

**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 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный твердым осушителем.

Гелий газообразный очищенный по ТУ 51—940.

Аргон газообразный по ГОСТ 10137.

Азот жидкий и газообразный первого сорта по ГОСТ 9293.

Смесь гелиеаргоновая или гелиеазотная по ТУ 51—848.

Спирт этиловый ректифицированный 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 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч и охлаждают в эксикаторе до $20\text{—}26^\circ\text{C}$.

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 $\frac{2}{3}$ 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 см³/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 см³/мин, что соответствует концентрации аргона в смеси 3—6%, а для азота — 5—6 см³/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 $20\text{—}26^\circ\text{C}$ 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_a) в квадратных метрах на грамм вычисляют по формуле

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

где $S_{ст}$ — удельная адсорбционная поверхность стандартного образца, м²/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 $\pm 10\%$ 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