



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۲۵۷۷-۱۹

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

12577-19

1st.Edition

2015

رنگدانه یارها - ویژگی ها و روش های  
آزمون - قسمت ۱۹: سیلیس رسوبی

**Extenders for paints- Specifications and  
methods of test- Part 19: Precipitated  
silica**

**ICS:87.060.10**

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به‌عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی‌شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گران‌بها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

### « رنگدانه یارها - ویژگی ها و روش های آزمون - قسمت ۱۹: سیلیس رسوبی »

#### رئیس:

بدری، رشید  
(دکترای شیمی)

#### سمت و/یا نمایندگی

استاد دانشگاه علوم و تحقیقات خوزستان

#### دبیر:

چرمزاده، مهرناز  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی  
شاپور

#### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابوالحسنی، سمانه  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

اعتمادی، شهراد  
(فوق لیسانس شیمی)

مشاور شرکت نقش تندیس آریا

بزرگی، علی  
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

مؤسسه تحقیقاتی رنگ امیر کبیر

بیات، زهرا  
(لیسانس شیمی)

مسئول کنترل کیفی شرکت صنایع شمیایی  
خودرنگ، پلیمر و ریف ایران

جعفری نسب، مینا  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

فتاحی، مهناز  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

محمدجعفری، سعیده  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

مکوندی، علی  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر  
بردیا

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
و	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ الزامات و روش‌های آزمون
۳	۵ نمونه‌برداری
۳	۶ اندازه‌گیری مقدار سیلیس
۶	۷ اندازه‌گیری مقدار کربن
۹	۸ اندازه‌گیری باقی‌مانده روی الک
۱۰	۹ گزارش آزمون

## پیش گفتار

استاندارد " رنگدانه‌یارها- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون- قسمت ۱۹: سیلیس رسوبی " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت کیمیا کنکاش جندی شاپور تهیه و تدوین شده است و در یک‌هزار و سیصد و سی و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۳/۱۱/۲۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 3262-19: 2000, Extenders for paints- Specifications and methods of test- Part 19: Precipitated silica

## رنگدانه یارها - ویژگی ها و روش های آزمون - قسمت ۱۹: سیلیس رسوبی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین الزامات و روش های آزمون مرتبط برای سیلیس رسوبی است. این استاندارد برای اندازه گیری مقدار سیلیس و مقدار کربن موجود در رنگدانه یارها و مقدار باقی مانده حاصل از رنگدانه یارها روی الک کاربرد دارد.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی ها و روش های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۶۳، روش های آزمون عمومی رنگینه ها و رنگینه یارها - اندازه گیری عدد جذب روغن

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۴۰۳، رنگدانه یارها - معرفی و روش های آزمون عمومی

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۵-۲، رنگدانه ها و رنگدانه یارها - روش های کلی آزمون قسمت دوم - تعیین مواد فرار در ۱۰۵ درجه سلسیوس

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۵-۹، رنگدانه ها و پرکننده ها - تعیین مقدار pH سوسپانسیون آبی روش آزمون

۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۵-۱۱، رنگدانه ها و پرکننده ها - قسمت ۱۱: اندازه گیری حجم کوبشی و چگالی ظاهری پس از کوبش

۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۰۳۵، رنگ ها، جلاها و مواد اولیه آن ها - نمونه برداری

2-8 ISO 5794-1, Rubber compounding ingredients - Silica, precipitated, hydrated - Part 1: Non-rubber tests

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

#### سیلیس رسوبی

سیلیس غیر متبلور که از طریق واکنش محلول سدیم سیلیکات با یک اسید معدنی و/ یا کربن دی‌اکسید رسوب می‌کند.

### ۴ الزامات و روش‌های آزمون

در این استاندارد الزامات اساسی برای سیلیس رسوبی در جدول ۱ مشخص و الزامات توافقی در جدول ۲ فهرست شده است.

جدول ۱- الزامات اساسی

روش آزمون	الزامات		ویژگی
	درجه B	درجه A	
مطابق بند ۶	۹۵٪ (کسر جرمی)	۹۵٪ (کسر جرمی)	حداقل مقدار سیلیس
مطابق بند ۷	حداقل ۰٫۳٪ (کسر جرمی)	حداکثر ۰٫۲٪ (کسر جرمی)	مقدار کربن <sup>a</sup>
مطابق بند ۷	بله	خیر	پوشانش سطح با مواد آلی؟
استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۵-۲	۸٪ (کسر جرمی)		حداکثر مواد فرار در دمای ۱۰۵°C
استاندارد ملی ایران شماره ۳۴۰۳	۱۵٪ تا ۳٪ (کسر جرمی)	۸٪ تا ۳٪ (کسر جرمی)	کاهش جرم در اثر اشتعال
استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۳۶	۱۲۰ g/100g		حداقل عدد جذب روغن <sup>b</sup>
استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۵-۹	۹ تا ۳٫۵		مقدار pH سوسپانسیون آبی <sup>c</sup>

<sup>a</sup> مقدار کربن ناشی از کاهش جرم در اثر اشتعال است.

<sup>b</sup> یک روش آزمون با تکرارپذیری و تجدیدپذیری بالاتر در استاندارد ASTM D2414 شرح داده شده است، گرچه نتایج این آزمون را نمی‌توان به‌طور مستقیم با عدد جذب روغن محاسبه شده مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۶۳ مقایسه کرد.

<sup>c</sup> برای سیلیس آب‌گریز، از مخلوط آب و متانول با نسبت ۱:۱ (کسر جرمی) استفاده کنید.

جدول ۲- الزامات توافقی

روش آزمون	الزامات		واحد	ویژگی
	درجه B	درجه A		
روش اسپری ( مطابق بند ۸) <sup>a</sup>	غیرقابل اجرا	طبق توافق بین طرفین ذی‌نفع	درصد کسر جرمی	حداکثر مواد باقی‌مانده روی الک با قطر منافذ $45 \mu\text{m}$ (مش ۳۲۵)
طبق توافق بین طرفین ذی‌نفع			درصد کسر جرمی	توزیع اندازه ذرات (روش دستگاہی)
استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۵-۱۱	طبق توافق بین طرفین ذی‌نفع		g/ml	چگالی ظاهری پس از کوبش
پیوست D در استاندارد ISO 5794-1			m <sup>2</sup> /g	مساحت سطح ویژه
<sup>a</sup> این روش فقط برای مواد آب‌دوست استفاده می‌شود.				

## ۵ نمونه‌برداری

یک نمونه نماینده از ماده مورد آزمون را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۰۳۵ بردارید.

## ۶ اندازه‌گیری مقدار سیلیس

### ۱-۶ اصول آزمون

یک آزمون به‌طور مکرر با هیدروکلریک اسید واکنش می‌دهد و تا خشک شدن تبخیر می‌شود. برای آن‌که سیلیسیک اسید بدون آب تشکیل شده، تا حد ممکن نامحلول باشد، باید به مدت دو ساعت در دمای  $140 \pm 5$  °C حرارت داده شود. همه کلریدهای موجود از طریق استخراج با هیدروکلریک اسید رقیق داغ از رسوب حذف می‌شوند.

رسوب در دمای  $1000$  °C مشتعل می‌شود، سیلیسیم دی‌اکسید ناخالص به‌دست می‌آید که با سولفوریک اسید و هیدروفلوریک اسید واکنش داده می‌شود. سیلیسیم تترا فلئوئورید تشکیل شده تبخیر می‌شود و مقدار سیلیس از کاهش جرم حاصل، محاسبه می‌شود.

### ۲-۶ مواد و/یا واکنشگرها

در حین آزمون فقط از واکنشگرها با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب مقطر با حداقل خلوص درجه ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۱-۲-۶ هیدروکلریک اسید، غلیظ، با غلظت تقریبی ۳۲٪ (کسر جرمی)، جرم حجمی حدود  $1.16 \text{ g/ml}$

۲-۲-۶ هیدروکلریک اسید، رقیق شده به نسبت (۱:۱)

یک قسمت حجمی هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۱-۲-۶) را به یک قسمت حجمی آب اضافه کنید.

۳-۲-۶ سولفوریک اسید، رقیق شده به نسبت (۱:۱)



یک قسمت حجمی سولفوریک اسید غلیظ با غلظت تقریبی ۹۶٪ (کسر جرمی)، جرم حجمی حدود g/ml ۱٫۸۴ را به آرامی به یک قسمت حجمی آب اضافه کنید.

۴-۲-۶ هیدروفلوئوریک اسید، غلیظ، با غلظت تقریبی ۴۰٪ (کسر جرمی)، جرم حجمی حدود g/ml ۱٫۱۳

۳-۶ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی و ظروف شیشه‌ای به همراه وسایل زیر استفاده کنید:

۱-۳-۶ ظرف<sup>۱</sup>

۲-۳-۶ بوته پلاتینی

۳-۳-۶ حمام آب، با قابلیت نگهداری دمای °C ۱۰۰

۴-۳-۶ تبخیرکن زیر قرمز<sup>۲</sup>

۵-۳-۶ کوره مافل، با قابلیت نگهداری دمای °C (۱۰۰۰±۲۰)

۶-۳-۶ گرم‌خانه خشک‌کن، با قابلیت نگهداری دمای °C (۱۴۰±۵)

۷-۳-۶ کاغذ صافی،

کاغذ صافی مورد استفاده علی‌رغم قابلیت صاف کردن سریع باید بافتی برای نگهداشتن کوچک‌ترین ذرات رسوب داشته باشد.<sup>۳</sup>

۸-۳-۶ دسیکاتور، حاوی خشکاننده منیزیم پرکلرات

۴-۶ روش انجام آزمون

۱-۴-۶ تعداد اندازه‌گیری

اندازه‌گیری را دو بار انجام دهید.

۲-۴-۶ آزمون

حدود ۱ g (m) نمونه (مطابق بند ۵) را با تقریب ۰٫۲ mg درون یک ظرف وزن کنید.

۳-۴-۶ اندازه‌گیری

۲۰ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۶-۲-۱) را به آرامی به ظرف حاوی آزمون افزوده و در تبخیرکن زیر قرمز (بند ۶-۳-۴) تا خشک شدن تبخیر کنید. مجدداً ۲۰ ml هیدروکلریک اسید غلیظ افزوده و تا خشک شدن تبخیر کنید. این مرحله را یک بار دیگر تکرار کنید. بعد از سومین تبخیر، ظرف را برای مدت دو ساعت در گرم‌خانه خشک‌کن (بند ۶-۳-۶) نگهداری شده در دمای °C (۱۴۰±۵) قرار دهید.

1- Dish

2- Infrared evaporator

۳- برای مثال کاغذ واتمن شماره ۴۰ یا ۴۱ مناسب است.

ظرف را از گرم‌خانه خارج کرده، بگذارید تا خنک شود. ۵۰ ml هیدروکلریک اسید ۱:۱ (بند ۶-۲-۲) را به باقی‌مانده درون ظرف افزوده و حدود ۲۰ دقیقه در حمام آب (بند ۶-۳-۳) با دمای  $100^{\circ}\text{C}$  گرم کنید. محلول را با یک کاغذ صافی مناسب (بند ۶-۳-۷) صاف کرده و تا زمانی که محلول حاصل از شستشو خنثی شود باقی‌مانده روی کاغذ صافی را با آب داغ بشویید.

مایع صاف‌شده و محلول حاصل از شستشو را درون ظرف قبلی بریزید و تا خشک شدن تبخیر کنید. مرحله تبخیر را دو مرتبه دیگر تکرار کنید، در هر مرتبه ۱۰ ml هیدروکلریک اسید غلیظ به باقی‌مانده اضافه کنید. بعد از سومین تبخیر، برای مدت دو ساعت در گرم‌خانه خشک‌کن با دمای  $(140 \pm 5)^{\circ}\text{C}$  حرارت دهید.

۲۰ ml هیدروکلریک اسید ۱:۱ را به باقی‌مانده درون ظرف افزوده و آن را به مدت حدود ۱۰ دقیقه در حمام آب با دمای  $100^{\circ}\text{C}$  گرم کنید. محلول حاصل را با یک کاغذ صافی جدید صاف کنید و تا زمانی که محلول حاصل از شستشو خنثی شود باقی‌مانده روی کاغذ صافی را با آب داغ بشویید.

چنانچه لازم است، مایع صاف‌شده را از نظر وجود هر گونه سیلیسیم که ممکن است از کاغذ صافی عبور کرده باشد، بررسی کنید.

دو کاغذ صافی را همراه با رسوب‌های شسته شده در بوته پلاتینی (بند ۶-۳-۲) قرار دهید، تا خشک شوند و در دمای کم بسوزانید<sup>۱</sup>، سپس آن‌ها را در کوره مافل (بند ۶-۳-۵) با دمای  $(200 \pm 10)^{\circ}\text{C}$  تا رسیدن به جرم ثابت مشتعل کنید (توصیه می‌شود حدود یک ساعت زمان صرف شود) و بگذارید در دسیکاتور (بند ۶-۳-۸) خنک شود. رسوب مشتعل شده را با تقریب  $0.2\text{ mg}$  وزن کنید ( $m_1$ ).

رسوب مشتعل شده را در بوته پلاتینی با ۲ ml تا ۳ ml آب تر کنید، ۱ ml سولفوریک اسید (۱:۱) (بند ۶-۲-۳) و ۱۵ ml هیدروفلوئوریک اسید افزوده (بند ۶-۲-۴) و تا قوام گرفتن<sup>۲</sup> تبخیر کنید، جهت جلوگیری از اتلاف مواد از طریق پاشش دقت کنید. اجازه دهید تا خنک شود و کناره‌های پایینی را با مقدار کمی آب بشویید. سپس ۱۰ ml دیگر هیدروفلوئوریک اسید را افزوده و تبخیر کنید تا خشک شود. در صورتی که تبخیر سیلیسیم تترافلورید کامل نشده است، مجدداً ۱۰ ml دیگر هیدروفلوئوریک اسید را افزوده و تبخیر کنید تا خشک شود.

باقی‌مانده را حرارت دهید تا زمانی که دودهای سفید دیگر متصاعد نشود. سپس برای مدت ۳۰ دقیقه باقی‌مانده را در کوره مافل با دمای  $(200 \pm 10)^{\circ}\text{C}$  مشتعل کنید. بوته را از کوره خارج کرده، بگذارید در دسیکاتور خنک شود و با تقریب  $0.2\text{ mg}$  وزن کنید ( $m_2$ ).

#### ۶-۴-۴ اندازه‌گیری کل کاهش جرم در اثر اشتعال

حدود ۱ g ( $m_3$ ) نمونه (مطابق بند ۵) را با تقریب  $0.2\text{ mg}$  درون یک بوته پلاتینی وزن کنید.

1 - Char  
2 - Syrup

**یادآوری-** توزین نمونه‌ها برای اندازه‌گیری مقدار سیلیس (مطابق بند ۶-۴-۲) و کل کاهش جرم در اثر اشتعال ممکن است هم‌زمان انجام شود.

آزمونه را تا رسیدن به جرم ثابت در کوره مافل با دمای  $(1000 \pm 20)^\circ\text{C}$  مشتعل کنید (توصیه می‌شود حدود دو ساعت زمان صرف کنید) و بگذارید در دسیکاتور خنک شود. آزمونه مشتعل شده را با تقریب  $0.2\text{ mg}$  وزن کنید ( $m_4$ ).

کل کاهش جرم در اثر اشتعال  $w(TLI)$  را با استفاده از رابطه ۱ بر حسب درصد جرمی محاسبه کنید.

$$w(TLI) = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

$m_3$  جرم آزمونه قبل از اشتعال، بر حسب گرم؛

$m_4$  جرم آزمونه مشتعل شده، بر حسب گرم.

میانگین دو اندازه‌گیری را محاسبه و نتایج را با تقریب  $0.1\%$  گزارش کنید.

#### ۵-۶ بیان نتایج

مقدار سیلیس  $w(\text{SiO}_2)$  را با استفاده از رابطه ۲ بر حسب درصد جرمی محاسبه کنید.

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times \left[ 1 - \frac{w(TLI)}{100} \right]} \times 100 \quad (2)$$

که در آن:

$m_0$  جرم آزمونه (مطابق بند ۶-۴-۲)، بر حسب گرم؛

$m_1$  جرم سیلیس ناخالص بدون آب بعد از اشتعال در دمای  $(1000 \pm 20)^\circ\text{C}$  تا رسیدن به جرم ثابت (مطابق بند ۶-۴-۳)، بر حسب گرم؛

$m_2$  جرم سیلیس بعد از واکنش با هیدروفلوئوریک اسید و اشتعال تا رسیدن به جرم ثابت (مطابق بند ۶-۴-۳)، بر حسب گرم؛

$w(TLI)$  کل کاهش جرم در اثر اشتعال محاسبه شده در بند ۶-۴-۴.

میانگین دو اندازه‌گیری را محاسبه و نتایج را با تقریب  $0.1\%$  گزارش کنید.

#### ۶-۶ دقت

##### ۱-۶-۶ تکرارپذیری (r)

تکرارپذیری مقداری است که اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون منفرد (هر کدام میانگین دو اندازه‌گیری تکراری است) هنگامی که نتایج آزمون روی مواد آزمون یکسان توسط یک آزمون‌گر در یک آزمایشگاه در فاصله زمانی کوتاه و مطابق این روش استاندارد انجام شود، می‌توان انتظار داشت که کم‌تر از این مقدار باشد. تکرارپذیری این استاندارد با احتمال  $95\%$ ،  $0.6\%$  است.

##### ۲-۶-۶ تجدیدپذیری (R)

داده‌های تجدیدپذیری در حال حاضر موجود نیست.

## ۷ اندازه‌گیری مقدار کربن

### ۱-۷ اصول آزمون

در صورت لزوم، یک نمونه در یک بوته با یک کاتالیزور مناسب پوشش داده می‌شود و در جریانی از اکسیژن در یک کوره القایی سوزانده می‌شود.

ترکیبات گوگرد، هالوژن‌ها و بخار آب از محصولات احتراق خارج می‌شوند، سپس محصولات از روی کاتالیزور پلاتین (برای تبدیل کربن مونوکسید به کربن دی‌اکسید) عبور داده می‌شوند و غلظت کربن دی‌اکسید با استفاده از یک آشکارساز با سل زیر قرمز<sup>۱</sup> اندازه‌گیری می‌شود.

به‌طور جایگزین، مقدار کربن را می‌توان از طریق اندازه‌گیری رسانایی تعیین کرد. در این مورد، محصولات احتراق مشخص شده از روی یک کاتالیزور پلاتین عبور داده شده و کربن دی‌اکسید موجود جذب محلول سدیم هیدروکسید (NaOH) می‌شود. تغییر در رسانایی محلول (در نتیجه تبدیل مقداری از سدیم هیدروکسید به دی‌سدیم کربنات ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )) اندازه‌گیری می‌شود.

### ۲-۷ مواد و / یا واکنشگرها

در حین آزمون فقط از واکنشگرها با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب مقطر با حداقل خلوص درجه ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

#### ۱-۲-۷ اکسیژن، با حداقل خلوص ۹۹/۹۹٪

۲-۲-۷ کاتالیزور، شامل تراشه‌های آهن به‌همراه مخلوطی از ۹ قسمت جرمی تنگستن و ۱ قسمت جرمی پودر قلع.

یادآوری- از کاتالیزور در صورت نیاز برای به‌دست آوردن نتایج رضایت‌بخش استفاده می‌شود.

#### ۳-۲-۷ مواد مرجع کربنی ( فولادهای کربنی )

۴-۲-۷ قرص‌های کاتالیزور پلاتین، مناسب برای استفاده در دمای  $400^\circ\text{C}$  تا  $450^\circ\text{C}$ ، برای تبدیل کربن مونوکسید به کربن دی‌اکسید.

### ۳-۷ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی و ظروف شیشه‌ای به همراه وسایل زیر استفاده کنید:

۱-۳-۷ دستگاه تجزیه‌کننده برای اندازه‌گیری مقادیر کم کربن، شامل یک کوره حرارتی- القایی مناسب برای عملیات در دمای حدود  $1800^\circ\text{C}$ ، یک واحد تنظیف کننده<sup>۲</sup>، یک سیستم کاتالیزور پلاتین با قابلیت کار در دمای حدود  $450^\circ\text{C}$  و یک سیستم آشکارسازی با سل زیر قرمز.

به‌طور جایگزین می‌توان از یک واحد جذب کربن دی‌اکسید شامل یک محلول سدیم هیدروکسید و تجهیزات برای اندازه‌گیری تغییرات رسانایی استفاده کرد.

1- Infrared-cell detector

2- Scavenging unit

سیستم باید شامل یک جاذب کربن دی‌اکسید بر پایه سدیم هیدروکسید، یک جاذب رطوبت (منیزیم پرکلرات) به منظور خالص‌سازی و یک جریان سنج برای کنترل جریان اکسیژن باشد.

۲-۳-۷ **بوته‌ها**، یک بار مصرف<sup>۱</sup>، ساخته شده از اکسید آلومینیوم یا مواد دیرگداز مشابه. بوته و سرپوش آن تا رسیدن به جرم ثابت باید قبل از استفاده در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  یا بالاتر در مدت زمان کافی (معمولا ۲۰ دقیقه) مشتعل شود.

#### ۴-۷ روش انجام آزمون

##### ۱-۴-۷ آماده‌سازی وسایل

از دستورکارهای عملیاتی برای تجهیزات ویژه مورد استفاده، پیروی کنید. بعد از تنظیم کنترل‌ها چندین آزمون شاهد با یک بوته (بند ۲-۳-۷) حاوی مقدار موردنیاز از کاتالیزور اما بدون آزمون انجام دهید. نتایج متوالی برای شاهد باید به مقدار کم و ثابتی نزدیک باشند.

##### ۲-۴-۷ کالیبراسیون

حدود  $0.5\text{ g}$  از ماده مرجع (بند ۳-۲-۷) را با تقریب  $0.1\text{ mg}$  درون یک بوته وزن کنید، آن را بسوزانید و در صورتی که تجهیزات مورد استفاده نتایج را مطابق بند ۳-۴-۷ به طور خودکار گزارش می‌کند، نتایج را ثبت کنید یا اگر تجهیزات مورد استفاده این گونه نیستند از رابطه به دست آمده در بند ۵-۷ استفاده کنید. نتایج را حداقل دو مرتبه تکرار کنید. کنترل‌های کالیبراسیون را تنظیم کنید تا قرائت سنج<sup>۲</sup>، قرائت درست را نشان دهد. نمونه‌های دیگری از مواد مرجع را بر حسب نیاز برای حصول قرائت درست، بسوزانید.

##### ۳-۴-۷ اندازه‌گیری

اندازه‌گیری‌ها را دو مرتبه انجام دهید.

حدود  $0.5\text{ g}$  نمونه (بند ۵) ( $m_0$ ) را با تقریب  $0.1\text{ mg}$  درون یک بوته وزن کنید، با  $0.7\text{ g}$  از تراشه‌های آهن و  $1.0\text{ g}$  پودر تنگستن/ قلع (بند ۲-۲-۷) بیوشانید و بوته را در کوره القایی دستگاه تجزیه‌کننده برای اندازه‌گیری مقادیر کم کربن (بند ۱-۳-۷) قرار دهید. این امر به‌ویژه هنگامی که آزمون پودر است، برای پوشش دادن آزمون به‌طور کامل با کاتالیزور برای جلوگیری از به هوا پريدن آزمون حین اشتعال مهم است. در صورتی که دستگاه تجزیه‌کننده مجهز به ترازو باشد، جرم آزمون به‌صورت خودکار در حافظه دستگاه ذخیره می‌شود. در این مورد، دکمه "آنالیز" را فشار دهید و به‌صورت خودکار آنالیز انجام می‌شود. نتایج روی صفحه نمایش گر نشان داده می‌شود و مقدار کربن در آزمون بر حسب درصد جرمی چاپ می‌شود.

##### ۵-۷ بیان نتایج

در صورتی که تجهیزات مورد استفاده، نتایج را به‌صورت خودکار چاپ نمی‌کند، مقدار کربن  $w(C)$  را با استفاده از رابطه ۳ بر حسب درصد جرمی محاسبه کنید.

$$w(C) = \frac{m_i - m_b}{m_0 \times \left[ 1 - \frac{w(TLI)}{100} \right]} \times 100 \quad (3)$$

1 - Expendable  
2-direct- reading meter

که در آن:

- $m_0$  جرم آزمون، بر حسب گرم؛  
 $m_b$  جرم کربن ثبت شده در شاهد اندازه‌گیری نهایی، بر حسب گرم؛  
 $m_t$  جرم کربن در آزمون، بر حسب گرم؛  
 $w(TLI)$  کل کاهش جرم در اثر اشتعال محاسبه شده در بند ۴-۴-۶.  
میانگین دو اندازه‌گیری را محاسبه و نتایج را با تقریب  $\pm 0.1\%$  گزارش کنید.

## ۶-۷ دقت

داده‌های دقت در حال حاضر موجود نیستند.

## ۸ اندازه‌گیری باقی‌مانده روی الک

### ۱-۸ اصول آزمون

رنگدانه‌یار مورد آزمون، در آب معلق شده و سوسپانسیون حاصل روی یک الک ریخته می‌شود. آب به وسیله‌ی یک سراسپری<sup>۱</sup> روی الک، اسپری شده و هرگونه کلوخه به آرامی در سرتاسر الک پخش می‌شود و ذرات ریز را از میان الک با فشار سریع آب عبور می‌کنند. باقی‌مانده روی الک خشک شده و وزن می‌شود.

یادآوری- روش اسپری شرح داده شده در این استاندارد شامل سطح متوسطی از نیروهای پراکنده کننده کلوخه‌ها است که به دلیل مشخصه‌های خاص فیزیکی سیلیس رسوبی لازم است.

### ۲-۸ مواد و / یا واکنشگر

۱-۲-۸ آب شیر، صاف شده، در فشار حدود ۲۰۰ kPa بالاتر از فشار جو. فشار آب باید به گونه‌ای تنظیم شود که سرعت جریان آب از سراسپری  $(13.5 \pm 0.3)$  l/min باشد.

### ۳-۸ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی و ظروف شیشه‌ای به همراه وسایل زیر استفاده کنید:

۱-۳-۸ الک، متشکل از یک قاب فلزی و تور سیمی از جنس برنز فسفری یا فولاد زنگ‌نزن، با اندازه مش  $45 \mu\text{m}$  (مش ۳۲۵) و قطر ۲۰۰ mm.

یادآوری- می‌توان با استفاده از یک پاشش‌گیر<sup>۲</sup> ساخته شده از ورقه فلزی لوله‌ای از جنس برنز فسفری یا فولاد زنگ‌نزن با ارتفاع حدود ۲۰۰ mm و قطر کمی کم‌تر از ۲۰۰ mm که در بالای الک جاسازی شده می‌توان از اتلاف سوسپانسیون از طریق پاشش، در حین فرایند الک کردن جلوگیری کرد.

### ۲-۳-۸ نگه‌دارنده الک

۳-۳-۸ سر اسپری، با قطر ۶۰ mm و دارای ۷۶ سوراخ حفر شده با قطر  $(1.0 \pm 0.1)$  mm

### ۴-۳-۸ بطری توزین

1- Spray head  
2- Splash guard

۸-۳-۵ گرم‌خانه خشک‌کن، با قابلیت تثبیت در دمای  $(10.5 \pm 2)^\circ\text{C}$

۸-۴ روش انجام آزمون

۸-۴-۱ تعداد اندازه‌گیری

اندازه‌گیری را دو بار انجام دهید.

۸-۴-۲ آزمون

مقداری از نمونه (مطابق بند ۵) ( $m_0$ ) را با تقریب  $0.1\text{ mg}$  وزن کنید تا مقدار باقی‌مانده کافی روی الک (۸-۳-۱) به دست آید. آزمون را در بشر مناسب قرار دهید. معمولاً  $10\text{ g}$  تا  $100\text{ g}$  آزمون لازم است.

۸-۴-۳ اندازه‌گیری

آزمون را درون بشر حاوی مقدار مناسبی آب با هم‌زدن به وسیله یک میله شیشه‌ای پراکنده کنید تا یک سوسپانسیون روان<sup>۱</sup> تولید شود.

جریان آب از سر اسپری (بند ۸-۳-۳) را تنظیم کنید به طوری که سرعت جریان  $(13.5 \pm 0.3)\text{ l/min}$  باشد. در صورت لزوم سوسپانسیون را، در چندین مرحله به طور کمی روی الک منتقل کنید و بشر را با آب بشوید. سر اسپری را حدود  $15\text{ cm}$  بالاتر از الک نگه دارید. سر اسپری را در یک مسیر دورانی حرکت دهید تا دیواره‌های پایینی الک شسته شوند. برای مدت پنج دقیقه اسپری کردن را ادامه دهید. سپس باقی‌مانده روی الک را در گرم‌خانه خشک‌کن (بند ۸-۳-۵) به مدت دو ساعت در دمای  $(10.5 \pm 2)^\circ\text{C}$  خشک کنید. باقی‌مانده را به یک بطری از قبل توزین شده (بند ۸-۳-۴) منتقل کرده و با تقریب  $0.1\text{ mg}$  وزن کنید ( $m_1$ ). نوع باقی‌مانده روی الک (برای مثال ماده خارجی) را یادداشت کنید.

۸-۵ بیان نتایج

باقی‌مانده الک  $w(R)$  را با استفاده از رابطه ۴ بر حسب درصد جرمی محاسبه کنید.

$$w(R) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (4)$$

که در آن:

$m_0$  جرم آزمون، بر حسب گرم؛

$m_1$  جرم باقی‌مانده، بر حسب گرم.

میانگین دو اندازه‌گیری را محاسبه و نتایج را با تقریب  $0.1\%$  گزارش کنید.

۸-۶ دقت

داده‌های دقت در حال حاضر موجود نیستند.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۹-۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

- ۲-۹ کل جزییات لازم برای شناسایی فراورده آزمون شده؛
- ۳-۹ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده؛
- ۲-۹ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛
- ۳-۹ نوع باقی‌مانده روی الک؛
- ۴-۹ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛
- ۵-۹ تاریخ انجام آزمون.