



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۲۴۷۸

تجدید نظر اول

۱۳۹۹

INSO

12478

1st Revision

2021

Identical with
ASTM D1619 :
2020

کربن بلک (دوده) - تعیین مقدار گوگرد -
روش‌های آزمون

**Carbon Black- Determination of sulfur
content- Test methods**

ICS:83.040.20

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov>

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 ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به‌روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را بر 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 استانداردهایی که 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، استانداردهایی 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، 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کربن بلک (دوده) - تعیین مقدار گوگرد - روش‌های آزمون»

رئیس:

جمال پور، سیفاله
(دکتری مهندسی پلیمر)

سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

بهروزی، سحر
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس استاندارد

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بیگدلی فر، ام‌البنین
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

شرکت جهاد زمزم - کارخانه اهواز

حیدری، لیدا
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

شرکت خوزستان پژوهش گستر بردیا

خودکار، فاطمه
(دکتری مهندسی پلیمر)

شرکت ایران یاسا تایر و رابر

دبیر شاه اوپسی، فرانک
(کارشناسی شیمی محض)

شرکت جهاد زمزم

دایی، مینا
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

اداره کل استاندارد استان خوزستان

سمیعی‌نیا، حلیمه
(کارشناسی مهندسی صنایع پلیمر)

عضو مستقل

شیرالی، لیلا
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

اداره کل استاندارد استان خوزستان

فتاحی‌نیا، مهناز
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

شرکت خوزستان پژوهش گستر بردیا

کمایی، مجتبی
(مهندسی صنایع پلیمر)

شرکت ماهران ساحل جنوب

سمت و/یا محل اشتغال:

شرکت کربن ایران

شرکت آبان بسپار توسعه

دانشگاه شهید چمران اهواز

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کیائی فر، ناصر
(کارشناسی ارشد مهندسی متالورژی)

گودرزی، هادی
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

ویراستار:

قمی، متینه
(دکتری شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اهمیت و کاربرد
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۲	۵ نمونه‌برداری
۲	روش الف، احتراق نمونه در دمای بالا با آشکارسازی جذب زیرقرمز
۲	۶ اصول آزمون
۳	۷ دستگاه
۳	۸ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۹ آماده‌سازی دستگاه
۴	۱۰ کالیبراسیون
۴	۱۱ روش اجرای آزمون
۵	۱۲ گزارش
۵	۱۳ دقت و اریبی
۷	روش ب، فلورسانس پرتو X
۷	۱۴ اصول آزمون
۷	۱۵ دستگاه
۷	۱۶ کالیبراسیون
۸	۱۷ روش اجرای آزمون
۸	۱۸ گزارش
۹	۱۹ دقت و اریبی

پیش‌گفتار

استاندارد « کربن بلک (دوده) - تعیین مقدار گوگرد - روش‌های آزمون » که نخستین بار در سال ۱۳۸۸ تدوین و منتشر شد، براساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در نود و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ ۱۳۹۹/۱۲/۱۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، 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 ۱۲۴۷۸: سال ۱۳۸۸ می‌شود.

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

ASTM D1619: 2020, Standard Test Methods for Carbon Black - Sulfur content

کربن بلک (دوده) – تعیین مقدار گوگرد – روش‌های آزمون

هشدار – در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد^۱

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌های اندازه‌گیری مقدار گوگرد در دوده است.

روش‌های آزمون شامل موارد زیر است:

- روش الف، احتراق نمونه در دمای بالا با آشکارسازی جذب زیر قرمز (IR)^۲ (بندهای ۶ تا ۱۳)
- روش ب، فلورسانس پرتو X (بندهای ۱۴ تا ۱۹)

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:

2-1 ASTM D 1509, Test Methods for Carbon Black- Heating Loss

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۸۱: سال ۱۳۸۸، کربن بلک (دوده) – تعیین کاهش جرم در اثر حرارت، با استفاده از استاندارد ASTM D 1509: 1995 (2007) تدوین شده است.

2-2 ASTM D 1799, Practice for Carbon Black – Sampling Packaged Shipment

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۷: سال ۱۳۹۳، کربن بلک (دوده) – نمونه‌برداری از محموله‌های بسته‌بندی شده، با استفاده از استاندارد ASTM D 1799: 2008 تدوین شده است.

2-3 ASTM D 1900, Practice for Carbon Black — Sampling Bulk Shipment

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۴: سال ۱۳۹۳، کربن بلک (دوده) – نمونه‌برداری از محموله‌های فله، با استفاده از استاندارد ASTM D 1900: 2011 تدوین شده است.

۱ – توضیحات تکمیلی در خصوص دامنه کاربرد این استاندارد، در بند اهمیت و کاربرد (به بند ۳ مراجعه شود) ارائه شده است.
2- Infrared

2-4 ASTM D 4483, Practice for Evaluating Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Manufacturing Industries

۳ اهمیت و کاربرد

۱-۳ مقدار کلی گوگرد در دوده جهت تعیین این که آیا ماده مطابق با ویژگی‌های موردانتظار می‌باشد مفید است و این کار با فراهم آوردن داده‌هایی برای توازن ماده گوگردی در یک فرآیند جهت گزارش‌دهی پایش زیست محیطی و در محاسبات برای بازسازی تولید مجدد یک ترکیب لاستیکی، انجام می‌شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

خلوص واکنشگرها، در همه آزمون‌ها به جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص شناخته‌شده استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۵ نمونه‌برداری

نمونه‌هایی از مواد بسته‌بندی‌شده باید مطابق با استاندارد ASTM D 1799 یا ASTM D 1900 برداشته شوند.

روش الف، احتراق نمونه در دمای بالا با آشکارسازی جذب زیرقرمز

۶ اصول آزمون

۱-۶ آزمون در یک کوره لوله‌ای شکل در حداقل دمای عملیاتی 1350°C ، تحت اکسیژن، سوزانده می‌شود تا گوگرد اکسید شود. رطوبت و مواد ذره‌ای به وسیله تله‌های پرشده با منیزیم پرکلرات بدون آب، از گاز حذف می‌شوند. جریان گاز از درون یک سل^۱ عبور داده می‌شود که در آن گوگرد دی‌اکسید توسط یک آشکارساز جذب زیر قرمز (IR) اندازه‌گیری می‌شود. گوگرد دی‌اکسید، انرژی IR را در یک طول موج مشخص در محدوده طیف IR جذب می‌کند. هنگامی که گاز از میان بدنه سلی که انرژی IR در آن قابل انتقال است، عبور می‌کند، انرژی جذب می‌شود. بنابراین در آشکارساز، انرژی کمتری دریافت می‌شود. همه انرژی‌های دیگر IR قبل از رسیدن به آشکارساز توسط یک فیلتر طول موج معین، حذف می‌شوند. بنابراین جذب انرژی IR می‌تواند فقط به گوگرد دی‌اکسید نسبت داده شود که غلظت آن متناسب با تغییرات انرژی در آشکارساز است. از یک سل به‌عنوان مرجع و نیز محفظه اندازه‌گیری استفاده می‌شود. کل گوگرد به‌صورت

گوگرد دی‌اکسید به‌طور پیوسته تشخیص داده می‌شود. این روش آزمون، یک روش تجربی است. بنابراین دستگاه باید با استفاده از مواد مرجع استاندارد (SRM)^۱ کالیبره شود.

۲-۶ این روش آزمون برای استفاده در آنالیزورهای گوگرد در دسترس تجاری است که برای انجام خودکار عملیات‌های قبلی مجهز باشند و باید با استفاده از مواد مرجع استاندارد (دوده) با مقدار گوگرد معلوم بر پایه گستره گوگرد در هر نمونه دوده مورد آنالیز، کالیبره شود.

۷ وسایل

۱-۷ دستگاه اندازه‌گیری، تجهیز شده برای احتراق آزمون به‌طور خودکار

۲-۷ لوله احتراق، از جنس مولیت^۲، چینی یا زیرکون^۳، با قطر داخلی حدود ۴۰ mm تا ۴۵ mm و ضخامت دیواره ۳ mm، طول حداقل ۴۵۰ mm با امکاناتی برای هدایت گازهای حاصل از احتراق به درون سل زیرقرمز.

۳-۷ جابه‌جاکننده قایقک، میله از جنس یک ماده مقاوم به حرارت با انتهای خمیده یا دایره‌ای شکل برای وارد و خارج کردن قایقک‌ها از لوله احتراق.

۴-۷ آون خشک‌کن همرفت گرانشی، با قابلیت نگهداری دما در $(125 \pm 5)^\circ\text{C}$

۸ مواد و واکنشگرها

۱-۸ خلوص واکنش‌گرها، به زیربند ۴-۱ مراجعه شود.

۲-۸ منیزیم پرکلرات

۹ آماده‌سازی دستگاه

۱-۹ دستگاه را مطابق با دستورکارهای سازنده، سرهم کنید. قبل از کالیبراسیون سامانه، حداقل دو اندازه‌گیری (به زیربند ۱۰-۳ مراجعه شود) برای تثبیت شرایط تجهیزات انجام دهید.

1- Standard Reference Material
2- Mullite
3- Zircon

۱۰ کالیبراسیون

۱-۱۰ نمونه‌های استاندارد را انتخاب کنید که مقدار گوگرد آنها حدود $0,5\%$ ، $1,0\%$ و $1,5\%$ باشد.

۲-۱۰ تنظیم پاسخ سامانه اندازه‌گیری، حدود $0,5\text{ g}$ از نمونه استاندارد با میزان گوگرد $1,0\%$ را وزن کنید. آزمون را آنالیز کنید (به بند ۱۱ مراجعه شود). این رویه را تکرار کنید. تجهیزات را مطابق با توصیه سازنده تنظیم کنید تا عدم انحراف نشان داده شود.

۳-۱۰ رویه کالیبراسیون، چهار آزمون از نمونه استاندارد با میزان گوگرد $1,0\%$ را وزن کنید. رویه کالیبراسیون پیشنهادی توسط سازنده را انجام دهید. کالیبراسیون را با آنالیز نمونه استاندارد با میزان گوگرد $1,0\%$ تأیید کنید. توصیه می‌شود مقدار به‌دست آمده در محدوده مجاز مقدار معلوم، باشد. در غیر این صورت، رویه را تکرار کنید. سپس دو آزمون از نمونه‌های استاندارد کالیبراسیون دیگر را وزن و آنالیز کنید. نتایج را بعد از هر آنالیز ثبت کنید. نتایج به‌دست آمده را با مقادیر معلوم گوگرد آزمون‌ها مقایسه کنید. توصیه می‌شود مقادیر به‌دست آمده در محدوده مجاز مقدار معلوم آزمون مربوطه باشند. در غیر این صورت برای بررسی خطی بودن آنالیزور به دستورکارهای سازنده مراجعه کنید.

۱۱ روش اجرای آزمون

۱-۱۱ آماده‌سازی نمونه، یک نمونه کافی از دوده را به مدت حداقل 1 h در یک آون همرفت گرانشی تنظیم شده در دمای $(125 \pm 5)^\circ\text{C}$ ، در یک ظرف روباز با ابعاد مناسب خشک کنید به طوری که عمق دوده بیشتر از 10 mm نباشد. قبل از استفاده در یک دسیکاتور تا دمای اتاق خنک کنید.

۲-۱۱ آنالیزور را پایدار و کالیبره کنید (به زیربندهای ۱-۱۰ تا ۳-۱۰ مراجعه شود).

۳-۱۱ دمای کوره را مطابق با توصیه سازنده تا حداقل 1350°C بالا ببرید. آزمون‌های با حداکثر $0,5\text{ g}$ دوده وزن کنید. آزمون را به طور یکنواخت در یک قایقک احتراق پخش کنید و با استفاده از جابه‌جاکننده قایقک، آزمون را حداقل به مدت 2 min یا تا احتراق کامل، در ناحیه داغ کوره قرار دهید. یادآوری - بهتر است چرخه تجزیه‌ای به محض تشخیص گوگرد، به طور خودکار شروع شود.

۴-۱۱ هنگامی که آنالیز کامل می‌شود، بهتر است تجهیزات، مقدار گوگرد را نشان دهد. به رویه پیشنهادی سازنده مراجعه شود.

۱۲ گزارش

۱-۱۲ مقدار درصد گوگرد به طور مستقیم از دستگاه به دست می آید.

۲-۱۲ نتایج را با تقریب 0.1% گزارش کنید.

۱۳ دقت و اریبی

۱-۱۳ این بیانیه‌های دقت مطابق با استاندارد ASTM D 4483 تهیه شده است. برای اصطلاحات و سایر جزئیات آماری به این استاندارد مراجعه شود.

۲-۱۳ نتایج دقت در این بند دقت و اریبی، تخمینی از دقت این روش آزمون با مواد مورد استفاده در برنامه‌های بین آزمایشگاهی خاص شرح داده شده در جدول ۱ ارائه می‌دهد. بهتر است پارامترهای دقت برای آزمون قبول یا رد هر گروهی از مواد بدون مستندات که نشان دهد آن‌ها برای مواد خاص و پروتکل‌های آزمون خاص این روش آزمون کاربردی هستند، استفاده نشود. هر مقدار مناسب می‌تواند از جدول ۱ استفاده شود.

۳-۱۳ یک برنامه دقت بین آزمایشگاهی نوع ۱ مانند جدول ۱ اجرا شد. تکرارپذیری و تجدیدپذیری، شرایط آزمون کوتاه مدت (روزانه) را بیان می‌کنند. آزمون توسط دو آزمون‌گر در هر آزمایشگاه با انجام یکبار آزمون روی هر ماده در هر دو روز (کلاً چهار آزمون) انجام شد. نتیجه آزمون، مقدار به دست آمده از یک اندازه‌گیری واحد است. مقادیر اختلاف قابل قبول، اندازه‌گیری نشد. انحراف بین مؤلفه آزمون‌گر، در مقادیر محاسبه شده برای r ، R و R لحاظ می‌شود.

۴-۱۳ نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول ۱ ارائه شده است. مواد به ترتیب صعودی «سطح میانگین» مرتب شده‌اند. تخمین‌های دقت ترجیحی، مطلق هستند (به مقادیر پررنگ در جدول ۱ مراجعه شود)

۵-۱۳ تکرارپذیری، تکرارپذیری مطلق ادغام شده، r این آزمون 0.34% ثابت شده است. در صورت لزوم ممکن است از مقادیر دیگر جدول ۱ به عنوان تخمینی از تکرارپذیری استفاده شود. اختلاف بین دو نتیجه آزمون واحد (یا دو اندازه‌گیری) که از مواد آزمون یکسان تحت شرایط تکرارپذیری شرح داده شده برای این آزمون به دست آمده است، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، حداکثر در یک مورد از بیست مورد از تکرارپذیری مقدار متوسط بیشتر می‌شود. دو نتیجه آزمون واحد که بیش از مقدار مناسب حاصل از جدول ۱ با هم اختلاف دارند، باید مشکوک در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب انجام شود.

یادآوری - اقدام مناسب ممکن است بررسی روش اجرای آزمون یا دستگاه برای عملیات معیوب یا اعلام وجود یک اختلاف معنی دار در دو ماده، نمونه‌ها و غیره باشد که منجر به آن دو نتیجه آزمون شده است.

۱۳-۶ تجدیدپذیری، تجدیدپذیری مطلق ادغام شده، R، این آزمون % ۰٫۱۹ ثابت شده است. در صورت لزوم ممکن است مقادیر دیگر جدول ۱ به عنوان تخمینی از تجدیدپذیری استفاده شود. اختلاف بین دو نتیجه آزمون واحد و مستقل که توسط دو آزمون گر تحت شرایط تجدیدپذیری شرح داده شده و در آزمایشگاه‌های مختلف، روی مواد یکسان به دست آمده است، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، حداکثر در یک مورد از بیست مورد از تجدیدپذیری مقدار متوسط بیشتر می‌شود. دو نتیجه آزمون واحد تولید شده در آزمایشگاه‌های مختلف که بیش از مقدار مناسب حاصل از جدول ۱ با هم اختلاف دارند، باید مشکوک در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و بررسی مناسب یا اقدام تجاری/ فنی انجام شود.

۱۳-۷ اریبی، اختلاف بین یک مقدار آزمون و یک مقدار مرجع است. بنابراین برای این روش آزمون نمی‌توان اریبی را تعیین کرد.

جدول ۱- پارامترهای دقت برای این استاندارد، مقدار گوگرد کربن بلک (دقت نوع ۱)، روش الف: احتراق^a

یکها بر حسب درصد									
(R)	R	SR	(r)	r	Sr	سطح میانگین	تعداد آزمایشگاه‌ها ^b (M/H/L)	دوره	مواد
۲۶۹٫۸۴۱	۰٫۰۶۰	۰٫۰۲۱	۲۹٫۷۹۱	۰٫۰۰۷	۰٫۰۰۲	۰٫۰۲۲	۱۴ (۰/۱/۰)	اوت ۲۰۱۷	STRM-A (SRB-8G)
۱۸٫۳۵۷	۰٫۰۶۵	۰٫۰۲۳	۶٫۵۸۰	۰٫۰۲۳	۰٫۰۰۸	۰٫۳۵۷	۱۱ (۰/۲/۰)	مارس ۲۰۱۵	STRM-B (SRB-8F2)
۹٫۳۴۳	۰٫۰۷۴	۰٫۰۲۶	۳٫۶۴۶	۰٫۰۲۹	۰٫۰۱۰	۰٫۷۹۱	۱۲ (۱/۰/۱)	مارس/آوریل ۲۰۱۴	STRM-C (SRB-8B2)
۱۲٫۸۷۹	۰٫۱۶۱	۰٫۰۵۷	۲٫۷۶۰	۰٫۰۳۴	۰٫۰۱۲	۱٫۲۴۸	۱۷ (۰/۱/۰)	اوت ۲۰۱۶	STRM-D (SRB-8E2)
۲۰٫۲۹۸	۰٫۳۷۶	۰٫۱۳۳	۳٫۰۰۹	۰٫۰۵۶	۰٫۰۲۰	۱٫۸۵۰	۱۵ (۰/۰/۱)	مارس ۲۰۱۷	STRM-E (SRB-8D)
						۰٫۸۵۴			متوسط
۲۲٫۲۴۲	۰٫۱۹۰	۰٫۰۶۷	۳٫۹۵۹	۰٫۰۳۴	۰٫۰۱۲				مقادیر ادغام شده

^a دقت ترجیحی به صورت پررنگ نشان داده شده است. از نظر آماری، دقت نسبی ترجیح داده می‌شود. با این حال، افزایش در حدود دقت نسبی هنگام کار با یک مقدار متوسط نزدیک به صفر مانند ماده SRB-8G، استفاده از دقت مطلق را عملی‌تر می‌کند، بنابراین آن دقت ترجیحی می‌شود.

^b که در آن، M تعداد آزمایشگاه‌های خارج از محدوده برای متوسط آزمایشگاهی که توسط مقدار h مندل مشخص شده است؛ H تعداد آزمایشگاه‌های خارج از محدوده برای تغییرات آزمایشگاهی کم که توسط یک آزمون دوجانبه با مقدار k مندل مشخص شده است؛ L تعداد آزمایشگاه‌های خارج از محدوده برای تغییرات آزمایشگاهی کم که توسط یک آزمون دوجانبه با مقدار k مندل مشخص شده است. آزمایشگاه‌ها با تغییراتی کم دارند که کمتر از تغییرات پیش‌بینی شده براساس ارزیابی آماری مجموعه داده‌ها است.

روش ب، فلورسانس پرتو X

۱۴ اصول آزمون

۱-۱۴ فلورسانس پرتو X ممکن است برای تعیین مقدار گوگرد موجود در دوده، استفاده شود. هر عنصر هنگامی که در معرض انرژی پرتو X قرار می‌گیرد یک پاسخ انرژی منحصر به فرد (فلورسانس) دارد که می‌تواند برای تشخیص عنصر استفاده شود. منبع پرتو X اتم‌های گوگرد موجود در ماده نمونه را برانگیخته می‌کند. تجهیزات، اتم‌های گوگرد برانگیخته را تشخیص می‌دهد و یک مقدار عددی ایجاد می‌کند.

۱۵ دستگاه

۱-۱۵ تجهیزات فلورسانس پرتو X، برای آزمون مقادیر ناچیز گوگرد، با منبع پرتو X (لوله پرتو X یا ایزوتوپ پرتوزا^۱)، تشخیص و نمایش عددی به‌طور ویژه طراحی شده است. تجهیزات فلورسانس پرتو X یا پاشنده طول موج یا پاشنده انرژی هستند. تجهیزات پاشنده انرژی حدتشخیص‌پذیری کمتر از ۱۵ ppm دارند در صورتی که ابزارهای پاشنده طول موج حدتشخیص‌پذیری کمتر از ۱ ppm دارند. از آنجایی که گوگرد موجود در دوده‌های نوع کوره روغنی معمولاً در مقادیر درصدی وجود دارد، هر نوع تجهیزاتی مناسب است.

۲-۱۵ آون خشک‌کن همرفت گرانشی، با قابلیت تثبیت دما در $(125 \pm 5)^\circ\text{C}$.

۳-۱۵ دسیکاتور.

۱۶ کالیبراسیون

۱-۱۶ قابلیت ابزار برای تشخیص علامت انرژی عنصر به‌شدت تحت تاثیر بافت^۲ نمونه است. بنابراین لازم است که مواد مورد استفاده در کالیبراسیون ابزار تا حد امکان مشابه با نمونه مجهول مورد آزمون باشند. اگر نمونه مجهول، یک مایع، دوغاب، پودر یا جامد است لازم است که مواد کالیبراسیون یک مایع، دوغاب، پودر یا جامد مشابه آن باشند. مواد کالیبراسیون ترجیحی توسط فرآیند یکسان مانند نمونه مجهول ساخته می‌شوند (یا به‌دست می‌آیند).

۲-۱۶ فلورسانس پرتو X یک آزمون اصلی نیست، اما کار با کمیته D24 بین‌المللی ASTM روی دوده نشان داده است که فقط دوده با مقادیر مناسب گوگرد ایجاد شده به‌صورت طبیعی (یعنی حاصل از فرآیند ساخت دوده) می‌تواند برای کالیبره مناسب شیوه استفاده شود. تعیین شده است که نمی‌توان یک ماده استاندارد را با افزودن گوگرد عنصری به دوده ساخت.

1- Radioisotope
2 -Matrix

۳-۱۶ ابزار را مطابق با دستورکارهای سازنده کالیبره کنید.

۴-۱۶ پنج نمونه استاندارد دوده مشخص شده است و مقدار گوگرد نسبی آنها توسط روش احتراق براساس رویه‌های کالیبراسیون روش الف از این استاندارد تعیین شده است. نتایج مطابق با جدول ۲ هستند.

جدول ۲- مواد مرجع آزمون گوگرد برای روش ب

مواد	گوگرد %
STRM-A	۰٫۰۲
STRM-B	۰٫۳۶
STRM-C	۰٫۸۱
STRM-D	۱٫۱۸
STRM-E	۱٫۸۴

۱۷ روش اجرای آزمون

۱-۱۷ مقدار کافی از نمونه استاندارد (ها) و نمونه (های) دوده را به مدت حداقل ۱ h در یک آون همرفت گرانشی تنظیم شده در 125°C ، خشک کنید. به یک دسیکاتور انتقال دهید و قبل از آزمون بگذارید تا دمای اتاق خنک شود.

یادآوری- آب می‌تواند با علامت پرتو X تداخل ایجاد کند و شدت پرتو مربوط به مقدار گوگرد را کاهش دهد.

۲-۱۷ برای کار با تجهیزات آزمون از دستورکارهای سازنده پیروی کنید.

یادآوری- با استفاده از یک ظرف نمونه مناسب، این تجهیزات هم‌چنین می‌تواند برای تعیین مقدار گوگرد دوده روغن خوراک استفاده شود. با این وجود، ماده کالیبراسیون باید یک روغن حاوی گوگرد باشد. دوده حاوی گوگرد، ماده کالیبراسیون مناسبی نیست.

۱۸ گزارش

۱-۱۸ مقدار درصد گوگرد به‌طور مستقیم از دستگاه به‌دست می‌آید.

۲-۱۸ نتایج را با تقریب 0.01% گزارش کنید.

۱۹ دقت و اریبی

۱-۱۹ این بیانیه‌های دقت مطابق با استاندارد ASTM D4483 تهیه شده است. برای اصطلاحات و سایر جزئیات آماری به این استاندارد مراجعه شود.

۲-۱۹ نتایج دقت در این بند دقت و اریبی، تخمینی از دقت این روش آزمون با مواد مورد استفاده در برنامه‌های بین آزمایشگاهی خاص شرح داده شده در جدول ۳ را ارائه می‌دهد. بهتر است پارامترهای دقت برای آزمون قبول یا رد هر گروهی از مواد بدون مستندات که نشان دهد آن‌ها برای مواد خاص و پروتکل‌های آزمون خاص این روش آزمون کاربردی هستند، استفاده نشود. هر مقدار مناسب می‌تواند از جدول ۳ استفاده شود.

۳-۱۹ یک برنامه دقت بین آزمایشگاهی نوع ۱ مانند جدول ۳ اجرا شد. تکرارپذیری و تجدیدپذیری، شرایط آزمون کوتاه مدت (روزانه) را بیان می‌کنند. آزمون توسط دو آزمون‌گر در هر آزمایشگاه با انجام یکبار آزمون روی هر ماده در هر دو روز (کلاً چهار آزمون) انجام شد. نتیجه آزمون، مقدار به دست آمده از یک اندازه‌گیری واحد است. مقادیر اختلاف قابل قبول، اندازه‌گیری نشد. انحراف بین مؤلفه آزمون‌گر، در مقادیر محاسبه شده برای r ، R و R لحاظ می‌شود.

۴-۱۹ نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول ۳ ارائه شده است. مواد به ترتیب صعودی «سطح میانگین» مرتب شده‌اند. تخمین‌های دقت ترجیحی، مطلق هستند (به مقادیر پررنگ در جدول ۳ مراجعه شود)

۵-۱۹ تکرارپذیری، تکرارپذیری مطلق ادغام شده، r ، این آزمون 0.053 ثابت شده است. در صورت لزوم ممکن است از مقادیر دیگر جدول ۳ به عنوان تخمینی از تکرارپذیری استفاده شود. اختلاف بین دو نتیجه آزمون واحد (یا دو اندازه‌گیری) که از مواد آزمون یکسان تحت شرایط تکرارپذیری شرح داده شده برای این آزمون به دست آمده است، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، حداکثر در یک مورد از بیست مورد از تکرارپذیری مقدار متوسط بیشتر می‌شود. دو نتیجه آزمون واحد که بیش از مقادیر مناسب حاصل از جدول ۳ با هم اختلاف دارند، باید مشکوک در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب انجام شود.

یادآوری - اقدام مناسب ممکن است بررسی روش اجرای آزمون یا دستگاه برای عملیات معیوب یا اعلام وجود یک اختلاف معنی‌دار در دو ماده، نمونه‌ها و غیره باشد، که منجر به آن دو نتیجه آزمون شده است.

۶-۱۹ تجدیدپذیری، تجدیدپذیری نسبی ادغام شده، R ، این آزمون 0.22 ثابت شده است. در صورت لزوم ممکن است از مقادیر دیگر جدول ۳ به عنوان تخمینی از تجدیدپذیری استفاده شود. اختلاف بین دو نتیجه آزمون واحد و مستقل که توسط دو آزمون‌گر تحت شرایط تجدیدپذیری شرح داده شده در آزمایشگاه‌های مختلف، روی مواد یکسان به دست آمده است، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، حداکثر در یک مورد از بیست مورد از تجدیدپذیری مقدار متوسط بیشتر می‌شود. دو نتیجه آزمون واحد

تولیدشده در آزمایشگاه‌های مختلف که بیش از مقدار مناسب حاصل از جدول ۳ با هم اختلاف دارند، باید مشکوک در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و بررسی مناسب یا اقدام تجاری/ فنی انجام شود.

۷-۱۹ اریبی، اریبی، اختلاف بین یک مقدار آزمون و یک مقدار مرجع است. بنابراین برای این روش آزمون نمی‌توان اریبی را تعیین کرد.

جدول ۳- پارامترهای دقت برای این استاندارد، مقدار گوگرد کربن بلک (دقت نوع ۱)، روش ب: فلورسانس پرتو

^aX

یکایها برحسب درصد									
(R)	R	SR	(r)	r	Sr	سطح میانگین	تعداد آزمایشگاهها ^b (M/H/L)	دوره	مواد
۳۲۷,۳۵۹	۰,۰۷۴	۰,۰۲۶	۴۹,۵۱۰	۰,۰۱۱	۰,۰۰۴	۰,۰۲۳	۲۰ (۱/۱/۰)	اوت ۲۰۱۷	STRM-A (SRB-8G)
۵۳,۲۸۱	۰,۱۹۴	۰,۰۶۹	۵,۷۸۸	۰,۰۲۱	۰,۰۰۷	۰,۳۶۴	۱۹ (۱/۱/۰)	مارس ۲۰۱۵	STRM-B (SRB-8F2)
۲۳,۹۱۶	۰,۱۹۴	۰,۰۶۸	۴,۱۵۳	۰,۰۳۴	۰,۰۱۲	۰,۸۱۰	۱۸ (۰/۱/۰)	مارس/آوریل ۲۰۱۴	STRM-C (SRB-8B2)
۲۴,۹۹۷	۰,۲۹۶	۰,۱۰۵	۵,۵۱۷	۰,۰۶۵	۰,۰۲۳	۱,۱۸۵	۲۱ (۰/۱/۰)	اوت ۲۰۱۶	STRM-D (SRB-8E2)
۱۴,۸۳۷	۰,۲۷۳	۰,۰۹۷	۴,۹۳۹	۰,۰۹۱	۰,۰۳۲	۱,۸۴۲	۲۱ (۰/۱/۱)	مارس ۲۰۱۷	STRM-E (SRB-8D)
						۰,۸۴۵			متوسط
۲۶,۱۰۰	۰,۲۲۰	۰,۰۷۸	۶,۳۲۰	۰,۰۵۳	۰,۰۱۹				مقادیر ادغام شده

^a دقت ترجیحی به صورت پررنگ نشان داده شده است. از نظر آماری، دقت نسبی ترجیح داده می‌شود. با این حال، افزایش در حدود دقت نسبی هنگام کار با یک مقدار متوسط نزدیک به صفر مانند ماده SRB-8G، استفاده از دقت مطلق را عملی‌تر می‌کند، بنابراین آن دقت ترجیحی می‌شود.

^b که در آن، M تعداد آزمایشگاه‌های خارج از محدوده برای متوسط آزمایشگاهی که توسط مقدار h مندل مشخص شده است؛ H تعداد آزمایشگاه‌های خارج از محدوده برای تغییرات محدود برای تغییرات آزمایشگاهی بالا که توسط یک آزمون دوجانبه با مقدار k مندل مشخص شده است؛ L تعداد آزمایشگاه‌های خارج از محدوده برای تغییرات آزمایشگاهی کم که توسط یک آزمون دوجانبه با مقدار k مندل مشخص شده است. آزمایشگاه‌ها با تغییرات کم تغییراتی دارند که کمتر از تغییرات پیش‌بینی شده براساس ارزیابی آماری مجموعه داده‌ها است.