

СССР — Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 7885—63
	САЖА ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА РЕЗИНЫ Carbon black for rubber industry	Взамен ГОСТ 7885—56
		Группа Л61

Настоящий стандарт распространяется на сажи, применяемые для производства резины в качестве усилителей и представляющие собой продукты неполного сгорания или термического разложения газообразных, жидких или твердых углеводородов (или смеси их).

I. МАРКИ

1. Сажи для производства резины должны выпускаться следующие марок:

ДГ-100 — диффузионная газовая с удельной геометрической поверхностью около $100 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая высокий показатель дисперсности, получаемая осаждением из диффузионного пламени на металлическую поверхность при сжигании природного газа;

ДМГ-80 — диффузионная из смеси углеводородных масел с углеводородным газом с удельной геометрической поверхностью около $80 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая высокий показатель дисперсности, получаемая осаждением из диффузионного пламени на металлическую поверхность при сжигании паров углеводородных масел нефтяного или каменноугольного происхождения в смеси с природным или промышленным газом;

ТМ-70 — турбулентная из углеводородных масел с удельной геометрической поверхностью около $70 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая высокий показатель дисперсности и средний показатель структурности, получаемая при неполном сгорании в реакторах углеводородных масел нефтяного или каменноугольного происхождения или смеси их с углеводородным газом;

ТМ-50 — турбулентная с удельной геометрической поверхностью около $50 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая средний показатель дисперсности и высокий показатель структурности, получаемая при неполном сгорании в реакторах углеводородных масел или другого жидкого сырья нефтяного или каменноугольного происхождения, или смеси их с углеводородным газом;

Внесен Государственным комитетом химической и нефтяной промышленности при Госплане СССР	Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 2/VII 1963 г.	Срок введения 1/I 1965 г.
--	--	------------------------------

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена
 Зак. 2067

ТГМ-33—турбулентная из природного газа с добавкой углеводородных масел с удельной геометрической поверхностью около $33 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая средние показатели дисперсности и структурности, получаемая при неполном сгорании в печах природного газа в чистом виде или с добавками углеводородных масел;

ТГМ-30—турбулентная с удельной геометрической поверхностью около $30 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая средний показатель дисперсности и высокий показатель структурности, получаемая при неполном сгорании в печах смеси природного газа с углеводородным маслом или другим жидким сырьем нефтяного или каменноугольного происхождения;

ТМ-30—турбулентная из углеводородных масел с удельной геометрической поверхностью около $30 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая средний показатель дисперсности и высокий показатель структурности, получаемая при неполном сгорании в печах, с применением распыливающих форсунок, углеводородных масел нефтяного или каменноугольного происхождения;

ТМ-15 — турбулентная из углеводородных масел с удельной геометрической поверхностью около $15 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая низкий показатель дисперсности и высокий показатель структурности, получаемая при неполном сгорании в печах, с применением распыливающих форсунок, углеводородных масел нефтяного или каменноугольного происхождения.

ТеГ-10 — термическая газовая с удельной геометрической поверхностью около $10 \text{ м}^2/\text{г}$, имеющая низкие показатели дисперсности и структурности, получаемая термическим разложением природного газа без доступа воздуха.

II. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2. Сажи марок ДГ-100, ДМГ-80, ТМ-70, ТМ-50, ТГМ-33, ТГМ-30, ТМ-30 и ТМ-15 должны выпускаться в гранулированном виде, сажа марки ТеГ-10—в негранулированном.

3. Сажи для производства резины по физико-химическим показателям должны соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

4. Изготовленная сажа должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика. Предприятие-поставщик должно гарантировать соответствие всей выпускаемой сажи требованиям настоящего стандарта.

III. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

5. Для контрольной проверки потребителем качества сажи, а также соответствия тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта должны применяться правила отбора проб и методы испытаний, указанные ниже.

6. Пробу отбирают от 5% количества мешков в партии, но не менее чем от 5 мешков. Если сажа негранулированная, пробу от-

Таблица I

Наименования показателей	Нормы для марок								
	ДГ-100	ДМГ-80	ТМ-70	ТМ-50	ТГМ-33	ТГМ-30	ТМ-30	ТМ-15	ТеГ-10
1. Удельная геометрическая поверхность в m^2/g	92—100	80—88	72—80	Не нормируется					
2. Удельная условная поверхность в m^2/g	Не нормируется			47—53	32—38	27—33	20—26	12—18	13—17
3. Удельная адсорбционная поверхность в m^2/g	130—160	85—95	Не более 80	Не нормируется					
4. Масляное число в $мл/g$	Не нормируется		1,0—1,15	1,05—1,25	0,6—0,84	0,75—0,85	1,1—1,3	0,85—1,05	0,24—0,36
5. рН водной суспензии	Не нормируется		6—8	7—9	Не нормируется				
6. Оптическая плотность бензинового экстракта по шкале фотоэлектроколориметра, не более	Не нормируется	0,30	0,05	—	0,20	0,20	0,1	0,1	Не нормируется
7. Содержание влаги в %, не более	2,5	2,5	0,9	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
8. Зольность в %, не более	0,1	0,1	0,4	0,3	0,5	0,5	0,1	0,1	0,2
9. Содержание общей серы в %, не более	Не нормируется		1,1	0,5	Не нормируется				

Наименования показателей	Нормы для марок								
	ДГ-100	ДМГ-80	ТМ-70	ТМ-50	ТГМ-33	ТГМ-30	ТМ-30	ТМ-15	ТеГ-10
10. Содержание свободной серы в %, не более	Не нормируется		0,2	0,1	Не нормируется				
11. Остаток после просева через сито с сеткой № 014К в %, не более	0,02	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01	0,01	0,02
12. Посторонние включения	Отсутствие								
13. Качество грануляции:									
объемное число в см ³ /г, не более	3,5	3,5	3,5	—	2,5	Не нормируется			
содержание гранул размером более 2 мм в %, не более	5,0	10,0	5,0	—	2,0	Не нормируется			
содержание гранул размером менее 0,16 мм в %, не более	15,0	10,0	8,0	—	10,0	Не нормируется			

Примечания:

1. Показатель „Удельная адсорбционная поверхность“ является факультативным на один год с момента введения настоящего стандарта в действие. Определение его обязательно.
2. В золе не должно быть песка.
3. Содержание влаги в саже: ДГ-100, выпускаемой Карадагским сажевым заводом, допускается не более 3 %.

бирают щупом, если сажа гранулированная, мешок вскрывают, удаляют верхний слой сажки на глубину не менее 10 см и отбирают пробу совком. При бестарной перевозке гранулированной сажки в специальных вагонах, пробу отбирают из каждого верхнего люка вагона, но не менее 5 проб от каждого вагона после удаления верхних слоев сажки. Отобранные пробы сажки соединяют вместе, тщательно перемешивают, соблюдая осторожность, чтобы не разрушить глобулы гранулированной сажки, и получают среднюю пробу.

Общий вес отобранной средней пробы должен быть не менее 2 кг. Из этого количества сажки берут не менее 1 кг, делят на 2 равные части, помещают каждую часть в сухую стеклянную банку с притертой пробкой и наклеивают на них этикетки с указанием: наименования предприятия-поставщика; наименования продукта и марки; номера партии, даты отбора пробы.

Одну банку передают в лабораторию на анализ, а вторую хранят в течение одного месяца на случай арбитражного анализа.

Остальное количество отобранной сажки используют для определения посторонних включений по п. 19.

7. Сажа должна поставляться партиями. В партию должна включаться сажа одной марки, в любом количестве, одновременно отправляемом в один адрес.

8. Определение удельной геометрической поверхности

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Генератор УЗМ-1,5.

Сито с сеткой № 014К по ГОСТ 3584—53.

Бюкса с притертой крышкой по ГОСТ 7148—54.

Тигель диаметром 10—15 мм по ГОСТ 9147—59.

Мерные колбы вместимостью 500 мл по ГОСТ 1770—64.

Пипетка на 10 мл по ГОСТ 1770—64.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56.

Резиновая груша.

Вещество вспомогательное ОП-10 по ГОСТ 8433—57.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Проведение испытаний*

Пробу сажки просеивают через сито и помещают в бюксу с притертой крышкой. Из бюксы в фарфоровый тигель, взвешенный с точностью до 0,0002 г, берут навеску сажки 0,0500 г, взвешенную также с точностью до 0,0002 г, и количественно переносят в стеклянную воронку магнито-стрикционного устройства генератора УЗМ-1,5, добавляют 3 мл смеси вещества ОП-10 с водой (в отношении 1:3 по объему) и 7 мл дистиллированной воды. Воронку закрывают крышкой и подвергают воздействию звуковых колебаний частотой 15 кГц в течение 10 мин для сажки марок ДГ-100, ДМГ-80, ТМ-70, ТМ-50 и в течение 5 мин — для остальных марок.

Полученную таким образом суспензию количественно переносят через воронку (диаметром 10—15 см) в мерную колбу и разбавляют дистиллированной водой до метки. Если при выливании смеси в колбу образовались пузырьки, их сдувают с помощью резиновой груши и только после этого содержимое колбы доводят до метки, энергично взбалтывают в течение 1 мин и дают 3 мин отстояться от пузырьков воздуха. Затем отбирают пипеткой 10 мл суспензии, переносят в другую мерную колбу на 500 мл, доводят содержимое до метки, взбалтывают и дают отстояться в течение 3 мин.

Оптическую плотность суспензии испытуемой сажи измеряют фотозлектроколориметром ФЭК-56. Для этого две чистые и сухие снаружи кюветы длиной 5 см тщательно ополаскивают дистиллированной водой, одну из них дважды ополаскивают приготовленной суспензией и ею же наполняют кювету до метки. Вторую кювету заполняют дистиллированной водой также до метки.

Обе кюветы устанавливают в гнезда держателей правого плеча, третью кювету длиной 3 см наполняют дистиллированной водой, помещают в гнездо держателя левого плеча.

Измерения производят при светофильтре № 1. Кювету с суспензией помещают в правый пучок света, кювету длиной 3 см с водой—в левый. Индекс правого барабана устанавливают на нулевое деление шкалы оптической плотности и вращением левого измерительного барабана добиваются смыкания сектора индикаторной лампы прибора. Затем в первый пучок света вводят кювету с дистиллированной водой и вращением правого измерительного барабана вновь добиваются смыкания сектора. Величину оптической плотности суспензии отсчитывают по правому барабану. Измерение повторяют 2—3 раза и берут среднее арифметическое значение оптической плотности D .

Перед началом испытания готовят суспензию эталонной сажи, как описано выше, и в течение рабочего дня периодически измеряют ее оптическую плотность.

Расчет удельной геометрической поверхности (S_r) в m^2/g производят по формулам, приведенным в табл. 2, в соответствии с оптической плотностью суспензии эталонной сажи. За результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, которые не должны отличаться друг от друга более чем на 4 m^2/g .

9. Определение удельной условной поверхности

- а) *Применяемая аппаратура*
Фотозлектроколориметр ФЭК-М.
- б) *Проведение испытаний*

Удельную условную поверхность испытуемой сажи определяют на суспензии, приготовляемой согласно п. 8.

Таблица 2

Оптическая плотность суспензии эталонной сажи	Удельная геометрическая поверхность S_g в m^2/g для марок сажи		
	ДГ-100	ДМГ-80	ТМ-70
0,745	137,2D—14,6	230,5D—96	115D—9,6
0,740	137,2D—14,0	230,5D—95	115D—9,1
0,735	137,2D—13,3	230,5D—94	115D—8,5
0,730	137,2D—12,7	230,5D—93	115D—8,0
0,725	137,2D—12,0	230,5D—92	115D—7,4
0,720	137,2D—11,3	230,5D—91	115D—6,8
0,715	137,2D—10,7	230,5D—90	115D—6,3
0,710	137,2D—10,0	230,5D—89	115D—5,7
0,705	137,2D—9,4	230,5D—88	115D—5,1
0,700	137,2D—8,8	230,5D—87	115D—4,5
0,695	137,2D—8,1	230,5D—86	115D—3,9
0,690	137,2D—7,5	230,5D—85	115D—3,4

Оптическую плотность суспензии определяют фотоэлектроколориметром ФЭК-М в синем свете (светофильтр № 3). Для этого три чистые и сухие снаружи кюветы длиной 5 см тщательно ополаскивают дистиллированной водой, одну из них дважды ополаскивают приготовленной суспензией и заполняют ею кювету до метки. Две другие кюветы заполняют дистиллированной водой. Затем в правый и левый пучки света помещают по кювете с дистиллированной водой. Индекс правого барабана устанавливают на нулевое деление шкалы оптической плотности и с помощью оптических клиньев уравнивают фототоки таким образом, чтобы стрелка гальванометра указывала точно на нуль. Затем в правом пучке света кювету с водой заменяют кюветой с суспензией и вращением правого измерительного барабана вновь уравнивают фототоки. Величину оптической плотности суспензии отсчитывают по шкале оптической плотности правого барабана.

Измерение повторяют 2—3 раза и берут среднее арифметическое значение оптической плотности в синем свете (D_c).

Расчет удельной условной поверхности сажи ($S_{усл}$) в m^2/g производят по формуле:

$$S_{усл} = 92,2 \cdot D_c.$$

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, которые не должны отличаться друг от друга более чем на 3 m^2/g .

10. Определение удельной адсорбционной поверхности

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Аппарат для встряхивания.

Интерферометр ИТР-2.

Бюретки по ГОСТ 1770—64.

Пробирки по ГОСТ 10515—63.

Фенол синтетический технический по ГОСТ 236—62.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

б) *Проведение испытаний*

1 г испытуемой сажи, отвешенной с точностью до 0,0002 г, помещают в пробирку, куда добавляют из бюретки 20 мл раствора фенола с концентрацией 200 мМоль/л. Пробирку плотно закрывают резиновой пробкой и вручную энергично встряхивают до полного смачивания сажи раствором. Пробирку с содержимым обертывают тканью, укладывают в коробку, помещают в прибор для встряхивания и в течение 30 мин подвергают встряхиванию. После этого отделяют сажу от раствора фильтрованием через складчатый фильтр. Колбу с фильтратом плотно закрывают резиновой пробкой.

Концентрацию фенола в фильтрате и в исходном растворе определяют с помощью интерферометра ИТР-2. Для этого в чистой кювете длиной 1 см левую ячейку заполняют испытуемым раствором, правую—дистиллированной водой.

Кювету помещают на 2—3 мин в термостат прибора, наполненный дистиллированной водой, перемешивая воду мешалкой для выравнивания температуры. Затем включают осветитель и интерференционный спектр наблюдают в окуляр.

Вращая барабан компенсатора, добиваются такого положения, при котором верхний подвижный спектр станет тождественным с нижним—неподвижным.

По показаниям шкалы интерферометра находят искомую концентрацию, пользуясь калибровочной кривой. Последняя строится предварительно на основании измерения концентраций серии специально приготовленных растворов фенола с известными концентрациями в пределах 60—200 мМоль/л. По разности концентраций исходного раствора и фильтрата устанавливают количество фенола, адсорбированного навеской сажи, взятой для испытания.

Количество фенола (A), адсорбированного испытуемой сажой, в мМоль/г определяют по формуле:

$$A = \frac{(C - C_1) \cdot V}{G \cdot 1000},$$

где:

C —концентрация исходного раствора фенола в мМоль/л;

C_1 —концентрация фенола в фильтрате в мМоль/л;

V —объем раствора фенола, взятый для испытаний, в мл;

G —навеска сажи, взятая для испытания, в г.

Количество фенола (A), адсорбированного сажой, умножают на поправочный коэффициент (K), рассчитанный для каждой марки сажи. Для сажи марки ДГ-100 он равен 1,31, для ДМГ-80 и ТМ-70—1,10.

Расчет удельной адсорбционной поверхности (S_A) в m^2/g производят по формуле:

$$S_A = 213,4 \cdot A \cdot K,$$

где:

213,4—произведение постоянных величин, входящих в формулу;

K —поправочный коэффициент.

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, которые не должны отличаться друг от друга более чем на 6 m^2/g .

Коэффициент шероховатости определяется как частное от деления удельной адсорбционной поверхности на удельную геометрическую.

11. Определение масляного числа

а) Применяемые аппаратура и реактивы

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147—59, диаметр 8—10 см.

Микробюретка на 1—2 мл по ГОСТ 1770—64.

Лопатка стеклянная или алюминиевая.

Дибутилфталат по ГОСТ 2102—67.

б) Проведение испытаний

1,0 г испытуемой сажи марок ТГМ-33 и ТеГ-10 и 0,5 г остальных марок, отвешенной с точностью до 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку и приливают из микробюретки 80—90% объема дибутилфталата, который в среднем расходуется на взятую навеску испытуемой сажи. Этот объем устанавливают для каждой марки сажи предварительными опытами, в которых дибутилфталат прибавляют к навеске сажи по каплям. Смесь сажи и дибутилфталата тщательно растирают лопаткой (стеклянная или алюминиевая палочка диаметром 7 мм, длиной 120—130 мм заканчивается пластинкой овальной формы размером 18—22 мм, находящейся под углом 135° к палочке) до тех пор, пока не исчезнут маслянистые следы дибутилфталата на стенках фарфоровой чашки. Следующие порции дибутилфталата добавляют к смеси по каплям при растирании. Конец прибавления дибутилфталата устанавливают в момент, когда после добавления и растирания очередной капли всю сажу удается собрать на лопатку.

Общая продолжительность растирания смеси сажи с дибутилфталатом должна ориентировочно укладываться в интервал времени, определенный для каждой марки сажи и указанный в табл. 3.

Таблица 3

Марки сажи	Время растирания в мин	Марка сажи	Время растирания в мин
ДГ-100	4—6	ТГМ-30	5—7
ДМГ-80	4—6	ТМ-30	6—8
ТМ-70	5—7	ТМ-15	4—6
ТМ-50	5—7	ТеГ-10	3—5
ТГМ-33	5—7		

Для сажи марок ТГМ-33 и ТеГ-10 объем израсходованного дибутилфталата дает непосредственно масляное число в $мл/г$, для остальных марок сажи этот объем должен быть удвоен.

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,06 $мл$ на 1,0 $г$ сажи.

12. Определение рН водной суспензии

а) Применяемые аппаратура и растворители

Колбы плоскодонные по ГОСТ 10394—63.

Холодильники воздушные—трубки стеклянные диаметром 10—13 $мм$ и длиной около 850 $мм$.

Плитка электрическая с отверстием в центре для штатива.

Потенциометр ламповый ЛП-58 или ЛП-5.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Спирт этиловый синтетический по ГОСТ 9674—61.

б) Проведение испытаний

Навеску сажи, взятую в количестве, указанном в табл. 4, и отвешенную с точностью до 0,01 $г$, помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 $мл$, добавляют 50 $мл$ дистиллированной воды и 3 $мл$ спирта. Одновременно испытывают 6 одинаковых растворов.

Таблица 4

Наименование сажи	Навеска сажи в г	Наименование сажи	Навеска сажи в г
ДГ-100	10	ТГМ-30	10
ДМГ-80	10	ТМ-30	5
ТМ-70	10	ТМ-15	5
ТМ-50	10	ТеГ-10	20
ТГМ-33	10		

Если навеска, указанная в таблице, дает слишком густую суспензию, неудобную для переливания, следует увеличить количество дистиллированной воды.

К колбам с содержимым присоединяют воздушные холодильники, закрепляют их с помощью штатива и кипятят в течение 30 $мин$. Затем колбы отсоединяют от холодильников, снимают с плитки, охлаждают до комнатной температуры и плотно закрывают резиновыми пробками.

Перед измерением рН потенциометр настраивают по буферному раствору, значение рН которого близко к рН испытуемой сажи. Свежую суспензию испытуемой сажи взбалтывают в колбе и наливают в специальный стаканчик. Определяют температуру суспензии и соответственно устанавливают температурный компенсатор прибора. Затем в суспензию опускают электроды прибора: каломельный — платиновый для саж, рН которых менее 7, и каломельный — стеклянный для остальных саж. Последнюю пару элек-

тродов можно применять для всех саж. Electroды и стаканчик предварительно промывают дистиллированной водой и ополаскивают суспензией. Настраивают потенциометрическую цепь прибора по нормальному элементу и устанавливают стрелку нуль-индикатора в нулевое положение. Затем электроды подключают к прибору и производят измерение, вращая реохорд до тех пор, пока стрелка нуль-индикатора не вернется в нулевое положение. Показания величины рН суспензии отсчитывают по шкале реохорда.

За результаты измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, которые не должны отличаться друг от друга более чем на 0,5 единицы рН.

13. Определение оптической плотности бензинового экстракта

а) *Применяемые аппаратура и растворители*

Колба плоскодонная по ГОСТ 10394—63.

Аппарат для встряхивания.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-М.

Бензин «Галоша» по ГОСТ 443—56.

б) *Проведение испытаний*

2 г испытуемой сажи, отвешенной с точностью до 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 100 мл бензина «Галоша», плотно закрывают полиэтиленовой или резиновой пробкой, обернутой целлофаном, и взбалтывают на аппарате для встряхивания в течение 15 мин. По истечении этого срока содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр, прикрывают воронку с фильтром кружком плотной бумаги для уменьшения потерь бензина. Фильтрат собирают в другую колбу, которую также плотно закрывают резиновой пробкой, обернутой в целлофан.

Оптическую плотность фильтрата измеряют на фотоэлектроколориметре ФЭК-М. Для этого чистую сухую кювету длиной 3 см ополаскивают небольшой порцией фильтрата, а затем заполняют фильтратом до метки. Другую такую же кювету заполняют чистым бензином «Галоша». Немедленно после заполнения обе кюветы закрывают крышками и помещают в прибор.

Оптическую плотность измеряют в синем свете. Для этого барабан светофильтров устанавливают на фильтр № 3 (синий), а левый измерительный барабан устанавливают на нулевое деление шкалы оптической плотности (левая красная шкала). Затем с помощью оптических клиньев уравнивают фототоки таким образом, чтобы стрелка гальванометра указывала точно на нуль. После этого в приборе заменяют кювету с фильтратом такой же кюветой с бензином «Галоша», и, вращая барабан прибора, вновь устанавливают стрелку гальванометра на нуль. Отсчет производят по левому барабану по левой красной шкале. Полученное значение оптической плотности умножают на $\frac{5}{3}$.

За результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, которые не должны отличаться друг от друга более чем на 0,01 единицы оптической плотности по шкале фотоэлектроколориметра ФЭК-М.

14. Определение содержания влаги

а) Применяемая аппаратура

Стаканчик для взвешивания (бюкса) с наружным диаметром 40 мм.

Эксикатор.

Сушильный шкаф.

б) Проведение испытаний

Около 2 г испытуемой сажки, отвешенной с точностью до 0,0002 г, помещают в предварительно высушенный до постоянного веса и взвешенный с точностью до 0,0002 г стаканчик с крышкой для взвешивания, ставят его в нагретый до температуры 105—110°C сушильный шкаф и выдерживают в течение 2 ч. Затем стаканчик с сажкой из шкафа переносят в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры в течение 20—30 мин, после чего взвешивают с точностью до 0,0002 г и определяют потерю веса сажки.

Содержание влаги в сажке (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G - G_1}{G} \cdot 100,$$

где:

G — вес сажки до высушивания в г;

G₁ — вес сажки после высушивания в г.

За результат определений принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

15. Определение зольности

а) Применяемая аппаратура

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147—59.

Печь муфельная или тигельная.

Эксикатор.

б) Проведение испытаний

В прокаленный до постоянного веса и взвешенный с точностью до 0,0002 г тигель берут около 2 г сажки, взвешенной с той же точностью.

Сажку озольют в муфельной или тигельной печи, после чего тигель с золой помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры в течение 20—30 мин, после чего тигель с остатком взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание тигля с золой повторяют до получения постоянного веса (до достижения расхождений между двумя последовательными взвешиваниями, не превышающих 0,0004 г), после этого определяют разность между весом тигля с золой и весом чистого тигля.

Зольность сажи (X_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{G}{G_1} \cdot 100,$$

где:

G — вес золы в г;

G_1 — навеска, взятая для испытаний сажи, в г.

За результат определений принимают среднее арифметическое двух параллельных испытаний.

16. Определение содержания серы производят по ГОСТ 1437—56.

17. Определение содержания свободной серы

а) *Применяемые аппаратура и реактивы*

Колба плоскодонная по ГОСТ 10394—63.

Спирт этиловый синтетический по ГОСТ 9674—61.

Формалин технический по ГОСТ 1625—61, 40%-ный раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, 20%-ный раствор.

Йод 0,01 н раствор; готовят по ГОСТ 4212—62.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—62.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, раствор.

Сульфит натрия безводный по ГОСТ 5644—66, 5%-ный свежеприготовленный раствор.

Сито с сеткой № 014К по ГОСТ 3584—53.

б) *Проведение испытаний*

Испытуемую сажу просушивают при температуре 105—110°C, просеивают через сито № 014К, ствешивают около 2 г с точностью до 0,0002 г, помещают в колбу, смачивают 5 мл этилового спирта, приливают 100 мл 5%-ного раствора сульфита натрия и кипятят с обратным холодильником в течение 2 ч. Затем содержимое колбы охлаждают, фильтруют через складчатый фильтр и промывают дистиллированной водой. К фильтрату приливают 5 мл 40%-ного раствора формалина; фильтрат выстаивается в течение 5 мин. После этого фильтрат подкисляют 20%-ным раствором уксусной кислоты с применением фенолфталеина и сразу титруют йодом в присутствии крахмала до голубого окрашивания. Окраска должна сохраняться в течение 0,5 мин.

Параллельно проводят контрольный опыт без сажи.

Расчет содержания свободной серы в процентах (X_2) производят по формуле:

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0,00032 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, в мл;

V_1 —объем раствора йода, израсходованный на титрование в контрольном опыте, в мл;

K —поправочный коэффициент для пересчета нормальности раствора йода на 0,01 н;

0,00032 — количество серы, соответствующее 1 мл 0,01 н раствора йода, в г;

G —навеска испытуемой сажи в г.

За результат определений принимают среднее арифметическое двух параллельных испытаний.

Расхождения между параллельными испытаниями не должны превышать величин, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Содержание свободной серы в % абс.	Допускаемые расхождения между параллельными определениями в % абс.
До 0,5	0,005
От 0,5 до 1	0,01
Св. 1	0,02

18. Определение остатка после просева

а) Применяемая аппаратура

Сито с сеткой № 014К по ГОСТ 3584—53 диаметром 125—170 мм и высотой стенок 100—120 мм.

Кисть № 18—20 из конских волос.

б) Проведение испытаний

Около 50 г сажи, взвешенной с точностью до 0,01 г, насыпают на сито и протирают кистью. Если сажа негранулированная, навеску ее на сито допускается переносить в два приема.

Протирание ведут до прекращения появления сажи на белой бумаге, помещенной под сито, в течение 30 сек. Оставшиеся на сите и на кисти твердые частицы количественно переносят на предварительно взвешенное с точностью до 0,0002 г часовое стекло диаметром 40—80 мм, затем с той же точностью взвешивают стекло с остатком и определяют вес остатка сажи на сите.

Остаток при просеве сажи (X_3) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{G \cdot 100}{G_1},$$

где:

G —вес остатка сажи на сите в г;

G_1 —навеска сажи в г.

За результат определений принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

19. Определение посторонних включений. Посторонние включения определяют путем просева средней пробы сажи или любого дополнительного количества из партии через сито с сеткой № 063К по ГОСТ 3584—53. Если при этом на сите остаются посторонние предметы или крупные частицы спекшейся сажи или окалины, то их определяют как посторонние включения.

Если же на сите остаются мелкие твердые частицы размером не более 2 мм по наибольшему измерению, то их количественно переносят на взвешенное с точностью до 0,0002 г часовое стекло диаметром 40—80 мм и снова взвешивают с той же точностью, определяя вес остатка на сите.

Содержание посторонних включений (X_4) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{G \cdot 100}{G_1},$$

где:

G — вес остатка на сите в г;

G_1 — вес сажи, взятой для испытаний, в г.

Содержание посторонних включений менее 0,0005% принимают за их отсутствие.

20. Определение объемного числа гранулированной сажи

10 г гранулированной сажи, взвешенной с точностью до 0,01 г, насыпают в сухой и чистый измерительный цилиндр вместимостью 100 мл и отсчитывают объем сажи в цилиндре с точностью до 0,1 мл. Полученный объем делят на 10 и получают объемное число сажи в мл/г.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое трех параллельных определений.

21. Определение фракционного состава гранулированной сажи

а) *Применяемая аппаратура*

Прибор для встряхивания.

Прибор для определения фракционного состава гранулированной сажи. Прибор состоит из двух расположенных друг над другом сит, крышки и донника. Верхнее сито с сеткой № 2К, нижнее— № 016К по ГОСТ 3584—53.

б) *Проведение испытаний*

Для определения содержания гранул размером более 2 мм и менее 0,16 мм отвешивают около 100 г сажи с точностью до 0,01 г, помещают на верхнее сито, закрывают крышкой и ставят на прибор для встряхивания.

Встряхивание производят в течение 2 мин при частоте 100—130 колебаний в минуту. Фракцию сажи, оставшуюся на верхнем сите, и фракцию, прошедшую через нижнее сито, взвешивают с точностью до 0,01 г.

Содержание гранул размером более 2 мм (X_5) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_5 = \frac{G \cdot 100}{G_1},$$

где:

G — вес сажи, оставшейся на верхнем сите, в г;

G_1 — вес сажи, взятой для испытаний, в г.

Содержание гранул размером менее 0,16 мм (X_6) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_6 = \frac{G \cdot 100}{G_1},$$

где:

G — вес сажи, прошедшей через сито № 016К, в г;

G_1 — вес сажи, взятой для испытаний, в г.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое трех параллельных испытаний.

22. При получении неудовлетворительных результатов анализа, хотя бы по одному показателю, отбирают повторную пробу сажи от удвоенного количества мест и вновь проводят испытания по показателю, давшему отрицательный результат, с обязательным параллельным определением. Если при повторном испытании будет получен хотя бы один отрицательный результат всю партию бракуют.

IV. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

23. Гранулированную сажу для производства резины выпускают в упакованном и неупакованном виде, негранулированную — только в упакованном виде.

Для упаковки сажи применяют битумированные бумажные четырехслойные крафт-мешки по ГОСТ 2226—62 или специальные полиэтиленовые мешки.

24. На каждый мешок с сажей наносят маркировку определенного цвета для каждой марки сажи согласно указаниям табл. 6.

Таблица 6

Наименования марок	Цвет маркировки	Наименования марок	Цвет маркировки
ДГ-100	Оранжевый	ТГМ-30	Белый
ДМГ-80	Зеленый	ТМ-30	Желтый
ТМ-70	Красный	ТМ-15	Фиолетовый
ТМ-50	Коричневый	ТеГ-10	Черный
ТГМ-33	Синий		

В маркировке должно быть указано:

- наименование предприятия-поставщика;
- наименование продукта и его марка;

- в) номер партии;
- г) номер настоящего стандарта.

25. Сажу, упакованную в мешки, транспортируют в крытых железнодорожных вагонах, контейнерах и автомашинах, сохраняя ее от увлажнения. Неупакованную сажу транспортируют в специально приспособленных железнодорожных вагонах поставщика и в специальных автоцистернах.

В районы Арктики и Крайнего Севера, а также в отдаленные районы, когда в пути производят многократные перегрузки, сажу отгружают только упакованной в мешки, дополнительно уложенные в плотные деревянные ящики по четыре мешка в каждый. Головки ящиков усиливают четырьмя планками, сбитыми в раму, обтянутыми по торцам мягкой (отожженной) стальной проволокой диаметром 1,6—2,0 мм с закруткой ее вокруг головки каждого гвоздя.

26. Каждая отгружаемая партия сажи должна сопровождаться документом, удостоверяющим ее качество и соответствие требованиям настоящего стандарта.

Документ должен содержать:

- а) наименование организации, которой подчинено предприятие-поставщик;
- б) наименование предприятия-поставщика и его адрес;
- в) наименование продукта и его марка;
- г) номер партии и количество мест;
- д) дату выпуска;
- е) вес брутто и нетто;
- ж) результаты проведенных испытаний или подтверждение о соответствии качества сажи требованиям настоящего стандарта;
- з) номер настоящего стандарта.

27. Сажа для производства резины должна храниться в закрытом сухом помещении, исключающем возможность увлажнения и засорения ее. Сажа неупакованная должна храниться в специальных бункерных складах.

Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 2102—67 введен взамен ГОСТ 2102—51.
ГОСТ 5644—66 введен взамен ГОСТ 5644—59.
