

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Per. № 7202

Углерод технический – Рекомендуемая методика оценки стандартного эталонного технического углерода

Standard Practice for Carbon Black - Evaluation of Standard Reference Blacks

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

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

Страна, № стандарта

ASTM D6915-12

Переводчик: Человечкова Т.Г.

ФГБУ ИППУ СО РАН

Редактор: ФГБУ ИППУ СО РАН

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Кол-во стр.: 9

Кол-во рис.: 2

Кол-во табл.: 1

Дата сдачи перевода: 03.10.2013

Редактирование выполнено: 09.10.2013

**Москва
2013 г.**



ASTM D6915-12

ASTM D6915-12

**Углерод технический – Рекомендуемая
методика оценки стандартного
эталонного технического углерода**

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

**Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии**

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **7202/ASTM**

Дата регистрации: **31.10.2013**

Взамен: D6915-07

Утверждён: 1 июня 2012

Вступил в действие: в августе 2012

Название: Standard Practice for Carbon Black -
Evaluation of Standard Reference Blacks

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

Язык оригинала: английский

Количество страниц: 9

Переводчик: Т. Г. Человечкова

Дата: 09.09.2013



Углерод технический – Рекомендуемая методика оценки стандартного эталонного технического углерода¹

Настоящий стандарт издается под постоянным номером D6915. Число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках обозначает год последнего утверждения. Наличие буквы ϵ свидетельствует о редакционном изменении со времени последнего пересмотра или утверждения.

1 Область применения

1.1 Данный стандарт распространяется на методические указания по производству и проверке однородности качества серии марок технического углерода, предназначенных для использования в качестве образцов стандартного эталонного технического углерода (SRBs).

1.2 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах СИ. Значения в скобках приведены только для сведения.

1.3 *В настоящем стандарте не рассмотрены все вопросы безопасности, связанные с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры по обеспечению безопасности и охраны труда, а также определить применимость нормативных ограничений.*

2 Ссылки

2.1 Стандарты ASTM²

D1510	Углерод технический – Метод определения адсорбции иода.
D2414	Углерод технический - Метод определения показателя абсорбции масла (OAN).
D3265	Углерод технический - Метод определения красящей способности.
D3493	Углерод технический – Метод определения показателя абсорбции масла сжатого образца (COAN).
D4483	Методика определения точности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода
D4821	Углерод технический - Рекомендуемая методика оценки точности и систематической ошибки методов испытаний
D6556	Углерод технический - Метод определения общей и внешней площадей поверхности по адсорбции азота

¹ Данный метод 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 июня 2012 года. Опубликовано в августе 2012. Первоначально стандарт был утверждён в 2003. Последнее предыдущее издание было опубликовано в 2007 году под № D6915-07. Буквенно-цифровой идентификатор стандарта (DOI): 10.1520/D6915-12.

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



3 Назначение и применение

3.1 Данная методика разработана в целях обеспечения производства и оценки SRBs в соответствии со стандартной процедурой.

3.2 Описанная методика должна использоваться для получения средних физико-химических свойств серии марок технического углерода, подлежащих применению в качестве SRBs.

3.3 Марки технического углерода, предназначенные для использования в качестве SRBs, выбирают так, чтобы как можно полнее включить типичный применимый диапазон значений определяемого свойства и обеспечить, по возможности, примерно равномерное распределение значений в интервале. Выбираемый технический углерод, как правило, включают три марки твёрдого печного технического углерода для протекторных смесей (с буквенными обозначениями A, B, C), три марки мягкого печного технического углерода для каркасных смесей (с буквенными обозначениями D, E, F) и одну марку термического технического углерода (с буквенным обозначением G). Подкомитет D24.61 имеет право выбрать одну или несколько марок SRB, используемых в текущее время, для включения в новую серию SRBs, если при определённом темпе расходования запас материала достаточен для предполагаемого периода применения очередной серии. В связи с ограниченным выбором марок, предназначенных для использования как SRBs, не во всех испытаниях достигается равномерное распределение значений определяемого свойства в исследуемом интервале. Все марки технического углерода, являющиеся потенциальными SRBs, выпускаются разными производителями примерно в одно время. Эти марки используют как серию только после их утверждения. Практикуется последовательная нумерация серий. Значения показателей и обозначения марок текущей серии приведены в стандарте D4821. Любой марке, взятой из предыдущей серии SRBs, дают новый № в очередной серии.

4 Производство, упаковка, контроль и обеспечение качества

4.1 Предполагается, что производители получают SRBs на основе современной технологии для гарантирования максимальной однородности качества материала на протяжении всего производственного периода. Материал выпускают в ходе одного непрерывного цикла, включающего производство и упаковку партии. Испытания, проводимые в рамках данной методики, не предназначены для замены контроля качества продукта в процессе производства. Данное межлабораторное исследование проводят только для проверки однородности качества партии материала.

4.2 Объём партии каждого SRB устанавливают на основе статистических данных по темпу расходования материала. Предположительный срок годности партии составляет ~5 лет при темпе расходования материала, зарегистрированном в последнее время. По статистике объём партии, обычно составляет 10000 фунтов.

4.2.1 Фактический темп расходования любого эталонного материала может привести к тому, что запас одного или большего числа SRBs исчерпается раньше, чем запас остальных материалов в данной серии SRB. В таких случаях Подкомитет D24.61 может принять решение приобрести дополнительную партию материала, произведённую взамен израсходованного SRB.

4.2.2 Предпочтительно, чтобы производство любых дополнительных партий SRB осуществлялось на одном предприятии при использовании одного и того же производственного оборудования; в аналогичных, по возможности, производственных условиях; с соблюдением тех же производственных целевых показателей и технических



требований, которые практиковались при получении первоначальной партии SRB, для минимизации вариации между двумя партиями.

4.2.3 Объем дополнительной партии должен быть достаточно большим и рассчитанным на предполагаемый срок использования оставшихся материалов серии SRB, но так, чтобы он не остался в недопустимо большом количестве, подлежащем утилизации после того, как остальной материал серии окажется исчерпанным. Предпочтительны объемы материала 1134кг, упакованного в однотипные мешки, помещаемые на типовые паллеты. Общее произведённое количество материала должно быть достаточным и для формирования дополнительной партии нужного объёма и для очистки упаковочного оборудования, как описано в пункте 5.4.

4.2.4 Кодовое обозначение дополнительной партии SRB должно быть аналогичным обозначению заменяемого SRB с добавлением ещё одной цифры для нумерации партии, начиная с цифры “2”. Например, дополнительная партия, используемая взамен эталонного материала SRB8A, должна иметь кодовое обозначение SRB8A2. Если условия, о которых говорится в пункте 4.2.3, соблюдены, то производство ещё одной дополнительной партии взамен данного SRB не потребуется.

4.3 SRB надлежит паковать в полиэтиленовые мешки вместимостью 22,7 кг во избежание накопления влаги. На одну паллету должно быть помещено, как правило, 50 мешков. Каждую паллету с уложенными мешками необходимо обернуть полиэтиленом для минимизации воздействия окружающей среды.

5 Отбор проб и проведение испытаний для определения однородности качества партии материала

5.1 В сферу ответственности производителя SRB входит обеспечение стабильных условий получения материала при использовании надлежащих методов статистического контроля процесса, которые включают нижеуказанные положения, но не ограничиваются ими.

5.1.1 Стабильный статистический контроль процесса не менее 24 часов до получения материала, предназначенного для использования в качестве SRB.

5.1.2 Стабильный статистический контроль во время всего процесса производства материала, предназначенного для использования в качестве SRB. Если возникает нестабильность (процесс оказывается вне статистического контроля) во время производства материала, полученный продукт должен быть забракован. Новый период стабильности надлежит продемонстрировать, как описано в пункте 5.1.1.

5.1.3 Ёмкость для хранения материала, служащего в качестве SRB, должна быть освобождена и тщательно очищена до загрузки в неё продукта. Приведение ёмкости в надлежащее состояние и очистка имеют особое значение, если в ней ранее содержался технический углерод другой марки.

5.2 Производитель должен поддерживать надлежащую калибровку всего испытательного оборудования и представлять протоколы калибровки по требованию. Предпочтительно, чтобы лаборатория, проводящая испытания для производственного предприятия, была активным участником программы комитета D24, связанной с Системой квалификационной классификации лабораторий (LPRS). Активное участие должно быть продемонстрировано путём представления результатов испытаний, по меньшей мере, предыдущих трёх образцов материала, анализированных в рамках программы LPRS.

5.3 Производитель SRB несёт ответственность за проведение всех испытаний, необходимых для подтверждения однородности качества партии, и обязан представить данные об однородности материала подкомитету D24.61. Испытания, перечисленные в Разделе 6, - минимальное число испытаний, которые необходимо провести. Для всех



ASTM D6915-12

результатов испытаний должны быть среднеквадратические отклонения сходимости ± 2 , как установлено для каждого испытания при использовании одного из следующих способов определения S_T :

- (1) любого подходящего S_T для SRB из значений, перечисленных в таблице по точности конкретного испытания;
- (2) усреднённого значения S_T , указанного в таблице по точности конкретного испытания;
- (3) уровня S_T определённого путём линейной регрессии на основе параметров точности конкретного испытания, как указано в Приложении A1.

5.4 Оборудование для упаковки партии SRB должно подвергаться очистке для исключения любой возможной примеси в виде других материалов, которые могут остаться в упаковочной системе. Очистка такого типа должна осуществляться путём упаковки не менее 10000 кг материала, предназначенного для использования в качестве SRB, до того, как отделить упаковки, используемые для формирования партии SRB. Очистка такого типа, в частности, имеет критическое значение, если одно и то же упаковочное оборудование используется для упаковки технического углерода разных марок.

5.5 Пробы для определения однородности качества партии продукта подлежат отбору во время упаковки SRB. Число проб и место отбора проб материала для демонстрации однородности качества партии, должны соответствовать нижеуказанным условиям.

5.5.1 Как правило, в процессе упаковки материала один мешок извлекается в предусмотренном месте отбора проб без уменьшения общего количества мешков на паллете (обычно 50 мешков). Таким образом, общее число пакуемых мешков представляет собой суммарное количество мешков на паллете и мешков, необходимых для отбора проб. Может возникнуть необходимость извлечь более одного мешка при каждом отборе проб для обеспечения достаточного количества материала для определения однородности, как описано в пункте 5.6.

5.5.2 Если материал упакован в мешки только на одной паллете, следует отобрать пробу в нижнем, среднем и верхнем ряду мешков, уложенных на паллете.

5.5.3 Если материал упакован в мешки более чем на одну паллету, следует отобрать пробу в нижнем, среднем и верхнем ряду мешков, уложенных на последнюю паллету.

5.6 Число проб и масса каждой пробы должны быть достаточными для проведения полного объёма испытаний по определению однородности материала. Кроме того, материала должно хватить для того, чтобы после смешения и гомогенизации отобранных проб все лаборатории, принимающие участие в программе по определению средних значений и пределов регулирования, могли провести испытания в соответствии с установленным порядком, и иметь запас материала на случай необходимости выполнения дополнительных испытаний.

6 Проведение испытания

6.1 Каждая лаборатория должна использовать SRBs, применяемые в текущее время, для проверки надлежащей калибровки всех методов испытания.

6.2 Два оператора испытывают каждую пробу один раз в каждый из двух дней (всего 4 результата испытания).



6.3 Физико-химические испытания

6.3.1 Выполняют нижеперечисленные физико-химические испытания, используя новый SRB (это неприменимо к испытанию термообработанных SRBs (HT SRBs)).

6.3.1.1 *Определение адсорбции иода (метод испытания D1510)*

Результат, полученный при однократном определении, указывают в протоколе в граммах иода, адсорбированного на 1кг технического углерода с точностью до 0,1 единицы измерения.

6.3.1.2 *Определение площади поверхности технического углерода по многоточечной адсорбции азота методом БЭТ (метод испытания D6556)*

Указывают в протоколе результат однократного определения в $10^3 \text{ м}^2/\text{кг}$ ($\text{м}^2/\text{г}$) с точностью до 0,1 единицы измерения.

6.3.1.3 *Определение абсорбции масла (метод испытания D2414)*

Результат, полученный при однократном определении, указывают в протоколе в $10^{-5} \text{ м}^3/\text{кг}$ ($\text{см}^3/100\text{г}$) с точностью до 0,1 единицы измерения.

Примечание 1 – Каждая лаборатория, принимающая участие в программе, должна обеспечить надлежащую калибровку абсорбиометра. Указанные в протоколе значения OAN должны быть подвергнуты регрессии относительно предшествующей серии SRBs.

6.3.1.4 *Определение абсорбции масла сжатого образца (метод испытания D3493)*

Результат, полученный при однократном определении, указывают в протоколе, в $10^{-5} \text{ м}^3/\text{кг}$ ($\text{см}^3/100\text{г}$) с точностью до 0,1 единицы измерения.

Примечание 2 – Каждая лаборатория, принимающая участие в программе, должна обеспечить надлежащую калибровку абсорбиометра. Указанные в протоколе значения COAN должны быть подвергнуты регрессии относительно предшествующей серии SRBs.

6.3.1.5 *Определение красящей способности (метод испытания D3265)*

Результат, полученный при однократном определении, указывают в протоколе в процентах от ITRB с точностью до 0,1 единицы измерения.

6.3.1.6 *Определение площади поверхности по статистической толщине слоя технического углерода (STSA) – метод испытания D6556.*

Результат, полученный при однократном определении, указывают в протоколе в $10^3 \text{ м}^2/\text{кг}$ ($\text{м}^2/\text{г}$) с точностью до 0,1 единицы измерения.

6.4 Для термообработанного стандартного эталонного техуглерода (HT SRB) определяют значение адсорбции иода по методу испытания D1510. Результат, полученный при однократном определении, указывают в протоколе в граммах иода, адсорбированного на 1кг технического углерода, с точностью до 0,1 единицы измерения.

7 Статистический анализ

7.1 Пробы, отбираемые производителем для оценки однородности качества партии материала, гомогенизируют, пропорционально разделяют и высылают каждой лаборатории, участвующей в межлабораторном исследовании по оценочному испытанию нового SRB.

7.2 В оценке каждого метода испытания должно участвовать не менее 20 лабораторий, что обеспечивает достижение статистической обоснованности и позволяет исключать резкоотклоняющиеся значения.



ASTM D6915-12

7.3 Каждая лаборатория-участница должна поддерживать надлежащую калибровку всего испытательного оборудования, располагать доказательством проведения калибровки и предъявлять протоколы калибровки при запросе.

7.4 Подкомитет D24.61 разрабатывает порядок проведения межлабораторного исследования до приступления к выпуску SRBs.

7.5 Средние значения и пределы регулирования для SRBs в каждом испытании определяют по методологии, описанной в стандарте D4483, включающей обработку резкоотклоняющихся значений

7.6 Когда анализ сведений по калибровке, собранных вместе с результатами испытаний, показывает, что оборудование какой-либо лаборатории не калибровано надлежащим образом, то результаты, представленные такой лабораторией, могут быть исключены из базы данных, даже если они не были выявлены как резкоотклоняющиеся значения по методике D4483.

7.7 Данные по каждому методу испытания, оставшиеся после исключения резкоотклоняющихся значений и результатов, представленных лабораториями с некалиброванным надлежащим образом оборудованием, служат для вычисления средних значений и пределов регулирования, вносимых в таблицу стандарта D4821. При необходимости эту информацию можно также включить в каждый метод испытания. Результаты анализа можно использовать для определения новых значений точности и систематической ошибки по каждому методу.

8 Приёмка материала

8.1 Подкомитет D24.61 имеет право забраковать всю партию материала, предлагаемого как SRB, или её часть, по причине неоднородности качества. Если результаты испытания всех партий материала по данной методике подтверждают их однородность, комитет D24 утверждает эти партии, как пригодные для использования в качестве нового SRB. Средние значения и пределы регулирования публикуют в стандарте D4821.

9 Допустимый срок хранения

9.1 Срок хранения стандартного эталонного технического углерода (SRB) не ограничен, если материал хранится в условиях, предотвращающих воздействие источников влаги типа атмосферных осадков, других источников воды или окружающей среды с высоким уровнем влажности. Адсорбция иода – единственное свойство, которое может изменяться при длительном хранении материала (годы). Это явление, объясняющееся медленным повышением содержания кислорода, характерно, главным образом, для протекторного технического углерода и других типов технического углерода с высокой удельной площадью поверхности. Комитет ASTM D24 проводит исследования по разработке эталонных материалов, способных сохранять более стабильные свойства в течение длительного периода времени.

10 Ключевые слова

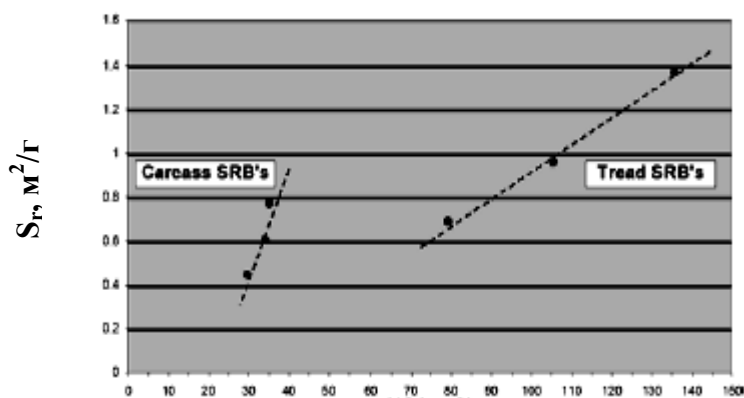
10.1 Гомогенизация; объём партии; физические свойства; срок хранения; физико-химические свойства; стандартный эталонный технический углерод (SRB).



Приложение

A1. Определение S_T методом линейной регрессии

A.1.1 Надлежащий уровень S_T можно определить методом регрессионного анализа среднего уровня и значений S_T , указанных в таблице параметров точности конкретного метода испытания. Регрессию можно выполнить, используя все шесть марок печного SRB или, если более предпочтительно, три марки протекторного (твёрдого) технического углерода либо трёх марок каркасного (мягкого) технического углерода, как показано на Рисунке A1.1. Коэффициенты регрессии (тангенс угла наклона и отсекаемый отрезок) используют для вычисления S_T для среднего уровня по материалу, как показано на Рисунке A1.2 и в Таблице A1.1. В качестве примера служит протекторный (твёрдый) технический углерод со средним уровнем STSA 160 м²/г и расчётным S_T 1,65 м²/г.

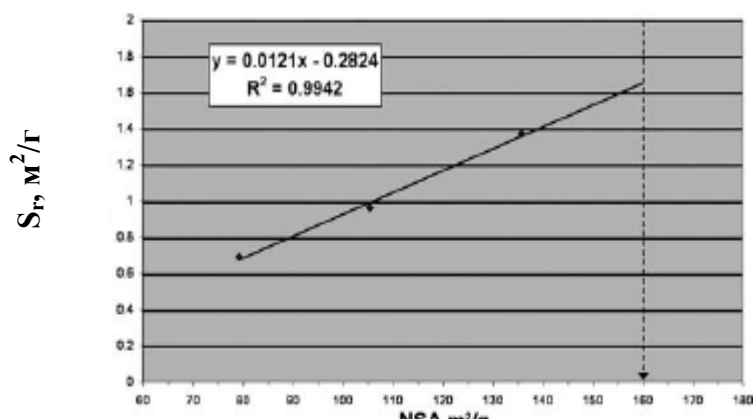


Площадь поверхности по адсорбции азота (NSA), м²/г

Carcass SRB – SRB для каркасных смесей

Tread SRB - SRB для протекторных смесей

Рисунок A1.1 – Среднеквадратическое отклонение сходимости STSA для SRB-6



Площадь поверхности по адсорбции азота (NSA), м²/г

Рисунок A1.2 – Оценка S_T для STSA в случае протекторного технического углерода SRB-6



ASTM D6915-12

Таблица A1.1 – Параметры точности метода определения STSA при испытании протекторного технического углерода SRB-6

SRB	Среднее значение STSA	S _r
A-6	135,7	1,37
B-6	105,4	0,96
C-6	79,2	0,69

Коэффициенты регрессии ^A	
Тангенс угла наклона	0,0121
Отсекаемый отрезок	-0,2824

^AМодель: $S_r = 0,0121x - 0,2824$

Оценка для $x = 160$

$S_r = 1,65$

Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности каких-либо патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности любых таких патентных прав, а также риска их нарушения полностью лежит на тех, кто использует настоящий стандарт.

Данный стандарт подлежит пересмотру ответственным техническим комитетом в любое время и пересматривается каждые пять лет; в противном случае, он утверждается заново или аннулируется. Любые комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе составления дополнительных стандартов. Направляйте Ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут тщательно рассмотрены собранием ответственного технического комитета, на котором Вы также можете присутствовать. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не прошли объективного рассмотрения, Вы можете поставить об этом в известность Комитет по стандартам ASTM, обратившись по адресу, указанному ниже.

Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, P0 Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). 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 сайт ASTM (www.astm.org/COPYRIGHT/).