



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران  
۳۶۶۹

تجدیدنظر دوم

۱۳۹۵

INSO  
3669  
2nd .Revision  
2017

کربن بلک (دوده) – تعیین قدرت سیاهی

Carbon Black – Determination of  
Tint strength

ICS:83.040.20

استاندارد ملی ایران شماره ۳۶۶۹ (تجدیدنظر دوم): سال ۱۳۹۵

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No.1294 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.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

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

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بندیک 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 استاندارد 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 یکپارچه 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان 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 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، آزمایشگاه‌ها 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

« کربن بلک (دوده) – تعیین قدرت سیاهی »

(تجدیدنظر دوم)

### سمت و/یا محل اشتغال:

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی

### رئیس:

سلطانی، صدیقه  
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

### دبیر:

پژوهشگاه استاندارد

اسماعیل پور، سوسن  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت یزد تایر

بابایی، علی اصغر  
(کارشناسی مهندسی پلیمر)

شرکت کربن ایران

بساک زاده، امید  
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

شرکت کربن سیمرغ

تحصیلی، محمد  
(کارشناسی شیمی کاربردی)

گروه صنعتی بارز

جلالی، غلامرضا  
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

شرکت لاستیک پارس

حسنوند، مراد  
(کارشناسی مهندسی پلیمر)

شرکت کربن سیمرغ

زنگانه، حسن  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

سالاروند، زهره  
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شادابی نژاد، مهسا

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

شهینی، کامبیز

(کارشناسی مهندسی شیمی)

ضیایی، محمد

(کارشناسی مهندسی شیمی)

غفارزاده، فاطمه

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

فاطمی، محمد

(کارشناسی مهندسی شیمی)

فتوحی، فرسا

(کارشناسی شیمی)

قربانی گل پرور، مرتضی

(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

**ویراستار:**

سالاروند، زهره

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

**سمت و/یا محل اشتغال:**

شرکت صنعتی دوده فام

شرکت کربن ایران

شرکت کویر تایر

پژوهشگاه استاندارد

شرکت دوده صنعتی پارس

شرکت مهندسی و تحقیقات صنایع لاستیک

شرکت ایران تایر

پژوهشگاه استاندارد

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ نمونه‌برداری
۲	۴ اهمیت و کاربرد
۲	۵ اصول آزمون
۳	۶ مواد و / یا واکنش‌گرها
۳	۷ وسایل
۵	۸ کالیبراسیون و استانداردسازی
۷	۹ روش اجرای آزمون
۷	۹-۱ تهیه خمیر
۱۰	۹-۲ تهیه فیلم خمیر
۱۰	۹-۳ اندازه‌گیری بازتابش
۱۱	۱۰ محاسبه
۱۲	۱۱ گزارش آزمون
۱۳	پیوست الف آگاهی‌دهنده (دقت و اریبی روش آزمون)

## پیش‌گفتار

استاندارد «کربن‌بلک (دوده) - تعیین مقدار قدرت سیاهی» که نخستین‌بار در سال ۱۳۷۴ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای دومین‌بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزار و پانصد و هفتاد و نهمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۵/۱۲/۱۷ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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 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 ایران استفاده کرد. این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۳۶۶۹: سال ۱۳۸۸ می‌شود.

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

ASTM D 3265: 2015, Standard Test Method for Carbon Black – Tint Strength

## کربن بلک (دوده) – تعیین قدرت سیاهی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارایه روش تعیین قدرت سیاهی کربن بلک نسبت به یک کربن بلک مرجع صنعتی<sup>۱</sup> (ITRB) است.

### ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت 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:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۴، کربن بلک (دوده) – نمونه‌برداری از محموله‌های فله

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۷، کربن بلک (دوده) – نمونه‌برداری از محموله‌های بسته‌بندی شده

2-3 ASTM D 4483, Practice for Evaluating Precision of Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Industries

2-4 ASTM D 4821, Standard Guide for Carbon Black – Validation of Test Method Precision and Bias

### ۳ نمونه‌برداری

نمونه‌برداری از کربن بلک باید طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۴ یا استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۷ انجام شود.

---

1- Industry tint reference black



## ۴ اهمیت و کاربرد

۱-۴ برای گستره وسیعی از کربن بلک‌های مورد مصرف در صنعت لاستیک، قدرت سیاهی تا حد زیادی به اندازه ذرات بستگی دارد. قدرت سیاهی می‌تواند معرف اندازه ذرات باشد، اگرچه این مشخصه، به ساختار و توزیع اندازه کلوخه‌ها نیز وابسته است. بنابراین تفاوت قدرت سیاهی انواع مختلف کربن بلک می‌تواند تفاوت‌هایی غیر از اندازه ذرات را نشان دهد.

یادآوری- این روش آزمون، ابتدا برای کربن بلک‌های سری N100، N200 و N300 تهیه شده است.

۲-۴ در صنعت کربن بلک، برای تهیه خمیر، از اکسید روی و کربن بلک به‌منظور تعیین مقادیر قدرت سیاهی، از یک دستگاه مولر خودکار<sup>۱</sup> استفاده شده است. مطالعه گسترده یک دستگاه اختلاط جدید<sup>۲</sup> و روش تهیه خمیر به‌وسیله آن، نشان می‌دهد که برای همه کربن بلک‌های کارکاس (Carcass) یا انواع نرم و اکثر کربن بلک‌های ترد (Tread) غیر از انواع N100 که مساحت سطح زیادی دارند و کربن بلک‌های خاص، نتایج مشابهی به دست می‌آید. بنابراین برای جایگزین کردن روش جدید، مسئولیت حصول اطمینان از پراکنش مناسب کربن بلک موردنظر، برعهده کاربر است. تا زمانی که داده‌های دقت برای روش جدید تعیین شود، در موارد اختلاف بین تولیدکننده و مصرف‌کننده، باید از دستگاه مولر خودکار به‌عنوان روش مرجع استفاده شود.

۳-۴ واژه ITRB در کل متن این استاندارد هم برای کربن بلک مرجع صنعتی (ITRB) و هم برای ITRB2 استفاده می‌شود. ITRB که به‌عنوان ماده مرجع اولیه در آزمون قدرت سیاهی استفاده می‌شود در دسترس نیست و جایگزین آن ITRB2 است. هر جا لازم باشد، که بین ITRB و ITRB2 تفاوت قایل شد، برای مثال در محاسبات، در متن به صراحت اشاره خواهد شد.

## ۵ اصول آزمون

کربن بلک با یک پودر سفید (اکسید روی) و یک حامل مایع (اپوکسید روغن سویا) مخلوط شده و یک خمیر سیاه یا خاکستری به‌وجود می‌آید. سپس این خمیر روی صفحه‌ای کشیده می‌شود، تا یک سطح مناسب برای اندازه‌گیری بازتابش نور به‌وسیله دستگاه بازتاب‌سنج فوتوالکتریک، ایجاد شود. بازتابش حاصل از نمونه مورد آزمون با بازتابش کربن بلک مرجع صنعتی (ITRB) که به‌روش مشابهی تهیه شده، مقایسه می‌شود. برای تعیین قدرت سیاهی نمونه، چنانچه کالیبراسیون و استاندارد کردن، طبق بند ۸ با ITRB اصل انجام شده باشد، نسبت

---

1-Automatic Muller  
2- Speed Mixer (DAC 150 FVZ)

بازتابش کربن‌بلک مرجع به بازتابش نمونه مورد آزمون، در عدد ۱۰۰ و چنانچه از ITRB2 استفاده شده باشد، در عدد ۱۰۱٫۳۴ ضرب می‌شود.

## ۶ مواد و / یا واکنش‌گرها

۱-۶ در کلیه مراحل آزمون، از مواد با خلوص تجزیه‌ای، استفاده کنید، مگر در مواردی که نوع دیگر از مواد توصیه شده باشد. انواع دیگر مواد به شرطی می‌توانند استفاده شوند که اطمینان حاصل شود، صحت اندازه‌گیری را کاهش نمی‌دهند.

۲-۶ کربن‌بلک مرجع صنعتی<sup>۱</sup> (ITRB)

۳-۶ نرم‌کننده<sup>۲</sup>، اپوکسید روغن سویا

۴-۶ الکل تقلیبی، برای تمیز کردن

۵-۶ اکسید روی

۶-۶ کربن‌بلک‌های مرجع استاندارد (SRB<sub>s</sub>)

۷-۶ پاراپلکس<sup>۳</sup>

## ۷ وسایل

۱-۷ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت  $\pm 0,1$  mg

۲-۷ دستگاه مولر خودکار

۳-۷ دستگاه فتومتری، با قابلیت تشخیص اختلاف مقدار نور بازتابیده از تهرنگ‌های<sup>۴</sup> مختلف خاکستری

---

۱- ITRB، به‌طور تجاری در دسترس نیست. البته هر نوع ITRB ذخیره می‌تواند استفاده شود.

2- Plasticizer

3- Paraplex

نام تجاری نرم‌کننده‌های پلیمری برای پوشش‌های رزینی، معمولاً پلی‌استر هستند ولی برخی از آن‌ها اپوکسیدهای مقاوم در برابر حرارت و نور می‌باشند.

4- Shades

برای عملکرد بهینه دستگاه، از دستورالعمل سازنده استفاده کنید.

۴-۷ آون، با قابلیت تنظیم دما در  $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$  و یکنواختی دمای  $\pm 5^\circ\text{C}$

۵-۷ استانداردهای بازتابش، برای کنترل کالیبراسیون دستگاه بازتاب‌سنج، متناسب با نوع دستگاه

۶-۷ کاردک، ۱۰۰ mm تا ۱۵۰ mm، با نوک انعطاف‌پذیر، ۲ عدد

۷-۷ سرنگ،  $5\text{ cm}^3$ ، پرشونده خودکار، با تجدیدپذیری  $\pm 0.2\text{ cm}^3$

۸-۷ دستمال کاغذی نم‌گیر، جاذب و بدون پُرز

۹-۷ وسیله تهیه فیلم خمیر

یکی از وسایل زیر می‌تواند به کار گرفته شود:

۱-۹-۷ وسایل برای روش "کشیدن فیلم"

۱-۱-۹-۷ اپلیکاتور فیلم (فیلم کش)، برای تهیه فیلم با ضخامت  $0.076\text{ mm}$

۲-۱-۹-۷ صفحه شیشه‌ای صیقلی، با ابعاد تقریبی  $760\text{ mm} \times 500\text{ mm} \times 10\text{ mm}$

۲-۹-۷ وسایل برای روش "پخش‌کننده غلتکی"

۱-۲-۹-۷ پخش‌کننده غلتکی

۱۰-۷ دسیکاتور

۱۱-۷ مخلوط‌کن، فنجان‌ها و نگه‌دارنده<sup>۱</sup>

۱۲-۷ آسیاب آزمایشگاهی، مجهز به تیغه‌های خردکننده و کاهش‌دهنده محفظه<sup>۲</sup>

۱۳-۷ گلوله‌های ساینده شیشه‌ای،  $5\text{ mm}$

---

1-Speed Mixer ( DAC150 FVZ) , PP15 cups and holder  
2- IKA A-10 Analytical Mill, A-14 ss cutter, A-18 chamber reducer

## ۸ کالیبراسیون و استانداردسازی

### ۸-۱ خمیرهای استاندارد

با استفاده از جرم‌های ارزیابی شده در جدول ۱، خمیرهای ITRB را طبق روش بند ۹ تهیه کنید. هر یک از خمیرهای با جرم ۰٫۱۰۰۰g (با استفاده از مولر خودکار) یا ۰٫۱۲۰۰g (با استفاده از مخلوط‌کن) را دوبار تهیه کنید.

جدول ۱- جرم های ITRB توصیه شده برای تهیه خمیرهای استاندارد

واحد‌های سیاهی کالیبراسیون	کربن‌بلک مرجع صنعتی (ITRB)	
	تهیه خمیر با مخلوط‌کن	تهیه خمیر با مولر خودکار
۹۰٫۰	۰٫۱۰۸۰ g	۰٫۰۹۰۰ g
۱۰۰٫۰	۰٫۱۲۰۰ g	۰٫۱۰۰۰ g
۱۱۰٫۰	۰٫۱۳۲۰ g	۰٫۱۱۰۰ g
۱۲۰٫۰	۰٫۱۴۴۰ g	۰٫۱۲۰۰ g
۱۳۰٫۰	۰٫۱۵۶۰ g	۰٫۱۳۰۰ g

یادآوری- برای نمونه‌های با قدرت سیاهی بیشتر از ۱۳۰ واحد قدرت سیاهی، در مرحله استانداردسازی، خمیرهای با جرم ۰٫۱۴۰۰g و ۰٫۱۵۰۰g (با استفاده از مولر اتوماتیک) یا ۰٫۱۶۸۰g و ۰٫۱۷۰۰g (با استفاده از مخلوط‌کن) می‌تواند به جدول ۱ اضافه شود.

### ۸-۲ دستگاه اندازه‌گیری بازتابش<sup>۱</sup>

۸-۲-۱ دستگاه را به مدت ۳۰min روشن بگذارید تا گرم شود.

۸-۲-۲ سر بازتاب‌سنج را روی صفحه سیاه کالیبراسیون قرار دهید و دستگاه را با استفاده از پتانسیومتر کنترل صفر، روی ۰٫۰۰ تنظیم کنید.

۸-۲-۳ خمیری را با روش کشیدن فیلم (بند ۹-۲-۱) برای اندازه‌گیری بازتابش، تهیه کنید.

۱- متداول‌ترین دستگاه مورد استفاده، دستگاه Erichsen Tint Tester 527 است.

۸-۲-۴ با استفاده از یکی از خمیرهای استاندارد g ۰/۱۰۰۰ (با استفاده از مولر خودکار) یا g ۰/۱۲۰۰ (با استفاده از مخلوط‌کن) تهیه شده در بند ۸-۱، به وسیله پتانسیومتر کنترل کالیبراسیون، دستگاه را روی ۳۰۰ تنظیم کنید.

۸-۲-۵ تابش بقیه خمیر مورد استفاده را اندازه‌گیری کنید. برای قابل قبول بودن میزان بازتابش دو خمیر، مقدار اندازه‌گیری شده باید بین ۲/۹۹ تا ۳/۰۱ باشد.

۸-۲-۶ اگر دو خمیر قابل قبول بودند، به وسیله کاردک آن‌ها را مخلوط کرده و دستگاه را با استفاده از پتانسیومتر کنترل کالیبراسیون روی ۳۰۰ تنظیم کنید.

۸-۲-۷ اگر دو خمیر قابل قبول نبودند، خمیرهای دیگری با استفاده از یکی از خمیرهای مرجع g ۰/۱۰۰۰ و یا g ۰/۱۲۰۰ طبق بند ۹، تهیه کنید و بند ۸-۲-۵ را تکرار کنید.

۸-۲-۸ مقدار بازتابش همه خمیرهای مرجع بند ۸-۱ را تعیین کنید.

۸-۲-۹ با استفاده از معادله ۱، قدرت سیاهی خمیرهای استاندارد را محاسبه کنید.

$$(1) \quad 100 \times s / 300 = \text{قدرت سیاهی}$$

که در آن:

s مقدار بازتابش نمونه.

۸-۲-۱۰ همبستگی<sup>۱</sup> مقادیر استاندارد (مقادیر y) بر مقادیر اندازه‌گیری شده (مقادیر x) را با استفاده از روش حداقل مربعات، محاسبه کنید. (معادله خط را رسم کنید).

۸-۲-۱۱ مقادیر اندازه‌گیری شده برای نمونه‌های بعدی را با قراردادن آن‌ها در معادله خط (بند ۸-۲-۱۰) و به دست آوردن مقدار صحیح، اصلاح کنید.

۸-۲-۱۲ ضرایب همبستگی جدید را به‌طور دوره‌ای (معمولاً ماهانه) تعیین کنید.

یادآوری- تهیه خمیر و معادله خط مناسب می‌تواند با آزمون حداقل یک SRB نوع ترد (SRB A-C) صحه‌گذاری شود. پس از نرمالیزه کردن و محاسبه طبق بند ۱۰، نمونه‌های SRB آزمون شده، باید در محدوده درستی ارائه شده در استاندارد ASTM D 4821 قرار گیرند.

۸-۲-۱۳ کالیبراسیون صحیح و استاندارد کردن دستگاه، واکنش گرما، مواد و روش آزمون، باید به طور دوره‌ای با استفاده از کربن‌بلک‌های مرجع (بند ۶-۶) کنترل شود. مقادیر قدرت سیاهی استاندارد و حدود قابل قبول برای آزمون کربن‌بلک‌های مرجع را می‌توان از استاندارد ASTM D 4821 به دست آورد.

### ۸-۳-۳ دستگاه مینی اسکن اندازه‌گیری بازتابش<sup>۱</sup>

۸-۳-۱-۱ دستگاه را با کاشی‌های سیاه و سفید کالیبره کنید.

۸-۳-۲-۲ دستگاه را در وضعیت "تنظیم" قرار داده و با مقیاس رنگ XYZ، روشنایی D65 و مشاهده‌کننده  $10^{\circ}$ ، برای میانگین حداقل سه بار خواندن، تنظیم کنید (توجه کنید که Y مربوط به تابع تاریکی / روشنایی است، بنابراین اطلاعات موردنظر را بیان می‌کند).

۸-۳-۳-۳ مقدار بازتابش هر یک از خمیرهای ITRB را سه بار بخوانید و فقط میانگین مقادیر Y را ثبت کنید. مقدار Y برای خمیر g ۰٫۱۰۰۰ مولر خودکار یا خمیر g ۰٫۱۲۰۰۰ مخلوط‌کن، باید حدود ۲٫۶۰ باشد. مقدار قدرت سیاهی خمیرهای ITRB را با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید.

$$(2) \quad 100 \times (I/Y) = \text{قدرت سیاهی}$$

که در آن:

I مقدار بازتابش خمیر ITRB، با جرم g ۰٫۱۰۰۰ یا g ۰٫۱۲۰۰؛

Y مقدار بازتابش نمونه.

۸-۳-۴ برای تکمیل کالیبراسیون دستگاه، بندهای ۸-۲-۱۰ تا ۸-۲-۱۳ را انجام دهید.

## ۹ روش اجرای آزمون

### ۹-۱ تهیه خمیر

#### ۹-۱-۱ تهیه خمیر با مولر خودکار

۹-۱-۱-۱ اکسیدروی (بند ۶-۵)، ITRB (بند ۶-۲) و نمونه کربن‌بلک را به مدت ۱ h درون آون (بند ۷-۴) در دمای  $(1 \pm 125)^{\circ}\text{C}$  خشک کنید. سپس آن‌ها را درون دسیکاتور قرار دهید تا به دمای محیط برسند.

**یادآوری ۱ – ITRB** باید در روز انجام آزمون و ترجیحاً به‌طور هم‌زمان با نمونه، خشک شود. فقط مقدار مورد نیاز را خشک کنید، زیرا ITRB نباید به‌طور مکرر خشک شود.

**یادآوری ۲ –** به‌عنوان یک مرحله اختیاری در اجرای آزمون، ممکن است نمونه کربن‌بلک پیش‌از خشک کردن و توزین، با استفاده از یک هاون یا آسیاب ضعیف (برای مثال آسیاب قهوه)، یکنواخت شود.

**۹-۱-۱-۲** درون ظرف توزین،  $g$  ۰/۱۰۰۰ از نمونه کربن‌بلک و سپس روی آن،  $g$  ۳/۷۵۰۰ اکسید روی وزن کنید. برای کربن‌بلک‌های سری N500، N600 و N700،  $g$  ۰/۲۰۰۰ نمونه و  $g$  ۳/۷۵۰۰ اکسید روی وزن کنید.

**۹-۱-۱-۳** به‌وسیله سرنگ (بند ۷-۷)  $cm^3$   $(\pm 0.2)$  یا  $g$  ۲/۲۰ از نرم‌کننده (بند ۶-۳) را وسط صفحه اختلاط بریزید.

**یادآوری –** اگر با  $cm^3$  ۲/۲۰ ( $g$  ۲/۲۰) از نرم‌کننده، خمیر شل و غیرقابل کنترلی به‌دست آمد، می‌توان از  $cm^3$  ۲/۰۰ ( $g$  ۲/۰۰) نرم‌کننده برای نمونه و ITRB استفاده کرد.

**۹-۱-۱-۴** کربن‌بلک و اکسیدروی (بند ۹-۱-۱-۲) را وسط نرم‌کننده (بند ۹-۱-۱۳) بریزید و آن‌ها را به‌وسیله کاردک تا حد امکان در وسط صفحه، با هم مخلوط کنید تا کاملاً یکنواخت شوند. کاردک را به لبه صفحه بکشید تا مواد روی آن تمیز شده و چیزی هدر نرود.

**۹-۱-۱-۵** دستگاه مولر (بند ۷-۲) را برای ۲۵ دور چرخش تنظیم کنید. یک جرم اضافی روی بازو قرار دهید تا نیروی معادل  $N$  ۴۴۵ روی صفحه ایجاد کند. صفحه‌ها را ببندید. بازوی جرم را بالا آورده و دستگاه را روشن کنید.

**۹-۱-۱-۶** بعد از ۲۵ چرخش، بازوی جرم را پایین آورده و صفحه‌ها را باز کنید. به‌وسیله کاردک، مواد روی صفحه بالایی را تا حد امکان تراشیده و به مرکز صفحه پایینی منتقل کنید. سپس در حال چرخاندن صفحه پایینی، با استفاده از کاردک، خمیر را پخش کرده و به‌طور دایره‌ای صاف کنید. همه خمیر را درست در مرکز صفحه جمع کنید. این کار را دوبار دیگر تکرار و مواد روی کاردک را با کشیدن روی صفحه بالایی تمیز کنید.

**۹-۱-۱-۷** بندهای ۹-۱-۱-۵ و ۹-۱-۱-۶ را سه بار دیگر (جمعاً ۴ بار با ۲۵ دور چرخش) تکرار کنید.

**۹-۱-۱-۸** خمیر را به یک سطح تمیز و صاف منتقل کرده و صفحات دستگاه را با حلال (بند ۶-۴) و دستمال کاغذی (بند ۷-۸) تمیز کنید.

هشدار - الکل تقلیبی به شدت قابل اشتعال است. فقط مقادیر کمی از آن را برای تمیز کردن استفاده کنید و اطمینان حاصل کنید که محیط کار از تهویه مناسبی برخوردار است. دستگاه را بلافاصله پس از تمیز کردن، روشن نکنید زیرا بخارات اتانول / هوا ممکن است مشتعل شود.

#### ۹-۱-۲ تهیه خمیر با مخلوط کن

کربن بلک های ساچمه ای را مطابق بند ۹-۱-۲-۱ آسیاب کنید و برای کربن بلک های پودری کار را از بند ۹-۱-۲ شروع کنید.

۹-۱-۲-۱ آسیاب آزمایشگاهی (بند ۷-۱۱) را با دستمال کاغذی و به کارگیری خلاء، طوری پاک کنید تا تمیز به نظر بیاید. برای بهتر تمیز شدن محفظه و تیغه ها، می توان تکه های دستمال کاغذی را داخل آسیاب انداخت.

g (۴-۵) کربن بلک ساچمه ای را درون آسیاب بریزید. کاهش دهنده محفظه را وارد کرده و در آن را ببندید. نمونه را ۱۵ s آسیاب کنید و دور بریزید. مجدداً آسیاب را تمیز کرده و g (۴-۵) از نمونه را داخل آن بریزید و دوبار، هربار به مدت ۱۵ s آسیاب کنید. پس از برداشتن درپوش و خارج کردن کاهش دهنده محفظه، به وسیله کاردک، کربن بلک را از تیغه ها و دیواره های آسیاب جدا کنید.

مجدداً کاهش دهنده محفظه را وارد کرده و دوبار، هربار به مدت ۱۵ s آسیاب کنید. درپوش را برداشته، کاهش دهنده را خارج کنید و با کاردک کربن بلک را از تیغه ها و دیواره های آسیاب جدا و خارج کنید (نمونه باید درون آون خشک شود).

۹-۱-۲-۲ شتاب دستگاه (ramp up=10s) را تنظیم کنید. یک فنجان با جرم g ۱۵ را روی ترازو (بند ۷-۱) توزین و g ۴/۵۰۰۰ اکسید روی را درون آن وزن کنید. درون اکسیدروی، یک گودی برای ریختن کربن بلک درست کنید تا تماس کربن بلک با دیواره فنجان، به حداقل برسد. g ۰/۱۲۰۰ کربن بلک درون گودی ایجاد شده در اکسیدروی وزن کنید (برای کربن بلک های سری N500، N600 و N700، g ۰/۲۴۰۰ وزن کنید).

در فنجان را ببندید و به آرامی آن را درون نگه دارنده قرار دهید، به طوری که اکسیدروی و کربن بلک مخلوط نشوند. نگه دارنده را در سبد دستگاه قرار داده و به مدت ۳ min با ۲۵۰۰ r/min مخلوط کنید (اطمینان پیدا کنید که دهانه فنجان رو به بالا قرار گرفته و کربن بلک روی درپوش نمی ریزد).

نگه دارنده را از دستگاه و فنجان را از نگه دارنده جدا کرده و درپوش را به دقت بردارید. ۸ عدد ساینده شیشه ای (بند ۷-۱۲) و g ۲/۶۴ پاراپلکس (بند ۶-۷) اضافه کنید. درپوش را بگذارید، فنجان را درون نگه دارنده و نگه دارنده را طوری داخل دستگاه قرار دهید که مخلوط به هم نخورد. سپس به مدت ۲/۰ min در ۳۵۰۰ r/min مخلوط کنید (برای ۳۵۰۰ r/min باید سرعت ثابت روی ۲ تنظیم شود).

فنجان را از دستگاه جدا کرده و خمیر را خارج کنید.



**یادآوری-** خمیر حاصل از این روش، حاوی دانه‌های شیشه‌ای است که در صورت استفاده از روش کشش فیلم (بند ۹-۲-۱)، می‌توان این دانه‌ها را هنگام کشیدن فیلم با اپلیکاتور، از خمیر جدا کرد. در صورت استفاده از روش پخش‌کننده غلتکی (بند ۹-۲-۲)، دانه‌ها باید قبل از به‌کارگیری غلتک جدا شوند.

۹-۱-۳ خمیر را برای اندازه‌گیری بازتابش، طبق روش بند ۹-۲-۱ یا ۹-۲-۲ آماده و طبق روش بند ۹-۳-۱ یا ۹-۳-۲ بازتابش را اندازه‌گیری کنید.

#### ۹-۲ تهیه فیلم خمیر

خمیر تهیه شده طبق بند ۹-۱-۱ یا ۹-۱-۲ می‌تواند به یکی از دو روش زیر به‌صورت فیلم در بیاید.

#### ۹-۲-۱ روش کشیدن فیلم

۹-۲-۱-۱ صفحه شیشه‌ای (بند ۹-۱-۷) را با دستمال کاغذی نم‌گیر (بند ۷-۸) تمیز کنید تا ذرات یا لایه نازک غبار از روی آن پاک شود.

۹-۲-۱-۲ به‌وسیله کاردک، مقداری از خمیر (تهیه شده در بند ۹-۱-۱ یا ۹-۱-۲) را نزدیک لبه بالایی صفحه شیشه‌ای قرار دهید. با استفاده از اپلیکاتور فیلم (بند ۹-۱-۷)، با فشاری ملایم و ثابت، در مدت  $s(۳-۲)$ ، خمیر را به‌طرف لبه پایینی صفحه بکشید. اپلیکاتور را بلند کرده و بدون پاک کردن اضافی خمیر چسبیده به آن، آن را به محل شروع کشیدن فیلم برگردانده و مجدداً خمیر را در مدت  $s(۳-۲)$ ، به طرف لبه پایینی صفحه بکشید. فیلم ایجاد شده باید سطح یکنواختی با پهنای حدود ۶۵ mm داشته باشد. اگر سطح یکنواخت نیست، فیلم دیگری بکشید.

**یادآوری-** ضخامت اسمی فیلم خیس ۰/۰۴ mm، یا نصف شکاف واقعی اپلیکاتور خواهد بود.

#### ۹-۲-۲ روش پخش‌کننده غلتکی

خمیر نیاز به هیچ‌گونه آماده‌سازی ندارد، زیرا مستقیماً روی غلتک گردان پخش‌کننده، قرار می‌گیرد.

#### ۹-۳ اندازه‌گیری بازتابش

##### ۹-۳-۱ دستگاه متداول اندازه‌گیری بازتابش- روش کشیدن فیلم

به‌فاصله ۷۵ mm از لبه بالایی خمیر کشیده شده روی صفحه شیشه‌ای (بند ۹-۲-۱)، سر بازتاب‌سنج را روی خمیر ITRB (۱۰۰٪) طوری تنظیم کنید که برای حداقل ۴ بار اندازه‌گیری در

محل‌های مختلف، میانگین ۳۱۰۰ را نشان دهد. به این ترتیب دستگاه به درستی برای اندازه‌گیری بازتابش بقیه خمیرها تنظیم شده است. در محاسبه (بند ۱۰)، از عدد ۳۱۰۰ برای ITRB استفاده کنید. بعد از خواندن بازتابش همه خمیرها، صفحه شیشه‌ای را تمیز کنید.

### ۹-۳-۲ دستگاه مینی اسکن اندازه‌گیری بازتابش - روش کشیدن فیلم

به فاصله ۷۵ mm از لبه بالایی خمیر کشیده شده روی صفحه شیشه‌ای (بند ۹-۲-۱)، سر بازتاب‌سنج را روی خمیر قرار داده و بازتابش را در حداقل ۳ نقطه مختلف خمیر، بخوانید. در محاسبه (بند ۱۰)، از میانگین این ۳ عدد به عنوان مقدار بازتابش نمونه استفاده کنید. بعد از خواندن بازتابش همه خمیرها، صفحه شیشه‌ای را تمیز کنید.

### ۱۰ محاسبه

قدرت سیاهی را با تقریب ۰/۱ واحد، از معادله ۳ محاسبه کنید.

$$T = \{ [I/S \times 100 \times M] + B \} \times f \quad (3)$$

که در آن:

T قدرت سیاهی، بر حسب واحد سیاهی؛

I مقدار بازتابش ITRB با جرم ۰/۱۰۰۰g؛

S مقدار بازتابش نمونه؛

M شیب معادله خط، از بند ۸-۲-۱۰؛

B عرض از مبدا معادله خط، از بند ۸-۲-۱۰؛

f ضریب تصحیح برای کالیبراسیون و استاندارد کردن در بند ۸، در صورت استفاده از ITRB برابر ۱ و در صورت استفاده از ITRB2 برابر ۱/۰۱۳۴

برای کربن‌بلک‌های سری N500، N600 و N700، برای به دست آوردن مقدار نهایی، پس از به کارگیری معادله خط، مقدار سیاهی را بر ۲ تقسیم کنید.

یادآوری- چنانچه نمودار کالیبراسیون ITRB، الزامات بند ۸-۱ را برآورده سازد، آنالیز همبستگی می تواند حذف شود.

## ۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد :

۱-۱۱ مشخصات کامل نمونه

۲-۱۱ ارجاع به شماره این استاندارد ملی

۳-۱۱ روش مورد استفاده در خواندن بازتابش

۴-۱۱ نتایج حاصل از اندازه گیری های منفرد با تقریب ۰٫۱ واحد

۵-۱۱ تاریخ انجام آزمون

## پیوست الف

### (آگاهی دهنده)

#### دقت و اربیبی<sup>۱</sup>

**الف-۱** دقت این روش براساس استاندارد ASTM D 4483 تهیه شده است. برای جزییات آماری بیشتر به آن استاندارد مراجعه کنید.

**الف-۲** نتایج دقت ارایه شده در این استاندارد، تخمینی از دقت روش آزمون با استفاده از موادی است که در یک برنامه بین‌آزمایشگاهی خاص استفاده شده است. برای این که پارامترهای دقت برای پذیرش یا عدم پذیرش آزمون دسته‌ای از مواد، به کار گرفته شوند، باید قابل استفاده بودن آن‌ها برای آن مواد و روش‌های آزمون توافق شده، اثبات شده باشد. مقادیر مناسب را می‌توان از جدول الف-۱ به دست آورد.

**الف-۳** یک برنامه بین‌آزمایشگاهی نوع ۱ طبق جدول الف-۱ اجرا شده است. تکرارپذیری و تجدیدپذیری، معرف شرایط آزمون کوتاه‌مدت (روزانه) هستند. آزمون توسط دو آزمایشگر در هر آزمایشگاه، که آزمون را در دو روز و هر روز یک‌بار روی هر ماده (کلاً ۴ بار) انجام می‌دهند، اجرا شده است.

**الف-۴** نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول الف-۱ ارایه شده است. مواد به ترتیب صعودی «سطح میانگین» مرتب شده‌اند.

#### الف-۵ تکرارپذیری

تکرارپذیری نسبی ادغام شده ( $t$ ) این روش معادل ۲٫۷۹٪ است. در صورت لزوم مقادیر دیگر جدول الف-۱ می‌تواند به عنوان تخمینی از تکرارپذیری استفاده شود. در صورت اجرای صحیح و معمول روش، اختلاف بین دو نتیجه آزمون (یا دو اندازه‌گیری) منفرد که از مواد یکسان، در شرایط تکرارپذیر، به دست می‌آید، به طور متوسط نباید در بیش از یک مورد از هر ۲۰ مورد، از مقدار تکرارپذیری تجاوز کند. اگر دو نتیجه آزمون منفرد، بیش از مقادیر جدول الف-۱ با هم اختلاف داشته باشند، باید مشکوک شد که به جمعیت‌های مختلف تعلق دارند و در مورد آن‌ها اقدام مناسب به عمل آورد.

**یادآوری** - اقدام مناسب می‌تواند بازرسی روش اجرای آزمون یا وسایل، یا اعلام وجود یک اختلاف فاحش در مواد، نمونه‌ها و ... باشد، که منجر به آن دو نتیجه شده است.

#### الف-۶ تجدیدپذیری

تجدیدپذیری نسبی ادغام شده (R) این روش معادل ۵/۷۳٪ است. در صورت لزوم مقادیر دیگر جدول الف-۱ می‌تواند به‌عنوان تخمینی از تجدیدپذیری استفاده شود. در صورت اجرای صحیح و معمول روش، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که توسط دو آزمایشگر، در شرایط تجدیدپذیر، در آزمایشگاه‌های مختلف، روی مواد یکسان به‌دست می‌آید، به‌طور متوسط نباید در بیش از یک مورد از هر ۲۰ مورد، از مقدار تجدیدپذیری تجاوز کند. اگر دو نتیجه آزمون منفرد، بیش از مقادیر جدول الف-۱ با هم اختلاف داشته باشند، باید مشکوک شد که به جمعیت‌های مختلف تعلق دارند و در مورد آن‌ها اقدامات فنی / اقتصادی یا بازرسی مناسب به‌عمل آورد.

#### الف-۷ اریبی

دروازه‌نامه، اریبی عبارت از اختلاف بین یک مقدار میانگین حاصل از آزمون و مقدار مرجع (صحیح) است. مقادیر مرجع برای این روش وجود ندارد، زیرا مقدار یا سطح مشخصه مورد آزمون، منحصرأ به‌وسیله روش آزمون تعریف شده است. بنابراین اریبی نمی‌تواند تعیین شود.

جدول الف-۱- پارامترهای دقت (دقت نوع ۱)<sup>a</sup>

واحد قدرت سیاهی						یکها
(R)	S <sub>R</sub>	(r)	S <sub>r</sub>	سطح میانگین	تعداد آزمایشگاهها	مواد
۸/۴۹	۱/۵۵	۲/۶۹	۰/۴۹	۵۱/۷	۱۶	SRB F6 (N683)
۸/۳۴	۱/۶۷	۳/۳۴	۰/۶۷	۵۶/۸	۱۶	SRB D6 (N762)
۸/۰۷	۱/۷۱	۳/۰۳	۰/۶۴	۶۰/۰	۱۶	SRB E6 (N660)
۳/۹۶	۱/۵۸	۱/۳۹	۰/۵۶	۱۱۳/۱	۱۴	SRB C6 (N326)
۳/۲۵	۱/۳۵	۲/۶۸	۱/۱۲	۱۱۷/۸	۱۶	SRB B6 (N220)
۵/۶۳	۲/۵۸	۳/۰۰	۱/۳۷	۱۲۹/۸	۱۶	SRB A6 (N134)
				۸۸/۲		میانگین
۵/۷۳	۱/۷۹	۲/۷۹	۰/۸۷			مقادیر ادغام شده

<sup>a</sup> داده‌های دقت براساس مقادیر قدرت سیاهی نرمال شده است..

S<sub>r</sub> = انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی

r = تکرارپذیری، با یکای اندازه‌گیری

(r) = تکرارپذیری، درصد

S<sub>R</sub> = انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی

R = تجدیدپذیری، با یکای اندازه‌گیری

(r) = تجدیدپذیری، درصد