

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Reg. № 9140

Углерод технический. Метод определения красящей способности

Standard Test Method for Carbon Black - Tint Strength

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **9140/ASTM D**

Дата регистрации: **28.02.2017**

Обозначение стандарта

ASTM D3265-15a на русском языке

Организация: ПК 6 ТК 160

Переводчик: ПК 6 ТК 160

Редактор: ПК 6 ТК 160

Кол-во стр. перевода: 10

Дата сдачи перевода: 14.02.2017

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Москва

2017 г.



D3265 – 15a

Углерод технический – Метод определения красящей способности¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D3265, 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.

1 Область применения

1.1 Данный метод испытания распространяется на определение красящей способности технического углерода относительно промышленного эталонного технического углерода с заданной красящей способностью (ITRB).

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

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
D4821	Углерод технический – Руководство по оценке прецизионности и отклонения метода испытания

¹ Данный метод находится в ведении Комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D24.21 по площади поверхности технического углерода и связанными с ней свойствами.

Настоящее издание утверждено 1 ноября 2015 года. Опубликовано в декабре 2015 года. Первоначально стандарт был утверждён в 1973 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2015 году под номером D3265-15. Буквенно-цифровой идентификатор стандарта (DOI): 10.1520/D3265-15A.

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). Информация о номерах томов Ежегодника стандартов ASTM представлена на странице сводных данных по стандартам на Web-сайте ASTM.



3 Сущность метода испытания

3.1 Образец технического углерода смешивают с белым порошком (оксидом цинка) и жидким связующим материалом (эпоксидированным соевым маслом) для получения пасты чёрного или серого цвета. Пасту распределяют до образования поверхности, применимой для измерения коэффициента отражения смеси с помощью фотоэлектрического рефлектометра. Затем сопоставляют коэффициент отражения пасты, включающей испытываемый образец технического углерода, с коэффициентом отражения пасты, приготовленной с образцом ITRB аналогичным способом. Красящую способность испытываемого образца выражают в виде отношения коэффициента отражения пасты с образцом ITRB к коэффициенту отражения пасты с испытываемым образцом, умноженного на 100, когда на стадии калибровки и стандартизации в соответствии с Разделом 8 используется исходный ITRB, или умноженного на 101,34, если на стадии калибровки и стандартизации используется ITRB2.

4 Назначение и применение

4.1 Красящая способность широкого ассортимента марок технического углерода, используемых в производстве резин, в значительной степени зависит от размера частиц. Красящая способность может служить в качестве показателя размера частиц, но она зависит также от структурности и распределения агрегатов по размерам. Следовательно, неодинаковая красящая способность разных марок технического углерода может отражать различия не только между размером частиц.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Данный метод испытания разработан, главным образом, для характеристики технического углерода серий N100, N200 и N300.

4.2 В промышленности технического углерода технические требования к красящей способности были разработаны на основе применения автоматического растирочного устройства, служащего для приготовления паст, включающих технический углерод и оксид цинка. Комитет D24 провёл всесторонние исследования при использовании нового смесительного аппарата SpeedMixer³ (DAC 150 FVZ) и соответствующей процедуры приготовления пасты, получив эквивалентные значения красящей способности при анализе всех марок мягкого (каркасного) технического углерода и большей части марок протекторного технического углерода, исключая технический углерод серии N100, имеющий более высокую площадь поверхности, и специальный технический углерод. Таким образом, субъект, применяющий альтернативный аппарат, несёт ответственность за обеспечение надлежащего диспергирования своих материалов. Разногласия, возникающие между потребителем и производителем, должны решаться при использовании автоматического растирочного устройства до тех пор, пока ASTM не разработает соответствующие положения по точности.

4.3 Термин ITRB используется в тексте настоящего стандарта и для исходного ITRB, применявшегося в качестве первого эталонного материала при определении красящей способности, запасы которого исчерпаны, и для следующего эталонного материала ITRB2. В тех случаях, когда дифференциация между исходным ITRB и ITRB2 имеет критическое значение, например, в вычислениях, этим материалам даны однозначные названия в описании процедуры испытания.

5 Аппаратура

5.1 *Аналитические весы* с чувствительностью $\pm 0,1$ мг.

5.2 *Автоматическое растирочное устройство*.^{4,5}

5.3 *Фотометрический прибор*, способный определить различия в степени отражения света пастой, имеющей разные оттенки серого цвета.^{6,5} В целях оптимальной работы прибора необходимо соблюдать указания инструкции по его эксплуатации, составленную изготовителем.

³ SpeedMixer – зарегистрированная торговая марка продукции корпорации FlackTek (FlackTek Inc., 1708 Highway 11, Bldg. G, Landrum, SC 29356. <http://www.speedmixer.com>).



D3265 – 15a

- 5.4 *Термостат с гравитационной конвекцией*, рассчитанный на температуру $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($257\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{F}$) с поддержанием однородности температуры в пределах $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\pm 9\text{ }^{\circ}\text{F}$).
- 5.5 *Образцы со стандартными коэффициентами отражения света*, необходимые для контрольной калибровки любого прибора для определения отражательной способности.
- 5.6 *Шпатели* от 100 мм до 150 мм, два, гибкие, клиновидные.
- 5.7 *Шприц* вместимостью 5 см^3 с автоматическим повторным заполнением, с точностью дозирования $\pm 0,02\text{ см}^3$.
- 5.8 *Обтирочная ткань*, впитывающая, без ворсинок.
- 5.9 *Устройство для подготовки пасты для испытания* (любое из нижеперечисленных устройств):
- 5.9.1 *Аппарат для метода раздавливания пасты в плёнку:*
- 5.9.1.1 *Аппликатор*^{7,5} с зазором 0,076 мм (0,003 дюйма) для нанесения плёнки.
- 5.9.1.2 *Стеклопленочная полированная пластинка* размером приблизительно 760 мм × 500 мм × 10 мм (30 мм × 20 мм × 0,375 дюймов).
- 5.9.2 *Прибор для метода с применением роликового распределителя:*
- 5.9.2.1 *Роликовый распределитель для определения красящей способности*^{8,5}
- 5.10 *Эксикатор.*
- 5.11 *Аппарат SpeedMixer* (DAC 150 FVZ), чашки PP15 и держатель^{9,5}
- 5.12 *Аналитическая мельница IKA A-10, резательное устройство A-14 SS, элемент A-18* для уменьшения объёма камеры измельчения.^{10,5}
- 5.13 *Стеклопленочные мелющие шарики диаметром 5 мм.*^{11,5}

⁴ Установлено, что для выполнения данного метода испытания применимы следующие устройства: автоматическое растирочное устройство Hoover модели M5: (Hoover Color Corp., P.O. Box 218, State Highway 693, Hiwassee, VA 24347) и автоматическое растирочное устройство для пигментов JEL 25/53-II (J. Engelsmann AG, Frankenthaler Str. 137-141, 67059 Ludwigshafen, Germany; www.engelsmann.de).

⁵ Сведения по альтернативным поставщикам можно направлять в штаб-квартиру ASTM International для рассмотрения соответствующим Техническим комитетом¹, на заседании которого заявитель может присутствовать.

⁶ Для данного метода испытания пригодны следующие фотометрические приборы: прибор Эриксона для определения красящей способности модели 527, поставками которого занимается T. J. Bell, Inc., 1340 Home Ave., Akron, OH 44310; прибор Hunter MiniScan EZ, поставляемый Hunter Associates Laboratory, Inc., 11491 Sunset Hills Road, Reston, Virginia 20190-5280.

Приборы Hunter MiniScan XE или XE Plus могут применяться для проведения испытаний, но больше не производятся. Одна инструкция по эксплуатации составлена для приборов Hunter MiniScan всех типов. Рефлектометр Densitron больше не выпускается, но он пригоден для проведения испытания по данному методу. Указания по применению рефлектометра Densitron приведены в стандарте D3265-01.

⁷ В период публикации стандарта Комитет располагал информацией только по одному поставщику аппликатора для нанесения плёночного покрытия (каталожный № AR-5257): Вук-Gardner, 9104 Guilford Rd., Columbia, MD 21046; <http://www.bykgardner.com>.

⁸ В период публикации стандарта Комитету был известен только один поставщик роликового распределителя для определения красящей способности (модель 1A): Titan Specialties, Inc., P.O. Box 2316, Pampa, TX 79066-2316.

⁹ В период публикации стандарта Комитету был известен только один поставщик аппарата SpeedMixer: FlackTek Inc., 1708, Highway 11, Bldg. G, Landrum, SC 29356; <http://www.speedmixer.com>.

¹⁰ В период публикации стандарта Комитету был известен только один поставщик аналитической мельницы (Part #EW-04301-00): Cole-Parmer Instrument Company, 625 East Bunker Court, Vernon Hills, IL 60061; <http://www.coleparmer.com>.

¹¹ В период публикации стандарта Комитету был известен только один поставщик стеклопленочных мелющих шариков: Quackenbush Co., Inc., 6711 Sands Rd., Crystal Lake, IL 60014; <http://www.quackco.com>.



6 Реактивы и материалы

6.1 *Чистота реактивов* – Во всех испытаниях должны применяться химикаты класса реактивов. В отсутствие других указаний имеется в виду, что все реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по реактивам для анализа Американского химического общества, где эти спецификации имеются¹². Реактивы других классов применимы при условии предварительной проверки, что реактив имеет достаточно высокую чистоту, позволяющую его использование без понижения точности определения.

6.2 *Промышленный эталонный технический углерод с заданной красящей способностью.*¹³

6.3 *Пластификатор, эпоксицированное соевое масло.*^{14,5,15}

6.4 *Денатурированный спирт для очистки.*

6.5 *Оксид цинка, промышленный пигментный оксид цинка.*^{16,5}

6.6 *Образцы стандартного эталонного технического углерода, утверждённые комитетом D24 ASTM.*^{17,5}

7 Отбор проб

7.1 Пробы поставляемого продукта отбирают согласно методикам стандартов D1799 и D1900.

8 Калибровка и стандартизация

8.1 *Стандартные пасты* – Готовят пасты на основе ITRB, как описано в 9.2 – 9.3.2. Массы ITRB указаны в нижепредставленной таблице. Готовят две пасты, содержащие 0,1000 г ITRB, используя автоматическое растирочное устройство, или две пасты, содержащие 0,1200 г ITRB, используя аппарат SpeedMixer.

¹² Технические требования Американского химического общества к химическим реактивам (Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications; American Chemical Society, Washington, D.C.). Рекомендации по испытаниям реактивов, не приведённых в реестре Американского химического общества, можно найти в Ежегодных стандартах по лабораторным химическим веществам (Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K.), в "Фармакопее США и национальном рецептурном справочнике" (United States Pharmacopeia and National Formulary, US Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD).

¹³ Первого ITRB, запасы которого исчерпаны, нет в продаже. Имеющийся в наличии ITRB может по-прежнему применяться. Взамен первого ITRB в 2012 году на рынок поступил ITRB2.

¹⁴ На момент публикации стандарта Комитету был известен только один поставщик пластификатора Paraplex G-62 (регистрационный номер в "Chemical Abstracts": 12768-71-7): C.P. Hall Co. (Technical Centre, Customer Service Department, 5851 West 73rd St., Chicago, IL, 60638). Минимальный объём поставки составляет 5 галлонов. Заказ должен содержать ссылку на стандарт ASTM D3265.

¹⁵ Данные о сроке годности пластификатора Paraplex G-62 есть в штаб-квартире ASTM International. Эти данные можно получить, запросив научно-исследовательский отчёт RR: D24-1004.

¹⁶ На момент публикации стандарта Комитету был известен только один поставщик промышленного пигментного оксида цинка: Valentine Enterprises, Inc., dba Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset St., Borger, TX 79007; www.carbonstandard.com.

¹⁷ На момент публикации стандарта Комитету был известен только один поставщик стандартных эталонных марок технического углерода, утверждённых Комитетом D24 ASTM: Laboratory Standards and Technologies (227 Somerset St., Borger, TX 79007).



D3265 – 15a

Промышленный эталонный технический углерод
с заданной красящей способностью

Эталонные значения красящей
способности

Пасты, приготовленные с помощью автоматического растирочного устройства	Пасты, приготовленные в аппарате SpeedMixer	Эталонные значения красящей способности
0,0900 г	0,1080 г	90,0
0,1000 г	0,1200 г	100,0
0,1100 г	0,1320 г	110,0
0,1200 г	0,1440 г	120,0
0,1300 г	0,1560 г	130,0

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – При испытании образцов с красящей способностью выше 130 единиц на стадии стандартизации можно по своему усмотрению использовать пасту с содержанием ITRB 0,1400 г и 0,1500 г, приготовленную с помощью автоматического растирочного устройства, или пасту с содержанием ITRB 0,1680 г и 0,1700 г, приготовленную в аппарате SpeedMixer. Такая модифицированная стандартизация допустима только для образцов, красящая способность которых превышает 130 единиц.

8.2 Прибор Эриксона для определения красящей способности модели 527

8.2.1 Включают питание и оставляют прибор для прогревания в течение 30 мин.

8.2.2 Помещают головку для измерения коэффициента отражения на чёрную калибровочную панель и устанавливают цифровое показание на 0,00 с помощью потенциометра для установки нуля.

8.2.3 Распределяют пасту в виде плёнки для измерения коэффициента отражения, как описано в Разделе 9.

8.2.4 Используя одну из паст с ITRB массой 0,1000 г, приготовленных с помощью автоматического растирочного устройства, или одну из паст с ITRB массой 0,1200 г, приготовленных в аппарате SpeedMixer, указанных в 8.1, настраивают прибор на показание 3,0 с помощью калибровочного регулирующего потенциометра.

8.2.5 Определяют коэффициент отражения второй пасты с ITRB массой 0,1000 г, приготовленные с помощью автоматического растирочного устройства, или второй пасты с ITRB массой 0,1200 г, в аппарате SpeedMixer. Если значение коэффициента отражения находится в пределах от 2,99 до 3,01, дублирующие пасты считаются приемлемыми.

8.2.6 Приемлемые дублирующие пасты с ITRB массой 0,1000 г, приготовленные с помощью автоматического растирочного устройства, или приемлемые дублирующие пасты с ITRB массой 0,1200 г, приготовленные в аппарате SpeedMixer, смешивают шпателем. Прибор устанавливают на показание 3,0 с помощью калибровочного регулирующего потенциометра.

8.2.7 Если дублирующие пасты оказываются неприемлемыми, готовят новую пасту с ITRB массой 0,1000 г или новую пасту с ITRB массой 0,1200 г по 9.2 – 9.3.2 и выполняют измерение по 8.2.5.

8.2.8 Определяют коэффициенты отражения всех остальных паст с ITRB, указанных в 8.1.

8.2.9 Вычисляют красящую способность стандартных паст по уравнению:

$$\text{Единицы красящей способности} = 3,00/S \times 100, \quad (1)$$

где:

S – значение коэффициента отражения пасты с испытываемым образцом технического углерода.

8.2.10 Вычисляют регрессию стандартных значений (значение y) на измеренные значения (значение x) методом наименьших квадратов.

8.2.11 Измеренный показатель красящей способности всех последующих образцов корректируют, подставляя каждое измеренное значение в линейное уравнение и вычисляя значение красящей способности с учётом поправки.

8.2.12 Периодически, обычно один раз в месяц, определяют новые регрессионные коэффициенты.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Надлежащее приготовление пасты и правильность вычисления регрессии можно проверить путём анализа, по меньшей мере, одного образца SRB для протекторных смесей (SRB A-C). После нормализации паст, предназначенных для определения красящей способности технического углерода, и выполнения вычисления, как описано в Разделе 10, точность результатов испытания образцов SRB должна быть в пределах, указанных в стандарте D4821.

8.2.13 Калибровку и стандартизацию оборудования, реактивов, материалов и метода испытания периодически проверяют, используя стандартный эталонный технический углерод (SRB), утверждённый Комитетом D24 ASTM. Стандартные значения красящей способности и допустимые пределы регулирования при испытании SRB приведены в Руководстве стандарта D4821.



8.3 Прибор Hunter MiniScan

8.3.1 Прибор калибруют, используя керамическую плитку чёрного и белого цвета.

8.3.2 Устанавливают прибор в режим настройки. Настраивают прибор с помощью цветовой шкалы XYZ, источника света D65 и наблюдателя 10°. Усредняют не менее трёх показаний. Следует учитывать, что Y соответствует функции светлости/темноты и, таким образом, представляет значимую информацию.

8.3.3 Снимают не менее трёх показаний для каждой пасты с ITRB и регистрируют только среднее значение Y по этим показаниям. Значение Y для пасты с ITRB массой 0,1000 г (автоматическое растирочное устройство) или для пасты с ITRB массой 0,1200 г (аппарат SpeedMixer) должно составлять приблизительно 2,60. Вычисляют красящую способность паст с ITRB:

$$\text{Красящая способность} = I/Y \times 100, \quad (2)$$

где:

I – значение коэффициента отражения пасты с ITRB массой 0,1000 г (автоматическое растирочное устройство) или пасты с ITRB массой 0,1200 г (аппарат SpeedMixer);

Y – значение коэффициента отражения, установленное для образца.

8.3.4 Выполняют процедуры по 8.2.10 – 8.2.13 для завершения калибровки прибора Hunter MiniScan.

9 Проведение испытания

9.1 Приготовление пасты

9.1.1 Приготовление пасты при использовании автоматического растирочного устройства

9.1.1.1 Высушивают оксид цинка, ITRB и испытываемый образец (образцы) технического углерода в термостате указанного типа в течение 1 ч при температуре $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($257\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{F}$). Переносят вещества в эксикатор и оставляют для охлаждения до комнатной температуры.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – ITRB необходимо высушивать в день проведения испытания, предпочтительно, одновременно с испытываемым образцом. Высушивают только требуемое количество, т.к. ITRB не должен подвергаться многократной сушке.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 – До высушивания и взвешивания образец технического углерода дополнительно может быть подвергнут гомогенизации при использовании ступки и пестика или устройства для низкоинтенсивного растирания типа кофемолки.

9.1.1.2 Взвешивают образец технического углерода массой точно 0,1000 г в чашку для взвешивания, а затем взвешивают на технический углерод 3,7500 г оксида цинка. В случае испытания материалов серий N500, N600 и N700 взвешивают точно 0,2000 г технического углерода и 3,7500 г оксида цинка.

9.1.1.3 С помощью шприца помещают $2,20\text{ см}^3 \pm 0,02\text{ см}^3$ или, если это предпочтительно, 2,20 г пластификатора в центре диска растирочного устройства.

ПРИМЕЧАНИЕ 6 – Если при использовании $2,20\text{ см}^3$ (2,20 г) пластификатора паста становится излишне текучей, допустимо взять $2,00\text{ см}^3$ (2,00 г) пластификатора и для ITRB и для испытываемого образца.

9.1.1.4 Переносят оксид цинка и технический углерод в центр капли пластификатора.

9.1.1.5 Смешивают все три компонента шпателем, постоянно сдвигая смесь как можно ближе к центру. Перемешивают до полной однородности. Счищают материал со шпателя о верхний диск растирочного устройства так, чтобы его потери были минимальными.

9.1.1.6 Устанавливают растирочное устройство на 25 оборотов. Рычаг с одним дополнительным грузом служит для действия на диски с силой 445 Н (100 фунт-сила). Смыкают диски, поднимают рычаг с грузом и включают растирочное устройство.

9.1.1.7 В конце цикла, включающего 25 оборотов, опускают рычаг с грузом и размыкают диски. Счищают шпателем как можно больше пасты с верхнего диска и переносят её в центр нижнего диска. Затем при вращении нижнего диска шпателем распределяют пасту по расплюсненному кругу, а потом собирают её всю точно в центре. Повторяют эту процедуру ещё два раза. Счищают материал со шпателя на верхний диск растирочного устройства для приготовления пасты.

9.1.1.8 Повторяют стадии 9.1.1.6 и 9.1.1.7 ещё три раза для выполнения в общей сложности четырёх циклов по 25 оборотов каждый.

9.1.1.9 Переносят пасту на гладкую чистую поверхность и очищают диски растирочного устройства растворителем и обтирочной тканью. **(Предостережение** – Легко воспламеняющийся денатурированный спирт используют для очистки только в небольшом количестве, обеспечивая надлежащую вентиляцию в рабочем помещении. Растирочное устройство не запускают непосредственно после проведения очищения во избежание воспламенения паров, содержащих этанол и воздух).



9.1.1.10 Выполняют подготовку пасты по одному из рекомендованных методов по 9.2.1 или по 9.2.2 для измерения коэффициента отражения в соответствии с одной из описанных методик по 9.3.1 или по 9.3.2.

9.1.2 *Приготовление пасты в аппарате SpeedMixer (DAC 150 FVZ)*

9.1.2.1 Измельчают гранулированный технический углерод по методике ИКА по 9.1.2.2 – 9.1.2.10. При испытании образца пылящего технического углерода переходят к 9.1.2.11.

9.1.2.2 Очищают аналитическую мельницу тканью и вакуумным устройством так, чтобы при визуальном осмотре было видно, что аппарат чистый. В мельницу можно поместить куски ткани для измельчения, что сопровождается очисткой камеры и лопастей.

9.1.2.3 Переносят 4 г – 5 г гранулированного технического углерода в мельницу.

9.1.2.4 Устанавливают вкладыш для уменьшения объёма измельчительной камеры и закрывают крышку.

9.1.2.5 Измельчённый в течение 15 с образец выбрасывают.

9.1.2.6 Повторяют процедуры, описанные в 9.1.2.2 – 9.1.2.4.

9.1.2.7 Измельчение проводят в течение двух циклов по 15 с.

9.1.2.8 Снимают крышку и извлекают вкладыш. Шпателем снимают технический углерод со стенок мельницы и лопастей.

9.1.2.9 Повторяют процедуры, описанные в 9.1.2.4, 9.1.2.7 и 9.1.2.8.

9.1.2.10 Извлечённый из мельницы образец высушивают в термостате.

9.1.2.11 Устанавливают линейное ускорение аппарата SpeedMixer на 10 с.

9.1.2.12 Тарируют чашку вместимостью 15 г на аналитических весах.

9.1.2.13 Взвешивают 4,5000 г оксида цинка непосредственно в чашку вместимостью 15 г.

9.1.2.14 Взвешивают ровно 0,1200 г технического углерода непосредственно в чашку вместимостью 15 г сверху оксида цинка (0,2400 г технического углерода серий N500, N600, N700). Слой оксида цинка предварительно распределяют по чашке, чтобы технический углерод как можно меньше контактировал со стенками чашки.

9.1.2.15 Закрыв крышку, помещают чашку в держатель без нарушения положения оксида цинка и технического углерода.

9.1.2.16 Помещают держатель в правильном положении в барабан устройства и высушивают измельчённый материал в течение 3 мин при 2500 об/мин. Чашка должна стоять прямо во избежание соприкосновения технического углерода с крышкой.

9.1.2.17 Удаляют держатель из аппарата, извлекают чашку из держателя и осторожно снимают крышку.

9.1.2.18 Добавляют 8 стеклянных шариков диаметром 5 мм.

9.1.2.19 Дозируют 2,64 г пластификатора Paraplex.

9.1.2.20 Закрытую крышкой чашку ставят в держатель. Затем помещают держатель в аппарат без нарушения положения смеси.

9.1.2.21 Смешивают ингредиенты в течение 2,0 мин при 3500 об/мин (должна быть установлена постоянная скорость “2” для обеспечения 3500 об/мин).

9.1.2.22 Снимают крышку с аппарата SpeedMixer и наносят пасту по одному из методов по 9.2.1 или по 9.2.2 для определения коэффициента отражения по одной из методик, приведенной в 9.3.1 или в 9.3.2.

ПРИМЕЧАНИЕ 7 – Паста, приготовленная в аппарате SpeedMixer, содержит стеклянные шарики, которые можно легко удалить во время раздавливания пасты в плёнку с помощью аппликатора. Если паста, приготовленная в аппарате SpeedMixer, наносится при использовании роликового распределителя, стеклянные шарики, возможно, придётся предварительно удалить из пасты перед её нанесением на ролик.

9.2 *Нанесение плёнки*

9.2.1 *Метод раздавливания пасты в плёнку*

9.2.1.1 Протирают стеклянную пластину обтирочной тканью для удаления частиц пыли или остатков плёнки.

9.2.1.2 Наносят часть пасты шпателем на верхний край стеклянной пластины.

9.2.1.3 Надавливая с постоянным средним усилием на аппликатор, размазывают пасту к нижнему краю пластины за 2 – 3 с.

9.2.1.4 Поднимают аппликатор, не удаляя избыток прилипшей к нему пасты, возвращают его к верхней части и снова размазывают пасту к нижнему краю стеклянной пластины за 2 – 3 с. Полученная плёнка должна иметь однородную поверхность и ширину приблизительно 65 мм (2,5 дюйма). Если поверхность неоднородная, готовят другую плёнку.

ПРИМЕЧАНИЕ 8 – Полученная мокрая плёнка имеет номинальную толщину 0,04 мм (0,0015 дюйма), что составляет приблизительно половину фактического зазора аппликатора.



9.2.2 Метод с применением роликового распределителя

9.2.2.1 Подготовка пасты не требуется, так как её наносят непосредственно на вращающийся ролик роликового распределителя.

9.3 Измерение коэффициента отражения

9.3.1 Прибор Эриксона для определения красящей способности модели 527 – Метод раздавливания пасты в плёнку

9.3.1.1 Устанавливают отверстие отражательной головки над плёнкой из пасты с ITRB (100 %), отступив 75 мм (3 дюйма) от верхнего края плёнки.

9.3.1.2 Регулируют рефлектометр Эриксона так, чтобы получить среднее значение 3,00, сняв не менее четырёх показаний в разных точках.

9.3.1.3 Прибор, настроенный надлежащим образом, используют для испытания других паст. Значение 3,00 принимают за коэффициент отражения пасты с ITRB в вычислениях по 10.1.

9.3.1.4 Сняв все показания, удаляют пасту и очищают место раздавливания пасты в плёнку.

9.3.2 Прибор Hunter MiniScan – Метод раздавливания пасты в пленку

9.3.2.1 Помещают отверстие отражательной головки над пленкой, отступив 75 мм (3 дюйма) от верхнего края пленки.

9.3.2.2 Снимают не менее трёх показаний в разных точках. Регистрируют каждое показание и используют их среднее значение как коэффициент отражения пасты с образцом в вычислениях по 10.1.

9.3.2.3 Сняв все показания, убирают пасту и очищают место раздавливания пасты в плёнку.

10 Вычисление

10.1 Вычисляют значение красящей способности с точностью до 0,1 единицы по формуле:

$$T = \{[I/S \times 100 \times M] + B\} \times f \quad (3)$$

где:

T – единицы красящей способности;

I – значение коэффициента отражения пасты с ITRB массой 0,1000 г;

S – значение коэффициента отражения пасты с испытываемым образцом;

M – наклон кривой регрессии по 8.2.11;

B – отрезок, отсекаемый на оси *y* по 8.2.10;

f – поправочный коэффициент: 1, если на стадии калибровки и стандартизации используется исходный ITRB, или 1,0134, если на стадии калибровки и стандартизации используется ITRB2 в соответствии с Разделом 8.

Если проводится испытание технического углерода серий N500, N600 и N700, после применения регрессионного уравнения значения красящей способности делят на 2 для получения конечного значения.

ПРИМЕЧАНИЕ 9 – Регрессионный анализ можно не проводить, если калибровочная кривая для ITRB соответствует требованиям, указанным в 8.1.

11 Протокол испытания

11.1 В протокол испытания вносят нижеуказанные данные:

11.1.1 Надлежащую идентификацию образца.

11.1.2 Метод, использованный для определения коэффициента отражения пасты.

11.1.3 Результат, полученный при отдельном определении, с точностью до 0,1 единицы красящей способности.



12 Прецизионность и отклонение

12.1 Раздел по прецизионности и отклонению был подготовлен в соответствии с методикой стандарта D4483, в которой приведены терминология и другие статистические данные.

12.2 Результаты по прецизионности, представленные в настоящем разделе, дают оценку прецизионности данного метода испытания при использовании материалов, которые применялись в межлабораторной программе, описанной ниже. Параметры прецизионности не должны использоваться для испытаний с целью приёмки или отказа в приёмке любой группы материалов в отсутствие документального подтверждения их применимости к этим конкретным материалам и специфических протоколов испытания. Может быть использовано любое подходящее значение из Таблицы 1.

12.3 Условия проведения межлабораторной программы испытаний по прецизионности Типа 1 указаны в Таблице 1. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний (дни). В каждой лаборатории, принимавшей участие в программе, два оператора выполняли по одному испытанию в каждый из двух дней (всего 4 испытания).

12.4 Результаты вычисления точности приведены в Таблице 1 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня.

Таблица 1 – Параметры прецизионности^A метода определения красящей способности технического углерода (ASTM D3265) – Точность Типа 1

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Обозначения расшифровываются, как описано ниже.

Sr – внутрिलाбораторное среднеквадратическое отклонение;

r – сходимость, единицы измерения;

(r) – сходимость, %;

SR – межлабораторное среднеквадратическое отклонение;

R – воспроизводимость, единицы измерения;

(R) – воспроизводимость, %.

Материал	Число лабораторий	Среднее значение, единицы красящей способности	Sr	(r)	SR	(R)
SRB F6 (N683)	16	51,7	0,49	2,69	1,55	8,49
SRB D6 (N762)	16	56,8	0,67	3,34	1,67	8,34
SRB E6 (N660)	16	60,0	0,64	3,03	1,71	8,07
SRB C6 (N326)	14	113,1	0,56	1,39	1,58	3,96
SRB B6 (N220)	16	117,8	1,12	2,68	1,35	3,25
SRB A6 (N134)	16	129,8	1,37	3,00	2,58	5,63
Среднее по среднему уровню		88,2				
Усреднённые значения			0,87	2,79	1,79	5,73

^A Данные по точности основаны на нормализованной красящей способности.

12.5 *Сходимость* – Усреднённая относительная сходимость, (r), данного испытания установлена как 2,79 %. Любое другое подходящее значение из Таблицы 1 может быть использовано для оценки сходимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний (или определений), выполненных при использовании идентичных 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 1, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае принимают надлежащие меры.

ПРИМЕЧАНИЕ 10 – 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.



D3265 – 15a

12.6 *Воспроизводимость* – Усреднённая относительная воспроизводимость, (R), данного испытания установлена как 5,73 %. Любое другое подходящее значение из Таблицы 1 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 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 1, 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.

12.7 *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.

13 Ключевые слова

13.1 Технический углерод; фотоэлектрический прибор для измерения коэффициента отражения; красящая способность.

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). Индивидуальную копию (в виде одной 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 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/>).