



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۲۴۸۰
تجدید نظر اول
۱۳۹۵

INSO
12480
1st. Revision
2017

کربن بلک (دوده) - تعیین مقدار خاکستر

Carbon Black - Determination of
ash content

ICS:83.040.20

استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۸۰ (تجدیدنظر اول): 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

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

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 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 یکه 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 استاندارد 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 مقدار خاکستر »

(تجدیدنظر اول)

رئیس:

سمت و/یا محل اشتغال:

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی

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)

سمت و/یا محل اشتغال:

شادابی نژاد، مهسا (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)	شرکت صنعتی دوده فام
شهینی، کامبیز (کارشناسی مهندسی شیمی)	شرکت کربن ایران
ضیایی، محمد (کارشناسی مهندسی شیمی)	شرکت کویر تایر
غفارزاده، فاطمه (کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)	پژوهشگاه استاندارد
فاطمی، محمد (کارشناسی مهندسی شیمی)	شرکت دوده صنعتی پارس
فتوحی، فرسا (کارشناسی شیمی)	مرکز تحقیقات صنعت لاستیک
قربانی گل پرور، مرتضی (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)	شرکت ایران تایر

ویراستار:

سالاروند، زهره (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)	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
۲	۶ روش الف- استفاده از کوره الکتریکی
۲	۱-۶ وسایل
۳	۲-۶ خطرات و احتیاط‌های لازم
۳	۳-۶ روش اجرای آزمون
۴	۴-۶ محاسبه
۴	۵-۶ گزارش آزمون
۴	۷ روش ب- استفاده از کوره ریزموج
۴	۱-۷ وسایل
۵	۲-۷ خطرات و احتیاط‌های لازم
۵	۳-۷ روش اجرای آزمون
۶	۴-۷ محاسبه
۷	۵-۷ گزارش آزمون
۸	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) دقت و اریبی روش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد «کربن‌بلک (دوده) - تعیین مقدار خاکستر» که نخستین‌بار در سال ۱۳۸۸ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین‌بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزار و پانصد و هفتاد و نهمین اجلاس 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 ۱۲۴۸۰ : سال ۱۳۸۸ می‌شود.

منبع و مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:
ASTM D 1506 : 2015, Standard Test Method for Carbon Black – Ash Content

کربن بلک (دوده) – تعیین مقدار خاکستر

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 برعهده کاربر این استاندارد است. برای هشدارهای ویژه به بندهای ۶-۲ و ۷-۲ مراجعه کنید.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارزیابی روش‌های تعیین مقدار خاکستر کربن‌بلک با استفاده از کوره الکتریکی^۱ (روش الف) یا کوره ریزموج^۲ (روش ب) 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، کربن‌بلک (دوده) – نمونه‌برداری از محموله‌های فله

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

2-3 ASTM D4483, Practice for Evaluating Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Manufacturing Industries

1-Muffle furnace

2- Microwave furnace

۳ نمونه برداری

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

۴ اهمیت و کاربرد

خاکستر کربن بلک، مقدار ترکیبات غیرکربنی پس از سوختن است و به طور عمده، مربوط به آب حاصل از فرآیند تولید و کاتالیست موجود در خوراک اولیه، است.

۵ اصول آزمون

نمونه از پیش خشک شده (به مدت ۱ h در 125°C) قبل و بعد از ۱۶ h سوختن در دمای 550°C توزین می شود. سپس خاکستر باقی مانده، به عنوان درصد ماده خشک محاسبه می شود.

۶ روش الف – استفاده از کوره الکتریکی

۱-۶ وسایل

۱-۱-۶ کوره الکتریکی، با قابلیت تنظیم دما در $(550 \pm 25)^{\circ}\text{C}$

۲-۱-۶ بوته، یکی از انواع زیر :

۱-۲-۱-۶ بوته چینی بلند، اندازه O، با قطر دهانه ۳۵ mm، ارتفاع ۲۹ mm و گنجایش 15 cm^3 ، دارای درپوش اندازه E

۲-۲-۱-۶ بوته متخلخل از جنس الیاف کوارتز، در اندازه های ۲۰ ml، ۵۰ ml و ۱۰۰ ml، دارای درپوش و صفحات اختیاری^۱

۳-۱-۶ ترازوی تجزیه ای، با حساسیت ۰٫۱ mg

۴-۱-۶ دسیکاتور

۴-۱-۶-۵ آون، با قابلیت تنظیم در $(1 \pm 125)^\circ\text{C}$ و یکنواختی دمای $\pm 5^\circ\text{C}$

۴-۲-۶ خطرات و احتیاط‌های لازم

۴-۲-۶-۱ در کوره را حدود ۶ mm باز بگذارید تا هوای کافی برای سوختن مواد آلی، تامین شود.

۴-۲-۶-۲ هنگام انتقال نمونه سوزانده شده به دسیکاتور، دقت کنید.

۴-۲-۶-۳ برای پیشگیری از کاهش جرم خاکستر، در اثر جریان هوا، در دسیکاتور را به آرامی باز کنید. همچنین هنگام انتقال بوته به دسیکاتور و برعکس، همواره در آن را بسته نگاه دارید.

۴-۲-۶-۴ پس از خنک شدن نمونه درون دسیکاتور، در آن را به آرامی باز کنید تا هوا جریان کمی داشته و باعث کاهش جرم خاکستر نشود.

۴-۳-۶ روش اجرای آزمون

۴-۳-۶-۱ در صورت استفاده از بوته از جنس الیاف کوارتز (بند ۴-۲-۱-۶)، آن‌ها را به مدت حداقل ۱۵ min و در صورت استفاده از بوته چینی (بند ۴-۲-۱-۶)، آن‌ها را همراه با در، به مدت ۱ h درون کوره الکتریکی (بند ۴-۱-۶-۱) در دمای $(25 \pm 550)^\circ\text{C}$ قرار داده و سپس به دسیکاتور منتقل کنید. پس از رسیدن به دمای محیط، با تقریب 0.1 mg وزن کنید.

۴-۳-۶-۲ مقدار کافی از نمونه کربن‌بلک را درون ظرفی بریزید، به طوری که ضخامت لایه تشکیل شده کمتر از ۱۰ mm باشد. آن را به مدت ۱ h درون آون (بند ۴-۱-۶-۵) در دمای $(1 \pm 125)^\circ\text{C}$ خشک و به دسیکاتور منتقل کنید تا خنک شود.

۴-۳-۶-۳ از نمونه کربن‌بلک خشک شده (بند ۴-۳-۶-۲) را درون بوته حرارت داده شده (بند ۴-۳-۶-۱)، با تقریب 0.1 mg وزن کنید و همراه در، درون کوره با دمای $(25 \pm 550)^\circ\text{C}$ قرار دهید (به یادآوری ۱ مراجعه کنید).

در صورت استفاده از بوته چینی (بند ۴-۲-۱-۶)، پس از ۱۶ h و در صورت استفاده از بوته از جنس الیاف کوارتز (بند ۴-۲-۱-۶)، پس از ۱.۵ h، در بوته را روی دهانه آن قرار داده و از کوره خارج کنید. بوته در بسته را درون دسیکاتور قرار دهید تا به دمای محیط برسد، سپس با تقریب 0.1 mg وزن کنید. بوته در بسته را به کوره برگردانید و در آن را بردارید. پس از ۰.۵ h در بوته را روی دهانه آن قرار داده و از کوره خارج کنید و درون

دسیکاتور قرار دهید تا خنک شود. سپس با تقریب ۰/۱ mg وزن کنید. عملیات حرارت دادن، خنک کردن و توزین را تا رسیدن به وزن ثابت ادامه دهید (به بند ۶-۲ مراجعه کنید).

یادآوری ۱- برای کربن بلک‌های با مقادیر بسیار کم خاکستر (مثل کربن بلک‌های با خلوص زیاد) ممکن است مقادیر بیشتر نمونه و زمان‌های سوزاندن طولانی‌تر، لازم باشد.

یادآوری ۲- چنانچه آزمون کنترلی، در دماهای بیشتر از ۵۵۰ °C انجام شود، ممکن است بعضی از نمک‌های فرار نیز از خاکستر غیرآلی خارج شوند.

۴-۶ محاسبه

مقدار خاکستر را بر حسب درصد، با تقریب ۰/۰۱٪، از معادله (۱) محاسبه کنید.

$$A = [(D - B) / (C - B)] \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

A خاکستر، به درصد؛

B جرم بوته، به گرم؛

C جرم بوته و نمونه، به گرم؛

D جرم بوته و خاکستر، به گرم.

۵-۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد :

۱-۵-۶ مشخصات کامل نمونه

۲-۵-۶ ارجاع به شماره این استاندارد ملی

۳-۵-۶ روش به کار گرفته شده (روش الف یا ب)

۴-۵-۶ نتیجه به دست آمده از اندازه گیری‌های منفرد با تقریب ۰/۰۱٪

۵-۵-۶ تاریخ انجام آزمون

۷ روش ب - استفاده از کوره ریزموج

۱-۷ وسایل

۱-۱-۷ کوره ریزموج برای خاکستر کردن، با قابلیت تنظیم دما در $(55.0 \pm 2.5) ^\circ\text{C}$

۲-۱-۷ بوته، یکی از انواع زیر :

۱-۲-۱-۷ بوته چینی بلند، اندازه ۵، با قطر دهانه ۳۵ mm ، ارتفاع ۲۹ mm و گنجایش 15 cm^3 ، دارای درپوش اندازه E

۲-۲-۱-۷ بوته متخلخل از جنس الیاف کوارتز، در اندازه‌های ۲۰ ml ، ۵۰ ml و ۱۰۰ ml ، دارای درپوش و صفحات اختیاری^۱

۳-۱-۷ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت ۰٫۱ mg

۴-۱-۷ دسیکاتور

۵-۱-۷ آون، با قابلیت تنظیم در $(125 \pm 1) ^\circ\text{C}$ و یکنواختی دمای $\pm 5 ^\circ\text{C}$

۲-۷ خطرات و احتیاط‌های لازم

۱-۲-۷ برای پیشگیری از کاهش جرم خاکستر، در اثر جریان هوا، همواره هنگام انتقال بوته به دسیکاتور و برعکس، در آن را بسته نگاه دارید.

۲-۲-۷ پس از خنک شدن بوته، در دسیکاتور را به آرامی باز کنید تا از کاهش مقدار خاکستر در اثر جریان هوا، پیشگیری شود.

۳-۷ روش انجام آزمون

۱-۳-۷ بوته (بند ۲-۱-۷) و در آن را درون کوره (بند ۱-۱-۷) در دمای $(55.0 \pm 2.5) ^\circ\text{C}$ قرار دهید. پس از ۱ h آن‌ها (بوته و در آن) را به دسیکاتور منتقل کنید.

۲-۳-۷ مقدار کافی از نمونه کربن‌بلک را درون ظرفی بریزید، به طوری که ضخامت لایه تشکیل شده کمتر از ۱۰ mm باشد. آن را به مدت ۱ h درون آون (بند ۵-۱-۶) در دمای $(125 \pm 1) ^\circ\text{C}$ خشک و به دسیکاتور منتقل کنید تا خنک شود.

۳-۳-۷ وزن بوته خالی (بند ۷-۳-۱) را با تقریب 0.1 mg به دست آورده و یادداشت کنید. دقت کنید که بوته تمیز حرارت دیده، لمس و آلوده نشود.

۴-۳-۷ حدود 2 g از نمونه کربن بلک خشک (بند ۷-۳-۲) را درون بوته حرارت دیده (بند ۷-۳-۱) با تقریب 0.1 mg وزن کنید.

۵-۳-۷ بوته حاوی نمونه (بند ۷-۳-۴) و در آن را درون محفظه خاکسترسازی کوره ریزموج (بند ۷-۱-۱) قرار دهید. در محفظه خاکسترسازی را حدود 6 mm باز بگذارید تا هوا جریان پیدا کند. این کار برای اطمینان از تامین جریان هوای کافی برای سوختن مواد آلی، ضروری است.

۶-۳-۷ به طور معمول خاکستر شدن نمونه، در صورت استفاده از بوته چینی در مدت 6 h و در صورت استفاده از بوته الیاف کوارتز در مدت 2 h کامل می شود.

۷-۳-۷ پس از سپری شدن زمان لازم (بند ۷-۳-۶)، در بوته را گذاشته و آن را از کوره ریزموج خارج کنید. هنگام جابجایی بوته، دقت کنید که خاکستر هدر نشود. بوته حاوی خاکستر را درون دسیکاتور قرار دهید تا خنک شود. تا زمان تعیین جرم خاکستر، بوته را درون دسیکاتور نگه دارید.

۸-۳-۷ جرم بوته و خاکستر را با تقریب 0.1 mg تعیین کنید. برای تعیین دقیق مقدار خاکستر، بوته در بسته را به کوره ریزموج برگردانید و در آن را بردارید. پس از 1 h در بوته را روی دهانه آن قرار داده و از کوره خارج کنید و درون دسیکاتور قرار دهید تا خنک شود. سپس با تقریب 0.1 mg وزن کنید. اگر کاهش جرم بوته حاوی خاکستر کمتر از 0.5 mg بود، حرارت دهی کافی است. در غیر این صورت عملیات حرارت دادن، خنک کردن و توزین را آنقدر ادامه دهید که اختلاف دو توزین متوالی به کمتر از 0.5 mg برسد.

یادآوری - برای کربن بلک های با مقادیر بسیار کم خاکستر (مثل کربن بلک های با خلوص زیاد) ممکن است مقادیر بیشتر نمونه و زمان های سوزاندن طولانی تر، لازم باشد.

۴-۷ محاسبه

مقدار خاکستر را بر حسب درصد، با تقریب 0.1% ، از معادله (۲) محاسبه کنید.

$$A = [(D - B)] / (C - B) \times 100 \quad (2)$$

که در آن:

A خاکستر، به درصد؛

B جرم بوته، به گرم؛

C جرم بوته و نمونه، به گرم؛

D جرم بوته و خاکستر، به گرم.

۵-۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد :

۱-۵-۷ مشخصات کامل نمونه

۲-۵-۷ ارجاع به شماره این استاندارد ملی

۳-۵-۷ روش به کار گرفته شده (روش الف یا ب)

۴-۵-۷ نتیجه به دست آمده از اندازه گیری های منفرد (با تقریب ۰/۰۱٪)

۵-۵-۷ تاریخ انجام آزمون

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

دقت و اریبی^۱ روش آزمون

الف-۱- روش الف- روش استفاده از کوره الکتریکی

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

الف-۱-۲ 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-۱-۱ به دست آورد.

الف-۱-۳ یک برنامه دقت بین‌آزمایشگاهی نوع ۱ مطابق جدول الف-۱-۲ 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 (در کل ۴ بار) انجام می‌دهند، اجرا شده است. نتیجه آزمون، مقداری است که از یک اندازه‌گیری منفرد به دست آمده است. مقادیر اختلاف قابل قبول اندازه‌گیری نشده است. اختلاف مربوط به تفاوت آزمایشگرها، در مقادیر محاسبه شده برای r و R لحاظ شده است.

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

جدول الف-۱-۱- پارامترهای دقت (دقت نوع ۱) برای روش استفاده از کوره الکتریکی

% خاکستر					یکها
(R)	S _R	(r)	S _r	سطح میانگین	مواد
۳۲٫۴	۰٫۰۲۷	۲۱٫۴	۰٫۰۱۸	۰٫۲۳۳	IRB 6 (N330)
۳۲٫۶	۰٫۰۳۰	۱۶٫۰	۰٫۰۱۵	۰٫۲۵۸	SRB D5 (N762)
۳۰٫۴	۰٫۰۳۱	۱۸٫۷	۰٫۰۱۹	۰٫۲۸۹	N650
۲۳٫۷	۰٫۰۳۷	۱۶٫۱	۰٫۰۲۵	۰٫۴۳۶	N550
۲۷٫۹	۰٫۰۵۶	۱۱٫۵	۰٫۰۲۳	۰٫۵۶۵	SRB A5 (N135)
				۰٫۳۵۶	میانگین
۲۹٫۷	۰٫۰۳۷	۱۶٫۰	۰٫۰۲۰		مقادیر ادغام شده

جدول الف-۱-۲- برنامه دقت بین آزمایشگاهی برای روش استفاده از کوره الکتریکی

تعداد آزمایشگاهها	ماده	زمان انجام آزمون
۴۵	N650	مارس ۱۹۹۶
۳۷	IRB6 (N330)	اکتبر ۱۹۹۶
۴۸	SRB (N762)	مارس ۱۹۹۷
۴۳	SRB A5 (N135)	سپتامبر ۱۹۹۷
۴۶	N550	مارس ۱۹۹۸

الف-۱-۵ تکرارپذیری

تکرارپذیری نسبی ادغام شده (r) این روش ۱۶٫۰٪ است. در صورت لزوم مقادیر دیگر جدول الف-۱-۱ می‌تواند به‌عنوان 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 تکرارپذیری، به‌دست می‌آید. به‌طور 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-۱-۱ 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 نمونه‌ها و ... باشد، که منجر به آن دو نتیجه شده است.

الف-۱-۶ تجدیدپذیری

تجدیدپذیری نسبی ادغام شده R این روش ۲۹٫۷٪ است. در صورت لزوم مقادیر دیگر جدول الف-۱-۱ می‌تواند به عنوان 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 به دست می‌آید، به طور 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-۱-۱ با هم اختلاف داشته باشند، باید مشکوک شد که به جمعیت‌های مختلف تعلق دارند و در مورد آن‌ها اقدامات فنی / اقتصادی یا بازرسی مناسب به عمل آورد.

الف-۱-۷ اریبی

در واژه‌نامه روش آزمون، 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، منحصراً توسط روش آزمون تعریف شده است. بنابراین اریبی نمی‌تواند تعیین شود.

الف-۲-۲ روش ب - روش استفاده از کوره ریزموج

الف-۲-۱ دقت این آزمون براساس استاندارد ASTM D 4483 تهیه شده است. برای جزییات آماری بیشتر به آن استاندارد مراجعه کنید.

الف-۲-۲ 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.

الف-۲-۳ یک برنامه دقت بین‌آزمایشگاهی نوع ۱ در سال ۱۹۹۰ اجرا شده است. تکرارپذیری و تجدیدپذیری، معرف شرایط آزمون کوتاه مدت هستند. پنج کربن بلک (E,D,C,B,A) توسط ۳ آزمایشگاه، مورد آزمون قرار گرفت. هر آزمایشگاه، آزمون را در دو روز مختلف و در هر روز، دو بار انجام داد. بنابراین $n=4$, $q=5$, $p=3$. مقادیر اختلاف قابل قبول اندازه‌گیری نشده است.

الف-۲-۴ نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول الف-۲ ارائه شده است. مواد به ترتیب صعودی "سطح میانگین" مرتب شده‌اند.

جدول الف-۲- پارامترهای دقت (دقت نوع ۱) برای روش استفاده از کوره ریزموج

(R)	R	S _R	(r)	r	S _r	سطح میانگین خاکستر (%)	مواد
۲۸,۲۲	۰,۰۴۴	۰,۰۱۵	۲۸,۲۲	۰,۰۴۴	۰,۰۱۵	۰,۱۵۵	A
۱۶,۷۸	۰,۰۷۷	۰,۰۲۷	۱۶,۷۸	۰,۰۷۷	۰,۰۲۷	۰,۳۳۵	E
۱۹,۰۶	۰,۱۱۳	۰,۰۴۰	۱۹,۰۶	۰,۱۱۳	۰,۰۴۰	۰,۴۵۸	B
۱۴,۱۱	۰,۱۱۰	۰,۰۳۳	۱۴,۱۱	۰,۱۱۰	۰,۰۳۹	۰,۵۹۱	C
۲۷,۷۸	۰,۰۹۳	۰,۰۳۳	۲۰,۲۱	۰,۰۶۸	۰,۰۲۴	۰,۷۸۲	D
۱۷,۸۸	۰,۰۸۳	۰,۰۲۹	۱۶,۹۸	۰,۰۷۹	۰,۰۲۸	۰,۴۶۴	مقادیر ادغام شده یا میانگین

S_r = انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی
r = تکرارپذیری، با یکای اندازه‌گیری
(r) = تکرارپذیری، نسبی
S_R = انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی
R = تجدیدپذیری، با یکای اندازه‌گیری
(r) = تجدیدپذیری، نسبی

الف-۲-۵ تکرارپذیری

تکرارپذیری (r) این روش ۰,۰۸٪ است. دو نتیجه آزمون منفرد که بیش از ۰,۰۸٪ اختلاف داشته باشند باید مشکوک در نظر گرفته شده 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 نمونه‌ها و ... باشد، که منجر به آن دو نتیجه شده‌است.

الف-۲-۶ تجدیدپذیری

تجدیدپذیری (R) این روش ۰/۰۸٪ است. اگر دو نتیجه آزمون منفرد، که در دو آزمایشگاه مختلف به دست می آید، بیش از ۰/۰۸٪ باهم اختلاف داشته باشند، باید مشکوک شد که به جمعیت‌های مختلف تعلق دارند و در مورد آنها اقدامات فنی / اقتصادی یا بازرسی مناسب به عمل آورد.

الف-۲-۷ اریبی

در واژه‌نامه روش آزمون، 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، منحصرأً به وسیله روش آزمون تعریف شده است. بنابراین اریبی نمی‌تواند تعیین شود.