УДК 678.046.2:006.354 Группа Л61

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛЕРОД ТЕХНИЧЕСКИЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА РЕЗИНЫ

Метод определения удельной адсорбционной поверхности

Carbon black for rubber industry
Method for determination of specific surface area by inert gas adsorption

ОКСТУ 2166

ГОСТ 25699.4—90

(СТ СЭВ 2129—89)

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает метод определения удельной адсорбционной поверхности технического углерода для производства резины.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в адсорбции техническим углеродом инертного газа при температуре жидкого азота, определении его количества после десорбции газохроматографическим методом и вычислении удельной адсорбционной поверхности сравнением полученного результата с количеством инертного газа, адсорбированного на пробах образцов технического углерода с известной удельной адсорбционной поверхностью.

2. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 25699.1.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Хроматограф «Газометр ГХ-1» по ТУ 25—0585.001.

Секундомер механический по ГОСТ 5072.

Сосуд СК-25 по ТУ 26—04—622 для азота.

Шкаф сушильный электрический СЭШ-3М по ТУ 25.02.210718, отрегулированный на (105±2)°С.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный твердым осушителем.

Гелий газообразный очищенный по ТУ 51—940.

gost.e-ecolog.ru

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Азот жидкий и газообразный первого сорта по ГОСТ 9293.

Смесь гелиеаргоновая или гелиеазотная по ТУ 51—848.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Стандартные образцы технического углерода.

Допускается применять аппаратуру с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивы, по качеству не ниже указанных в стандарте.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Высушивают по 0,50 г испытуемого технического углерода и стандартного образца той же марки при (105±2)°С в течение 1 ч и охлаждают в эксикаторе до 20—26°С.

Высушенные пробы хранят в эксикаторе до начала испытания.

4.2. Пробы испытуемого технического углерода и стандартного образца массой 0,1000—0,1200 г помещают в предварительно взвешенные адсорберы. Высота слоя пробы в адсорбере не должна превышать $^2/_3$ диаметра его горизонтальной части для свободного прохождения газа через адсорбер. На оба конца адсорбера надевают накидные гайки и резиновые уплотнители, адсорбер вставляют до упора в крепежное устройство и затягивают гайки. Подают газ в газовые линии. Герметичность соединений проверяют с помощью мыльной пены.

4.3. Устанавливают расход гелия 46—48 см/мин, затем в поток гелия подают аргон (азот) и определяют общий расход смеси. Расход аргона (азота) определяют по разности общего расхода смеси газов и гелия, который для аргона должен составлять 2—3 см/мин, что соответствует концентрации аргона в смеси 3—6%, а для азота — 5—6 $см^3$/мин, что соответствует концентрации азота в смеси 10%.

4.4. Включают прибор и выводят его на режим в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Ток детектора по теплопроводности устанавливают 50—60 мА и включают самописец. Погружают адсорберы с техническим углеродом последовательно, начиная с последнего по ходу газа, в термос с жидким азотом, при этом перо самописца выписывает пик адсорбции. После возвращения пера самописца в исходное положение снимают термос. Десорбция аргона (азота) проходит при 20—26°С и на диаграмме выписывается пик десорбции. Снимают показание интегратора, соответствующее площади пика десорбции.

Допускается площадь пика десорбции (S) в квадратных миллиметрах вычислять по формуле

$$S=h\cdot a,$$

где h — высота пика, мм;

a — ширина пика, измеренная на половине высоты, мм.

Для каждой пробы проводят два цикла адсорбция — десорбция и берут среднее значение площади пика десорбции.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Удельную адсорбционную поверхность ($S_а$) в квадратных метрах на грамм вычисляют по формуле

$$S_а = \frac{S_{ст} \cdot m_1 \cdot S_2}{S_1 \cdot m_2},$$

где $S_{ст}$ — удельная адсорбционная поверхность стандартного образца, м^2/г;

m_1 — масса пробы стандартного образца, г;

S_2 — средняя площадь пика десорбции пробы испытуемого образца, мм;

m_2 — масса пробы испытуемого образца, г;

S_1 — средняя площадь пика десорбции пробы стандартного образца, мм.

5.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных одним исполнителем, расхождение между которыми не превышает 7% среднего значения.

Результат испытания записывают с точностью до целого числа.

Наибольшее среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности испытания равно ±10% среднего значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

При сопоставлении результатов испытаний в разных лабораториях результаты считают достоверными, если допускаемое расхождение между ними не превышает 14% среднего значения.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

С. В. Орехов, канд. техн. наук; **П. И. Червяков**, канд. хим. наук; **Л. Г. Машнева**; **Н. А. Царева**; **Н. М. Богуславская**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.07.90 № 2301

3. **Срок первой проверки — 1995 г., периодичность проверки — 5 лет**

4. **Стандарт соответствует СТ СЭВ 2129—89 в части разд. 3**

5. **ВЗАМЕН ГОСТ 25699.4—83**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 5072—79	3
ГОСТ 9293—74	3
ГОСТ 10157—79	3
ГОСТ 18300—87	3
ГОСТ 24104—88	3
ГОСТ 25699.1—90	2
ТУ 25—0585.001—85	3
ТУ 25—02.210718—78	3
ТУ 51—848—79	3
ТУ 51—940—80	3

gost.e-ecolog.ru