

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Рег. № 9127

Углерод технический. Методы определения значения pH

Standard Test Methods for Carbon Black – pH Value

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **9127/ASTM D**

Дата регистрации: **16.02.2017**

Обозначение стандарта

ASTM D1512-15b на русском языке

Организация: ПК 6 ТК 160

Переводчик: ПК 6 ТК 160

Редактор: ПК 6 ТК 160

Кол-во стр. перевода: 8

Дата сдачи перевода: 14.02.2017

**Перевод аутентичен
оригиналу**

**Москва
2017 г.**



D1512-15b

Углерод технический – Методы определения значения рН¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D1512; число, следующее за номером, указывает год первоначального издания 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, метод испытания А (приготовление суспензии кипячением) и метод испытания В (приготовление суспензии путём ультразвукового диспергирования), используют для определения рН поверхности технического углерода путём измерения рН воды, контактирующей с техническим углеродом.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – В промышленности технического углерода значение рН получаемого продукта часто служит показателем его относительной кислотности или щелочности. Этот показатель использован в настоящих методах испытания для описания данной характеристики.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – Результаты, полученные по методам испытания А и В, не всегда бывают одинаковыми.

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

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

2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM:²

D1193	Технические условия на воду, как на реактив
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 в промышленности технического углерода
E70	Метод определения рН водных растворов при использовании стеклянного электрода

3 Назначение и применение

3.1 Известно, что уровень рН технического углерода влияет на вулканизацию некоторых резиновых смесей.

¹ 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 декабря 2015 года. Опубликовано в феврале 2016. Первоначально стандарт был утвержден в 1975 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2015 году под номером D1512-15a. Буквенно-цифровой идентификатор стандарта (DOI): 10.1520/D1512-15B.

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



Метод испытания А – Приготовление суспензии кипячением

4 Аппаратура

- 4.1 *pH-метр* (рекомендован цифровой) с точностью определения до $\pm 0,05$ единиц pH, оборудованный комбинированным электродом и соединителем RNC.
- 4.2 *Контейнер* из нержавеющей стали или меди вместимостью 125 см³ или более.
- 4.3 *Нагревательная плитка.*
- 4.4 *Высокоскоростной смеситель, миксер или ступка с пестиком.*
- 4.5 *Градуированные стеклянные химические стаканы вместимостью 100 см³, снабженные покровными стёклами.*
- 4.6 *Магнитная мешалка.*
- 4.7 *Магнитные стержни.*

5 Реактивы

- 5.1 *Чистота реактивов*—Во всех испытаниях должны применяться химикаты класса реактивов. В отсутствии других указаний имеется в виду, что все реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по реактивам для анализа Американского химического общества, где эти спецификации имеются³. Реактивы других классов применимы при условии предварительной проверки, что реактив имеет достаточно высокую чистоту, позволяющую его использование без понижения точности определения.
- 5.2 *Чистота воды*—В отсутствии других указаний под водой следует понимать воду как реактив, соответствующую Типу 1 спецификации D1193.
- 5.3 *Дистиллированная вода* высокой чистоты.
- 5.4 *Буферные растворы* с pH 4,00; 7,00 и 10,00.
- 5.5. *Ацетон* класса реактива.

6 Отбор проб

- 6.1 Пробы отбирают в соответствии с методиками D1799 или D1900.

7 Калибровка

- 7.1 Калибруют pH-метр, используя буферные растворы, согласно инструкции производителя.

8 Проведение испытания

- 8.1 Растирают гранулированный или комковатый технический углерод в тонкодисперсный порошок, используя высокоскоростной смеситель или ступку и пестик.
- 8.2 Приготавливают кипяченую дистиллированную воду в стакане из нержавеющей стали.

³ Спецификации Американского химического общества на химические реактивы (Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, D.C.). Рекомендации по испытаниям реактивов, не указанных Американским химическим обществом, приведены в Ежегодных стандартах по лабораторным химическим веществам (Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K.), а



D1512-15b

также в Фармакопее США и Национальном фармакологическом справочнике (the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD).

8.3 Взвешивают технический углерод и кипяченую дистиллированную воду в стеклянный химический стакан или длинногорлую колбу и добавляют 2-3 капли ацетона для улучшения смачивания образца. Поддерживают постоянное соотношение веса технического углерода и объема воды в соотношении 1:10. В Таблице 1 указан вес технического углерода, объем воды и объем химического стакана и длинногорлой колбы для выбора.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Стакан из нержавеющей стали используют во избежание загрязнения воды во время кипячения.

Таблица 1 – Вес технического углерода и объемы воды

Вес технического углерода, г	Объем воды см ³	Объем химического стакана или колбы, см ³
10	100	200
20	200	250

8.4 Закрывают стеклянный химический стакан покровным стеклом и кипятят смесь в течение 15 мин, не допуская испарения жидкости.

8.5 Оставляют смесь для охлаждения до комнатной температуры в атмосфере, не содержащей химических испарений, которые могут загрязнить образец.

8.6 Стандартизируют рН-метр с помощью буферных растворов. После каждого испытания электрод промывают дистиллированной водой и тщательно протирают.

8.7 Помещают магнитный стержень в стеклянный химический стакан, который переносят на магнитную мешалку (или любое другое аналогичное механическое устройство для перемешивания), регулируя скорость перемешивания в целях получения однородной суспензии. Осторожно помещают электрод для определения рН в водную суспензию так, чтобы электрод не контактировал с магнитным стержнем. После достижения постоянного значения рН регистрируют показатель с точностью до 0,05 единиц.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – Определение термина рН и подробное описание методики измерения рН приведены в стандарте E70.

8.8 Промывают электрод дистиллированной водой и тщательно вытирают. Неиспользуемый электрод хранят, погрузив его в дистиллированную воду.

9 Протокол испытания

9.1 В протокол испытания вносят нижеуказанные данные.

9.1.1 Надлежащую идентификацию образца.

9.1.2 Полученные результаты с точностью до 0,05 единиц.

9.1.3 Используемый метод испытания, А или В.

10 Прецизионность и отклонение

10.1 Метод испытания А

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

10.1.2. Результаты по прецизионности в данном разделе дают оценку прецизионности данного метода испытания при использовании материалов, применявшихся в конкретной межлабораторной программе,

описанной ниже. Параметры по прецизионности не должны использоваться с целью приёмки или отказа в приёнке любой группы материалов без документального подтверждения их применимости к этим конкретным материалам, а также без специфических протоколов испытаний по данному методу. Может быть использовано любое подходящее значение из Таблицы 2.



D1512-15b

10.1.3 Межлабораторная программа по прецизионности типа 1 была проведена, как указано в Таблице 2. Сходимость и воспроизводимость представлены для условий краткосрочных испытаний (дни). По условиям программы в каждой лаборатории два оператора проводили по одному испытанию каждого материала в каждый из двух отведённых дней (всего 4 испытания).

Таблица 2 – Параметры прецизионности метода определения pH технического углерода (ASTM D1512) – Метод А (Прецизионность Типа 1)

Материал	Период выполнения программы	Число лабораторий	Единицы измерения: единицы pH				
			Средний уровень	Sr	r	SR	R
HS Tread*	Осень 2003	22	6,2	0,15	0,43	0,73	2,07
SRB A6 (N134)	Осень 2004	23	6,5	0,15	0,41	0,53	1,49
LS Carcass**	Весна 2004	26	7,2	0,14	0,39	0,50	1,41
SRB C6 (N326)	Весна 2003	27	8,5	0,11	0,32	0,50	1,41
N774	Осень 2002	19	8,6	0,16	0,45	0,62	1,75
Среднее по средним уровням			7,4				
Усреднённые значения				0,14	0,40	0,58	1,65

*HS Tread – высокоструктурный технический углерод для протекторных смесей

**LS Carcass - низкоструктурный технический углерод для каркасных смесей

10.1.4. Результаты вычисления параметров прецизионности приведены в Таблице 2 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня pH.

10.1.4.1 *Сходимость*—Усреднённая абсолютная сходимость, r, данного метода испытания установлена как 0,40 единиц pH. Любое другое подходящее значение из Таблицы 2 может быть использовано для оценки сходимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний (или определений), проводившихся при использовании идентичных испытываемых материалов в установленных условиях сходимости, не должна превышать сходимость, в среднем, более одного раза из 20 случаев при нормальном и правильном выполнении метода испытания. Если разность между двумя результатами однократных испытаний превышает соответствующее значение из Таблицы 2, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае принимают надлежащие меры.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 – Под надлежащими мерами имеется в виду проверка правильности выполнения процедуры испытания, правильности функционирования аппаратуры или степени идентичности двух материалов, образцов и т.п., использованных для получения двух результатов испытания.

10.1.4.2 *Воспроизводимость* – Усреднённая абсолютная воспроизводимость, R, данного метода испытания установлена как 1,65 единиц pH. Любое другое подходящее значение из Таблицы 2 может быть использовано для оценки воспроизводимости. Разность между двумя результатами однократных и независимых испытаний (или определений), проведённых 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 точном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний, проведённых в разных лабораториях, превышает подходящее значение из Таблицы 2, это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае проводят надлежащую проверку или принимают технические/коммерческие меры.

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



Метод испытания В – Приготовление суспензии ультразвуковым диспергированием

11 Аппаратура

- 11.1 *pH-метр* (рекомендован цифровой) с точностью определения до $\pm 0,05$ единиц pH, оборудованный комбинированным электродом и соединителем RNC.
- 11.2 *Контейнер* из нержавеющей стали или меди вместимостью 125 см³ или более.
- 11.3 *Ультразвуковая ванна* для перемешивания, двухпозиционная.⁴
- 11.4 *Магнитные стержни* диаметром 4,8 мм (3/16 дюйма) или 6,4 мм (1/4 дюйма) и длиной 22,4 мм (7/8 дюйма), покрытые фторуглеродным полимером, таким как тефлон-фторуглерод.
- 11.5 *Градуированные стеклянные химические стаканы* вместимостью 30 см³, снабжённые покровными стеклами.

12 Реактивы

- 12.1 *Чистота реактивов* – Во всех испытаниях должны применяться химикаты класса реактивов. В отсутствии других указаний имеется в виду, что все реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по реактивам для анализа Американского химического общества, где эти спецификации имеются³. Реактивы других классов применимы при условии предварительной проверки, что реактив имеет достаточно высокую чистоту, позволяющую его использование без понижения точности определения.
- 12.2 *Чистота воды* – В отсутствии других указаний под водой следует понимать воду как реактив, соответствующую Типу 1 согласно спецификации D1193.
- 12.3 *Дистиллированная вода* высокой чистоты.
- 12.4 *Буферные растворы* с pH 4,00; 7,00; 10,00.
- 12.5 *Ацетон* класса реактива.

13 Отбор проб

- 13.1 Пробы отбирают в соответствии с методиками D1799 или D1900.

14 Проведение испытания

- 14.1 Взвешивают 1,5 г технического углерода в химический стакан вместимостью 30 см³.
- 14.2 Помещают в химический стакан магнитный стержень, наливают 20 см³ дистиллированной воды и добавляют 2-3 капли ацетона для улучшения диспергирования.

ПРИМЕЧАНИЕ 6—Воду кипятят в стакане из нержавеющей стали, а затем охлаждают перед использованием для удаления растворённого диоксида углерода.

- 14.3 Закрывают стакан покровным стеклом и переносят его в ультразвуковую ванну с водой, уровень которой достигает 40 мм. Температура воды на 5 °C-10 °C ниже температуры окружающей среды.

ПРИМЕЧАНИЕ 7 – Температуру в ванне регулируют, используя небольшие кусочки льда.



⁴ В период публикации стандарта комитету был известен только один поставщик устройства: Micro-Star 2000, Inc. (255 Bradwick Dr., Unit 21, Concord, Ontario, Canada L4K 1K7). Сведения по другим поставщикам следует направлять в штаб-квартиру ASTM International для рассмотрения соответствующим техническим комитетом, на заседании которого заявитель может присутствовать.

14.4 Настраивают магнитную мешалку на интенсивное перемешивание стержнем и включают звуковую вибрацию на 3 мин для достижения равновесия смеси.

ПРИМЕЧАНИЕ 8 – Если нет комбинированной ультразвуковой ванны для перемешивания, чередуют циклы одноминутного ультразвукового воздействия и одноминутного магнитного перемешивания так, чтобы общее время составило 6 мин.

14.5 Извлекают химический стакан из ультразвуковой ванны и устанавливают его на магнитную мешалку, регулируя скорость перемешивания для получения однородной суспензии. Осторожно помещают электрод для определения pH в водную суспензию так, чтобы электрод не контактировал с перемешивающим стержнем. По истечении 2 мин, необходимых для достижения равновесия, определяют значение pH с точностью до 0,05 единиц.

14.6 Промывают электрод дистиллированной водой и тщательно протирают. Неиспользуемые электроды хранят, погрузив в дистиллированную воду.

15 Протокол испытания

15.1 См. Раздел 9.

16 Прецизионность и отклонение⁵

16.1 *Метод испытания В*

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

16.1.2 Результаты по прецизионности в данном разделе дают оценку прецизионности данного испытания при использовании материалов, применявшихся в межлабораторной программе, описанной ниже. Параметры по прецизионности не должны использоваться с целью приёма или отказа в приёмке любой группы материалов без документального подтверждения их применимости к этим конкретным материалам, а также без специфических протоколов испытаний по данному методу. Может быть использовано любое подходящее значение из Таблицы 3.

Таблица 3 – Параметры прецизионности метода определения pH технического углерода (ASTM D1512) – Метод В (Прецизионность Типа 1)

Материал	Период выполнения программы	Число лабораторий	Единицы измерения: единицы pH				
			Средний уровень	Sr	r	SR	R
HS Tread	Осень 2003	15	6,8	0,13	0,38	0,49	1,39
SRB A6 (N134)	Осень 2004	18	7,1	0,13	0,37	0,36	1,03
LS Carcass	Весна 2004	16	7,3	0,12	0,35	0,43	1,21
SRB C6 (N326)	Весна 2003	15	8,8	0,10	0,28	0,33	0,93
N774	Осень 2002	8	9,1	0,11	0,30	0,59	1,67
Среднее по средним уровням			7,8				
Усреднённые значения				0,12	0,34	0,45	1,27

16.1.3 Межлабораторная программа по прецизионности типа 1 была проведена, как указано в Таблице 3. Сходимость и воспроизводимость представлены для условий краткосрочных испытаний (дни). По условиям программы в каждой лаборатории два оператора проводили по одному испытанию каждого материала в каждый из двух отведённых дней (всего 4 испытания).

16.1.4 Результаты вычисления прецизионности приведены в Таблице 3 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня pH.



⁵ Исходные данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены путём запроса научно-исследовательского отчёта RR: D24-1023.

16.1.4.1 Сходимость – Усреднённая абсолютная сходимость, g , данного метода испытания установлена как 0,34 единиц pH. Любое другое подходящее значение из Таблицы 3 может быть использовано для оценки сходимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний (или определений), выполненных при использовании идентичных испытываемых материалов в условиях сходимости, установленных для данного испытания, не должна превышать сходимость, в среднем, более одного раза из 20 случаев при точном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний превышает соответствующее значение из Таблицы 3, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае принимают надлежащие меры.

ПРИМЕЧАНИЕ 9 – Под надлежащими мерами имеется в виду проверка правильности выполнения процедуры метода испытания, правильности функционирования испытательной аппаратуры или степени идентичности двух материалов, образцов и т.п., использованных для получения двух результатов испытаний.

16.1.4.2 Воспроизводимость – Усреднённая абсолютная воспроизводимость, R , данного метода испытания установлена как 1,27 единиц pH. Любое другое подходящее значение из Таблицы 3 может быть использовано для оценки воспроизводимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний (или определений), проведённых 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 точном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний, проведённых в разных лабораториях, превышает соответствующее значение из Таблицы 3, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае проводят надлежащую проверку или принимают технические/коммерческие меры.

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

17 Ключевые слова

17.1 Технический углерод; pH.

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 лицах, использующих настоящий стандарт.

Настоящий стандарт подлежит пересмотру ответственным техническим комитетом в любое время. Стандарт должен пересматриваться каждые пять лет. В противном случае он утверждается заново или аннулируется. Любые ваши комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе подготовки дополнительных стандартов. Направляйте ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут объективно рассмотрены собранием ответственного технического комитета, на котором вы можете присутствовать. Если вы считаете, что ваши комментарии не были рассмотрены надлежащим образом, 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 нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по



D1512-15b

вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail (service@astm.org) или на Web-сайт ASTM (www.astm.org). Разрешение на фотокопирование стандарта может быть также предоставлено Центром по охране авторских прав (Copyright Clearance Center, 222, Rosewood Drive, Danvers, MA 01923; Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>).