости из трубки.

Выключают бюретку и устанавливают цифровой счетчик на нуль.

Взвешивают лабораторный стакан (С.3.2) с точностью до 10 мг и устанавливают его под подающей трубкой.

Одновременно включают бюретку и секундомер (С.3.1).

Ровно через 2 мин выключают бюретку и регистрируют показание цифрового счетчика. Взвешивают и записывают массу использованного реактива. Повторяют данную процедуру с интервалами подачи жидкости 4 и 8 мин.

С.6 Оценка проверки

Вычисляют объем V, см^3, использованного реактива по формуле

$$V = \frac{m_1}{\rho}, \qquad (С.1)$$

где m_1 — масса использованного реактива, г;

ρ — плотность реактива, мг/м^3.

Работа бюретки с постоянной скоростью подачи жидкости является удовлетворительной при соблюдении требований, приведенных в таблице С.1.

Таблица С.1 — Требования к бюретке

Время, мин	Показание счетчика	Объем израсходованного реактива, см^3
2	8,00 ± 0,05	8,00 ± 0,05
4	16,00 ± 0,05	16,00 ± 0,10
8	32,00 ± 0,05	32,00 ± 0,20

Приложение D
(обязательное)

Прецизионность и смещение

D.1 Прецизионность

D.1.1 Прецизионность метода настоящего стандарта определяли по ISO/TR 9272:2005. Терминология и другие статистические данные, используемые в настоящем стандарте, приведены в ISO/TR 9272:2005.

D.1.2 Показатели прецизионности метода приведены ниже. Показатели прецизионности не используются при проведении приемочных испытаний материалов без документального подтверждения их применимости к конкретным материалам и конкретным протоколам испытаний, включающим данный метод.

D.1.3 Была проведена программа межлабораторных испытаний по определению прецизионности типа 1. Значения повторяемости и воспроизводимости характеризуют испытания, проведенные за короткий промежуток времени.

Для определения OAN 16 лабораторий испытывали две пробы технического углерода по два раза в каждый из двух разных дней. Следовательно, $p = 15$, $q = 2$ и $n = 4$.

Для определения COAN 15 лабораторий испытывали две пробы технического углерода по два раза в каждый из двух разных дней. Следовательно, $p = 15$, $q = 2$ и $n = 4$.

За результат испытания принимали значение единичного определения. Допустимые значения расхождения результатов не определяли.

D.1.4 Результаты вычисления показателей прецизионности приведены в таблицах D.1 (OAN) и D.2 (COAN), в которых испытанные материалы расположены в порядке убывания в зависимости от среднего значения абсорбции масла. Выбросы были исключены. Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, приведено в таблицах D.1 и D.2.

Таблица D.1 — Значение числа абсорбции масла OAN

Материал	Количество лабораторий	Среднее значение OAN, $см^3/100\ г$	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
A (N220)	13	113,6	0,37	1,04	0,92	0,77	2,17	1,91
B (N762)	13	67,5	0,47	1,33	1,97	1,14	3,24	4,79
Среднеарифметическое значение	13	90,6						
Объединенное среднее значение			0,42	1,20	1,54	0,98	2,76	3,65
Использованы следующие обозначения: s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение; r — повторяемость, в единицах измерения; (r) — повторяемость, %; s_R — межлабораторное стандартное отклонение; R — воспроизводимость, в единицах измерения; (R) — воспроизводимость, %.								

Таблица D.2 — Значение числа абсорбции масла сжатого образца COAN

Материал	Количество лабораторий	Среднее значение OAN, $см^3/100\ г$	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
A (N220)	11	98,0	0,33	0,94	0,96	0,54	1,54	1,57
B (N762)	11	60,0	0,42	1,19	1,99	1,12	3,16	5,27
Среднеарифметическое значение	11	79,0						
Объединенное среднее значение			0,38	1,07	1,56	0,88	2,49	3,89

Окончание таблицы D.2

Использованы следующие обозначения:
s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение;
r — повторяемость, в единицах измерения;
(r) — повторяемость, %;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение;
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, %.

D.1.5 Прецизионность объединенных значений числа абсорбции масла может быть выражена следующим образом:

a) Повторяемость r

По результатам оценки повторяемость r для OAN составляет 1,2 см^3/100 г, для COAN — 1,07 см^3/100 г. Результаты двух единичных испытаний, полученные в одной и той же лаборатории, расхождение между которыми превышает 1,2 см^3/100 г (для OAN) или 1,07 см^3/100 г (для COAN), следует считать недостоверными и требующими проведения соответствующей проверки.

b) Воспроизводимость R

По результатам оценки воспроизводимость R для OAN составляет 2,76 см^3/100 г, для COAN — 2,49 см^3/100 г. Результаты двух единичных испытаний, полученные в разных лабораториях, расхождение между которыми превышает 2,76 см^3/100 г (для OAN) или 2,49 см^3/100 г (для COAN), следует считать недостоверными и требующими проведения соответствующей проверки.

D.2 Смещение

Согласно терминологии, относящейся к методам испытаний, смещение — это разность между средним значением определяемой характеристики, полученным в результате испытания, и принятым опорным (действительным) значением определяемой характеристики. Опорные значения определяемой характеристики для настоящего метода испытания отсутствуют, поскольку значение определяемой характеристики может быть установлено только при применении данного метода. Следовательно, смещение метода не установлено.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 1126:2006 Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании	IDT	ГОСТ ISO 1126—2013 Ингредиенты резиновой смеси. Углерод технический. Определение потерь при нагревании
ASTM D 1765—13 Стандартная система классификации технического углерода, используемого в резиновых изделиях	—	*
ASTM D 4821—07 Стандартное руководство по техническому углероду. Валидация прецизионности и смещения методов испытаний	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] ISO/TR 9272:2005 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards (Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартных методов испытаний)

УДК 678.046.2:544.722.3:006.354 МКС 83.040.20 IDT

Ключевые слова: ингредиенты резиновой смеси, технический углерод, число абсорбции масла (OAN), число абсорбции масла сжатого образца (COAN)

Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 24.07.2014. Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,80. Тираж 39 экз. Зак. 3027.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru nfo@gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru