

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

ФГУП “РОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ИНФОРМАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ОЦЕНКЕ СООТВЕТСТВИЯ”
(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”)

Рег. № 9130

Углерод технический. Методы определения содержания зола

Standard Test Methods for Carbon Black – Ash Content

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **9130/ASTM D**

Дата регистрации: **16.02.2017**

Обозначение стандарта

ASTM D1506-15 на русском языке

Организация: ПК 6 ТК 160

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Переводчик: ПК 6 ТК 160

Редактор: ПК 6 ТК 160

Кол-во стр. перевода: 7

Дата сдачи перевода: 14.02.2017

Москва

2017 г.



Углерод технический – Методы определения содержания золы¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D1506; число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы "эпсилон" (ε) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

Настоящий стандарт утверждён для использования учреждениями Министерства обороны США.

1 Область применения

1.1 Данные методы испытаний распространяются на определение содержания золы в техническом углероде.

1.2 Стандартными считаются значения, выраженные в единицах Международной системы единиц (SI). Никакие другие единицы измерения не включены в настоящий стандарт.

1.3 *Настоящий стандарт не имеет цели рассмотрения всех вопросов безопасности, связанных с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры по обеспечению безопасности и охране труда, а также определить применимость нормативных ограничений. Специфические меры предосторожности указаны в Разделах 6 и 13.*

2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM:²

D1799	Углерод технический. - Методика отбора проб продукта, транспортируемого в упаковке
D1900	Углерод технический. - Методика отбора проб продукта, транспортируемого насыпью
D4483	Методика определения прецизионности результатов стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода

3 Сущность метода испытания

3.1 Предварительно высушенный образец технического углерода (1 ч при 125 °С) взвешивают до и после сжигания в течение 16 ч при температуре 550 °С. Образовавшуюся золу взвешивают и вычисляют как процент высушенного образца.

4 Назначение и применение

4.1 Содержание золы в техническом углероде представляет собой массу неуглеродных компонентов, оставшихся после сжигания образца. Основными источниками золы являются вода, используемая в производственном процессе, и катализатор, присутствующий в сырье.

¹ Данные методы находятся в ведении Комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D24.31 по неуглеродным компонентам технического углерода.

Настоящее издание утверждено 1 июня 2015 года. Опубликовано в июле 2015. Первоначально стандарт был утвержден в 1957 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2013 году под номером D1506-99 (2013). Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D1506-15.

² Стандарты ASTM, на которые дана ссылка, можно запросить на сайте ASTM (www.astm.org) или через службу оказания услуг потребителям (service@astm.org). Номера томов Ежегодника стандартов ASTM указаны на странице сводных данных по этим стандартам на Web-сайте.



Метод А – Метод с применением муфельной печи

5 Аппаратура

5.1 *Муфельная печь*, обеспечивающая поддержание температуры $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.2 *Тигли*:

5.2.1 *Фарфоровый тигель, высокий*, размером О, диаметром по краю 35 мм, высотой 29 мм, вместимостью 15 см^3 , с крышкой размера Е.

5.2.2 *Тигель из пористого кварцевого волокна*, вместимостью 20, 50 и 100 мл, с возможной комплектацией дисками и крышками.³

5.3 *Аналитические весы, обладающие чувствительностью 0,1 мг.*

5.4 *Эксикатор.*

5.5 *Термостат с гравитационной конвекцией*, обеспечивающий поддержание температуры $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ и стабильность температуры в пределах $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6 Предостережения

6.1 *Меры предосторожности:*

6.1.1 Дверцу печи держат открытой примерно на 6 мм для впуска воздуха, поддерживающего горение органического материала.

6.1.2 Соблюдают осторожность при переносе озолённой пробы из печи в эксикатор.

6.1.3 Тигель, переносимый в эксикатор и из эксикатора, всегда закрывают крышкой во избежание потери золы под действием потока воздуха.

6.1.4 После охлаждения пробы в эксикаторе воздух впускают медленно во избежание уноса золы из тигля.

7 Отбор проб

7.1 Пробы отбирают в соответствии с методиками D1799 или D1900.

8 Проведение испытания

8.1 Прокаливают тигель из пористого кварцевого волокна и диски в муфельной печи при $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение минимум 15 мин. Прокаливают тигель с крышкой в муфельной печи при $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч. Помещают тигель и крышку в эксикатор. Охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

8.2 Высушивают надлежащую пробу технического углерода в термостате с гравитационной конвекцией в течение 1 ч при $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ в открытом контейнере подходящих размеров, чтобы толщина слоя технического углерода составляла не более 10 мм. Охлаждают и хранят пробу в эксикаторе.

8.3 Взвешивают $2\text{ г} \pm 0,1\text{ г}$ высушенного технического углерода в прокалённый тигель и определяют массу с точностью до 0,1 мг. Помещают открытый тигель и его крышку в печь при температуре $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ на 16 ч при использовании фарфорового тигля или на 1,5 ч в случае тигля из пористого кварцевого волокна (см. 6.1.1). Закрывают тигель с золой крышкой, переносят из печи в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. Взвешивают закрытый тигель с точностью до 0,1 мг. Помещают закрытый тигель в печь ещё на 0,5 ч. Повторно взвешивают с точностью до 0,1 мг. Повторяют процесс взвешивания до получения постоянной массы.

³ В настоящее время комитету известен только один поставщик кварцевых кювет для озоления под № 303040: CEM Corporation. (P.O. Box 200, Matthews, NC 28106). Сведения по другим поставщикам можно представить в штаб-квартиру ASTM International. Они будут рассмотрены на заседании соответствующего технического комитета, на котором заявитель может присутствовать.



ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Для технического углерода с очень низким содержанием золы (например, для технического углерода высокой чистоты) может потребоваться проба большей массы и более длительное время озоления.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – Если контрольное испытание проводят при температуре выше 550 °С, некоторые летучие соли могут быть потеряны из неорганической золы.

9 Вычисление

9.1 Вычисляют содержание золы с точностью до 0,01 %:

$$A = [(D - B)/(C - B)] \times 100, \quad (1)$$

где:

A - зола, %;

B - масса тигля, г;

C - масса тигля с пробой, г;

D - масса тигля с золой, г.

10 Протокол испытания

10.1 В протокол испытания вносят нижеуказанные данные.

10.1.1 Надлежащую идентификацию образца.

10.1.2 Результат, полученный при отдельном определении, с точностью до 0,01 %.

11 Прецизионность и отклонение

11.1 Настоящий раздел по прецизионности и отклонению подготовлен в соответствии с методикой D4483, в которой приведена терминология и другие статистические данные.

11.2 Результаты по прецизионности в настоящем разделе по прецизионности и отклонению дают оценку прецизионности данного метода испытания при использовании материалов, применявшихся в межлабораторной программе, описанной ниже. Параметры прецизионности не должны использоваться для оценки испытаний с целью приёмки или отказа в приёмке любой группы материалов без документального подтверждения применимости этих параметров к конкретным материалам и без специфических протоколов испытаний по данному методу. Любое подходящее значение из Таблицы 1 может быть использовано.

Таблица 1 – Параметры прецизионности метода определения содержания золы – D1506 (Точность Типа 1)

Единицы измерения	% содержания золы				
	Средний уровень	Sr	(r)	SR	(R)
Материал					
IRB-6 (N330)	0,233	0,018	21,4	0,027	32,4
SRB D5 (N762)	0,258	0,015	16,0	0,030	32,6
N650	0,289	0,019	18,7	0,031	30,4
N550	0,436	0,025	16,1	0,037	23,7
SRB A5 (N135)	0,565	0,023	11,5	0,056	27,9
Среднее по средним уровням	0,356				
Усредненные значения		0,020	16,0	0,037	29,7

Таблица 2 – Межлабораторная программа по прецизионности

Период проведения испытания	Материал	Количество лабораторий
Март 1996	N 650	45
Октябрь 1996	IRB-6 (N 330)	37
Март 1997	SRB N762	48
Сентябрь 1997	SRB A5 (N 135)	43
Март 1998	N 550	46



11.3 Условия проведения межлабораторной программы по прецизионности Типа 1 указаны в Таблице 2. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний (дни). В каждой лаборатории в программе принимали участие два оператора, выполнявшие по одному испытанию в каждый из двух дней (всего 4 испытания). Результат испытания представляет собой значение, полученное при однократном определении. Приемлемые значения расхождения не оценивали. Компонента изменчивости при проведении испытания разными операторами включена в вычисленные значения g и R .

11.4 Результаты вычисления прецизионности данного метода испытания представлены в Таблице 1 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня.

11.5 *Сходимость* – Усредненная относительная сходимость, (g), данного испытания установлена как 16,0 %. Любое другое подходящее значение из Таблицы 1 может быть использовано для оценки сходимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний (или определений), полученными при использовании идентичных материалов в условиях сходимости, установленных для данного испытания, не должна превышать сходимость в среднем более одного раза из 20 случаев при правильном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Разность между двумя результатами однократных испытаний, превышающая соответствующее значение из Таблицы 1, может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае принимают надлежащие меры.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Под надлежащими мерами имеется в виду проверка правильности выполнения процедуры метода испытания и правильности функционирования испытательной аппаратуры либо подтверждение значительного различия между двумя материалами, образцами и т. п., использованными для получения двух результатов испытаний.

11.6 *Воспроизводимость* – Усредненная относительная воспроизводимость, (R), данного испытания установлена как 29,7 %. Любое другое подходящее значение из Таблицы 1 может быть использовано для оценки воспроизводимости. Разность между двумя результатами однократных независимых испытаний, полученными двумя операторами в разных лабораториях в установленных условиях воспроизводимости и при использовании идентичных испытываемых материалов, не должна превышать воспроизводимость в среднем более одного раза из 20 случаев при правильном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний, полученными в разных лабораториях, превышает соответствующее значение из Таблицы 1, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае проводят надлежащую проверку или принимают соответствующие технические/коммерческие меры.

11.7 *Отклонение* – По терминологии метода испытания отклонение представляет собой разность между средним значением по результатам испытания и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Для настоящего метода испытания опорных значений нет, так как значение или уровень определяемого свойства оценивают исключительно методом испытания. Поэтому отклонение не может быть определено.

Метод В – Метод с применением микроволновой печи

12 Аппаратура

12.1 *Микроволновая печь для озоления*, обеспечивающая поддержание температуры $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

12.2 *Фарфоровый тигель*, высокий, размера 0, диаметром по краю 35 мм, высотой 29 мм, вместимостью 15 см³, с крышкой размера E или тигель из пористого кварцевого волокна 20, 50 или 100 мл с возможной комплектацией дисками и крышками.

12.3 *Аналитические весы*, обладающие чувствительностью 0,1 мг.

12.4 *Эксикатор*.

12.5 *Термостат с гравитационной конвекцией*, обеспечивающий поддержание температуры $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ и стабильность температуры в пределах $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.



13 Предостережения

13.1 Меры предосторожности:

13.1.1 Тигель, переносимый в эксикатор и из эксикатора, всегда закрывают крышкой во избежание потери золы под действием потока воздуха.

13.1.2 После охлаждения образца в эксикаторе воздух впускают медленно во избежание уноса золы из тигля.

14 Проведение испытания

14.1 Разогревают печь, в которую помещают тигли и крышки, до заданной температуры, составляющей $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, в течение 1 ч. Переносят тигель и крышку в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры.

14.2 Помещают надлежащий образец технического углерода в открытый контейнер так, чтобы толщина слоя технического углерода составляла не более 10 мм. Высушивают образец в течение 1 ч в термостате с гравитационной конвекцией, установленном на $125\text{ }^{\circ}\text{C}$, охлаждают и хранят пробу в эксикаторе.

14.3 Определяют и регистрируют массу пустого тигля. После завершения подготовки тигля соблюдают осторожность, чтобы не касаться очищенного тигля и не загрязнить его.

14.4 Переносят в тигель приблизительно 2 г технического углерода и определяют его массу с точностью до 0,1 мг.

14.5 Помещают образец в камеру озоления микроволновой печи, открытой с зазором приблизительно 6 мм для обеспечения доступа воздуха в количестве, достаточном для поддержания горения органического материала.

14.6 Обычно образец подвергают озолению в течение 2 ч при использовании кварцевых тиглей и 6 ч в случае применения фарфоровых тиглей.

14.7 По истечении установленного времени извлекают тигли из микроволновой печи, не допуская потери золы. Помещают тигель с пробой в эксикатор для охлаждения. Хранят в эксикаторе до готовности к определению массы озолённого образца.

14.8 Определяют массу тигля с золой с точностью до 0,1 мг. Если требуется определить точное время озоления, повторно помещают тигель в микроволновую печь для дополнительного нагревания в течение 1 ч. Если потери массы составляют менее 0,5 мг, технический углерод был достаточно прокалён. Если потери массы превышают 0,5 мг, продолжают эту процедуру, пока изменение массы не составит менее 0,5 мг.

14.9 Подвергают испытанию следующие пробы.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – Для технического углерода с очень низким содержанием золы (например, технического углерода высокой чистоты) может потребоваться проба большей массы и более длительное время озоления.

15 Вычисление

15.1 Вычисляют содержание золы с точностью до 0,01 %:

$$A = [(D - B) / (C - B)] \times 100, \quad (2)$$

где:

A – зола, %;

B – масса тигля, г;

C – масса тигля с пробой, г;

D – масса тигля с золой, г.



16 Протокол испытания

16.1 В протокол испытания вносят нижеуказанные данные

16.1.1 Надлежащую идентификацию образца.

16.1.2 Результаты, полученные при отдельном определении, с точностью до 0,01 %.

17 Прецизионность и отклонение

17.1 Настоящий раздел по прецизионности и отклонению подготовлен в соответствии с методикой D4483, в которой приведены терминология и другие статистические данные.

17.2 Результаты по прецизионности в настоящем разделе прецизионности и отклонению дают оценку прецизионности, как описано ниже. Параметры прецизионности не должны использоваться для оценки испытаний с целью приёма или отказа в приёме любой группы материалов без документального подтверждения их применимости к этим конкретным материалам и специальных протоколов испытаний по данному методу.

17.3 Межлабораторная программа по прецизионности Типа 1 была проведена в 1990 году. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний. Три лаборатории испытывали пять образцов технического углерода (А, В, С, D и E) дважды в два разных дня. Таким образом, $p=3$, $q=5$ и $n=4$. Допустимые значения расхождений не определяли.

17.4 Результаты вычислений прецизионности приведены в Таблице 3 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня.

17.5 Прецизионность усреднённых значений содержания золы может быть выражена, как указано ниже.

17.6 *Сходимость* – Сходимость, g , результата определения содержания золы была установлена как 0,08 % золы. Два результата однократных испытаний (или определений), разница между которыми превышает 0,08 %, должны считаться сомнительными. В этом случае проводят надлежащую проверку.

17.7 *Воспроизводимость* – Воспроизводимость, R , результата определения содержания золы была установлена как 0,08 % золы. Два результата однократных испытаний (или определений), полученные в разных лабораториях, разность между которыми превышает 0,08 %, должны считаться сомнительными. В этом случае проводят надлежащую проверку или принимают соответствующие технические/коммерческие меры.

Таблица 3 – Прецизионность метода испытания ASTM – Тип 1 – Определение содержания золы в техническом углероде (метод В с применением микроволновой печи)^A

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Обозначение символов:

S_r – Внутрिलाбораторное среднеквадратическое отклонение.

g – Сходимость в единицах измерения.

(g) – Сходимость (относительная).

S_R – Межлабораторное среднеквадратическое отклонение.

R – Воспроизводимость в единицах измерения.

(R) – Воспроизводимость (относительная).

Материал	Средний уровень золы, %	Внутрिलाбораторная			Межлабораторная		
		S_r	g	(g)	S_R	R	(R)
Образец А	0,155	0,015	0,044	28,22	0,015	0,044	28,22
Образец Е	0,335	0,027	0,077	16,78	0,027	0,077	16,78
Образец В	0,458	0,040	0,113	19,06	0,040	0,113	19,06
Образец С	0,591	0,039	0,110	14,11	0,039	0,110	14,11
Образец D	0,782	0,024	0,068	20,21	0,033	0,093	27,78
Усредненные значения	0,464	0,028	0,079	16,98	0,029	0,083	17,88

^A Представлена точность для краткосрочных испытаний (дни): $p=3$, $q=5$, $n=4$.



17.8 *Отклонение* – По терминологии методов испытания отклонение представляет собой разность между средним значением по результатам испытания и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Опорных значений для настоящего метода не существует, так как значение или уровень определяемого свойства оценивается исключительно методом испытания. Поэтому отклонение не может быть определено.

18 Ключевые слова

18.1 Зола; технический углерод; микроволновая печь.

Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности любых патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности таких патентных прав, а также риска их нарушения полностью лежит на тех, кто использует настоящий стандарт.

Настоящий стандарт подлежит пересмотру ответственным техническим комитетом в любое время и пересматривается каждые пять лет; в противном случае, он утверждается заново или аннулируется. Любые комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе составления дополнительных стандартов. Направляйте Ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут тщательно рассмотрены собранием ответственного технического комитета, на котором Вы также можете присутствовать. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не прошли объективного рассмотрения, Вы можете поставить об этом в известность Комитет по стандартам ASTM, обратившись по адресу, указанному ниже.

Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, P0 Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальные копии (одну или нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail service@astm.org или на сайт ASTM (www.astm.org/COPYRIGHT/).