

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Рег. № 7274

Углерод технический - Метод определения экстрагируемых веществ по светопропусканию толуольного экстракта

Standard Test Method for Carbon Black Extractables -Transmittance of Toluene Extract¹

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 D1618-11

Переводчик: Человечкова Т.Г.

ФГБУ ИППУ СО РАН

Редактор: ФГБУ ИППУ СО РАН

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Кол-во стр.: 7

Кол-во рис.: –

Кол-во табл.: 2

Дата сдачи перевода: 30.08.2013

Редактирование выполнено: 29.11.2013

**Москва
2013 г.**



ASTM D1618-99 Углерод технический - Метод определения
(Повторно утверждён в 2011) экстрагируемых веществ по светопропусканию
толуольного экстракта¹

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО
Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии
ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”
Номер регистрации: 7274/ASTM
Дата регистрации: 29.11.2013

Источник: ASTM Standards on Disk, 2012, v.09.01

Дата: 30.08.2012



ASTM D1618-99 (2011)

Углерод технический - Метод определения экстрагируемых веществ по светопропусканию толуольного экстракта¹

Данный стандарт издаётся под постоянным номером D1618; число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия, или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы эpsilon (ε) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

1 Область применения

1.1 Настоящий метод испытания распространяется на измерение степени окрашивания толуола экстрагируемыми веществами технического углерода и применяется для контролирования реакций процесса получения технического углерода. Этот метод не применим для технического углерода с высоким содержанием экстрагируемых.

1.2 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах международной системы (СИ).

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

Ссылки

2.1 Стандарты ASTM²

D1799	Углерод технический - Методика отбора проб продукта, транспортируемого в упаковке.
D1900	Углерод технический - Методика отбора проб продукта, транспортируемого насыпью.
D4483	Методика определения точности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода.

¹ Данный стандарт находится в ведении комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении подкомитета D24.31 компонентам, не имеющим отношения к техническому углероду.

Настоящее издание утверждено 1 мая 2011 года. Опубликовано в июле 2011. Первоначально стандарт был утверждён в 1965. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2004 году под № D1618-99 (2004). Буквенно-цифровой идентификатор стандарта (DOI): 10.1520/D1618-99R11.

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



3 Терминология

3.1 Определение

3.1.1 *Окрашивание толуола техническим углеродом* - светопропускание при длине волны 425нм фильтрата, полученного из толуольного экстракта технического углерода, относительно чистого толуола.

4 Назначение и применение

4.1 Значение окрашивания толуола даёт оценку содержания растворимых в толуоле окрашивающих остатков, присутствующих на техническом углероде.

5 Аппаратура и реактивы

5.1 *Спектрофотометр* с вольфрамовой лампой накаливания и спектральной полосой пропускания максимум 20нм, обеспечивающий измерение светопропускания в процентах при длине волны 425 нм. Прибор применяют согласно инструкции изготовителя в целях достижения оптимального качества функционирования.

5.2 *Кюветы*, прямоугольные, с оптическим световым путём 10мм.

5.3 *Аналитические весы* чувствительностью $\pm 0,01$ г.

5.4 *Термостат с гравитационной конвекцией*, обеспечивающий поддержание температуры 125°C в пределах $\pm 1^{\circ}\text{C}$ и постоянство температуры в пределах $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

5.5 *Автоматическая пипетка* типа бутылки вместимостью 20cm^3 и со сходимостью $\pm 0,1$.

5.6 *Колбы Эрленмейера* с притёртой стеклянной пробкой вместимостью 125cm^3 .

5.7 *Фильтровальная бумага* диаметром 150мм для качественного анализа, со средней способностью удерживания и со средней скоростью фильтрования.

5.8 *Стеклянные воронки для фильтрования* внутренним диаметром 75мм в верхней части.

5.9 *Химические стаканы* с носиком вместимостью 50 или 100cm^3 .

5.10 *Промокательная бумага*, безворсовая.

5.11 *Ватные тампоны*.

5.12 *Вытяжной шкаф*, полностью закрытый с трёх сторон, с искробезопасными воздухоподводкой и двигателем.

5.13 *Толуол* класса аналитического реактива.

6 Отбор проб

6.1 Пробы технического углерода отбирают в соответствии с методиками D1799 и D1900.

7 Стандартизация аппаратуры

7.1 Включают спектрофотометр и оставляют прогреться в течение времени, указанного в инструкции.

7.2 Проверяют показания спектрофотометра на нуле в соответствии с инструкцией изготовителя, при необходимости выполняют коррекцию.

7.3 Помещают воронку с бумажным фильтром в колбу Эрленмейера. Отфильтровывают приблизительно 30cm^3 толуола в колбу и закрывают её пробкой.



7.4 Наливают порцию толуола в химический стакан с носиком для упрощения переноса толуола в кювету.

7.5 Промывают кювету отфильтрованным толуолом три раза, каждый раз наполняя её приблизительно на 1/3. Выливают использованный для промывания толуол в сосуд, соответствующий требованиям безопасности.

Примечание 1 - Кювету следует держать только за матовые поверхности, не прикасаясь пальцами к гладким прозрачным поверхностям.

7.6 Заполняют кювету и вытирают наружные поверхности безворсовой промокательной бумагой, держа кювету перед источником света. Толуол не должен содержать загрязняющие вещества типа ворсинок промокательной бумаги, которые могут вызвать рассеяние света, что приводит к искажению результатов испытания. В случае необходимости повторно протирают наружные поверхности кюветы до полной чистоты, или очищают внутренние поверхности ватным тампоном. Если внутренние поверхности подвергают очищению, повторяют процедуру, описанную в пункте 7.5.

7.7 Помещают кювету в спектрофотометр и настраивают на показание 100% светопропускания при длине волны 425 нм.

8 Проведение испытания

8.1 Высушивают надлежащее количество технического углерода при $125^{\circ}\pm 1^{\circ}$ C в течение 60, +5, -0 минут в термостате с гравитационной конвекцией.

Примечание 2 - Для высушивания образцов нельзя использовать инфракрасную лампу, так как под её действием происходит испарение некоторого количества экстрагируемых веществ.

8.2 Охлаждают образец до комнатной температуры в эксикаторе.

8.3 Взвесив $2,00\pm 0,01$ г технического углерода, переносят его в колбу Эрленмейера вместимостью 125 см^3 с притёртой стеклянной пробкой.

8.4 Добавляют в колбу с образцом 20 см^3 толуола, закрывают колбу пробкой.

Примечание 3 - При необходимости можно использовать образец и толуол в больших количествах, но их соотношение должно оставаться постоянным: $1\text{ г}/10\text{ см}^3$ толуола.

8.5 Немедленно приступают к энергичному встряхиванию смеси вручную или механически в течение 60, +5, -0 секунд.

8.6 Непосредственно после встряхивания наливают как можно большее количество смеси в стеклянную воронку с бумажным фильтром, подготовленную заранее и вставленную в колбу Эрленмейера.

8.7 После окончания фильтрации закрывают колбу и оставляют её в закрытом виде до проведения испытания.

8.8 Проверяют стандартизацию спектрофотометра при длине волны 425 нм, как указано в разделе 7.

8.9 Наливают порцию фильтрата образца из закрытой колбы в химический стакан с носиком.

8.10 Берут кювету, аналогичную кювете из 7.5 или ту же кювету, которая была использована в 7.5, промывают и наполняют её как описано в пунктах 7.5 и в 7.6.

8.11 Помещают кювету в спектрофотометр и регистрируют светопропускание в процентах при длине волны 425 нм с точностью до 0,1%.

9 Протокол испытания

9.1 В протокол испытания вносят нижеуказанные данные:

9.1.1 Надлежащую идентификацию образца.



9.1.2 Значение окрашивания толуола, указываемое с точностью до 0,1% светопропускания.

10 Точность и систематическая ошибка

10.1 Настоящий раздел по точности и систематической ошибке подготовлен в соответствии с методикой D4483, в которой приведены терминология и другие статистические данные.

10.2 Результаты по точности в данном разделе дают оценку точности настоящего метода испытания при использовании материалов, применявшихся в нижеописанной межлабораторной программе. Параметры точности не должны использоваться для оценки испытаний с целью приёмки или отказа в приёмке любой группы материалов без документального подтверждения применимости к этим конкретным материалам и специальных протоколов испытаний по данному методу. Любое подходящее значение из Таблицы 1 может быть использовано.

10.3 Условия проведения межлабораторной программы по точности типа 1 указаны в Таблице 2. Сходимость и воспроизводимость представлены для условий краткосрочных испытаний (дни). В каждой лаборатории в программе участвовали 2 оператора, которые выполняли по одному испытанию в каждый из двух дней (всего 4 испытания). Результат испытания - значение, полученное при единичном определении. Значения приемлемого расхождения не оценивали. Компонента изменчивости при проведении испытаний разными операторами включена в вычисленные значения σ и R .

10.4 Результаты вычисления точности данного метода испытания представлены в Таблице 1 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня.

10.5 Сходимость

Усреднённая относительная сходимость, (σ), данного испытания установлена как 1,60 %. Любое другое подходящее значение из Таблицы 1 может быть использовано для оценки сходимости. Разность между двумя единичными результатами испытания (или определения), полученными при использовании идентичных испытываемых материалов в условиях сходимости, установленных для данного испытания, не должна превышать сходимость в среднем более одного раза из 20 случаев при нормальном и точном выполнении метода. Если разность между двумя единичными результатами испытаний, превышает соответствующее значение из Таблицы 1, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании неидентичных совокупностей. В этом случае принимают надлежащие меры.

Примечание 4 - Под надлежащими мерами имеется в виду проверка точности выполнения процедуры метода испытания и правильности функционирования испытательной аппаратуры, а также идентичности двух материалов, испытанных для получения двух результатов.

10.6 Воспроизводимость

Усреднённая относительная воспроизводимость, (R), данного испытания установлена как 3,55%. Любое другое подходящее значение из Таблицы 1 может быть использовано для оценки воспроизводимости. Разность между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, определёнными двумя операторами в установленных условиях воспроизводимости в разных лабораториях при использовании идентичного испытываемого материала не должна превышать воспроизводимость в среднем более одного раза в 20 случаях при номинальном и точном выполнении метода. Разность между двумя единичными результатами испытаний, полученными в разных лабораториях, которая превышает соответствующее значение из Таблицы 1, указывает на то, что эти результаты были получены при использовании неидентичных совокупностей. В этом случае проводят надлежащую проверку, или принимают технические/коммерческие меры.



Таблица 1 - Параметры точности для определения экстрагируемых веществ по окрашиванию толуола методом D1618 (точность типа 1)

Единицы измерения	$10^{-5} \text{ м}^3/\text{кг} (\text{см}^3/100\text{г})$				
	Материал	Средний уровень	Sr	(r)	SR (R)
	N550	96,91	0,68	1,93	1,87 5,28
	N650	97,41	0,65	1,83	1,34 3,79
	SRB N762	98,01	0,65	1,84	1,23 3,49
	SRB A5 (N135)	98,99	0,39	1,09	0,64 1,81
	IRB №6 (N330)	98,99	0,38	1,08	0,81 2,30
	Среднее по 1-ому столбцу	98,06			
	Усреднённые значения		0,56	1,60	1,25 3,55

Таблица 2 - Межлабораторная программа по точности

Номинальный период испытания	Материал	Число лабораторий
Март 1996	N650	48
Октябрь 1996	IRB №6 (N330)	40
Март 1997	SRB N762	44
Сентябрь 1997	SRB A5 (N135)	39
Март 1998	N550	45

10.7 Систематическая ошибка

По терминологии методов испытаний систематическая ошибка есть разность между средним значением, полученным при испытании, и эталонным (истинным) значением оцениваемого свойства. Для настоящего метода испытания эталонных значений нет, так как значение или уровень определяемого свойства устанавливают только данным методом испытания. Таким образом, систематическую ошибку нельзя определить.

11 Ключевые слова

11.1 Технический углерод, экстрагируемые вещества, окрашивание толуола.



ASTM D1618-99 (2011)

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

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

Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, P0 Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальные копии (одну или нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail service@astm.org или на сайт ASTM (www.astm.org/COPYRIGHT/).