

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ  
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Рег. № 9133

## Углерод технический. Методы определения потерь массы при нагревании

*Standard test methods for carbon black – Heating loss*

### **ЗАРЕГИСТРИРОВАНО**

Федеральное агентство по  
техническому регулированию  
и метрологии

**ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”**

Номер регистрации: **9133/ASTM D**

Дата регистрации: **20.02.2017**

Обозначение стандарта

**ASTM D1509-15 на русском языке**

Организация: ПК 6 ТК 160

Переводчик: ПК 6 ТК 160

Редактор: ПК 6 ТК 160

Кол-во стр. перевода: 5

Дата сдачи перевода: 14.02.2017

**Перевод аутентичен  
оригиналу**

**Москва  
2017 г.**



1509 – 15

# Углерод технический – Методы определения потерь массы при нагревании <sup>1</sup>

Настоящий стандарт издается под постоянным номером D1509, 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 потерь массы технического углерода при его нагревании до 125 °С. Потери массы при нагревании состоят, в основном, из влаги, но могут включать другие летучие вещества. Данные методы испытаний неприменимы к обработанному техническому углероду, содержащему введенные летучие вещества, если определяют только потери влаги.

1.2 Данные методы испытаний также могут быть использованы для определения потерь массы восстановленных углеродных наполнителей (rCF/rCB) при нагревании до 125 °С. Однако указанные материалы не были включены в исследования прецизионности и поэтому данные раздела о прецизионности настоящего стандарта могут быть недействительными для этих материалов.

1.3 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах Международной системы единиц (SI). Значения в скобках приведены только для информации.

1.4 *Настоящий стандарт не имеет цели рассмотрения всех вопросов безопасности, связанных с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры обеспечения безопасности и охраны труда, а также определить применимость нормативных ограничений.*

## 2 Нормативные ссылки

### 2.1 Стандарты ASTM:<sup>2</sup>

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

<sup>1</sup> Данные методы испытаний 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 ноября 2015 года. Опубликовано в декабре 2015 года. Первоначально стандарт был утверждён в 1957 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2012 году под номером D1509-95 (2012). Буквенно-цифровой идентификатор стандарта (DOI): 10.1520/D1509-15.

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



### 3 Сущность метода испытаний

3.1 Образец технического углерода взвешивают до и после нагревания до 125 °С в течение 1 ч. Разность в массах представляет собой потери при нагревании.

### 4 Назначение и применение

4.1 Кроме определения потерь массы (в основном содержания влаги) при нагревании технического углерода подобные условия высушивания используются для подготовки образцов перед проведением других испытаний технического углерода.

4.2 Когда для других испытаний готовят образцы большей массой, берут открытый контейнер подходящего размера, чтобы слой технического углерода при кондиционировании был не более 10 мм.

4.3 Технический углерод гигроскопичен. Количество поглощаемой влаги зависит от площади поверхности технического углерода и относительной влажности, температуры окружающей среды и времени контакта материала со средой.

#### **Метод А–Метод основанный на использовании термостата с гравитационной конвекцией**

### 5 Аппаратура

5.1 *Термостат с гравитационной конвекцией*, обеспечивающий поддержание температуры 125 °С ± 1 °С и постоянство температуры в пределах ± 5°С.

5.2 *Стекланный стаканчик для взвешивания*, мелкий, высотой 30 мм, диаметром 60 мм, с шлифованной стеклянной крышкой.

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

5.4 *Эксикатор*.

### 6 Отбор проб

6.1 Пробы технического углерода отбирают в соответствии с методиками D1799 или D1900.

6.1.1 Пробы помещают в специальные герметичные контейнеры. Перед проведением испытания закрытые контейнеры выдерживают до достижения комнатной температуры.

### 7 Проведение испытания

7.1 Высушивают стаканчик для взвешивания и снимают крышку в термостате при 125 °С в течение 30 мин. Помещают стаканчик и крышку в эксикатор для охлаждения до комнатной температуры. Взвешивают стаканчик с крышкой с точностью до 0,1 мг.

7.2 Взвешивают 2 г технического углерода в стаканчике для взвешивания с точностью до 0,1 мг.

7.3 Помещают стаканчик с образцом и снимают крышку в термостат, установленный на 125 °С, на 1 ч.

7.4 Закрывают стаканчик крышкой и перемещают стаканчик с содержимым в эксикатор. Снимают крышку и охлаждают до комнатной температуры. Закрывают стаканчик крышкой и снова взвешивают с точностью до 0,1 мг.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Стаканчик для взвешивания закрывают крышкой при переносе в эксикатор и из эксикатора во избежание потерь технического углерода под действием воздушных потоков.

7.5 Повторяют процедуру со вторым образцом.



## 8 Вычисление

8.1 Вычисляют процент потери массы при нагревании с точностью до 0,1 %:

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

где:

$H$  – потери массы при нагревании, %;

$A$  – масса стаканчика для взвешивания и крышки, г;

$B$  – масса стаканчика для взвешивания, крышки и образца до нагревания, г;

$C$  – масса стаканчика для взвешивания, крышки и образца после нагревания, г.

## 9 Протокол испытания

9.1 В протокол испытания вносят нижеуказанную информацию:

9.1.1 Надлежащую идентификацию образца.

9.1.2 Результат, указанный с точностью до 0,1 %.

## 10 Прецизионность и отклонение

10.1 Настоящий раздел по прецизионности и отклонению подготовлен в соответствии с методикой стандарта D4483, в которой содержится терминология и другие статистические данные.

10.2 *Точность* – Результаты по прецизионности в настоящем разделе по прецизионности и отклонению дают оценку прецизионности данного метода испытания на примере материалов (каучуков, технического углерода и других), применявшихся в программе межлабораторных испытаний, описанных в 10.3 - 10.3.2. Параметры по прецизионности не должны использоваться для оценки испытаний с целью приемки или отказа в приемке любой группы материалов без документального подтверждения применимости этих параметров к конкретным материалам и без специфических протоколов испытаний.

10.3 *Термостат с гравитационной конвекцией – Метод испытания А* – Программу оценки прецизионности результатов межлабораторных испытаний Типа 1 проводили в 1994 году. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний. Восемь лабораторий испытывали три образца технического углерода (материалы А, В, С) два раза в каждый из двух разных дней. Результат испытания представляет собой значение, полученное при однократном определении. Значения приемлемых расхождений не определяли. (Индивидуальная прецизионность результатов испытания этих трех образцов технического углерода, характеризующихся широким диапазоном значений потерь массы при нагревании, приведена в Таблице 1.)

10.3.1 *Сходимость* – Усредненная абсолютная сходимость,  $r$ , результатов определения потери массы при нагревании по методу А была установлена как 0,070 %. Два результата однократных испытаний (определений), разность между которыми превышает 0,070 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что указывает на необходимость принятия соответствующих мер.

10.3.2 *Воспроизводимость* – Усредненная абсолютная воспроизводимость,  $R$ , результатов определения потерь массы при нагревании по методу А была установлена как 0,356 %. Два результата однократных испытаний (определений), разность между которыми превышает 0,356 %, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании разных совокупностей, из которых делалась выборка, что указывает на необходимость принятия соответствующих технических или технических/коммерческих мер.

10.4 *Отклонение* – По терминологии метода испытания отклонение представляет собой разность между средним значением испытания и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Эталонных значений для настоящего метода испытания не существует, так как значение или уровень анализируемого свойства оценивают исключительно данным методом испытания. Поэтому отклонение не может быть определено.



**Таблица 1 – Точность методов испытаний D1509 – Тип 1  
(Термостат с гравитационной конвекцией – Метод А)<sup>А</sup>**

Материал	Средний уровень потерь массы, %	Внутрилабораторная <sup>В</sup>			Межлабораторная <sup>В</sup>		
		S <sub>r</sub>	r	(r)	S <sub>R</sub>	R	(R)
A	0,03	0,012	0,033	95,4	0,033	0,093	271
B	0,24	0,011	0,032	12,9	0,051	0,145	59,0
C	0,40	0,039	0,112	28,2	0,210	0,593	149
Среднее по средним уровням	0,23						
Усредненное значение		0,025	0,070	30,9	0,126	0,356	158

<sup>А</sup> Представлена точность результатов краткосрочных испытаний (дни). Резко отклоняющиеся значения исключены из набора данных.

<sup>В</sup> Условные обозначения:

S<sub>r</sub> – внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение,

r – сходимости (в единицах измерения),

(r) – сходимости (в относительных %),

S<sub>R</sub> – межлабораторное среднеквадратическое отклонение,

R – воспроизводимость (в единицах измерения),

(R) – воспроизводимость (в относительных %).

## Метод В–Метод, основанный на использовании влагоанализатора

### 11 Аппаратура

11.1 *Влагоанализатор* с чувствительностью 0,1 мг, предпочтительно, с непрямым источником нагревания.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – Непрямой источник нагревания предпочтителен в связи с тем, что технический углерод может поглощать инфракрасное излучение, что приводит к повышению температуры образца, которая становится выше температуры окружающей среды.

11.2 *Эксикатор*.

### 12 Отбор проб

12.1 Пробы отбирают в соответствии с методиками стандартов D1799 или D1900.

12.1.1 Помещают образцы технического углерода в герметичные контейнеры. Выдерживают закрытые контейнеры до достижения комнатной температуры перед проведением испытания.

### 13 Проведение испытания

13.1 Устанавливают влагоанализатор в соответствии с инструкциями изготовителя. Температура не должна превышать 125 °С.

13.2 Помещают приблизительно 2 г технического углерода во влагоанализатор и определяют массу образца с точностью до 0,1 мг.

13.3 Закрывают крышку и включают механизм.

13.4 Как только потери массы при таких условиях высушивания составят менее 1 мг в течение 30 с, испытываемый образец считают высушенным и регистрируют процент потери массы с точностью до 0,1 %.



## 14 Вычисление

14.1 Вычисляют процент потери массы при нагревании с точностью до 0,1 %:

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

где:

*H* – потери массы при нагревании, %;

*A* – масса испытываемого образца до нагревания, г;

*B* – масса испытываемого образца после нагревания, г.

## 15 Протокол испытания

15.1 В протокол испытания вносят нижеуказанные данные:

15.1.1 Надлежащую идентификацию образца.

15.1.2 Результат, полученный при однократном определении, указанный с точностью до 0,1 %.

## 16 Прецизионность и отклонение

16.1 Раздел по прецизионности и отклонению для данного метода еще не составлен, но по имеющимся сведениям со временем он будет разработан (см. методику стандарта D4483).

## 17 Ключевые слова

17.1 Технический углерод; потери массы при нагревании; влажность; летучие вещества.

*Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности каких-либо патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности любых 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, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальные копии (одну или несколько 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](mailto:service@astm.org) или на сайт ASTM ([www.astm.org/COPYRIGHT/](http://www.astm.org/COPYRIGHT/)).*