

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Пер. № 7198

Углерод технический. Метод определения гранулометрического состава

Standard Test Methods for Carbon Black - Pellet Size Distribution

11 февраля 2005 г. создан ФГУП “Российский научно-технический центр информации по
стандартизации, метрологии и оценке соответствия”
(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”).

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ” является правопреемником ФГУП “ВНИИКИ” по информации в
области технического регулирования, метрологии
и оценки соответствия и выполняет все его уставные функции.

Страна, № стандарта

ASTM D1511-12

Переводчик: Человечкова Т.Г.

ФГБУ ИППУ СО РАН

Редактор: ФГБУ ИППУ СО РАН

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Кол-во стр.: 9

Кол-во рис.: –

Кол-во табл.: 6

Дата сдачи перевода: 03.10.2013

Редактирование выполнено: 09.10.2013

**Москва
2013 г.**



ASTM D1511-12

ASTM D1511-12

**Углерод технический -
Метод определения грануло-
метрического состава**

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: 7198/ASTM

Дата регистрации: 31.10.2013

Взамен: D1511-10

Утвержден: 1 июня 2012

Вступил в действие: в августе 2012

Название: Standard Test Methods for Carbon Black - Pellet Size Distribution

Источник: ASTM Standards on Disk, 2013, v. 09.01

Язык оригинала: английский

Количество страниц: 9

Переводчик: Т.Г. Человечкова

Дата: 13.08.2012



ASTM D1511-12

Углерод технический - Метод определения гранулометрического состава¹

Настоящий стандарт издается под постоянным номером D1511; число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы ε указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

1 Область применения

1.1 Данный стандарт распространяется на определение распределения гранул технического углерода по размерам.

1.2 Значения в единицах международной системы (SI) считаются стандартными. Значения в скобках приведены только для сведения.

1.3 *В стандарте не рассмотрены все вопросы техники безопасности, связанные с его применением. Пользователь стандарта обязан установить необходимые меры безопасности и охраны труда, а также определить применимость нормативных ограничений до использования стандарта.*

2 Ссылки

2.1 Стандарты ASTM²

- D1799 Углерод технический - Метод отбора проб продукта, транспортируемого в упаковке.
- D1900 Углерод технический - Метод отбора проб продукта, транспортируемого насыпью.
- D4483 Рекомендуемая методика определения точности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и в промышленности технического углерода.
- D5817 Углерод технический, гранулированный - Рекомендуемая методика уменьшения и гомогенизации проб большого объема.
- E11 Технические условия на проволочную ситовую ткань и сита для испытаний.

¹ Настоящий стандарт находится в ведении комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении подкомитета D24.51 по свойствам гранул технического углерода.

Данное издание утверждено 1 июня 2012 года. Опубликовано в августе 2012 года. Первоначально стандарт был опубликован в 1957. Последнее предыдущее издание было опубликовано в 2010 году под № D1511-10. Буквенно-цифровой идентификатор (DOI): 10.1520/D1511-12.

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

3 Сущность метода испытания



3.1 Образец технического углерода встряхивают с помощью встряхивателя сит для разделения гранул по размерам при использовании набора сит, соответствующих определённым техническим требованиям, которые устанавливают в порядке постепенно уменьшающегося размера отверстий. Проценты по массам взвешенного техуглерода, оставшегося на каждом сите, используют для вычисления гранулометрического состава.

4 Назначение и применение

4.1 Изменение размера гранул технического углерода может влиять на уровень диспергируемости продукта и степень его обрабатываемости. Ввиду большого количества других факторов, влияющих на диспергируемость и обрабатываемость технического углерода, потребитель должен определить значимость размера гранул.

5 Аппаратура

5.1 *Желобчатый делитель* проб, описанный в стандарте D5817.

5.2 *Весы* чувствительностью 0,1г.

5.3 *Сита* - стандартные сита США или эквивалентные сита, соответствующие техническим условиям, указанным в стандарте E11. Следует использовать сита под номерами 10, 18, 35, 60 и 120 с ячейками, соответственно, 2000, 1000, 500, 250 и 125мкм. Сита должны быть высотой 25мм и диаметром 200мм.

5.4 *Нижний приемный лоток и верхняя крышка сита.*

5.5 *Встряхиватель для сит.* Подходит любое устройство для качания или встряхивания набора сит с целью разделения гранул на фракции по размерам без их значительного разрушения. Для оценки гранулометрического состава гранулированного технического углерода подходят встряхиватели нижеуказанных трёх типов.

5.5.1 *Механический встряхиватель для сит*³

Механический встряхиватель должен сообщать набору сит, описанному в пункте 5.3, равномерное вращательное и постукивающее движение. Встряхиватель, работающий от электродвигателя, создаёт 280-320 вращательных движений в минуту и 140-160 постукивающих движений в минуту. Крышка, выполненная в виде пластины, должна быть снабжена только корковой пробкой, выступающей на 3-9мм над углублением в металле. Недопустимо применение резиновой и деревянной пробки или пробки из какого-либо другого материала. Амплитуду движения молотка надлежит установить на $3,30 \pm 0,15$ см (1-5/16 \pm 1/16 дюйма).

³ Для данного метода испытания подходят встряхиватели Ro-Tap Siever и AS 200 tap. В настоящее время комитету известны только два поставщика механических встряхивателей: WS Tyler, 8570 Tyler Blvd., Mentor, OH 44060; E-mail: wstyler@wstyler.com. (Ro-Tap Siever) и Retsch Inc., 74 Walker Lane, Newton, PA 18940, E-mail: info@retsch.us.com (AS 200 tap). Данные по другим поставщикам следует направлять в штаб-квартиру ASTM International. Они будут рассмотрены на заседании соответствующего технического комитета, на котором информатор может присутствовать.

5.5.2 *Вибрационный встряхиватель сит*⁴



ASTM D1511-12

Встряхиватель сит с торговым наименованием AS200 (Retsch Inc.) работает при разных настройках таймера и разных значениях амплитуды. Оптимальным условием является встряхивание в течение 3 минут при амплитуде 0,5мм. Встряхиватель вмещает набор сит, как описано в пункте 5.3.

5.5.3 Автоматический встряхиватель сит⁵

Встряхиватель сит Gradex 2000 автоматически выполняет все этапы испытания, включая взвешивание образца и индивидуальное взвешивание фракций технического углерода, оставшихся на каждом сите. Данное испытательное устройство включает весы; систему автоматической подачи материала; электродвигатель, сообщающий набору сит равномерное вращательное движение; стержни с пневматическим управлением, создающие постукивание, ЭВМ и программное обеспечение для проведения анализа и регистрации данных. Оптимальное время встряхивания составляет 1 минуту. Сита для проведения испытаний описаны в пункте 5.3.

Примечание 1 – В аппарате Gradex 2000 крышка для верхнего сита не нужна.

Примечание 2 - Встряхиватель Gradex 2000 поставляют с одним стандартным стержнем для создания постукивающего действия. Рекомендуют устанавливать еще 2 таких стержня для усиления этого вида действия.

6 Отбор проб

6.1 Пробы технического углерода отбирают по методикам D1799 и D1900.

6.2 Пробы технического углерода уменьшают и гомогенизируют по методике D5817.

7 Проведение испытания

7.1 Готовят пробы технического углерода для испытания как указано в Разделе 6.

Примечание 3 - Не рекомендуют взвешивать испытываемый образец, высыпая материал из контейнера, так как более мелкие гранулы остаются в контейнере, а крупные высыпаются первыми. Предпочтительно брать техуглерод из контейнера.

7.2 Собирают набор сит снизу вверх в следующем порядке: нижний приемный лоток, сита №120, №60, №35, №18, №10 и крышка для верхнего сита.

Примечание 4 – В аппарате Gradex 2000 крышка для сит не нужна.

7.3 Механический и вибрационный встряхиватели сит

7.3.1 Взвешивают образец технического углерода массой 100г.

⁴ В настоящее время комитету известен только один поставщик вибрационного ситового встряхивателя AS200: Retsch Inc.(74 Walker Lane, Newtown, PA 18940; E-mail: info@retsch.us.com.). Данные по другим поставщикам следует направлять в штаб-квартиру ASTM International. Они будут рассмотрены на заседании соответствующего технического комитета, на котором информатор может присутствовать.

⁵ В период публикации стандарта комитету был известен только один поставщик автоматического ситового встряхивателя Gradex 2000: Rotex Inc. (1230 Knowlton Street, Cincinnati, OH 45223; E-mail: info@rotex.com.). Данные по другим поставщикам следует направлять в штаб-квартиру ASTM International. Они будут рассмотрены на заседании соответствующего технического комитета, на котором информатор может присутствовать.

7.3.2 Переносят взвешенный образец на верхнее сито.



7.3.3 Устанавливают набор сит, закрытый крышкой, на встряхиватель, неподвижно закрепив сита во избежание их расшатывания.

7.3.4 Включают аппарат и встряхивают сита, как описано ниже.

7.3.4.1 *Механический встряхиватель сит*

Встряхивают набор сит в течение 1 минуты в условиях одновременного действия молотка.

7.3.4.2 *Вибрационный встряхиватель*

Встряхивают набор сит в течение 3 минут при амплитуде 0,5 мм.

7.3.5 Извлекают набор сит из аппарата и выполняют индивидуальное взвешивание технического углерода, оставшегося на каждом сите и нижнем приемнике с точностью до 0,1г.

7.3.6 Записывают полученные данные и проводят вычисления, как указано в Разделе 8.

7.4 *Автоматический встряхиватель сит*

7.4.1 Загружают программное обеспечение согласно инструкции производителя и устанавливают время встряхивания на 1 минуту.

7.4.2 Помещают набор сит на автоматический встряхиватель.

7.4.3 Взвешивают образец технического углерода массой ~100г.

7.4.4 Переносят взвешенный образец в контейнер с автоматической подачей материала.

7.4.5 Вводят кодовое обозначение образца в рабочую программу. Повторяют стадии 7.4.3 - 7.4.5 для подготовки следующих образцов технического углерода. В программу можно одновременно ввести кодовые обозначения шести образцов.

7.4.6 Проводят испытание технического углерода согласно инструкции, прилагаемой к встряхивающему устройству.

7.4.7 Извлекают протокол испытания из компьютера.

8 Вычисление

8.1 Вычисляют распределение гранул образца по размерам с точностью до 0,1% следующим образом:

№ сита	Масса технического углерода на сите, г	Доля технического углерода на сите, %
10	-	-
18	-	-
35	-	-
60	-	-
120	-	-
лоток	-	-
Всего	-	-



9 Протокол испытания

- 9.1 Вносят в протокол нижеуказанную информацию.
 - 9.1.1 Надлежащую идентификацию образца.
 - 9.1.2 Результат отдельного определения с точностью до 0,1%.
 - 9.1.3 Аппарат, использованный для проведения испытания.

10 Точность и систематическая ошибка⁶

10.1 Данный раздел по точности и статистической ошибке подготовлен в соответствии с методом D4483, в котором представлены терминология и другие статистические данные.

10.2 Результаты по точности в данном разделе дают оценку точности, как описано ниже. Параметры точности не следует использовать для оценки испытаний с целью приемки или отказа в приёмке любой группы материалов без документов, подтверждающих приемлемость этих параметров к этим конкретным материалам, а также без специфических протоколов испытаний, включающих данный метод испытания.

10.3 В ходе межлабораторной программы по точности типа 1, выполненной в 1988 году, точность данного метода определяли, испытывая три образца (Образец 1, Образец 2, Образец 3). Сходимость и воспроизводимость представлены для условий краткосрочных испытаний. В программе принимали участие семь лабораторий, проводивших испытание трёх образцов дважды в каждый из двух разных дней. Результат испытания - значение, полученное при отдельном определении. Значения приемлемых расхождений не оценивали.

10.4 *Сходимость, r*, фракции образца на отдельном сите установлена как значение, указанное в Таблицах 1-6. Два результата отдельных испытаний (или два определения), разность между которыми превышает *r*, считают сомнительными, что указывает на необходимость проведения соответствующей проверки.

10.5 *Воспроизводимость, R*, фракции образца на отдельном сите установлена как значение, указанное в Таблицах 1-6. Два результата отдельных испытаний (или два определения), разность между которыми превышает *R*, считают сомнительными, что указывает на необходимость проведения соответствующей проверки.

⁶Исходные данные есть в штаб-квартире ASTM International. Их можно получить, запросив научно-исследовательский отчёт D24-1007.



ASTM D1511-12

Таблица 1 - Точность метода определения распределения гранул технического углерода по размерам – Тип 1 (сито № 10)^A

Материал	Средний уровень, %	Внутрилабораторная точность			Межлабораторная точность		
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)
Образец 2	0,62	0,08	0,21	34,36	0,27	0,76	121,45
Образец 3	1,77	0,23	0,64	36,08	0,49	1,39	78,37
Образец 1	3,52	0,32	0,90	25,58	1,33	3,75	106,64
Усредненные значения	1,97	0,23	0,65	32,94	0,83	2,35	119,29

Таблица 2 - Точность метода определения распределения гранул технического углерода по размерам – Тип 1 (сито № 18)^A

Материал	Средний уровень, %	Внутрилабораторная точность			Межлабораторная точность		
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)
Образец 2	24,89	1,36	3,84	15,42	6,27	17,75	71,31
Образец 1	45,27	2,14	6,06	13,39	7,50	21,21	46,85
Образец 3	72,75	2,34	6,63	9,11	2,98	8,43	11,59
Усредненные значения	47,64	1,99	5,64	11,84	5,90	16,69	35,04

Таблица 3 - Точность метода определения распределения гранул технического углерода по размерам – Тип 1 (сито № 35)^A

Материал	Средний уровень, %	Внутрилабораторная точность			Межлабораторная точность		
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)
Образец 3	20,66	1,43	4,05	19,61	2,03	5,76	27,88
Образец 1	32,48	1,03	2,91	8,96	5,70	16,13	49,65
Образец 2	43,02	0,88	2,48	5,76	1,33	3,77	8,76
Усредненные значения	32,05	1,14	3,21	10,03	3,58	10,12	31,59



ASTM D1511-12

Таблица 4 - Точность метода определения распределения гранул технического углерода по размерам – Тип 1 (сито № 60)^A

Материал	Средний уровень, %	Внутрилабораторная точность			Межлабораторная точность		
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)
Образец 3	2,97	0,65	1,84	61,94	1,07	3,03	101,92
Образец 1	11,90	1,22	3,45	28,97	3,28	9,29	78,04
Образец 2	21,36	1,12	3,18	14,86	2,21	6,25	29,25
Усредненные значения	12,08	1,03	2,91	24,07	2,37	6,70	55,44

Таблица 5 - Точность метода определения распределения гранул технического углерода по размерам – Тип 1 (сито № 120)^A

Материал	Средний уровень, %	Внутрилабораторная точность			Межлабораторная точность		
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)
Образец 3	1,21	0,32	0,90	74,25	0,41	1,15	94,53
Образец 1	4,97	0,72	2,04	40,95	1,84	5,20	104,55
Образец 2	6,25	0,70	1,97	31,59	1,87	5,30	84,80
Усредненные значения	4,14	0,61	1,72	41,45	1,53	4,34	104,63

Таблица 6 - Точность метода определения распределения гранул технического углерода по размерам – Тип 1 (лоток)^A

Материал	Средний уровень, %	Внутрилабораторная точность			Межлабораторная точность		
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)
Образец 3	0,77	0,19	0,53	69,75	0,25	0,70	91,79
Образец 1	1,76	0,44	1,25	70,76	0,83	2,36	133,91
Образец 2	1,88	0,31	0,87	46,38	0,73	2,06	109,54
Усредненные значения	1,47	0,33	0,93	63,34	0,66	1,86	126,10

^A - краткосрочная точность (дни): p = 7, q = 3, n = 4



Обозначения символов

- Sr** -внутрилабораторное среднее квадратическое отклонение;
r -сходимость, единицы измерения;
(r) -сходимость, %;
SR -межлабораторное среднее квадратическое отклонение;
R -воспроизводимость, единицы измерения;
(R) -воспроизводимость, %.

10.6 *Систематическая ошибка* - это разность между средним значением, полученным при испытании, и стандартным (истинным) значением определяемой характеристики. Для данного метода испытания не существует стандартных значений, так как значение или уровень оцениваемой характеристики устанавливают исключительно данным методом испытания. В связи с этим статистическую ошибку невозможно определить.

11 Ключевые слова

11.1 Технический углерод, распределение гранул по размерам.

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.

Данный 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/).