

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ  
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

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

Пер. № 7282

## **Углерод технический - Метод определения содержания веществ, экстрагируемых растворителем<sup>1</sup>**

*Standard Test Method for Carbon Black - Solvent Extractables<sup>1</sup>*

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 D4527-11**

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.: -

Дата сдачи перевода: 03.09.2013

Редактирование выполнено: 29.11.2013

**Москва  
2013 г.**



ASTM D4527-99 (2011)

**ASTM D4527-99**

(Повторно утверждён в 2011)

**Углерод технический - Метод определения  
содержания веществ, экстрагируемых  
растворителем**

**ЗАРЕГИСТРИРОВАНО**

**Федеральное агентство по  
техническому регулированию  
и метрологии**

**ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”**

Номер регистрации: 7282/ASTM

Дата регистрации: 29.11.2013

**Взамен:** D4527-99 (2004)

**Утверждён:** 1 мая 2011

**Вступил в действие:** в июле 2011

**Название:** Standard Test Method for Carbon Black -  
Solvent Extractables

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

**Язык оригинала:** английский

**Количество страниц:** 7

**Переводчик:** Т.Г. Человечкова

**Дата:** 03.09.2012



ASTM D4527-99 (2011)

## Углерод технический - Метод определения содержания веществ, экстрагируемых растворителем<sup>1</sup>

Данный стандарт издаётся под постоянным номером D4527. Число, следующее за номером, указывает год первоначального утверждения, или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках обозначает год последнего утверждения. Наличие буквы эpsilon (ε) свидетельствует о редакционном изменении со времени последнего пересмотра или утверждения.

### 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на метод определения содержания в техническом углероде веществ, экстрагируемых растворителем.

1.1.1 Данный метод испытания предназначен для определения общего содержания веществ, экстрагируемых из технического углерода толуолом в установленных условиях. Метод также применим при использовании других растворителей, таких как циклогексан и другие.

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

1.3. *Настоящий стандарт не имеет цели рассмотрения всех вопросов безопасности, связанных с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта до его применения должен установить надлежащие меры по обеспечению безопасности и охраны труда, а также определить применимость нормативных ограничений. Особые предостережения указаны в разделе 7.*

### 2 Ссылки

#### 2.1 Стандарты ASTM<sup>2</sup>

D3051	Углерод технический – Рекомендуемая методика выражения точности методов испытаний ASTM. <sup>3</sup>
D3396	Углерод технический - Рекомендуемая методика определения точности методов испытаний ASTM. <sup>3</sup>

---

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

Настоящее издание утверждено 1 мая 2011 года. Опубликовано в июле 2011. Первоначально стандарт был издан в 1985. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2004 году под № D4527-99 (2004). Буквенно-цифровой идентификатор стандарта (DOI): 10.1520/D4527-99R11.

<sup>2</sup> Стандарты ASTM, на которые сделана 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)). Номера томов Ежегодника стандартов ASTM указаны на странице кратких данных по этим стандартам на Web-сайте ASTM.



<sup>3</sup> Стандарт извлечён из обращения. Ссылка на последнюю утверждённую версию данного стандарта приведена на Web-сайте ASTM ([www.astm.org](http://www.astm.org)).

### 3 Сущность метода испытания

3.1 Образец технического углерода экстрагируют в течение 48 часов (или на протяжении другого указанного времени) в экстракторе Сокслета. Растворитель удаляют выпариванием при комнатной температуре. Экстрагированный остаток определяют гравиметрически. Условия проведения дополнительных анализов материала, экстрагированного из технического углерода, описаны в Разделе 7.

### 4 Назначение и применение

4.1 Процедура испытания технического углерода экстрагированием представляет собой стандартный точный метод гравиметрического определения содержания присутствующих в продукте веществ, экстрагируемых органическим растворителем. Приемлемая погрешность и точность данного метода позволяет применять его при составлении большей части спецификаций и/или нормативных документов. Однако для технического углерода с очень низким содержанием экстрагируемых веществ (менее 0,02 %) может потребоваться более точная методика экстрагирования. Фактический химический состав экстракта может меняться в значительной степени в зависимости от типа и происхождения технического углерода.

### 5 Аппаратура

5.1 *Экстракционный аппарат Сокслета*, со сменными притёртыми соединениями, экстракционной трубкой внутренним диаметром 40мм и колбой<sup>4</sup> вместимостью 250см<sup>3</sup>.

5.2 *Экстракционная гильза*, стеклянная, диаметром 35мм, высотой 90мм, с диском из крупнопористой фритты.<sup>5</sup> Когда гильза наполнена толуолом в количестве 50см<sup>3</sup>, время слива первых 40см<sup>3</sup> не должно превышать 95 секунд. Гильзы с большим временем дренажа бракуют.

5.3 *Нагреватель* для экстракционной колбы с регулированием подводимой теплоты. Предпочтительно использовать в качестве нагревателя электроплитку или полусферическую нагревательную оболочку.

5.4 *Фильтровальная воронка с диском* из среднепористой фритты.

5.5 *Колба для фильтрации* вместимостью 125 или 250 см<sup>3</sup>.

5.6 *Водяная баня*, или любое другое подходящее нагревательное средство для выпаривания растворителя из экстракта при температуре, регулируемой в пределах 40-50<sup>0</sup>С.

5.7 *Ёмкость*, подходящая для конечного удаления растворителя и взвешивания остатка. Рекомендуют использовать лёгкую алюминиевую чашку размером 63×17,5мм, чашку из тефлон-фторуглерода или стеклянный химический стакан вместимостью 50см<sup>3</sup>.<sup>6</sup>

5.8 *Вакуумный термостат* с гравитационной конвекцией, обеспечивающий поддержание температуры 125<sup>0</sup>С ±1<sup>0</sup>С и однородность температуры в пределах ±5<sup>0</sup>С.

5.9 *Термостат* с гравитационной конвекцией, обеспечивающий поддержание температуры 125<sup>0</sup>С ±1<sup>0</sup>С и однородность температуры в пределах ±5<sup>0</sup>С.

5.10 *Эксикатор*.

5.11 *Аналитические весы* с чувствительностью ± 0,1мг.

---

<sup>4</sup>Подходит аппарат Fisher Scientific № 9-556B (Fisher Scientific Co., 203 Fisher Ave., Pittsburgh, PA 15219). Аппарат Kontas K-586100 со стеклянной оболочкой, (Kontas Glass Co., 8000 Spruce St., Vineland, NJ 08360), отличается более простым способом защиты, что уменьшает возможность его повреждения.

<sup>5</sup> Подходит гильза Fisher Scientific 9-653B (Fisher Scientific Co.)

<sup>6</sup> Подходят алюминиевая чашка Fisher Scientific № 8-732-5C (Fisher Scientific Co.) и тефлоновая чашка Ventron № 2034 (Ventron Instrument Corp., Cahn Division, 16707 S. Carmenita Rd., Cerritos, CA 90701).



## 6 Реактивы и материалы

6.1 *Толуол*, имеющий остаток после выпаривания менее 10 частей на тысячу (предпочтительно менее 2 частей на тысячу).<sup>7</sup>

6.2 *Азот*.

6.3 *Стекловата*, экстрагированная толуолом, высушенная на воздухе с последующей сушкой в конвекционной печи при 125<sup>0</sup>С в течение 1 часа. Хранят в закрытом контейнере до использования.

6.4 *Алюминиевая фольга*.

## 7 Предосторожности

7.1 В целях безопасности проводят экстрагирование и выпаривание растворителя в подходящем вытяжном шкафу. Технический углерод может содержать многоядерные ароматические соединения, некоторые из которых являются канцерогенами. Если такие соединения присутствуют, они настолько прочно связаны с техническим углеродом, что остаются биологически неактивными. Однако они могут быть извлечены при экстрагировании толуолом или другими аналогичными растворителями. Необходимо избегать контактирования кожи с веществами, экстрагированными из подобного технического углерода.

7.2 Для большинства марок гранулированного технического углерода заполнение гильзы на глубину 60мм, должно соответствовать массе образца 15 - 25г. Негранулированный технический углерод предварительно уплотняют так, чтобы для заполнения гильзы на такую глубину потребовался образец массой не менее 10г.

7.3 Не допускается применение смазочного материала для притёртых соединений. Чтобы свети до минимума потери паров из-за утечки, соединения можно уплотнять вставками из политетрафторэтилена или изолировать лабораторной лентой из политетрафторэтилена

7.4 Новые гильзы перед использованием промывают путём просасывания через них горячей соляной кислоты, а затем ополаскивают дистиллированной или деионизованной водой, чтобы удалить свободные частицы постороннего материала типа пыли. Гильзы удобно очищать обратной промывкой с всасыванием подходящей среды (воды, ацетона и т.п.). Если диск из фритты загрязняется техническим углеродом, может возникнуть необходимость прожечь его медленным нагревом гильзы от комнатной температуры до 500<sup>0</sup>С в муфельной печи. Обычно для прожигания достаточно одного часа. Не рекомендуют использовать чистящий раствор хромовой кислоты. Проницаемость чистой гильзы подвергают периодической проверке. Гильзы с временем дренажа >95 секунд бракуют, как указано в пункте 5.2.

7.5 Во избежание загрязнения образца рекомендуют, чтобы вся стеклянная (химическая) посуда, используемая в испытании, была отдельно отведена для экстрагирования технического углерода. В отсутствии такой возможности стеклянную посуду подвергают экстрагированию перед использованием, как описано в пункте 7.6.

7.6 Новую стеклянную посуду, включая гильзы, экстрагируют, при необходимости многократно, толуолом или другим растворителем до получения приемлемого результата контрольного испытания (предпочтительно менее 0,3мг на 150см<sup>3</sup> растворителя).

7.7 В экстракционную колбу можно поместить два/три стеклянных шарика, чтобы обеспечить равномерное кипение. Нельзя использовать для этих целей пористую стружку, предназначенную для кипячения.

<sup>7</sup> Предпочтительны толуол, подвергнутый перегонке в стеклянном сосуде, (Burdick and Jackson, 1953 T.S. Harvey, Muskegan, MI 49442 ) и толуол марки Photrex (J.T. Bauer Chemical Co., 223 Red School Ln., Phillipsburg, NJ 08865 ). Общепринято, что пригоден толуол класса аналитического реактива (Mallinckrodt Inc., 675-T McDonnell Blvd., St. Louis, MO 63134).



## ASTM D4527-99 (2011)

7.8 Экстракт бракуют, если в экстракционной колбе присутствуют видимые частицы технического углерода, или, если дренаж не выполняется надлежащим образом и гильза переполняется во время экстрагирования.

7.9 Азот подают через стеклянный или металлический наконечник. Не допускается контакт пластмассовых или резиновых деталей с растворителем.

7.10 Для предохранения выпарной ёмкости от пыли рекомендуют закрывать её неплотно прилегающей крышкой.

7.11 Выпаривание растворителя может проводиться в вакуумном испарителе, если он есть.

7.12 Для проведения любого дополнительного анализа экстракта обычно требуется, чтобы экстрагированный материал был в растворе. Полное повторное растворение сухого экстракта может быть трудновыполнимым или невозможным. Поэтому, если планируют провести дополнительный анализ, экстрагируют ещё один образец технического углерода, а растворитель удаляют только до требуемого объёма. Рекомендуют избегать воздействия яркого света, особенно солнечного, во время экстрагирования и последующих операций. Если экстракт подлежит хранению в течение какого-либо времени, его следует защищать слоем инертного газа (азота).

7.13 Установлено, что между массами остатков после выпаривания толуола, взятого из разных бутылей, на которых маркирован № одной партии, могут быть значительные различия. В связи с этим необходимо проводить контрольные испытания при использовании толуола из каждой бутылки.

## 8 Проведение испытания

8.1 Сушат надлежащий образец технического углерода в течение 1 часа в термостате с гравитационной конвекцией при  $125^{\circ}\text{C}$  в открытой ёмкости подходящих размеров, чтобы толщина слоя технического углерода не превышала 10мм. Охлаждают и хранят образец в эксикаторе.

8.2 Взвешивают в чистую сухую экстракционную гильзу высушенный технический углерод массой, достаточной для заполнения гильзы на глубину  $\sim 60\text{мм}$ . Регистрируют массу технического углерода с точностью до 0,1г. Помещают пробку из стекловаты над техническим углеродом. Вставляют гильзу в трубку экстрактора, наливают  $150\text{см}^3$  толуола в экстракционную колбу и собирают аппаратуру (7.1-7.6).

8.3 Экстрагируют непрерывно в течение 48 часов (или на протяжении другого указанного времени), нагревая так, чтобы циклическое время между сливами растворителя из экстракционной трубки составляло 4-5 минут (7.7). Экстракционную трубку и верхнюю часть колбы неплотно обёртывают алюминиевой фольгой, чтобы снизить потерю тепла. Завершают экстрагирование при почти полной экстракционной чашке, чтобы уменьшить объём растворителя, подлежащего последующему выпариванию из остатка в экстракционной колбе (7.8.)

8.4 Фильтруют содержимое экстракционной колбы в чистую фильтровальную колбу при умеренном отсосе, ополаскивая экстракционную колбу и фильтровальную воронку несколько раз небольшими порциями толуола.

8.5 Выпаривают содержимое фильтровальной колбы при  $40\text{-}50^{\circ}\text{C}$ , пока не останется  $\sim 10\text{см}^3$ . Направляют поток сухого азота на поверхность раствора, чтобы ускорить выпаривание (7.9 - 7.11).

8.6 Переносят оставшийся раствор в предварительно высушенную и взвешенную с точностью до 0,1мг последнюю ёмкость, ополаскивая колбу несколько раз небольшими порциями толуола. Продолжают выпаривание до почти полного высушивания (7.12).

8.7 Удаление растворителя с достижением постоянной массы остатка завершают, помещая ёмкость в вакуумный термостат при  $40^{\circ}\text{C}$ . Ёмкость ставят не на дно термостата, а на



## ASTM D4527-99 (2011)

теплоизолирующую подставку или равноценное приспособление. Медленно понижают давление в термостате до ~3,3 кПа и поддерживают его на этом уровне. По прошествии определённого времени, обычно составляющего от 45 минут до 1 часа, охлаждают ёмкость и её содержимое до комнатной температуры в эксикаторе с последующим взвешиванием с точностью до 0,1 мг. Возвращают ёмкость в термостат на 15 минут, охлаждают и снова взвешивают. Повторяют процедуру, пока не будет достигнута постоянная масса. Вычитают исходную массу для определения массы остатка.

8.8 Делают дублирующие контрольные определения при использовании толуола из каждой бутылки, предназначенной для испытания. Строго соблюдают весь порядок процедуры, но без использования технического углерода (7.13).

## 9 Вычисление

9.1. Вычисляют содержание экстрагируемых веществ в массовых процентах с точностью до 0,01%:

$$\text{Экстрагируемые вещества, масс. \%} = \frac{R - B}{W} \times 100 \quad (1)$$

где:

$R$  - масса остатка, г;

$B$  - масса остатка при контрольном испытании, г;

$W$  - масса образца технического углерода, г.

## 10 Протокол испытания

10.1 В протокол испытания вносят нижеуказанные данные.

10.1.1 Надлежащую идентификацию образца.

10.1.2 Использованный растворитель.

10.1.3 Время экстрагирования.

10.1.4 Полученный результат с точностью до 0,01%.

## 11 Точность и систематическая ошибка

11.1 Настоящие данные по точности основаны на результатах однократных испытаний трёх образцов в пяти лабораториях в два разных дня. Диапазон содержания экстрагируемых веществ в исследованных образцах был в пределах (~0,06%) – (~1,02%). Точность выражена в абсолютных единицах.

Примечание 1 - Точность метода определена на основе ограниченного количества данных, так как только 5 лабораторий участвовало в межлабораторном исследовании.

11.2 По статистической терминологии методов испытаний систематическая ошибка представляет собой разность между средним значением, полученным при испытании, и эталонным (истинным) значением оцениваемого свойства. Эталонного значения для настоящего метода не существует, так как значение или уровень оцениваемого свойства определяют исключительно данным методом испытания. В связи с этим систематическую ошибку нельзя определить.



## ASTM D4527-99 (2011)

11.3 *Сходимость* (один оператор) установлена как  $\pm 0,06\%$ . Два результата испытаний характеризуются значительным расхождением, если разность между ними превышает 0,09 процентных точек.

11.4 *Воспроизводимость* (несколько лабораторий) установлена как  $\pm 0,09\%$ . Два результата испытаний характеризуются значительным расхождением, если разность между ними превышает 0,13%.

Примечание 2 - Настоящий раздел по точности подготовлен в соответствии с положениями, изложенными в методиках D3051 и D3396.

## 12 Ключевые слова

12.1 Технический углерод; циклогексан; экстракт; силикагелевый адсорбент; ароматические/полярные фракции; вещества, экстрагируемые растворителем.

*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](mailto:service@astm.org) или на сайт ASTM ([www.astm.org/COPYRIGHT/](http://www.astm.org/COPYRIGHT/)).*