



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۹۹۰

چاپ اول

۱۳۹۸

INSO

19990

1st Edition

2020

Modification of
ISO 6964:
2019

لوله‌ها و اتصالات پلی‌اولفینی - تعیین مقدار
دوده با استفاده از تکلیس و پیرولیز -
روش آزمون

**Polyolefin pipes and fittings —
Determination of carbon black content by
calcination and pyrolysis — Test method**

ICS: 23.040.20

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۱۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۲۶ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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 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 استانداردهای کمیته مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهای ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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 پیش‌بینی شده 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 کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. 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، آزمونگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد 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، واسنجی 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«لوله‌ها و اتصالات پلی‌اولفینی - تعیین مقدار دوده با استفاده از تکلیس و پیرولیز -
روش آزمون»

رئیس:

معصومی، محسن
(دکتری مهندسی پلیمر)

دبیر:

سنگ‌سفیدی، لاله
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

پژوهشگاه استاندارد، گروه پژوهشی پتروشیمی	آریانسب، فضا (دکتری شیمی آلی)
پژوهشگاه استاندارد، گروه پژوهشی پتروشیمی	ابراهیم، الهام (کارشناسی شیمی کاربردی)
شرکت پلی‌اتیلن سمنان	جباری، حامد (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
شرکت پلیمرآوا نوین ایرانیان	جمال‌پور، نصراله (دکتری مهندسی پلیمر)
سازمان ملی استاندارد، پژوهشگاه استاندارد	خالقی‌مقدم، ماهرو (دکتری شیمی آلی)
انجمن صنفی لوله و اتصالات پلی‌اتیلن	دربندی، محمدعلی (کارشناسی مهندسی مکانیک)
شرکت انوشا پرشیا	دیانت‌پی، سینا (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
شرکت مهندسی آریانام	شیری، جعفر (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
انجمن صنفی لوله و اتصالات پلی‌اتیلن	صحاف‌امین، علیرضا (کارشناسی ارشد مدیریت)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

قاضی مرادی، علیرضا

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

کربلایی کریم، مجید

(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

مرادی، سمیه

(کارشناسی ارشد شیمی)

ویراستار:

ابراهیم، الهام

(کارشناسی شیمی کاربردی)

سمت و/یا محل اشتغال:

صنایع لاستیکی پارمیدا

شرکت گازلوله

شرکت آوند پلاست کرمان

پژوهشگاه استاندارد، گروه پژوهشی پتروشیمی

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول روش
۲	۴ روش الف: کوره الکتریکی تیوب‌دار
۲	۴-۱ مواد/واکنش‌گرها
۲	۴-۲ دستگاه آزمون
۳	۴-۳ روش انجام آزمون
۳	۴-۳-۱ شرایط تثبیت آزمون
۳	۴-۳-۲ نمونه‌برداری
۳	۴-۳-۳ تثبیت شرایط
۳	۴-۳-۴ آماده‌سازی قایقک سیلیکایی برای آزمون
۳	۴-۳-۵ نمونه
۳	۴-۳-۶ اندازه‌گیری
۳	۴-۴ محاسبه و بیان نتایج آزمون (روش الف)
۵	۵ روش ب-۱ و ب-۲: کوره مافل (روش معمول ب-۱) یا (روش مایکروویو ب-۲)
۵	۵-۱ دستگاه آزمون
۵	۵-۲ روش انجام آزمون
۵	۵-۲-۱ شرایط تثبیت آزمون
۵	۵-۲-۲ تثبیت شرایط
۵	۵-۲-۳ نمونه‌برداری
۵	۵-۲-۴ آماده‌سازی بوته چینی برای آزمون
۶	۵-۲-۵ نمونه
۶	۵-۲-۶ اندازه‌گیری
۷	۵-۳ محاسبه و بیان نتایج آزمون (روش‌های ب-۱ و ب-۲)

صفحه	عنوان
۸	۶ روش پ: تجزیه گرگرمماوزن سنجی (TGA)
۸	۱-۶ دستگاه آزمون
۸	۲-۶ روش انجام آزمون
۸	۱-۲-۶ شرایط تثبیت آزمون
۸	۲-۲-۶ نمونه برداری
۸	۳-۲-۶ تثبیت شرایط
۸	۴-۲-۶ برنامه روبش دما
۹	۵-۲-۶ نرخ جریان گاز
۹	۶-۲-۶ اندازه گیری
۹	۳-۶ محاسبه و بیان نتایج آزمون (روش پ)
۱۰	۷ گزارش آزمون
۱۲	پیوست الف (آگاهی دهنده) تغییرات اعمال شده در این استاندارد نسبت به استاندارد منبع

پیش‌گفتار

استاندارد «لوله‌ها و اتصالات پلی‌اولفینی - تعیین مقدار دوده با استفاده از تکلیس و پیرولیز - روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره‌شده در مورد پ، بند ۷، استاندارد ملی شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در پنجاه و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد آب و آبفا مورخ ۹۸/۱۱/۱۹ تصویب شد. اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

با انتشار این استاندارد، استاندارد ملی ایران به شرح زیر باطل و این استاندارد جایگزین آن می‌شود:

استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۱۷۵: سال ۱۳۸۲، پلاستیک‌ها- لوله‌های پلی‌اتیلنی مورد استفاده در آبرسانی- اندازه‌گیری مقدار دوده- روش آزمون

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «ترجمه تغییر یافته» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی همراه با اعمال تغییرات با توجه به مقتضیات کشور است:

ISO 6964:2019, Polyolefin pipes and fittings — Determination of carbon black content by calcination and pyrolysis — Test method

لوله‌ها و اتصالات پلی‌اولفینی - تعیین مقدار دوده با استفاده از تکلیس و پیرولیز - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌های آزمون تعیین درصد دوده در آمیزه‌های پلی‌اولفینی مورد استفاده در تولید لوله‌ها و اتصالات است.

این استاندارد هم برای مواد اولیه و هم برای نمونه برداشته‌شده از لوله یا اتصال کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 11358-1, Plastics- Thermogravimetry (Tg) of polymers- Part 1: General principles

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۶۷۶: سال ۱۳۹۳، پلاستیک - وزن سنجی - گرمایی (Tg) - پلیمرها قسمت ۱ - اصول کلی، با استفاده از ISO 11358:2014 تدوین شده است.

۳ اصول آزمون

تعیین مقدار دوده در ترکیبات پلی‌اولفینی با یکی از سه روش زیر امکان‌پذیر است:

الف - پیرولیز نمونه در دمای $(550 \pm 50)^\circ\text{C}$ تحت گاز نیتروژن به مدت ۴۵ min و به دنبال آن تکلیس در دمای $(900 \pm 25)^\circ\text{C}$ با استفاده از کوره الکتریکی تیوب‌دار (روش الف)؛

ب - پیرولیز نمونه در بوتله‌چینی در پوش‌دار از جنس کوارتز با استفاده از کوره مافل. بر اساس نوع کوره مافل استفاده‌شده، دو روش متفاوت وجود دارد:

۱- کوره مافل معمول (روش ب-۱): پیرولیز از دمای $(325 \pm 25)^\circ\text{C}$ تا دمای $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ با نرخ $15^\circ\text{C}/\text{min}$ و حفظ دمای $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ به مدت $(10 \pm 0.5) \text{min}$ و به دنبال آن تکلیس در دمای $(900 \pm 25)^\circ\text{C}$ ؛

۲- کوره مافل ماکروویو (روش ب-۲): پیرولیز در دمای $(520 \pm 25)^\circ\text{C}$ به مدت $(10 \pm 0.1) \text{ min}$ و به دنبال آن تکلیس در دمای $(900 \pm 25)^\circ\text{C}$ ؛

پ- پیرولیز نمونه با نرخ ثابت در یک تجزیه‌گر گرموزن‌سنجی (TGA)^۱ تحت گاز بی‌اثر در دمای 800°C و به دنبال آن تکلیس تحت اتمسفر اکسایشی در دمای 900°C (روش پ).

یادآوری ۱- دوده از دمای 500°C به بالا در هوا یا اکسیژن تخریب می‌شود. بنابراین، اتلاف وزن مشاهده‌شده بین دماهای 500°C و 700°C در هوا یا اکسیژن مربوط به تخریب کامل دوده است.

یادآوری ۲- اگر ترکیب علاوه بر دوده، افزودنی‌های دیگری نیز داشته باشد که در دمای 900°C تخریب می‌شوند (برای مثال، اجزای سازنده‌ای نظیر کلسیم کربنات)، مقدار دوده برآوردشده در محاسبه از مقدار واقعی بیشتر خواهد شد. اگر مقدار خاکستر حاصل بیش از ۱٪ وزنی باشد، بررسی بیشتری لازم است.

مقدار دوده از اختلاف جرمی قبل و بعد از تکلیس و پیرولیز محاسبه می‌شود.

۴ روش الف: کوره الکتریکی تیوب‌دار

۴-۱ مواد/واکنش‌گرها

۴-۱-۱ نیتروژن خشک، دارای کمتر از ۲۰ ppm اکسیژن، که در یک سیلندر فولادی تحت فشار مجهز به شیر کاهنده فشار و جریان‌سنج قرار دارد.

یادآوری ۱ - در صورت وجود محتوای بیش از ۲۰ ppm اکسیژن، نیتروژن می‌تواند با عبور از محلول پیروگال^۲ (به صورت حباب‌زدن)، یا عبور از روی پولک، ورق نازک، سیم یا تراشه‌های مسی داغ‌شده یا عبور از دستگاه تصفیه گاز، قبل از ورود به کوره تصفیه شود.

یادآوری ۲- برای اطمینان از خشک‌بودن نیتروژن، جریان گاز می‌تواند از تله آب‌گیر (مانند سیلیکاژل) عبور داده شود.

۴-۲ دستگاه آزمون

۴-۲-۱ قایق سیلیکایی نمونه مخصوص احتراق، با غلافی به طول ۵۰ mm تا ۶۰ mm؛

۴-۲-۲ کوره الکتریکی تیوب‌دار، مجهز به وسیله‌ای برای ممکن‌کردن جاسازی و برداشتن قایق نمونه. به‌منظور ورود گاز نیتروژن و تخلیه دودها، تیوب به افشانک مجهز شده است. دیافراگم بسته‌شده به‌وسیله قرارگیری درپوش پشم شیشه در پشت افشانک ورودی، توزیع یکنواخت جریان گاز نیتروژن را تضمین می‌کند.

توصیه می‌شود حداقل طول کوره الکتریکی تیوب‌دار مساوی یا بیش از سه برابر طول قایق نمونه و حداقل طول تیوب کوارتز مساوی یا بیش از ۷ برابر طول قایق نمونه باشد.

۴-۲-۳ دسیکاتور، با قابلیت نگهداری قایق سیلیکایی (مطابق با زیربند ۴-۲-۱)؛

۴-۲-۴ ترازو، با درستی $\pm 0.1 \text{ mg}$

1. Thermogravimetric analysis

2. Pyrogallol

۴-۲-۵ زمان سنج، با درستی $s \pm 1$

۴-۳ روش انجام آزمون

۴-۳-۱ شرایط آزمون

اندازه‌گیری جرم باید در اتاقی با دمای استاندارد $(2 \pm 23)^\circ C$ انجام شود.

۴-۳-۲ نمونه برداری

آزمونه می‌تواند به شکل دانه یا محصول نهایی باشد. چنانچه آزمونه به شکل محصول نهایی است، باید به قطعات کوچک‌تری تبدیل شود.

۴-۳-۳ تثبیت شرایط

نمونه آزمون باید برای مدت زمان ۲۴ h قبل از آماده‌سازی در دمای $(2 \pm 23)^\circ C$ تثبیت شود.

۴-۳-۴ آماده‌سازی قایق سیلیکایی برای آزمون

قایق سیلیکایی، که باید تمیز و وزن شده باشد، را برداشته و مطابق روش زیر عمل کنید: قایق سیلیکایی را در کوره الکتریکی تیوب‌دار قرارداده و دما را در $(25 \pm 90)^\circ C$ تنظیم کنید. پس از رسیدن به دمای مذکور، اجازه دهید حدود ۱ h تکلیس انجام شود. سپس، قایق سیلیکایی را در یک دسیکاتور در دمای اتاق خشک کرده و وزن کنید. دوباره قایق سیلیکایی را به مدت ۳۰ min در دسیکاتور قرارداده و وزن کنید. این عمل را تا هنگامی که قایق به وزن ثابت برسد ادامه دهید؛ یعنی تا هنگامی که دو وزن متوالی بیش از ۰/۵ mg با هم اختلاف نداشته باشند. جرم اندازه‌گیری شده را با عنوان m ثبت کنید.

۴-۳-۵ آزمونه

باید سه آزمونه به روش زیر تهیه شود:

وزن خالص قایق سیلیکایی را یادداشت کنید. حدود ۱ g از نمونه آزمون (مطابق با زیربند ۴-۳-۲) را با دقت ۰/۱ mg وزن کنید. جرم اندازه‌گیری شده را با عنوان m_1 ثبت کنید.

۴-۳-۶ اندازه‌گیری

برای هر نمونه آزمون، اندازه‌گیری باید به روش زیر انجام شود:

قایق سیلیکایی را به همراه آزمونه (مطابق با زیربند ۴-۳-۴) در محل ورودی تیوب احتراق کوره (مطابق با زیربند ۴-۲-۲) که قبلاً تا دمای $(50 \pm 550)^\circ C$ گرم شده، قرار دهید. افشانک را در محل ورودی تیوب محکم کرده و سپس آن را به ورودی گاز نیتروژن، که در صورت لزوم از سامانه تصفیه عبور داده شده است، وصل کنید. گاز نیتروژن را به مدت حدود ۵ min با نرخ $(20 \pm 200) \text{ cm}^3/\text{min}$ از دستگاه عبور دهید. تیوب احتراق به همراه قایق سیلیکایی نمونه را به سمت مرکز کوره جابجا کنید. نرخ جریان گاز نیتروژن را در محدوده $(10 \pm 100) \text{ cm}^3/\text{min}$ تنظیم کرده و اجازه دهید به مدت ۴۵ min پیرولیز شود.

پس از پایان این دوره زمانی، تیوب احتراق به همراه قایقک سیلیکایی نمونه را به قسمت سرد کوره برگردانید و اجازه دهید به مدت ۱۰ min تحت جریان گاز نیتروژن بماند.

قایقک سیلیکایی نمونه را از تیوب احتراق خارج کرده و اجازه دهید در دسیکاتور (مطابق با زیربند ۴-۲-۳) خنک شود. سپس آن را تحت همان شرایط قبل از پیرولیز (مطابق با زیربند ۴-۳-۳) با دقت ۰٫۱ mg وزن کنید. جرم اندازه‌گیری شده را با عنوان m_2 ثبت کنید.

قایقک سیلیکایی نمونه را در کوره با دمای $(900 \pm 25)^\circ\text{C}$ قرار دهید و تا ناپدید شدن تمام اثرات دوده تکلیس کنید. اجازه دهید در دسیکاتور (مطابق با زیربند ۴-۲-۳) خنک شود. سپس آن را تحت همان شرایط قبل از پیرولیز (مطابق با زیربند ۴-۳-۳) با دقت ۰٫۱ mg وزن کنید. جرم اندازه‌گیری شده را با عنوان m_3 ثبت کنید.

۴-۴ محاسبه و بیان نتایج آزمون (روش الف)

مقدار دوده را، بر حسب درصد وزنی، از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$\frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100\% \quad (1)$$

که در آن:

m_1 جرم آزمون، بر حسب g؛

m_2 مجموع جرم قایقک سیلیکایی نمونه و جرم آزمون پس از پیرولیز در دمای 550°C ، بر حسب g؛

m_3 مجموع جرم قایقک نمونه و جرم آزمون پس از تکلیس در دمای 900°C ، همراه با جرم خاکستر (در صورت وجود خاکستر) بر حسب g است.

میانگین حسابی مقدار دوده تعیین شده از سه آزمون را محاسبه کنید و نتیجه گرد شده را با دو رقم معنی دار ثبت کنید.

یادآوری - در صورت لزوم (مطابق با یادآوری ۲ در بند ۳)، مقدار خاکستر را، بر حسب درصدی از جرم اولیه، از معادله ۲ به دست آورید:

$$\frac{m_3 - m}{m_1} \times 100\% \quad (2)$$

که در آن:

m جرم قایقک سیلیکایی نمونه، بر حسب g؛

m_1 جرم آزمون، بر حسب g؛

m_3 مجموع جرم قایقک نمونه و جرم آزمون پس از تکلیس در دمای 900°C ، همراه با جرم خاکستر (در صورت وجود خاکستر) بر حسب g است.

میانگین عددی مقدار خاکستر تعیین شده از سه نمونه را محاسبه کرده و نتیجه گردشده را با دو رقم معنی‌دار ثبت کنید.

۵ روش ب-۱ یا ب-۲: کوره مافل (روش معمول ب-۱) یا (روش میکروویو ب-۲)

۱-۵ دستگاه آزمون

۱-۱-۵ بوتله چینی، ظرف گیرنده‌ای، با حجم تقریبی ۱۰ ml، از جنس کریستال کوارتز با درپوشی از همان جنس که با قرارگیری روی ظرف گیرنده، آن را می‌بندد.

به‌دلیل جایگزینی هوای داخل بوتله چینی با گازهای آزادشده از نمونه طی فرایند پیرولیز، درون بوتله چینی اتمسفری بی‌اثر ایجاد می‌شود. لبه بوتله چینی و روی درپوش نباید آسیب دیده باشد؛ زیرا در غیر اینصورت، اجازه ورود هوا و در نتیجه سوختن نمونه را می‌دهد.

۲-۱-۵ دسیکاتور، با قابلیت نگهداری بوتله‌های چینی (مطابق با زیربند ۱-۱-۵)؛

۳-۱-۵ ترازو، با درستی ± 0.1 mg

۴-۱-۵ کوره مافل معمول، برای روش ب-۱ (مطابق با زیربند ۱-۶-۲-۵)؛

یادآوری- برای کوره مافل که فاقد سامانه برنامه‌ریزی است، رویش 1 ± 15 °C/min معادل گرمایش از دمای ۳۰۰ °C تا ۵۰۰ °C در مدت زمان تقریبی ۱۵ min است. رویش خنک‌کاری نیز مشابه رویش گرمایشی است.

۵-۱-۵ کوره مافل میکروویو، برای روش ب-۲ (مطابق با زیربند ۱-۶-۲-۵)؛

۶-۱-۵ زمان‌سنج، با درستی ± 1 s

۲-۵ روش انجام آزمون

۱-۲-۵ شرایط آزمون

اندازه‌گیری جرم باید در اتاقی با دمای استاندارد 23 ± 2 °C انجام شود.

۲-۲-۵ تثبیت شرایط

نمونه آزمون باید برای مدت زمان ۲۴ h قبل از آماده‌سازی در دمای 23 ± 2 °C تثبیت شرایط شود.

۳-۲-۵ نمونه‌برداری

آزمونه می‌تواند به شکل دانه یا محصول نهایی باشد. چنانچه آزمونه به‌شکل محصول نهایی است، باید به قطعات کوچکتری تبدیل شود.

۴-۲-۵ آماده‌سازی بوتله‌چینی برای آزمون

بوتله چینی که باید تمیز و وزن شده باشد، را برداشته و مطابق با روش زیر عمل کنید:

بوتله چینی را در کوره مافل معمول قرارداده و دما را در 25 ± 900 °C تنظیم کنید. پس از رسیدن به دمای مذکور، اجازه دهید حدود ۱ h تکلیس انجام شود. سپس، بوتله چینی را در یک دسیکاتور در دمای اتاق

خشک کرده و وزن کنید. دوباره بوته چینی را به مدت ۳۰ min در دسیکاتور قرارداده و وزن کنید. این عمل را تا هنگامی که بوته چینی به وزن ثابت برسد ادامه دهید؛ یعنی تا هنگامی که دو وزن متوالی بیش از ۰٫۵ mg با هم اختلاف نداشته باشند. جرم اندازه‌گیری شده را با عنوان m ثبت کنید.

هم‌چنین این روش می‌تواند برای کوره مافل میکروویو در همان دما ولی برای مدت‌زمان ۱۵ min انجام شود.

۵-۲-۵ نمونه

با توجه به جرم انتخابی در محدوده وابسته به دستگاه مورد استفاده، باید سه نمونه به روش زیر تهیه شود: وزن خالص بوته چینی را یادداشت کنید. حدود ۱ g تا ۱۰ g از نمونه را، با توجه به نوع بوته چینی به کاربرده شده، با درستی ۰٫۱ mg وزن کنید.

جرم اندازه‌گیری شده را با عنوان m_1 ثبت کنید.

۵-۲-۶ اندازه‌گیری

۵-۲-۶-۱: کوره مافل معمول

بوته چینی را به همراه درپوش و نمونه (مطابق با زیربند ۴-۲-۵) در کوره مافل معمول (مطابق با زیربند ۴-۱-۵) قرار دهید. دمای کوره باید $(25 \pm 325)^\circ\text{C}$ باشد. رویش گرمایی را در نرخ $1 \pm 10^\circ\text{C}/\text{min}$ (تا ۱۵) برنامه‌ریزی کنید تا به دمای $(25 \pm 550)^\circ\text{C}$ برسد. اجازه دهید نمونه برای مدت $(1 \pm 0.5) \text{ min}$ پیرولیز شود. سپس رویش خنک‌کاری را با نرخ $(1 \pm 15)^\circ\text{C}/\text{min}$ برنامه‌ریزی کنید تا به دمای $(25 \pm 325)^\circ\text{C}$ ، دمای اولیه چرخه پیرولیز، برسد.

بوته چینی و درپوش آن را از کوره مافل بیرون آورده و اجازه دهید در یک دسیکاتور تا رسیدن به دمای محیط، خنک شود. بوته چینی و درپوش آن را در دسیکاتور در دمای محیط خشک کرده و سپس درپوش را بردارید و بوته چینی را وزن کنید. بوته چینی را به مدت ۳۰ min دیگر در دسیکاتور قرار دهید و دوباره وزن کنید. این عمل را تا هنگامی که بوته چینی به وزن ثابت برسد ادامه دهید؛ یعنی تا هنگامی که دو وزن متوالی بیش از ۰٫۵ mg با هم اختلاف نداشته باشند. جرم اندازه‌گیری شده را با عنوان m_2 ثبت کنید.

بوته چینی را بدون درپوش در کوره مافل قرار دهید و دمای آن را در $(25 \pm 900)^\circ\text{C}$ تنظیم کنید. پس از رسیدن به دمای مذکور، برای مدت $(0.5 \pm 30) \text{ min}$ تکلیس کنید.

کوره مافل را خاموش کنید، منتظر بمانید دما تا زیر 500°C پایین بیاید و بوته چینی را خارج کنید. بوته چینی بدون درپوش را داخل دسیکاتور در دمای اتاق خشک و وزن کنید. بوته چینی را به مدت ۳۰ min دیگر در دسیکاتور قرارداده و دوباره وزن کنید. این عمل را تا هنگامی که بوته چینی به وزن ثابت برسد ادامه دهید؛ یعنی تا هنگامی که دو وزن متوالی بیش از ۰٫۵ mg با هم اختلاف نداشته باشند. جرم اندازه‌گیری شده را با عنوان m_3 ثبت کنید.

۲-۶-۲-۵ روش ب-۲: کوره مافل میکروویو

بوته چینی را با درپوش و آزمون (مطابق با زیربند ۴-۲-۴) در کوره مافل میکروویو (مطابق با زیربند ۵-۱-۵) با دمای °C (۵۲۰ ± ۲۵) قرار دهید. اجازه دهید به مدت min (۱۰ ± ۰٫۵) پیرولیز شود.

بوته چینی با درپوش را از کوره مافل میکروویو بیرون آورده و اجازه دهید در یک دسیکاتور تا دمای اتاق خنک شود. بوته چینی و درپوش آن را در دسیکاتور در دمای محیط خشک کرده و سپس درپوش را بردارید و بوته چینی را وزن کنید. بوته چینی را به مدت min ۳۰ دیگر در دسیکاتور قرار دهید و دوباره وزن کنید. این عمل را تا هنگامی که بوته چینی به وزن ثابت برسد ادامه دهید؛ یعنی تا هنگامی که دو وزن متوالی بیش از ۰٫۵ mg با هم اختلاف نداشته باشند. جرم اندازه گیری شده را با عنوان m_2 ثبت کنید.

بوته چینی را بدون درپوش در کوره مافل میکروویو قرار دهید و دمای آن را در °C (۹۰۰ ± ۲۵) تنظیم کنید. هنگامی که به دما رسید، برای مدت min (۱۰ ± ۰٫۱) تکلیس کنید.

کوره مافل میکروویو را خاموش کنید، منتظر بمانید دما تا زیر °C ۵۰۰ پایین بیاید و بوته چینی را خارج کنید. بوته چینی را با درپوش داخل دسیکاتور قرار دهید تا به دمای اتاق برسد، سپس درپوش را برداشته و بوته چینی را وزن کنید. بوته چینی را برای مدت min ۳۰ دیگر در دسیکاتور قرار داده و دوباره وزن کنید. این عمل را تا هنگامی که بوته چینی به وزن ثابت برسد ادامه دهید؛ یعنی تا هنگامی که دو وزن متوالی بیش از ۰٫۵ mg با هم اختلاف نداشته باشند. جرم اندازه گیری شده را با عنوان m_3 ثبت کنید.

۳-۵ محاسبه و بیان نتایج آزمون (روش های ب-۱ و ب-۲)

مقدار دوده را، بر حسب درصد وزنی، از معادله ۳ محاسبه کنید:

$$\frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100\% \quad (۳)$$

که در آن:

m_1 جرم آزمون اولیه، بر حسب g؛

m_2 مجموع جرم بوته چینی و جرم آزمون پس از پیرولیز، بر حسب g؛

m_3 مجموع جرم بوته چینی و جرم آزمون پس از تکلیس، همراه با جرم خاکستر (در صورت وجود خاکستر) بر حسب g می باشد.

میانگین عددی مقدار دوده تعیین شده از سه آزمون را محاسبه کنید و نتیجه گرد شده را با دو رقم معنی دار ثبت کنید.

یادآوری - در صورت لزوم (مطابق با یادآوری ۲ در بند ۳)، مقدار خاکستر را، بر حسب درصدی از جرم اولیه، از معادله ۴ به دست آورید:

$$\frac{m_3 - m}{m_1} \times 100\% \quad (۴)$$

که در آن m جرم بوته چینی بر حسب گرم می باشد.

میانگین عددی مقدار خاکستر تعیین شده از سه آزمون را محاسبه کرده و نتیجه گردشده را با دو رقم معنی‌دار ثبت کنید.

۶ روش پ: تجزیه‌گرگرم‌اوزن‌سنجی (TGA)

۱-۶ دستگاه آزمون

برای اهداف این استاندارد، وسایل مناسب این روش آزمون، که در ISO 11358-1 ارائه شده است، باید به کار برده شوند.

۲-۶ روش انجام آزمون

۱-۲-۶ تثبیت شرایط

نمونه آزمون باید برای مدت زمان ۲۴ h قبل از آماده‌سازی در دمای $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ تثبیت شرایط شود.

۲-۲-۶ نمونه‌برداری

آزمون می‌تواند به شکل دانه یا محصول نهایی باشد. چنانچه آزمون به شکل محصول نهایی است، باید به قطعات کوچکتری تبدیل شود.

یادآوری- این روش برای دانه‌ها و محصولات مناسب است که دارای بیش از ۲٪ دوده هستند.

۳-۲-۶ آزمون

از هر نمونه باید سه آزمون در اندازه‌ای مناسب برای نگهدارنده آزمون، تهیه شود. بدین منظور استفاده از نازک‌بر یا تیغ‌های صورت‌تراشی مناسب است. برای هر آزمون روش زیر را دنبال کنید:

— ۱۵ mg تا ۴۰ mg از نمونه آزمون برش بزنید.

— وزن خالص نگهدارنده آزمون را یادداشت کنید.

— آزمون را در نگهدارنده قرار دهید؛ بررسی کنید که جرم بین ۱۵ mg تا ۴۰ mg باشد.

در صورت وقوع اختلاف نظر، توصیه می‌شود از نمونه‌ای با وزن بین ۲۰ mg تا ۳۰ mg استفاده شود.

۴-۲-۶ برنامه روبش دما

روش روبش دمایی باید مطابق با مراحل زیر انجام شود:

الف- با نرخ $10^\circ\text{C}/\text{min}$ یا $20^\circ\text{C}/\text{min}$ از دمای 23°C تا 800°C را (تحت جریان گاز بی‌اثر مناسب) روبش کنید.

ب- اجازه دهید به مدت ۱۵ min در دمای 800°C (تحت جریان گاز بی‌اثر مناسب) هم‌دما شود.

پ- بدون سردکردن، با نرخ $10^\circ\text{C}/\text{min}$ یا $20^\circ\text{C}/\text{min}$ از دمای 800°C تا 900°C را (تحت جریان هوا/اکسیژن) روبش کنید.

۶-۲-۵ نرخ جریان گاز

نرخ جریان گاز را مطابق ISO 11358-1 و با توجه به نوع دستگاه به کار برده شده، انتخاب کنید.

۶-۲-۶ اندازه گیری

آزمون را شروع کنید و درصد دوده را، با اندازه گیری اتلاف جرمی ناشی از ورود هوا یا اکسیژن، تعیین کنید. به منظور تعیین درصد دوده، اتلاف جرم نمونه طی روبش گرمایی (مطابق با زیربند ۶-۲-۴-پ) باید اندازه گیری شده و به صورت درصد ثبت شود. با توجه به اینکه دامنه کاربرد این استاندارد فقط برای مقدار دوده است، به دست آوردن تمام داده های احتمالی نشان داده شده در منحنی (مطابق با شکل ۱) لازم نیست. مقادیر جرم اولیه در دمای °C ۲۳ (m_i) و جرم پس از روبش تا دمای °C ۹۰۰ (m_f) و هم چنین جرم آزمون قبل از شروع آزمون (m_s) باید ثبت شوند.

۶-۳ محاسبه و بیان نتایج آزمون (روش پ)

مقدار دوده را، بر حسب درصد وزنی، از معادله ۵ محاسبه کنید:

$$\frac{m_i - m_f}{m_s} \times 100\% \quad (5)$$

که در آن:

m_s جرم آزمون قبل از شروع آزمون، بر حسب g؛

m_i جرم آزمون قبل از اتلاف جرم ناشی از تکلیس، بر حسب g؛

m_f جرم آزمون پس از اتلاف جرم ناشی از تکلیس، بر حسب g می باشد.

میانگین حسابی مقدار دوده (بر حسب درصد) تعیین شده از سه آزمون را محاسبه کنید و نتیجه گرد شده را با دو رقم معنی دار ثبت کنید.

یادآوری ۱- در صورت لزوم (مطابق با یادآوری ۲ در بند ۳)، مقدار خاکستر را، بر حسب درصدی از جرم اولیه، از معادله ۶ به دست آورید:

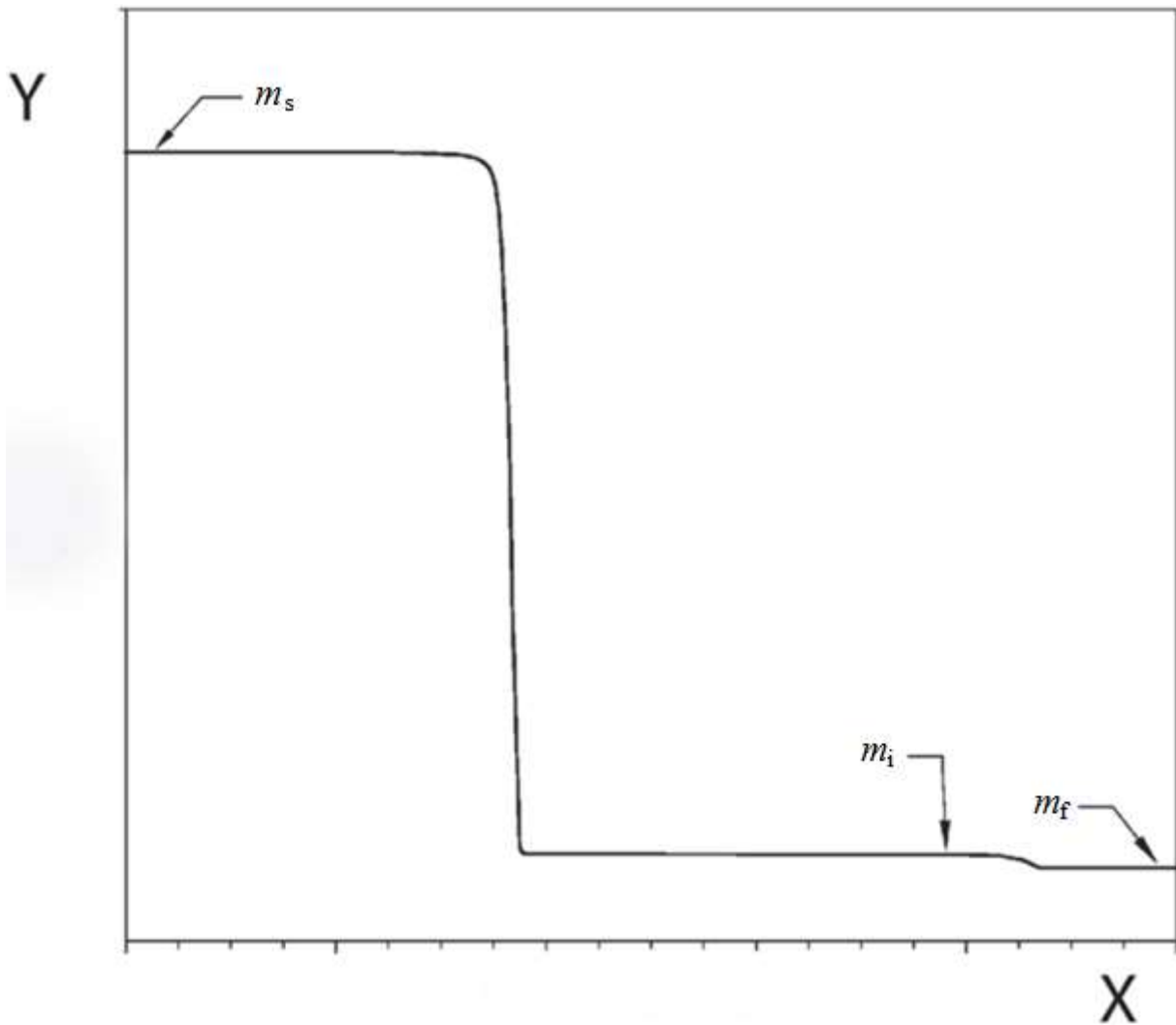
$$\frac{m_f}{m_s} \times 100\% \quad (6)$$

میانگین حسابی مقدار خاکستر تعیین شده از سه آزمون را محاسبه کرده و نتیجه گرد شده را با دو رقم معنی دار ثبت کنید.

توصیه می شود، نتایج آزمون به دست آمده از آزمون هایی که پس از آزمون رفتار نامشابه^۱ داشته اند، مردود اعلام شوند.

یادآوری ۲- گاهی جایگزین کردن «محاسبات نرم افزاری تحلیلی» با «محاسبات دستی با استفاده از نرم افزار» نیاز است؛ در این صورت جرم آزمون در هر مرحله، قبل از اتلاف دوده و پس از آن، ثبت می شود.

1- Anomalous



راهنما:

Y	جرم (mg)
X	دما (°C) بر زمان (min)
m_s	جرم آزمون قبل از شروع آزمون، بر حسب mg
m_i	جرم قبل از اتلاف جرم ناشی از تکلیس، بر حسب mg
m_f	جرم پس از اتلاف جرم ناشی از تکلیس، بر حسب mg

شکل ۱- نمونه‌ای از منحنی گرماوزن‌سنجی

۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- الف- ارجاع به این استاندارد و سال انتشار (یعنی 1398: INSO ...);
- ب- اطلاعات کامل نمونه و روشی که نمونه برداشته شده (از ماده تحویل شده یا از دیواره لوله یا اتصال);
- پ- روش آزمون و تعداد نمونه‌های آزمون‌شده;

- ت- مقدار دوده، بر حسب درصد وزنی، که در هر روش انجام آزمون محاسبه شده است.
— مقادیر جداگانه
— مقدار میانگین
- ث- وجود یا عدم وجود خاکستر پس از تکلیس؛ اگر مقدار خاکستر بیشتر از ۱٪ جرم اولیه آزمون باشد، مقدار آن را گزارش کنید و در گزارش آزمون به صورت یادآوری اضافه کنید که احتمالاً مقدار دوده بیشتر از مقدار واقعی تخمین زده شده است.
- ج- تمام جزئیات عملیاتی که در این استاندارد ارائه نشده یا اختیاری در نظر گرفته شده است و همچنین هر رویدادی که تاثیر احتمالی بر نتایج آزمون دارد.
- چ- تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

تغییرات اعمال شده در استاندارد منبع

الف-۱ بخش‌های اضافه شده

- زیربند ۴-۱-۱: برای رفع ابهام، یادآوری ۲ اضافه شده است.
- زیربند ۴-۴، معادله ۲: برای رفع ابهام و هماهنگی با توضیحات معادله ۱، عبارت «در صورت وجود خاکستر» به توضیحات m_3 اضافه شده است.
- زیربند ۶-۳: برای رفع ابهام در خصوص توضیحات معادله ۵، عبارت «ناشی از تکلیس» اضافه شده است.

الف-۱ بخش‌های حذف شده

- بند ۱: باتوجه به اینکه در ویرایش سال ۲۰۱۹ استاندارد منبع، برخلاف ویرایش سال ۱۹۸۶، هیچگونه ویژگی پایه برای لوله‌ها و اتصالات پلی‌اتیلن ارائه نشده است، لذا عبارت «و تهیه ویژگی پایه برای لوله‌ها و اتصالات پلی‌اتیلن (Basic specification for polyethylene pipes and fittings)» از پاراگراف اول حذف شده است.

الف-۲ بخش‌های جایگزین شده

- بند ۳، قسمت ب: در قسمت ۲، برای هماهنگی با زیربند ۵-۲-۶-۲، عبارت « $(10 \pm 0.1) \text{ min}$ » جایگزین عبارت « $(10 \pm 0.5) \text{ min}$ » شده است.
 - زیربند ۴-۱، عنوان: باتوجه به اینکه گاز نیتروژن خنثی است و جزو واکنش‌گرها محسوب نمی‌شود، عبارت «مواد/واکنش‌گرها» جایگزین «واکنش‌گرها» شده است.
 - زیربند ۴-۳-۶: برای تصحیح اشتباه تایپی در دو پاراگراف آخر، عبارت «دسیکاتور (مطابق با زیربند ۴-۲-۴)» جایگزین «دسیکاتور (مطابق با زیربند ۴-۲-۴)» شده است.
- دسیکاتور (مطابق با زیربند ۴-۲-۳)
- زیربند ۵-۲-۶-۱، پاراگراف ۱: برای تصحیح اشتباه تایپی، عبارت « $(10 \pm 0.5) \text{ min}$ » جایگزین عبارت « $(10 \pm 5) \text{ min}$ » شده است.
 - زیربند ۵-۲-۶-۱، پاراگراف ۳: برای تصحیح اشتباه تایپی، عبارت « $(30 \pm 0.5) \text{ min}$ » جایگزین عبارت « $(30 \pm 5) \text{ min}$ » شده است.
 - زیربند ۵-۲-۶-۲، پاراگراف ۲: برای تصحیح اشتباه تایپی، عبارت « $(10 \pm 0.1) \text{ min}$ » جایگزین عبارت « $(10 \pm 1) \text{ min}$ » شده است.