

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И  
МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Пер. № 8521

**Углерод технический – Руководство по оценке  
прецизионности и отклонения методов испытаний<sup>1</sup>**

*Standard Guide for Carbon Black—Validation of Test Method Precision and Bias<sup>1</sup>*

**ЗАРЕГИСТРИРОВАНО**

**Федеральное агентство по  
техническому регулированию  
и метрологии**

**ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»**

Номер регистрации: **8521/ASTM D**

Дата регистрации: **31.03.2016**

Обозначение стандарта **ASTM D 4821-15 на русском языке**

Организация: ПК №6 ТК 160

Переводчик: Человечкова Т.Г.

**Перевод аутентичен  
оригиналу**

Редактор: ПК №6 ТК 160

Кол-во стр перевода: 19

Дата сдачи перевода: 15.03.2016

**Москва**

**2016 г**



# Углерод технический – Руководство по оценке прецизионности и отклонения методов испытаний<sup>1</sup>

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D4821, 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 Данное руководство распространяется на методику применения образцов стандартного эталонного технического углерода<sup>2</sup> (SRBs) ASTM и термообработанных эталонных материалов с устойчивым значением адсорбции йода (HT и INR) в целях постоянного контроля прецизионности методов испытания технического углерода, для которых установлены опорные значения показателей. Кроме того, в стандарте даны рекомендации, касающиеся поиска и устранения нарушений выполнения испытаний по разным методам.

1.2 В данном руководстве дано описание процедур использования х-карт для непрерывного контроля внутрилабораторной прецизионности (сходимости) и межлабораторной точности (воспроизводимости) испытаний, указанных в Разделе 2.

1.3 Данное руководство предусматривает статистический метод повышения воспроизводимости результатов испытаний, используемый в том случае, когда лаборатория не имеет физической возможности выполнить калибровку своего оборудования для получения опорных значений, принятых для эталонного технического углерода ASTM, в диапазоне, указанном в данном руководстве.

## 2 Нормативные ссылки

### 2.1 Стандарты ASTM<sup>3</sup>

D1510	Углерод технический – Метод определения адсорбции йода
D1513	Углерод технический, гранулированный – Метод определения насыпного объёма
D1765	Стандартная система классификации технического углерода, используемого в резиновых изделиях
D2414	Углерод технический – Метод определения абсорбции масла (OAN)
D3265	Углерод технический – Метод определения красящей способности
D3324	Углерод технический – Рекомендуемая методика повышения воспроизводимости результатов испытаний при использовании стандартного эталонного технического углерода ASTM (извлечён в 2002 году) <sup>4</sup>
D3493	Углерод технический – Метод определения абсорбции масла сжатого образца (COAN)
D6556	Углерод технический – Метод определения общей и внешней площади поверхности по адсорбции азота
E177	Практика использования терминов “прецизионность” и “отклонение” в методах испытаний ASTM
E2282	Руководство по определению результата испытания, выполняемого согласно соответствующему методу
E2586	Методика вычисления и использования базовых статистических данных

<sup>1</sup> Данное руководство находится в ведении Комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D24.61 по отбору проб технического углерода и статистическому анализу.

Настоящее издание утверждено 1 января 2015 года. Опубликовано в феврале 2015 года. Первоначально стандарт был утверждён в 1988 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2014 году под номером D4821-14. Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D4821-15.

<sup>2</sup> Образцы стандартного эталонного технического углерода поставляются Laboratory Standards and Technologies, Inc. (227 Somerset St., Borger, TX 79007).

<sup>3</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)). Информация о номерах томов Ежегодника стандартов ASTM представлена на странице сводных данных по стандартам на Web-сайте ASTM.



<sup>4</sup> Ссылка на последнюю утверждённую версию данного стандарта приведена на [www.astm.org](http://www.astm.org).

### 3 Терминология

#### 3.1 Определения

3.1.1 *Принятое опорное значение* – Значение, служащее в качестве согласованного опорного значения для проведения сравнения, которое получено как: (1) теоретическое или установленное значение на основе научных принципов; (2) заданное или утверждённое значение на основе экспериментальной работы, выполненной какой-либо национальной или международной организацией; (3) согласованное или утверждённое значение на основе результатов совместно выполненной экспериментальной работы при содействии научной или технической группы.

3.1.1.1 *Комментарий* – Национальная или международная организация, о которой говорится в (2), как правило, располагает измерительными эталонами, с которыми прослеживается связь опорных значений. **E177**

3.1.2 *Точность* - Степень соответствия результата испытания принятому опорному значению.

3.1.2.1 *Комментарий* – Термин точность, в случае его использования применительно к серии результатов испытания, включает сочетание компонента случайной ошибки и компонента общей систематической ошибки или отклонения. **E177**

3.1.3 *Образцы эталонного технического углерода ASTM* – Серия марок технического углерода, выбранных так, чтобы представить применимый интервал значений показателя, определяемого методом испытания, для которого они являются эталонными материалами. **D3324**

3.1.4 *Отклонение* – Разность между математическими ожидаемыми результатами испытания и принятым опорным значением.

3.1.4.1 *Комментарий* – Отклонение представляет собой общую систематическую ошибку в отличие от случайной ошибки. Систематическая ошибка может включать один компонент или большее число компонентов, оказывающих влияние на отклонение. Чем больше систематическое расхождение с принятым опорным значением, тем выше значение отклонения. **E177**

3.1.5 *Характеристика* – Свойство элементов пробы или совокупности, которое при его измерении, определении или оценке каким-либо другим образом помогает установить различие между элементами. **E2282**

3.1.6 *Коэффициент вариации, CV*, - В случае неотрицательной характеристики коэффициент вариации представляет собой отношение среднеквадратического отклонения к среднему значению для совокупности или пробы. **E2586**

3.1.7 *Промежуточная прецизионность* – Степень соответствия между результатами испытаний, полученными в специфических условиях промежуточной прецизионности.

3.1.7.1 *Комментарий* – Специфический критерий и специфические условия должны быть установлены для каждого промежуточного параметра прецизионности: т.е. “среднеквадратическое отклонение результатов испытания, полученных разными операторами в одной лаборатории” или “суточное среднеквадратическое отклонение в одной лаборатории при проведении испытаний одним оператором”.

3.1.7.2 *Комментарий* – Поскольку профессиональная подготовка операторов, согласованность разных частей оборудования в одной лаборатории и изменение условий окружающей среды с увеличением интервалов времени зависят от степени внутрилабораторного контроля, между промежуточными показателями прецизионности в разных лабораториях существуют значительные различия. В связи с этим промежуточные показатели прецизионности, в большей степени, характеризуют отдельные лаборатории, а не метод испытания. **E177**

3.1.8 *Условия промежуточной прецизионности* – Условия, при которых результаты испытания получают по одному методу, используя испытываемые элементы или испытываемые образцы, взятые произвольно из одного объёма материала, который является по возможности однородным, но с внесением изменений, касающихся операторов, измерительного оборудования, места проведения испытания в лаборатории и времени его выполнения. **E177**



3.1.9 *Измеренное значение* – Получаемые результаты испытания в отличие от стандартного значения.

**D3324**

3.1.10 *Нормализация* - Методика внесения статистической поправки в результаты испытания в целях повышения точности.

3.1.10.1 *Комментарий* – Внесение поправки в результаты испытания при использовании уравнения прямой линии (линейной регрессии), сравнивая результаты испытания образцов эталонного техуглерода ASTM с опубликованными принятыми эталонными значениями в целях определения наклона кривой и отрезка, отсекаемого на оси *y*. Нормализация является методикой повышения точности или воспроизводимости результатов, полученных лабораторией, в том случае, когда использование всех других средств калибровки не сопровождается достижением требуемого уровня калибровки.

3.1.11 *Наблюдение* – Процесс получения данных, свидетельствующих о наличии или отсутствии качественной характеристики в испытываемом образце, или снятия показаний по характеристике/размеру испытываемого образца.

3.1.12 *Наблюдаемое значение* – Значение, полученное в процессе наблюдения.

3.1.13 *Прецизионность* – Степень соответствия между независимыми результатами, полученными в установленных условиях.

3.1.13.1 *Комментарий* – Прецизионность зависит от случайных ошибок и не имеет отношения к принятому опорному значению.

3.1.13.2 *Комментарий* – Критерий прецизионности обычно выражается с точки зрения погрешности и вычисляется как среднеквадратическое отклонение результатов испытания. Чем ниже прецизионность, тем выше среднеквадратическое отклонение.

3.1.13.3 *Комментарий* – Под независимыми результатами испытаний имеются в виду результаты, полученные способом, на который не оказывает влияние любой предшествующий результат испытания того же или аналогичного объекта. Количественные показатели прецизионности находятся в существенной зависимости от установленных условий. Условия сходимости и воспроизводимости являются крайними случаями совокупностей регламентированных условий.

**E177**

3.1.14 *Регрессия стандартных значений на измеренные значения* – Статистическое уравнение, выведенное методом наименьших квадратов.

**D3324**

3.1.15 *Сходимость* – прецизионность в условиях сходимости.

3.1.15.1 *Комментарий* – Сходимость является одной из концепций или категорий прецизионность метода испытания.

3.1.15.2 *Комментарий* – Показателями сходимости, которые определяются при обработке данных, являются среднеквадратическое отклонение сходимости и предел сходимости. **E177**

3.1.16 *Условия сходимости* – Условия, согласно которым независимые результаты испытаний получают одним методом при испытании идентичных объектов в одной лаборатории с участием одного и того же оператора, при использовании одного и того же оборудования, с небольшим интервалом времени.

3.1.16.1 *Комментарий* – Под требованием “один и тот же оператор, одно и то же оборудование” имеется в виду, что на конкретном этапе процесса измерения каждый результат испытания должен быть получен одним и тем же оператором, работающим на одном и том же оборудовании. Например, при выполнении метода оценки плотности материала один оператор может вести подготовку испытываемых образцов, второй оператор может определять размеры образца, а третий заниматься определением массы образца.

3.1.16.2 *Комментарий* – Под термином “в течение наименьшего целесообразного периода времени” имеется в виду, что результаты испытания, по крайней мере, одного материала должны быть получены в течение периода времени не меньше периода времени, предусмотренного в обычных испытаниях, и без такого превышения времени, которое сопровождается значительным изменением состояния испытываемого материала, оборудования или окружающей среды.

**E177**



3.1.17 *Предел сходимости (r)* – Значение, которое с вероятностью приблизительно 0,95 (95 %) не превышает абсолютной разностью между двумя отдельными результатами испытаний, полученными в условиях сходимости.

3.1.17.1 *Комментарий* – Предел сходимости представляет собой произведение коэффициента и среднеквадратического отклонения сходимости. Коэффициент не зависит от объема межлабораторного исследования.

3.1.17.2 *Комментарий* – Аппроксимация до 0,95 (например, 0,90-0,98) вполне допустима, когда в программе участвует много лабораторий (30 или более), но, скорее всего, является недостаточной при участии в исследовании менее 8 лабораторий. **E177**

3.1.18 *Среднеквадратическое отклонение сходимости (sr)* - Среднеквадратическое отклонение результатов испытания, полученных в условиях сходимости.

3.1.18.1 *Комментарий* – Среднеквадратическое отклонение является критерием дисперсии распределения результатов испытаний, полученных в условиях сходимости.

3.1.18.2 *Комментарий* – Аналогичным образом могут быть сформулированы и использованы такие понятия как “дисперсия сходимости” и “коэффициент дисперсии сходимости”. При проведении межлабораторных исследований существует усреднённое среднеквадратическое отклонение результатов испытаний, полученных в условиях сходимости.

3.1.18.3 *Комментарий* – Среднеквадратическое отклонение сходимости, обычно считающееся характеристикой метода испытания, как правило, ниже внутрилабораторного среднеквадратического отклонения (см. определение **внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение**). **E177**

3.1.19 *Воспроизводимость* – Прецизионность в условиях воспроизводимости.

**E177**

3.1.20 *Условия воспроизводимости* – Условия, при которых результаты испытания идентичных объектов получают одним методом в разных лабораториях, с участием разных операторов и использованием разного оборудования.

3.1.20.1 *Комментарий* – Под идентичным материалом имеется в виду либо то, что все лаборатории проводят неразрушающие испытания одинаковых объектов/образцов, или что все испытываемые объекты/образцы отбираются произвольно из одного объема материала, который является однородным, насколько это возможно. Под другой лабораторией, предусмотренной программой проведения исследования, имеется в виду, что испытание проводит другой оператор в ином месте при использовании неидентичного оборудования в условиях другого оперативного контроля.

**E177**

3.1.21 *Предел воспроизводимости (R)* – Значение, которое с вероятностью приблизительно 0,95 (95 %) не превышает абсолютной разностью между двумя отдельными результатами испытаний, полученными в условиях воспроизводимости.

3.1.21.1 *Комментарий* – Предел воспроизводимости представляет собой произведение коэффициента и среднеквадратического отклонения воспроизводимости. Коэффициент не зависит от объема межлабораторного исследования (т.е. от числа лабораторий-участниц).

3.1.21.2 *Комментарий* – Аппроксимация до 0,95 (например, 0,90-0,98) вполне допустима, когда в программе участвует много лабораторий (30 или больше), но, скорее всего, является недостаточной при участии в исследовании менее 8 лабораторий. **E177**

3.1.22 *Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (sR)* - Среднеквадратическое отклонение результатов испытания, полученных в условиях воспроизводимости.

3.1.22.1 *Комментарий* – Другими критериями дисперсии результатов испытания, полученных в условиях воспроизводимости, являются “дисперсия воспроизводимости” и “коэффициент дисперсии воспроизводимости”.

3.1.22.2 *Комментарий* – Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости включает, помимо межлабораторной изменчивости, среднеквадратическое отклонение сходимости и влияние таких взаимосвязанных факторов как лабораторные факторы (различия, существующие между операторами, оборудованием и условиями окружающей среды), и факторы, касающиеся материала (различия между характеристиками материала, исключая анализируемое свойство). **E177**

3.1.23 *Среднеквадратическое отклонение по совокупности,  $\delta$* , - Квадратный корень из среднего или математического ожидаемого значения квадрата отклонения переменной от её средней величины. *Среднеквадратическое отклонение по выборке, s*, - Квадратный корень из суммы квадратов отклонений наблюдаемых значений при испытании выборки, делённой на объем выборки минус 1. **E2586**

3.1.24 *Стандартное значение* – Значение, установленное для эталонного технического углерода Комитетом 24 по техническому углероду ASTM.



3.1.24.1 *Комментарий* – Обычно это значение вычисляют как средний результат определения в ходе выполнения программы межлабораторных испытаний. **D3324**

3.1.25 *Определение при испытании* – Значение характеристики или размера одного испытанного образца, полученное на основе одного или большего числа наблюдаемых значений. **E2282**

3.1.26 *Метод испытания* – Определённая процедура получения результата испытания. **E2282**

3.1.27 *Результат испытания* - Значение свойства, полученное путём выполнения определённого метода испытания. **E2282**

3.1.28 *Проба для проведения испытания* – Общий объём материала (содержащего один или большее число образцов для испытания), необходимый для получения результата испытания, как указано в методе испытания. **E2282**

3.1.29 *Образец для испытания* – Часть пробы для испытания, необходимая в целях получения одного определения при испытании.

3.1.30 *Правильность* – Степень соответствия среднего значения по совокупности измерений или результатов испытаний принятому опорному значению.

3.1.30.1 *Комментарий* – С концептуальной точки зрения среднее по совокупности представляет собой среднее значение неограниченно большого числа результатов испытаний. **E177**

3.1.31 *Дисперсия,  $\delta^2$ ,  $s^2$*  – Квадрат среднеквадратического отклонения по совокупности или пробе.

#### **E2586**

3.1.32 *Внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение* – Среднеквадратическое отклонение результатов испытаний, полученных в одной лаборатории для одного материала в условиях, которые могут включать такие факторы как участие разных операторов, использование разного оборудования и более длительные интервалы времени.

3.1.32.1 *Комментарий* – Поскольку профессиональная подготовка операторов, согласованность разных элементов оборудования в одной лаборатории и изменение условий окружающей среды при более длительных интервалах времени зависит от уровня внутрилабораторного контроля, между значениями внутрилабораторного среднеквадратического отклонения в разных лабораториях может быть существенное расхождение.

**E177**

## **4 Назначение и применение**

4.1 Данное руководство содержит рекомендации по применению статистических контрольных карт (х-карт) для графического контроля результатов испытания образцов эталонного технического углерода ASTM, полученных по методам, указанным в Разделе 2. Всем лабораториям рекомендовано использовать карты для статистического контроля и образцы эталонного технического углерода SRBs, т.к. это даёт возможность сравнить прецизионность внутрилабораторных и межлабораторных испытаний. Руководство включает описание методики использования пределов сходимости и воспроизводимости, а также х-карт.

4.2 Дополнительно к физико-химическим средствам калибровки описан статистический метод осуществления калибровки методов испытаний (т.е. *нормализации*).

4.3 Низкая прецизионность испытания может быть обусловлена низкой сходимостью или низкой воспроизводимостью, либо тем и другим. Причинами низкой прецизионности испытаний могут быть неудовлетворительная профессиональная подготовка операторов; ненадлежащее состояние оборудования или окружающей среды в лаборатории; изменение условий приготовления образцов или метода анализа; неудовлетворительная калибровка или стандартизация контрольно-измерительных приборов; оборудование с истёкшим сроком эксплуатации; реактивы, не отвечающие техническим



требованиям; разные производители приборов или оборудования; неоднородность материала. Общее число всех источников ошибки, допущенной при испытании, является индивидуальным для каждой отдельной лаборатории.

4.4 Данные по прецизионности испытаний эталонного технического углерода представлены в Таблицах 1-3. Испытанные материалы включают стандартный эталонный техуглерод (SRBs) серии 8; термообработанный эталонный техуглерод с устойчивым значением адсорбции йода (HT и INR). Эталонный техуглерод HT и INR рекомендуют использовать для контроля испытания по определению адсорбции йода.

**Таблица 1 – Прецизионность методов испытаний при анализе SRB-8**

Таблица 1А – Параметры прецизионности метода испытания стандарта D1510 – Определение адсорбции йода методами А и В (Прецизионность Типа 1)

Единицы измерения: г/кг							
Материал	Средний уровень <sup>А</sup>	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
SRB-8B2	146,3	0,57	1,61	<b>1,1</b>	1,70	4,80	<b>3,3</b>
SRB-8C	138,8	0,68	1,92	<b>1,4</b>	2,11	5,96	<b>4,3</b>
SRB-8B	135,6	0,68	1,91	<b>1,4</b>	1,93	5,47	<b>4,0</b>
SRB-8A	80,5	0,36	1,03	<b>1,3</b>	0,88	2,49	<b>3,1</b>
SRB-8A2	78,1	0,88	2,49	<b>3,2</b>	1,33	3,78	<b>4,8</b>
SRB-8F	35,9	0,32	0,89	<b>2,5</b>	0,57	1,61	<b>4,5</b>
SRB-8E	35,8	0,32	0,91	<b>2,5</b>	0,60	1,71	<b>4,8</b>
SRB-8D	21,7	0,28	0,80	<b>3,7</b>	0,55	1,55	<b>7,1</b>
Среднее по средним уровням	84,1						
Усреднённые значения		0,48	1,35	<b>1,6</b>	1,32	3,72	<b>4,4</b>

Таблица 1В – Параметры прецизионности метода испытания стандарта D6556 – Определение NSA (Прецизионность Типа 1)

Единицы измерения: 10 <sup>3</sup> м <sup>2</sup> /кг (м <sup>2</sup> /г)							
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
SRB-8B	142,0	0,47	1,34	<b>0,9</b>	1,44	4,06	<b>2,9</b>
SRB-8B2	138,0	0,31	0,87	<b>0,6</b>	0,79	2,24	<b>1,6</b>
SRB-8C	126,4	0,44	1,25	<b>1,0</b>	1,07	3,02	<b>2,4</b>
SRB-8A	76,5	0,33	0,94	<b>1,2</b>	0,84	2,38	<b>3,1</b>
SRB-8A2	75,9	0,29	0,81	<b>1,1</b>	0,70	1,98	<b>2,6</b>
SRB-8E	36,7	0,23	0,65	<b>1,8</b>	0,53	1,49	<b>4,1</b>
SRB-8F	36,7	0,21	0,58	<b>1,6</b>	0,38	1,09	<b>3,0</b>
SRB-8D	21,6	0,18	0,52	<b>2,4</b>	0,30	0,85	<b>3,9</b>
Среднее по средним уровням	81,7						
Усреднённые значения		0,32	0,91	<b>1,1</b>	0,83	2,35	<b>2,9</b>

Таблица 1С – Параметры прецизионности метода испытания стандарта D6556 – Определение STSA (Прецизионность Типа 1)

Единицы измерения: 10 <sup>3</sup> м <sup>2</sup> /кг (м <sup>2</sup> /г)							
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
SRB-8B	133,1	0,71	<b>2,00</b>	1,5	1,39	<b>3,92</b>	2,9



## ASTM D4821 – 15

SRB-8B2	126,7	0,56	<b>1,58</b>	1,2	2,02	<b>5,73</b>	4,5
SRB-8C	115,8	0,48	<b>1,35</b>	1,2	1,06	<b>3,01</b>	2,6
SRB-8A	77,2	0,41	<b>1,17</b>	1,5	1,15	<b>3,26</b>	4,2
SRB-8A2	76,0	0,47	<b>1,32</b>	1,7	1,23	<b>3,49</b>	4,6
SRB-8E	35,8	0,34	<b>0,96</b>	2,7	0,71	<b>2,02</b>	5,6
SRB-8F	35,4	0,33	<b>0,93</b>	2,6	0,69	<b>1,95</b>	5,5
SRB-8D	21,2	0,26	<b>0,73</b>	3,5	0,54	<b>1,52</b>	7,2
Среднее по средним уровням	77,6						
Усреднённые значения		0,46	<b>1,31</b>	1,7	1,19	<b>3,36</b>	4,3

<sup>A</sup> Установлено, что показатель адсорбции йода понижается по мере старения технического углерода. Как правило, чем выше площадь поверхности технического углерода, тем быстрее происходит изменение показателя адсорбции йода. В связи с этим заданные значения, указанные в Таблице 1А, могут быть не получены из-за эффекта старения продукта. Контроль метода определения адсорбции йода должен осуществляться при использовании термообработанного эталонного технического углерода с устойчивым показателем адсорбции йода (HT или INR) и опорных значений, указанных в Таблице 2 и Таблице 3. Дополнительная информация представлена в Разделе 9.

**Таблица 1 – Прецизионность методов испытаний при анализе SRB-8 (продолжение)**

Таблица 1D – Параметры прецизионности метода испытания D2414 – Определение OAN (Прецизионность Типа 1)							
Единицы измерения: 10 <sup>-5</sup> м <sup>3</sup> /кг (см <sup>3</sup> /100 г)							
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
SRB-8C	174,9	0,50	<b>1,41</b>	0,8	1,08	<b>3,04</b>	1,7
SRB-8B2	125,2	0,42	<b>1,19</b>	1,0	0,97	<b>2,74</b>	2,2
SRB-8B	123,5	0,45	<b>1,26</b>	1,0	0,91	<b>2,57</b>	2,1
SRB-8A2	71,5	0,46	<b>1,31</b>	1,8	1,56	<b>4,42</b>	6,2
SRB-8A	70,9	0,46	<b>1,31</b>	1,8	0,93	<b>2,64</b>	3,7
SRB-8F	132,0	0,41	<b>1,16</b>	0,9	0,91	<b>2,59</b>	2,0
SRB-8E	87,8	0,36	<b>1,02</b>	1,2	1,30	<b>3,68</b>	4,2
SRB-8D	36,9	0,26	<b>0,73</b>	1,9	1,09	<b>3,09</b>	8,1
Среднее по средним уровням	103,0						
Усреднённые значения		0,42	<b>1,19</b>	1,2	1,11	<b>3,15</b>	3,1
Таблица 1E – Параметры прецизионности метода испытания D3493 – Определение COAN (Прецизионность Типа 1)							
Единицы измерения: 10 <sup>-5</sup> м <sup>3</sup> /кг (см <sup>3</sup> /100 г)							
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
SRB-8C	130,6	0,54	<b>1,52</b>	1,2	1,47	<b>4,17</b>	3,2
SRB-8B2	103,1	0,50	<b>1,42</b>	1,4	1,03	<b>2,92</b>	2,8
SRB-8B	99,4	0,47	<b>1,32</b>	1,3	1,03	<b>2,91</b>	2,9
SRB-8A2	67,5	0,35	<b>0,98</b>	1,5	1,08	<b>3,05</b>	4,5
SRB-8A	66,7	0,42	<b>1,20</b>	1,8	0,87	<b>2,46</b>	3,7
SRB-8F	88,6	0,40	<b>1,12</b>	1,3	0,91	<b>2,58</b>	2,9
SRB-8E	74,7	0,36	<b>1,01</b>	1,3	0,99	<b>2,82</b>	3,8
SRB-8D	36,9	0,26	<b>0,74</b>	1,9	0,96	<b>2,72</b>	7,1
Среднее по средним уровням	83,7						
Усреднённые значения		0,42	<b>1,19</b>	1,4	1,06	<b>2,99</b>	3,6
Таблица 1F – Параметры прецизионности метода испытания D3265 – Определение красящей способности (Прецизионность Типа 1)							
Единицы измерения: единицы красящей способности							
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
SRB-8B2	132,1	0,65	1,83	<b>1,4</b>	1,86	5,26	<b>4,0</b>
SRB-8B	131,4	0,43	1,23	<b>0,9</b>	2,12	6,01	<b>4,6</b>
SRB-8C	112,0	0,46	1,29	<b>1,2</b>	1,10	3,11	<b>2,8</b>
SRB-8A2	111,0	0,49	1,39	<b>1,2</b>	1,15	3,25	<b>2,9</b>
SRB-8A	110,6	0,40	1,14	<b>1,0</b>	1,23	3,48	<b>3,1</b>
SRB-8E	61,8	0,30	0,84	<b>1,4</b>	0,95	2,69	<b>4,4</b>
SRB-8F	52,6	0,28	0,80	<b>1,5</b>	0,77	2,18	<b>4,1</b>
SRB-8D	42,5	0,26	0,73	<b>1,7</b>	0,73	2,08	<b>4,9</b>



Среднее по средним уровням	94,3						
Усреднённые значения		0,43	1,21	<b>1,3</b>	1,32	3,75	<b>4,0</b>

**Таблица 2 – Прецизионность метода определения адсорбции йода при испытании термообработанного эталонного технического углерода (НТ)**

Таблица 2 – Параметры прецизионности метода испытания D1510 – Определение адсорбции йода методами А и В (Прецизионность Типа 1)							
Единицы измерения: г/кг							
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
НТ-1	43,7	0,24	<b>0,68</b>	1,50	0,49	<b>1,38</b>	3,20
НТ-2	90,7	0,23	<b>0,65</b>	0,70	0,68	<b>1,94</b>	2,10
НТ-3	126,6	0,23	<b>0,64</b>	0,50	0,61	<b>1,73</b>	1,40
Среднее по средним уровням							
Усреднённые значения	87,0	0,23	<b>0,66</b>	0,8	0,60	<b>1,70</b>	2,0

**Таблица 3 – Прецизионность метода определения адсорбции йода при испытании термообработанного эталонного технического углерода (ИНР)**

Таблица 3 – Параметры прецизионности метода испытания D1510 – Определение адсорбции йода методами А и В (Прецизионность Типа 1)							
Единицы измерения: г/кг							
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
ИНР-А	41,5	0,31	<b>0,88</b>	2,1	1,19	<b>3,37</b>	8,1
ИНР-В	90,8	0,33	<b>0,95</b>	1,0	0,63	<b>1,77</b>	2,0
ИНР-С	125,8	0,31	<b>0,87</b>	0,7	1,00	<b>2,84</b>	2,3
Среднее по средним уровням							
Усреднённые значения	86,0	0,32	<b>0,90</b>	1,0	0,97	<b>2,74</b>	3,2

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Предпочтительные значения параметров прецизионности выделены жирным шрифтом в Таблицах 1 – 3.

## 5 Инструкция по общепринятой практике нормализации для методов испытания технического углерода

5.1 Общепринятая практика выполнения нормализации для методов испытания, указанных в Таблице 1 стандарта D1765, описана ниже.



5.1.1 *Метод испытания стандарта D1510, Определение адсорбции йода* – Метод испытания стандарта D1510 содержит описание методики нормализации результатов испытания. Эталонные материалы HT и INR, представляющие собой специально подготовленный технический углерод, сохраняющий стабильные значения адсорбции йода в течение многих лет, рекомендованы для использования в целях мониторинга испытаний по определению адсорбции йода. Если нормализация требуется, она должна выполняться только при использовании значений, указанных для эталонных материалов HT и INR в Таблице 2 и Таблице 3. Для данного метода испытания, как правило, не требуется нормализация, если значения, полученные при испытании эталонных материалов HT и INR, не выходят за границы предела прецизионности или предела точности, либо того и другого показателя. Статистическая поправка, описанная в Разделе 6, не должна выполняться при использовании значений из Таблицы 1A или Таблицы 4A в связи с известным явлением понижения показателя адсорбции йода в результате эффекта старения технического углерода, что, возможно, обусловлено медленной хемосорбцией кислорода. Пример изменения адсорбции йода по мере старения материала представлен на Рисунке 1.

5.1.2 *Метод испытания стандарта D1513, Определение насыпного объема* - Нормализацию нельзя выполнить, т.к. принятые опорные значения не установлены для данного метода испытания.

5.1.3 *Метод испытания стандарта D2414, Определение абсорбции масла* - Требуются нормализации, заключающиеся в использовании образцов SRB для протекторных или каркасных смесей, как описано в данном методе испытания.

5.1.4 *Метод испытания стандарта D3265, Определение красящей способности* - Требуется нормализация, заключающаяся в использовании образцов ITRB, как описано в методе испытания. Нормализация при использовании образцов SRBs не должна проводиться (см. Раздел 6).

5.1.5 *Метод испытания стандарта D3493, Определение абсорбции масла сжатого образца* - Требуется нормализация, заключающаяся в использовании образцов SRB для протекторных или каркасных смесей, как описано в данном методе испытания.

5.1.6 *Метод испытания стандарта D6556, Определение общей площади поверхности по азоту (NSA) и удельной поверхности по статистическому слою технического углерода (STSA)* - Нормализация при использовании SRBs не рассматривается в данном методе испытания. Нормализация допустима только при условиях, о которых говорится в Разделе 6.

## 6 Методика статистической калибровки или нормализации

6.1 Поскольку, как уже отмечалось в Разделе 5, методы испытания стандартов D1510, D2414, D3265 и D3493 содержат рекомендации по выполнению нормализации результатов испытаний, данный раздел применим исключительно к методу испытания стандарта D6556, в который не включены подобные рекомендации. Данный раздел может быть использован только в том случае, если при проведении испытания по методу стандарта D6556 соблюдены условия, о которых говорится в Разделе 7 или Разделе 8, либо в том и другом разделе. Методику нормализации следует выполнять, если принятие всех других рекомендуемых мер не сопровождалось получением приемлемых результатов испытания по методу стандарта D6556. Методика нормализации не должна рассматриваться как процедура, заменяющая выполнение соответствующего метода ASTM, проведение калибровки и осуществление соответствующих корректирующих действий.

6.2 Испытывают образцы эталонного технического углерода ASTM не менее 4-х раз (предпочтительно 6 раз) для надлежащей оценки средних измеренных значений.

6.3 Вычисляют наклон и отрезок, отсекаемый на оси  $y$  для уравнения прямой (линейной регрессии), используя опубликованные принятые опорные значения и четыре (или шесть) измеренных значения.

6.4 Корректируют измеренные (неисправленные) значения, полученные при всех последующих испытаниях, подставляя каждое измеренное значение в уравнение 1 и вычисляя значение с учётом поправок. Может быть подготовлена таблица чисел, позволяющая определить соответствие между измеренным и скорректированным значением.

6.5 Повторное решение статистического уравнения выполняют каждый раз, когда переходят на использование другого оборудования или новой партии материалов/реактивов. Кроме того, следует периодически проводить повторную проверку уравнения в целях выявления изменений, обусловленных износом оборудования или старением материала.

6.6 Поправочное уравнение прямой (линейной регрессии) имеет вид уравнения 1.



Поправочное уравнение прямой или линейное уравнение:  $Y = mx + B$   
(1)

где:

Y – скорректированное значение;

m – наклон;

x – измеренное значение;

B - отрезок, отсекаемый на оси y

6.7 Статистическая поправка или нормализация применима к любому результату испытания по методам, указанным в Таблицах 1 – 3. Поскольку описание методов испытаний стандартов D1510, D2414, D3265 и D3493 уже включает инструкции по нормализации, аналогичные инструкциям, представленным в данном разделе, настоящие рекомендации ДОЛЖНЫ применяться только для результатов испытаний по методу стандарта D6556. НЕДОПУСТИМО применять вторую статистическую поправку для данных, которые уже были нормализованы.

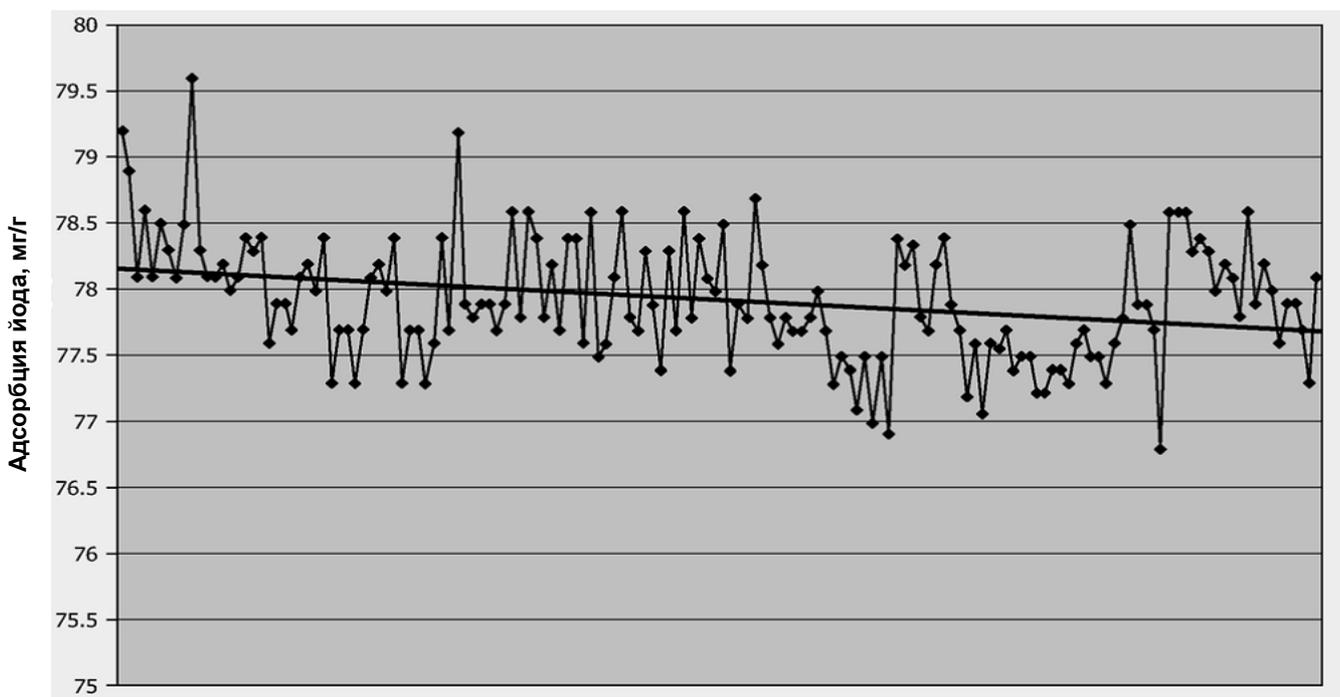


Рисунок 1 – Понижение значения показателя адсорбции йода образца SRB-5B по мере старения материала (данные за 3 года)

6.8 Если возникает потребность в выполнении статистической калибровки, для составления поправочного уравнения, надлежит использовать все образцы SRBs, необходимые для представления всего диапазона значений определяемых показателей (A-F или A-G), даже если значения показателей некоторых образцов SRBs выходят за границы требуемого диапазона. Не менее четырех значений (предпочтительно шесть значений) должно быть использовано для каждого образца SRB. Равное число результатов необходимо использовать для каждого образца SRB. В случае невыполнения данных рекомендаций поправочное уравнение не будет совместимым с поправками, введенными для других приборов и других лабораторий.

6.9 Проводят постоянный контроль выбранных образцов SRBs и используют новые данные для составления поправочного уравнения.

6.10 Используют поправочное уравнение для получения скорректированных (нормализованных) значений для образцов SRBs и графически контролируют результаты при использовании x-карт, как описано в Разделах 7 и 8. Когда нормализованный результат испытания превышает предел регулирования, немедленно выполняют повторное испытание. Если среднее по двум результатам испытаний остаётся вне предела регулирования повторно решают статистическое уравнение, используя последние измеренные значения для каждого выбранного образца SRB.

6.11 Если в результате решения статистического уравнения получают скорректированные значения, которые остаются вне пределов прецизионности (Раздел 7) или пределов точности (Раздел 8),



## ASTM D4821 – 15

повторные испытания не проводят до тех пор, пока не будут выполнены корректирующие действия в целях возвращения результатов испытания эталонного технического углерода в пределы регулирования.

6.12 В данной методике рассмотрены только минимальные действия, необходимые для непрерывного контроля прецизионности или точности результатов испытаний. Испытания образцов эталонного технического углерода могут проводиться чаще, чем это указано в Руководстве стандарта D4821. Решение поправочных уравнений может выполняться регулярно по своему усмотрению.

6.13 Применение статистического поправочного уравнения должно быть прекращено при переходе на использование нового или отремонтированного контрольно-измерительного оборудования, новой партии эталонного технического углерода, а также в случае выполнения корректирующих действий, в результате которых получают некорректированные результаты испытания в пределах прецизионности или точности. Использование статистического поправочного уравнения возобновляют в случае обнаружения условий, о которых говорится в Разделе 7 или Разделе 8, либо в том и другом Разделе.

**Таблица 4 – Пределы межлабораторной точности методов испытаний при анализе SRB-8**

Таблица 4А – Пределы межлабораторной точности метода испытания стандарта D1510 – Определение адсорбции йода методами А и В					
Единицы измерения: г/кг					
Материал	Средний уровень <sup>А</sup>	SR	3SR	LCL	UCL
SRB-8B2	146,3	1,70	5,09	141,2	151,4
SRB-8C	138,8	2,11	6,32	132,5	145,2
SRB-8B	135,6	1,93	5,80	129,8	141,4
SRB-8A	80,5	0,88	2,64	77,9	83,2
SRB-8A2	78,1	1,33	4,00	74,1	82,1
SRB-8F	35,9	0,57	1,70	34,2	37,6
SRB-8E	35,8	0,60	1,81	34,0	37,6
SRB-8D	21,7	0,55	1,64	20,0	23,3

Таблица 4В – Пределы межлабораторной точности метода испытания стандарта D6556 – Определение NSA					
Единицы измерения: 10 <sup>3</sup> м <sup>2</sup> /кг (м <sup>2</sup> /г)					
Материал	Средний уровень	SR	3SR	LCL	UCL
SRB-8B	142,0	1,44	4,31	137,7	146,3
SRB-8B2	138,0	0,79	2,37	135,6	140,4
SRB-8C	126,4	1,07	3,20	123,2	129,6
SRB-8A	76,5	0,84	2,53	74,0	79,0
SRB-8A2	75,9	0,70	2,10	73,8	78,0
SRB-8E	36,7	0,53	1,58	35,1	38,3
SRB-8F	36,7	0,38	1,15	35,5	37,8
SRB-8D	21,6	0,30	0,90	20,7	22,5

Таблица 4С – Пределы межлабораторной точности метода испытания стандарта D6556 – Определение STSA					
Единицы измерения: 10 <sup>3</sup> м <sup>2</sup> /кг (м <sup>2</sup> /г)					
Материал	Средний уровень	SR	3SR	LCL	UCL
SRB-8B	133,1	1,39	4,16	128,9	137,2
SRB-8B2	126,7	2,02	6,07	120,7	132,8
SRB-8C	115,8	1,06	3,19	112,6	119,0
SRB-8A	77,2	1,15	3,45	73,8	80,7
SRB-8A2	76,0	1,23	3,70	72,3	79,7
SRB-8E	35,8	0,71	2,14	33,7	38,0
SRB-8F	35,4	0,69	2,06	33,3	37,5
SRB-8D	21,2	0,54	1,61	19,6	22,8

Таблица 4D – Пределы межлабораторной точности метода испытания стандарта D2414 – Определение OAN					
Единицы измерения: 10 <sup>-5</sup> м <sup>3</sup> /кг (см <sup>3</sup> /100 г)					
Материал	Средний уровень <sup>В</sup>	SR	3SR	LCL	UCL
SRB-8C	174,9	1,08	3,23	171,7	178,1
SRB-8B2	125,2	0,97	2,90	122,2	128,1
SRB-8B	123,5	0,91	2,72	120,8	126,2
SRB-8A2	71,5	1,56	4,68	66,8	76,2
SRB-8A	70,9	0,93	2,79	68,1	73,7
SRB-8F	132,0	0,91	2,74	129,2	134,7
SRB-8E	87,8	1,30	3,90	83,9	91,7
SRB-8D	36,9	1,09	3,28	33,6	40,2

Таблица 4Е – Пределы межлабораторной точности метода испытания стандарта D3493 – Определение COAN					
Единицы измерения: 10 <sup>-5</sup> м <sup>3</sup> /кг (см <sup>3</sup> /100 г)					
Материал	Средний уровень <sup>В</sup>	SR	3SR	LCL	UCL
SRB-8C	130,6	1,47	4,42	126,2	135,1
SRB-8B2	103,1	1,03	3,09	100,1	106,2
SRB-8B	99,4	1,03	3,09	96,3	102,5
SRB-8A2	67,5	1,08	3,24	64,3	70,8
SRB-8A	66,7	0,87	2,61	64,1	69,3
SRB-8F	88,6	0,91	2,73	85,8	91,3
SRB-8E	74,7	0,99	2,98	71,8	77,7
SRB-8D	36,9	0,96	2,89	34,0	40,2

Таблица 4F – Пределы межлабораторной точности метода испытания стандарта D3265 – Определение красящей способности					
Единицы измерения: единицы красящей способности					
Материал	Средний уровень	SR	3SR	LCL	UCL
SRB-8B2	132,1	1,86	5,57	126,6	137,7



## ASTM D4821 – 15

SRB-8B	131,4	2,12	6,37	125,0	137,7
SRB-8C	112,0	1,10	3,30	108,7	115,3
SRB-8A2	111,0	1,15	3,45	107,6	114,5
SRB-8A	110,6	1,23	3,69	107,0	114,3
SRB-8E	61,8	0,95	2,85	58,9	64,6
SRB-8F	52,6	0,77	2,31	50,3	54,9
SRB-8D	42,5	0,73	2,20	40,3	44,7

<sup>A</sup> Установлено, что показатель адсорбции йода понижается по мере старения технического углерода. Как правило, чем выше площадь поверхности технического углерода, тем быстрее происходит изменение показателя адсорбции йода. В связи с этим заданные значения, указанные в Таблице 1А, могут быть не получены из-за эффекта старения продукта. Контроль метода определения адсорбции йода должен осуществляться при использовании термообработанного эталонного техуглерода с устойчивым показателем адсорбции йода (НТ или INR) и опорных значений, указанных в Таблице 2 и Таблице 3. Дополнительная информация представлена в Разделе 9.

<sup>B</sup> Значения получены с помощью абсорбциометра при использовании ДБФ и разных парафиновых масел. Большая часть результатов испытаний (около 60 %) получена при использовании ДБФ.

## 7 Методика непрерывного контроля краткосрочной прецизионности (сходимости)

7.1 *Комментарий* – Все лаборатории, занимающиеся контролем качества технического углерода, должны постоянно выполнять контроль прецизионности испытаний, используя статистические х-карты и надлежащие марки эталонного технического углерода ASTM. Контрольная карта (х-карта) краткосрочной прецизионности должна быть подготовлена для всех основных определяемых свойств, включая показатель адсорбции йода, площадь поверхности по адсорбции азота (NSA), внешнюю площадь поверхности по статистической толщине слоя технического углерода (STSA), показатель абсорбции масла (OAN), показатель абсорбции масла сжатого образца (COAN) и красящую способность.

7.2 Выбирают одну или большее количество образцов эталонного технического углерода ASTM из числа эталонных материалов, включающих SRB-8, НТ или INR (см. ПРИМЕЧАНИЕ 1 и Сноску А к Таблице 1А, касающиеся определения адсорбции йода.). В связи с тем, что образцы SRBs разных серий включают неодинаковые марки технического углерода, а материалы имеют разные сроки хранения, нельзя смешивать материалы из образцов SRBs разных серий. Например, материалы А и В из серии 7 нельзя использовать в сочетании с материалом С из серии 8. Это имеет особое значение при калибровке абсорбциометра, служащего для определения абсорбции масла. Абсорбциометр, должен подвергаться нормализации при использовании образцов стандартного эталонного технического углерода одной серии (рекомендуется использовать SRBs серии 8).

7.3 Регулярно выполняют испытание каждого из материалов (SRBs), указанных для конкретного метода в Таблице 1, Таблице 2 или Таблице 3, чтобы можно было определить среднее значение. Внутривлабораторное среднее значение обычно повторно вычисляют на краткосрочной основе по последним 20 - 25 результатам испытаний.

7.3.1 *Комментарий* – В случае перехода на использование нового метода испытания или нового эталонного технического углерода ASTM, а также при выявлении изменения результатов испытания, обусловленного такими причинами как применение новой партии йодного раствора, необходимо определить новое среднее значение по двум или большему числу результатов повторных испытаний.

7.4 Готовят статистическую х-карту для каждого образца эталонного технического углерода ASTM, выбранного для каждого метода испытания. Общепринято испытывать по одному эталонному материалу в смену или в день с нанесением результатов на контрольную карту. Выбранные эталонные материалы по очереди испытывают в каждую из смен или каждый из дней, отведённых на испытание.

7.5 Пределы прецизионности, соответствующие трем среднеквадратическим отклонениям, представлены в Таблице 5 для образцов SRB8, в Таблице 6 для термообработанного эталонного технического углерода НТ и в Таблице 7 для термообработанного эталонного технического углерода INR. Центральную линию для х-карты прецизионности всегда вычисляют при использовании внутривлабораторных результатов измерений, чтобы получить вычисленное среднее значение для лаборатории. Общепринято определять среднее значение на основе последних 20 - 25 результатов испытаний. Нижний предел регулирования (LCL) и верхний предел регулирования (UCL) определяют, как показано в Таблицах 5 - 7. LCL вычисляют, вычитая 3S<sub>g</sub> из лабораторного среднего значения. UCL вычисляют, прибавляя 3S<sub>g</sub> к лабораторному среднему значению.



7.6 Наносят на x-карту результаты испытаний выбранных образцов эталонного технического углерода ASTM. В случае превышения предела регулирования прецизионности немедленно проводят повторное испытание. Если результаты повторного испытания выходят за пределы регулирования, испытание прекращают и ведут поиск неслучайной причины (перечень возможных неслучайных причин дан в Разделе 9). Испытание возобновляют только после исключения неслучайной причины и устранения выхода результатов испытания эталонного материала за установленные пределы регулирования.

7.7 Примеры x-карт внутрилабораторной прецизионности представлены на Рисунке 2 и Рисунке 3.

**Таблица 5 – Пределы внутрилабораторной прецизионности методов испытаний при анализе SRB-8**

Таблица 5А – Пределы внутрилабораторной прецизионности испытания стандарта D1510 – Определение адсорбции йода методами А и В					
Единицы измерения: г/кг					
Материал	Средний уровень	Sr	3Sr	LCL	UCL
SRB-8B2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8C	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8B	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8F	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8E	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8D	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
Таблица 5В – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода испытания стандарта D6556 – Определение NSA					
Единицы измерения: 10 <sup>3</sup> м <sup>2</sup> /кг (м <sup>2</sup> /г)					
Материал	Средний уровень	Sr	3Sr	LCL	UCL
SRB-8B	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8B2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8C	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8E	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8F	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8D	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
Таблица 5С – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода испытания D6556 – Определение STSA					
Единицы измерения: 10 <sup>3</sup> м <sup>2</sup> /кг (м <sup>2</sup> /г)					
Материал	Средний уровень	Sr	3Sr	LCL	UCL
SRB-8B	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8B2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8C	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8E	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8F	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8D	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
Таблица 5D – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода испытания стандарта D2414 – Определение OAN					
Единицы измерения: 10 <sup>-5</sup> м <sup>3</sup> /кг (см <sup>3</sup> /100г)					
Материал	Средний уровень	Sr	3Sr	LCL	UCL
SRB-8C	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8B2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8B	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8F	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8E	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8D	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
Таблица 5E – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода испытания стандарта D3493 – Определение COAN					
Единицы измерения: 10 <sup>-5</sup> м <sup>3</sup> /кг (см <sup>3</sup> /100г)					
Материал	Средний уровень	Sr	3Sr	LCL	UCL
SRB-8C	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8B2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8B	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8F	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8E	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8D	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
Таблица 5F – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода испытания стандарта D3265 – Определение красящей способности					
Единицы измерения: единицы красящей способности					
Материал	Средний уровень	Sr	3Sr	LCL	UCL
SRB-8B2	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8B	Вычисленное лаб. среднее			Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr



SRB-8C	Вычисленное лаб. среднее	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A2	Вычисленное лаб. среднее	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8A	Вычисленное лаб. среднее	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8E	Вычисленное лаб. среднее	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8F	Вычисленное лаб. среднее	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
SRB-8D	Вычисленное лаб. среднее	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr

**Таблица 6 – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода определения адсорбции йода при испытании термообработанного эталонного технического углерода HT**

Таблица 6 – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода испытания стандарта D1510 – Определение адсорбции йода методами А и В					
Единицы измерения: г/кг					
Материал	Средний уровень	Sr	3Sr	LCL	UCL
HT-1	Вычисленное лаб. среднее	0,24	0,72	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
HT-2	Вычисленное лаб. среднее	0,23	0,69	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
HT-3	Вычисленное лаб. среднее	0,23	0,69	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr

**Таблица 7 – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода определения адсорбции йода при испытании термообработанного эталонного технического углерода INR**

Таблица 7 – Пределы внутрилабораторной прецизионности метода испытания D1510 – Определение адсорбции йода методами А и В					
Единицы измерения: г/кг					
Материал	Средний уровень	Sr	3Sr	LCL	UCL
INR-A	Вычисленное лаб. среднее	0,31	0,93	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
INR-B	Вычисленное лаб. среднее	0,33	1,00	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr
INR-C	Вычисленное лаб. среднее	0,31	0,92	Среднее - 3Sr	Среднее + 3Sr



**Рисунок 2 – Х-карта прецизионности результатов определения адсорбции йода эталонного технического углерода HT-1, подготовленная при использовании вычисленного внутрилабораторного среднего значения и пределов регулирования, указанных в Руководстве стандарта D4821**

## 8 Методика непрерывного контроля точности (воспроизводимости)

8.1 *Комментарий* – Все лаборатории, занимающиеся контролем качества технического углерода, должны постоянно выполнять контроль точности испытаний, используя статистические х-карты и надлежащие образцы эталонного технического углерода ASTM. Контрольная карта (х-карта) точности должна быть подготовлена для всех основных определяемых свойств, включая показатель адсорбции йода, площадь поверхности по адсорбции азота (NSA), внешнюю площадь поверхности по



## ASTM D4821 – 15

статистической толщине слоя технического углерода (STSA), показатель абсорбции масла (OAN), показатель абсорбции масла сжатого образца (COAN) и красящую способность.

8.2 Выбирают одну или большее количество образцов эталонного технического углерода ASTM из числа эталонных материалов, включающих образцы SRB-8, HT или INR (см. ПРИМЕЧАНИЕ 1 и Сноску А к Таблице 4А, касающиеся определения адсорбции йода.). В связи с тем, что образцы SRBs разных серий включают неодинаковые марки технического углерода, а материалы имеют разные сроки хранения, нельзя смешивать материалы из образцов SRBs разных серий. Например, материалы А и В из серии 7 нельзя использовать в сочетании с материалом С из серии 8. Это имеет особое значение при калибровке абсорбиометра, служащего для определения абсорбции масла. Абсорбиометр, должен подвергаться нормализации при использовании образцов стандартного эталонного технического углерода одной серии (рекомендуется использовать образцы SRBs серии 8).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – Те же результаты испытаний, которые анализируются или контролируются с помощью х-карт для оценки прецизионности, должны подвергаться контролю при использовании х-карт для оценки точности. Дополнительные испытания не требуется проводить, т.к. одни и те же данные могут быть использованы для карт этих двух типов.

8.3 Готовят статистическую х-карту для каждого образца эталонного технического углерода ASTM, выбранного для каждого метода испытания. Обычно испытывают по одному эталонному материалу в смену или в день с нанесением результатов на контрольную карту. Выбранные эталонные материалы по очереди испытывают в каждую из смен или каждый из дней, отведённых на испытание.

8.4 Средние значения и пределы точности, соответствующие 3 среднеквадратическим отклонениям, представлены в Таблице 4 для образцов SRB8, в Таблице 8 для термообработанного эталонного технического углерода HT и в Таблице 9 для термообработанного эталонного технического углерода INR.

8.5 Наносят на х-карту результаты испытания выбранных образцов эталонного технического углерода ASTM. В случае превышения пределов регулирования точности немедленно проводят повторное испытание. Если результаты повторного испытания выходят за пределы регулирования, испытание прекращают, ведут поиск неслучайной причины (перечень возможных неслучайных причин дан в Разделе 9) и выполняют корректирующее действие. Испытание можно возобновить после устранения причины низкой точности и достижения соответствия результатов испытания эталонного материала установленным пределам регулирования. Если источник отклонения/ошибки нельзя определить или устранить, а соответствие пределам точности не может быть достигнуто, переходят к Разделу 6 для введения статистической поправки.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Результаты определения OAN, COAN и красящей способности должны указываться и представляться на х-карте как нормализованные значения. Данная рекомендация рассматривается в соответствующих методах испытаний. Результаты определения OAN и COAN нормализуют в соответствии со

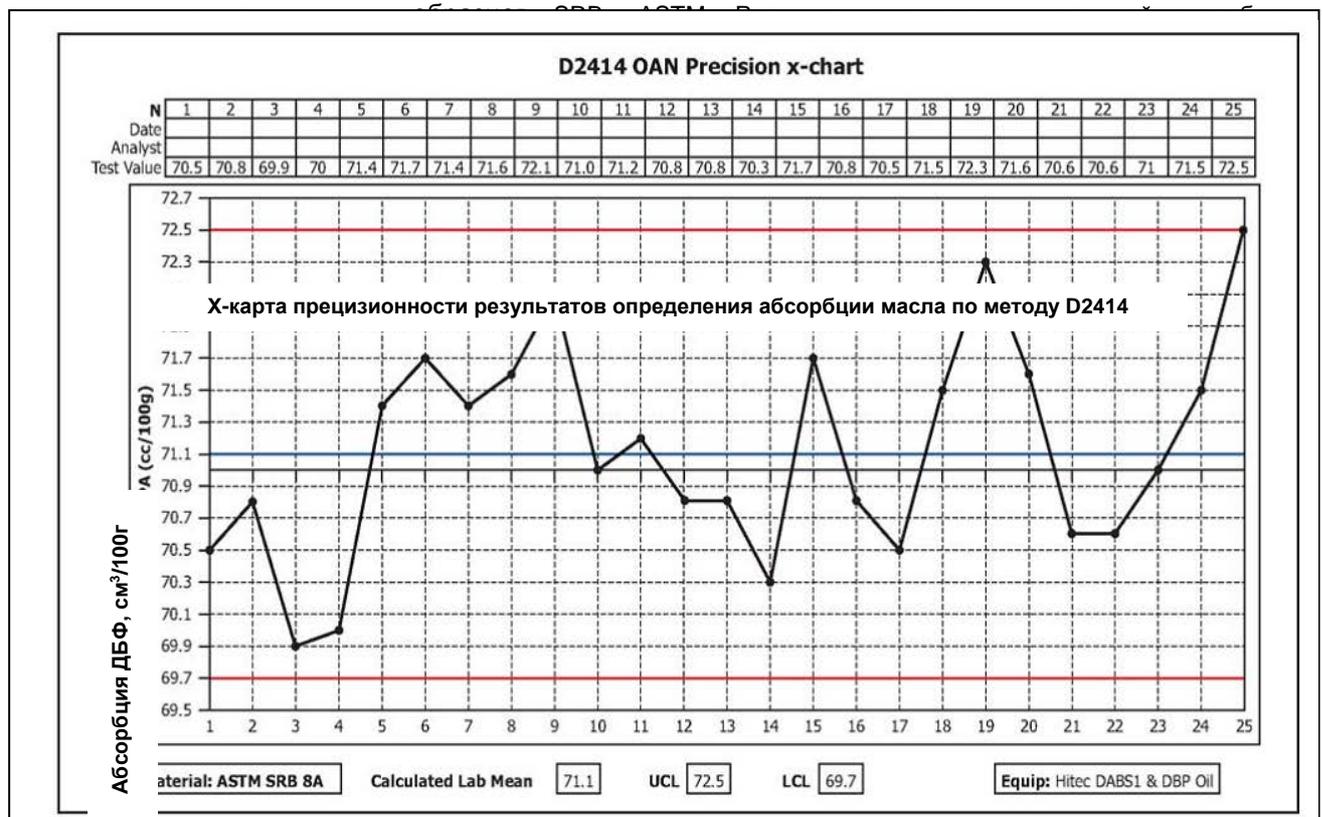




Рисунок 3 – X-карта прецизионности результатов определения OAN эталонного технического углерода SRB-8A, подготовленная при использовании вычисленного внутрилабораторного среднего значения и пределов регулирования, указанных в Руководстве стандарта D4821

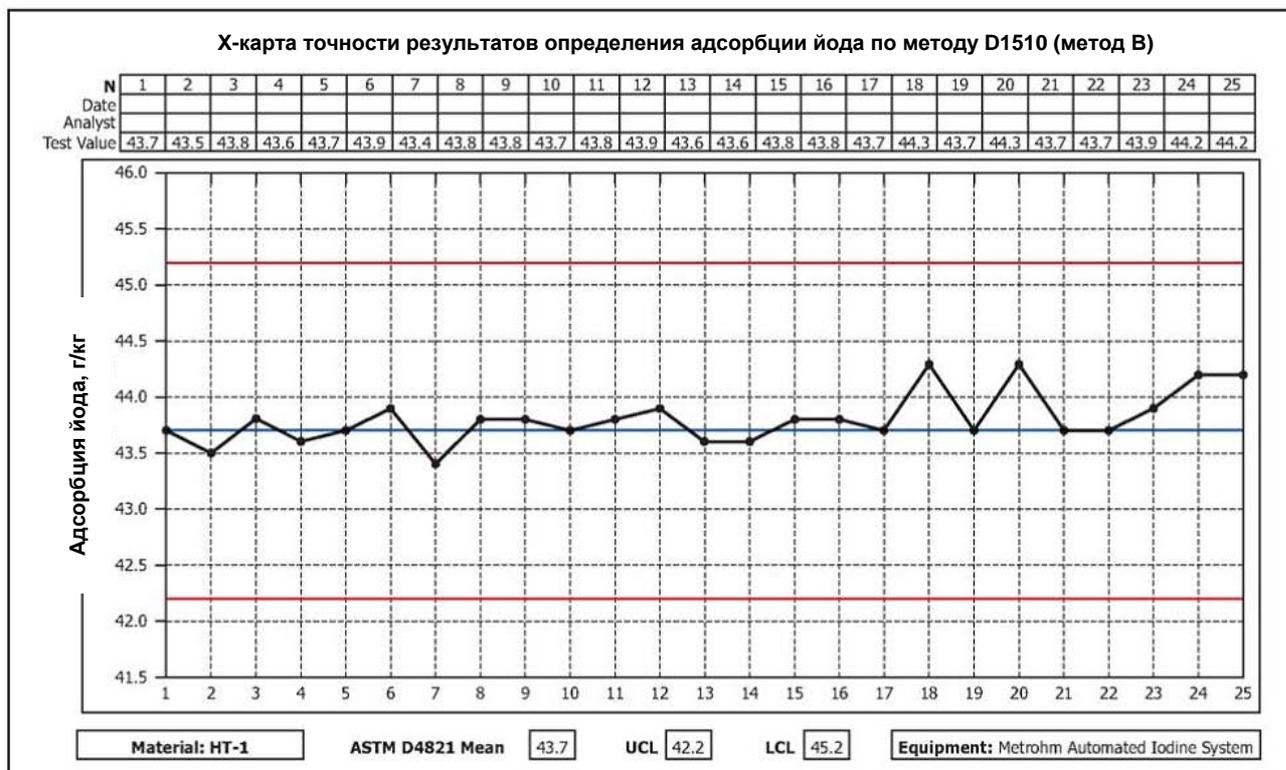


Рисунок 4 – X-карта точности результатов определения адсорбции йода эталонного технического углерода HT-1, подготовленная при использовании среднего значения и пределов регулирования, указанных в Руководстве стандарта D4821

## 9 Неслучайные причины низкой прецизионности или точности, либо обоих показателей

9.1 Перечень включает некоторые неслучайные причины, по которым результаты испытания могут оказаться вне пределов регулирования на x-карте.

### 9.1.1 Метод испытания стандарта D1510 – Определение адсорбции йода

9.1.1.1 Несоответствие концентрации растворов йода и тиосульфата натрия техническим требованиям.

9.1.1.2 Несоответствие концентрации йодида калия (KI) техническим требованиям.

9.1.1.3 Отклонение температуры раствора (растворы должны храниться в лаборатории).

9.1.1.4 Отклонение температуры в лаборатории.

9.1.1.5 При выполнении метода A взята ошибочная аликвотная часть йода из-за неправильного использования пипетки.

9.1.1.6 Образец не подвергнут сушке.

9.1.1.7 Анализ эталонного технического углерода, подвергшегося старению. Для контроля метода адсорбции йода следует использовать термообработанный эталонный технический углерод HT и INR.

### 9.1.2 Метод испытания стандарта D2414 – Определение показателя абсорбции масла (OAN)

9.1.2.1 Требуется обновление калибровок.

9.1.2.2 Смесительная камера изношена, что обуславливает необходимость её замены (применимо только к маркам каркасного или мягкого технического углерода. См. метод испытания стандарта D2414).

9.1.2.3 Ошибочная скорость подачи масла.

9.1.2.4 Утечка в трубках для подачи масла.

9.1.2.5 Ненадлежащая очистка смесительного устройства от смеси технического углерода и масла.

9.1.2.6 Неточная масса образца.

9.1.2.7 Образец не подвергнут сушке.



## ASTM D4821 – 15

- 9.1.2.8 Ненадлежащее охлаждение образца перед взвешиванием и испытанием
- 9.1.2.9 Перегрев смесительной камеры в результате недостаточного времени её охлаждения в коротких интервалах между испытаниями образцов, когда нет охлаждающей рубашки и циркулирующей ванны.
- 9.1.3 *Метод испытания стандарта D3493 – Определение абсорбции масла сжатого образца (COAN)*
- 9.1.3.1 Требуется обновление калибровок.
- 9.1.3.2 Ненадлежащая установка давления гидравлического пресса.
- 9.1.3.3 Ненадлежащее число сжатий.
- 9.1.3.4 В случае использования пресса Titan или Jaron может произойти повреждение поршневых уплотнений, что сопровождается уменьшением эффективной площади сжатия. Повреждённые поршневые уплотнения необходимо заменить, прежде чем приступить к регулированию давления.
- 9.1.4 *Метод испытания стандарта D3265 – Определение красящей способности*
- 9.1.4.1 Использование окиси цинка, не соответствующего требованиям ASTM.
- 9.1.4.2 Ошибочное число растираний (несоблюдение установленной процедуры).
- 9.1.4.3 Стеклопластины дробильных валков чрезмерно исцарапаны или шероховаты.
- 9.1.4.4 Масса растирочного устройства не прилагается в полной мере по причине механического износа (требуется корректировка).
- 9.1.4.5 Неудовлетворительная калибровка измерителя коэффициента отражения.
- 9.1.4.6 Загрязнённый образец эталонного технического углерода с заданной красящей способностью (ITRB).
- 9.1.4.7 Образец не подвергнут сушке.
- 9.1.5 *Метод испытания стандарта D6556 – Определение общей и внешней площади поверхности по адсорбции азота (NSA)*
- 9.1.5.1 Ошибка, обусловленная калибровкой объёма.
- 9.1.5.2 Утечка в приборе из-за изношенности уплотнительных колец.
- 9.1.5.3 Система трубок загрязнена техническим углеродом.
- 9.1.5.4 Фильтр порта для образца загрязнён техническим углеродом. Очистить или заменить металлокерамический фильтр и понизить скорость вакуумирования для минимизации декантации.
- 9.1.5.5 Ненадлежащая дегазация образца.

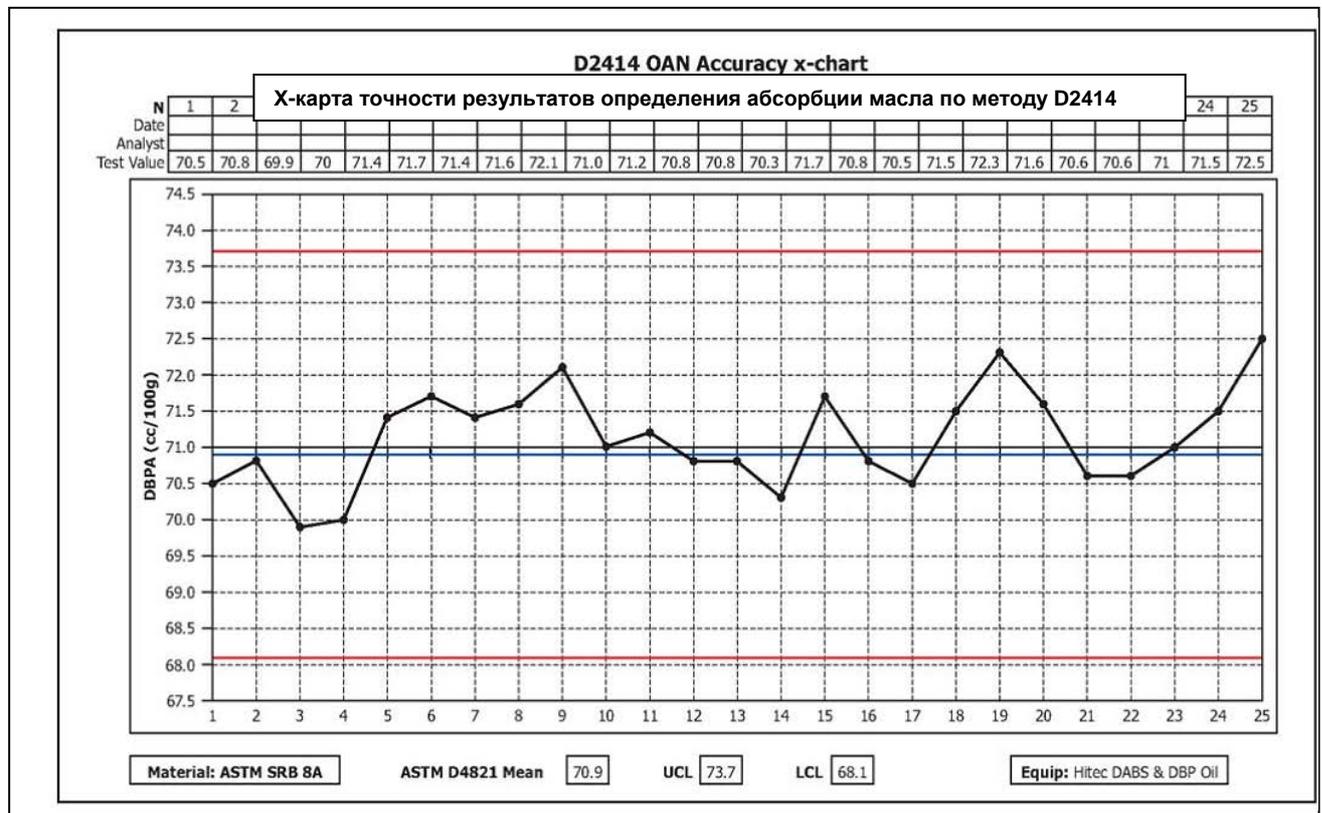


Рисунок 5 – X-карта точности результатов определения OAN эталонного технического



**углерода SRB-8A, подготовленная при использовании средних значений и пределов регулирования, указанных в Руководстве стандарта D4821**

9.1.6 *Метод испытания стандарта D6556 – Определение общей и внешней площади поверхности по адсорбции азота (STSA)*

9.1.6.1 Ошибка, обусловленная калибровкой объема.

9.1.6.2 Нестабильное давление насыщения азота ( $P_0$ ) или ошибка в измерении  $P_0$ , что может быть обусловлено низким качеством сосуда Дьюара или высокой скоростью испарения жидкого азота, либо изменением метеорологических условий. Рекомендуется выполнять постоянное измерение  $P_0$ , если есть возможность. Жидкий азот следует удалять из сосуда Дьюара каждые 1-2 дня для минимизации образования льда в сосуде Дьюара.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – Если возникает предположение о загрязнении или неординарном понижении качества эталонного технического углерода под действием старения, следует перейти на использование другого образца эталонного технического углерода при выполнении любого метода испытания.

## 10 Протокол испытания

10.1 На картах статистического контроля представляют нижеперечисленные данные.

10.1.1 Надлежащую идентификацию стандартного метода испытания.

10.1.2 Надлежащую идентификацию эталонного материала.

10.1.3 Предназначение x-карты: для контроля прецизионности или точности.

10.1.4 В случае x-карт для контроля прецизионности указывают, что центральная линия вычислена на основе среднего значения по результатам лабораторных испытаний.

10.1.5 В случае x-карт для контроля точности указывают, что центральная линия получена при использовании среднего значения и пределов регулирования, указанных в Руководстве стандарта D4821.

10.1.6 Тип прибора/аппарата и реактивов, если применимо (например, тип масла для определения ОАН).

## 11 Ключевые слова

10.1 Точность; образцы эталонного технического углерода ASTM; технический углерод; постоянный контроль проведения испытания; нормализация; прецизионность; регрессия; сходимость; воспроизводимость; статистические x-карты.

## Материалы, имеющие отношение к тематике данного стандарта

D4483 Методика определения прецизионности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода

D7849 Классификация и номенклатура эталонных материалов Комитета D24  
*Руководство по представлению данных и анализу методом контрольных карт, 8 издание, MNL7, ASTM International, 2010 (Manual on Presentation of data and Control Chart Analysis, 8th Edition, MNL7, ASTM International, 2010)*

*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*



## ASTM D4821 – 15

*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, 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](mailto:service@astm.org)) или на Web-сайт ASTM ([www.astm.org](http://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/>).*