



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۴۰۸

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

17408

1st.Edition

2014

پراکنش کربن بلک (دوده) در لاستیک -
روش آزمون

Carbon black dispersion in rubber
-Test methods

ICS: 83.040.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود 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 می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (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 Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« پراکنش کربن بلک (دوده) در لاستیک - روش آزمون »

رئیس :

دواچی ، سید محمد
(دانشجوی دکتری پلیمر)

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه تهران

دبیر :

رجبی دهکی ، حسن
(کارشناسی ارشد شیمی نساجی)

اداره کل استاندارد استان قزوین

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدی ، حسین
(کارشناس شیمی)

شرکت ایران دیبا

پیمانی ، فرانک
(کارشناس شیمی)

اداره کل استاندارد استان قزوین

حاتمیان ، لیلا
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست

دهقان نژاد ، علیرضا
(کارشناس شیمی)

اداره کل استاندارد استان قزوین

زارعی ، جواد
(کارشناس شیمی)

شرکت ایران دیبا

سنگ سفیدی ، لاله
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

سازمان ملی استاندارد ایران-پژوهشگاه استاندارد

صفایی ، مهدی
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست

شرکت صنعتی هنکل

صیدآبادی ، پریسا
(دانشجوی ارشد پلیمر)

مرکز تحقیقات لاستیک

فتوحی ، فرسا
(کارشناس شیمی)

آزمایشگاه متالوژی رازی

قبادی ، ایمان
(کارشناس متالوژی)

اداره کل استاندارد استان قزوین

لعلی ، مریم
(کارشناس شیمی)

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| ه | پیش گفتار |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۲ | ۳ روش الف- بررسی چشمی |
| ۸ | ۴ روش ب - شمارش کلوخه |
| ۲۱ | ۵ روش پ - اندازه گیری ریز زبری با استفاده از پروفایل سنج |
| ۲۸ | ۶ روش ت - اندازه گیری ریز زبری با استفاده از میکروسکوپ تداخلی |

پیش گفتار

استاندارد "پراکنش کربن بلک (دوده) در لاستیک - روش آزمون" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در هزار و دویست و سی و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۲/۱۲/۱۹ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران ، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ ، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات ، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود ، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین ، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد .

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

ASTM D 2663: 2008, Standard test methods for carbon black - dispersion in rubber

پراکنش^۱ کربن بلک^۲ (دوده) در لاستیک - روش آزمون

هشدار - توصیه می‌شود افرادی که از این استاندارد ملی استفاده می‌کنند با آیین کار معمول آزمایشگاهی آشنایی داشته باشند. در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربر آن اشاره نشده است. مسئولیت برقراری ایمنی و سلامتی و تعیین حدود کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای ارزیابی پراکنش کربن بلک در لاستیک است. در این استاندارد چهار روش زیر شرح داده می‌شود:

روش الف - بررسی چشمی

روش ب - شمارش کلوخه^۳

روش پ - اندازه گیری ریز زبری^۴ با استفاده از پروفایل سنج^۵

روش ت - اندازه گیری ریز زبری با استفاده از میکروسکوپ تداخلی^۶

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است . بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود .

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد ، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست . در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است ، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است .

1 - Dispersion
2 - Carbon black
3 - Agglomerate
4 - Microroughness
5 - Profilometer
6 - Interference microscope

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

2-1 ASTM D 3182 Practice for rubber - Materials, equipment, and procedures for mixing standard compounds and preparing standard vulcanized sheets

2-2 ASTM D 4483 Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries

۳ روش آزمون الف - بررسی چشمی

۱-۳ دامنه کاربرد

روش آزمون الف، یک روش آزمون کیفی مشاهده‌ای است. درجه‌بندی در مقایسه با مجموعه‌ای از تصاویر استاندارد (مطابق شکل ۱) انجام شده و نتایج در مقیاس عددی بیان می‌شود. این روش آزمون برای آمیزه‌هایی که حاوی پرکننده‌هایی به جز کربن بلک باشند، کاربرد ندارد.

۲-۳ خلاصه روش آزمون

به منظور ایجاد یک سطح تازه برای بازرسی به کمک چشم، آمیزه لاستیکی بریده یا پاره می‌شود و سپس ترجیحاً با کمک یک ذره‌بین یا یک میکروسکوپ دو چشمی با قدرت پائین، بررسی چشمی انجام می‌شود. میزان پراکنش کربن بلک با پنج استاندارد تصویری مقایسه می‌شود و سپس به صورت عددی از یک (خیلی پائین) تا پنج (بالا) درجه بندی می‌شود (به شکل ۱ مراجعه شود).

۳-۳ اهمیت و کاربرد

درجه‌های چشمی پراکنش با برخی خواص فیزیکی مهم و مشخص آمیزه مرتبط است. درجه پنج نشان دهنده حالتی از پراکنش است که تقریباً بالاترین خواص را ایجاد می‌کند، درحالی‌که درجه یک حالتی از پراکنش را نشان می‌دهد که بطور قابل توجه خواص ضعیف ایجاد می‌کند. معمولاً درجه‌های چشمی پراکنش سطوح کیفیت زیر را برای آمیزه نشان می‌دهد .

جدول ۱- طبقه بندی کیفیت برای درجه های چشمی پراکنش

| طبقه بندی (سطح کیفیت) | درجه چشمی پراکنش |
|-----------------------|------------------|
| بالا | ۴ تا ۵ |
| متوسط | ۳ تا ۴ |
| پائین | ۲ تا ۳ |
| خیلی پائین | ۱ تا ۲ |

۴-۳ وسایل

۱-۴-۳ چاقوی تیز یا تیغ

۲-۴-۳ ذره بین (بزرگ‌نمایی ۱۰ برابر) یا میکروسکوپ دو چشمی (بزرگ‌نمایی ۱۰ برابر تا ۲۰ برابر)

۳-۴-۳ لامپ میکروسکوپی

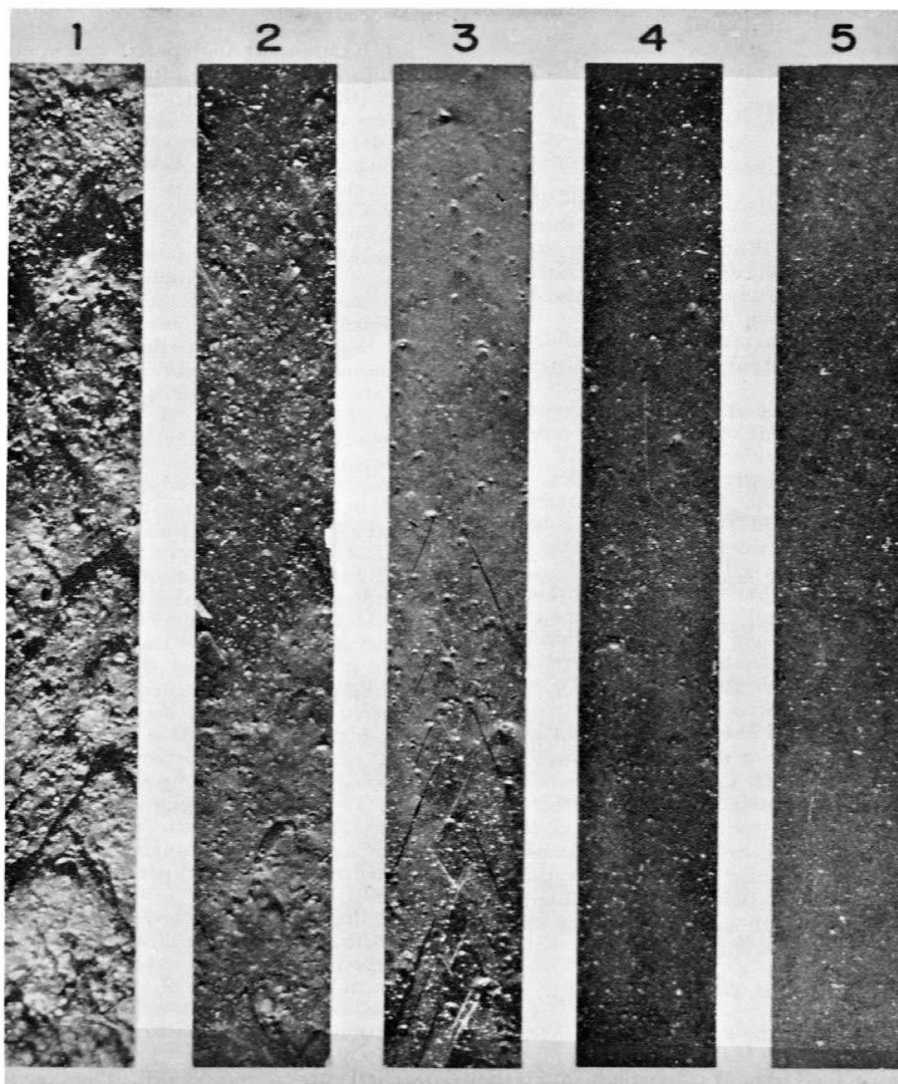
۴-۴-۳ گرم کن چاقو

۵-۴-۳ مجموعه استانداردهای تصویری با درجه‌های یک تا پنج

درصد پراکنش این استانداردها به روش شمارش کلوخه ای به دست آمده و نتایج آن در جدول ۲ ارائه شده است.

جدول ۲- درصد پراکنش تصاویر استاندارد

| درجه چشمی | کربن بلک پراکنده شده (%) |
|-----------|-----------------------------|
| ۱ | ۷۰ |
| ۲ | ۸۰ |
| ۳ | ۹۱ |
| ۴ | ۹۶ |
| ۵ | ۹۹ |



شکل ۱- استانداردهای پراکنش کربن بلک - بررسی چشمی آمیزه ولکانیده پاره شده

۵-۳ تهیه آزمونه

۱-۵-۳ آمیزه‌های ولکانیده^۱- یک باریکه^۲ لاستیک با ضخامت حدود ۲ mm را به نحوی پاره کنید که یک سطح جدید ایجاد شود. پارگی نمونه می‌تواند با یک برش کوچک آغاز شود و صاف‌ترین قسمت پاره شده را برای درجه بندی انتخاب کنید.

1 - Vulcanized Compounds
2 - Slab

۳-۵-۲ آمیزه‌های غیر ولکانیده^۱ - لاستیک غیر ولکانیده به صورت زیر بررسی می‌شود.

۳-۵-۲-۱ اگر آزمون‌ها حاوی عوامل پخت باشد، آن را ورقه‌ای کرده و در یک پرس تحت پخت قرار دهید تا به یک باریکه ولکانیده با ضخامت حدودی ۲ mm تبدیل شود. طبق بند ۲-۱ آسیاب کردن^۲ و پخت را انجام دهید. سپس طبق بند ۳-۵-۱ عمل کنید.

۳-۵-۲-۲ اگر آزمون‌ها حاوی عوامل پخت نباشد، مواد لازم را به آن اضافه کنید (با حداقل مخلوط کردن^۳). سپس پخت کرده و طبق بند ۳-۵-۲-۱ عمل کنید.

۳-۵-۲-۳ اگر آزمون‌ها حاوی عوامل پخت نباشد و ارزیابی پراکنش بدون مخلوط کردن اضافی نیاز باشد، آمیزه باید ابتدا تحت فشار قرار گیرد تا بیشتر حفره‌های هوا از بین برود. برای انجام این کار لاستیک باید بین دو ورقه نازک پلاستیکی در یک قالب تحت فشار حدود ۱۰۳ kPa به مدت ۵ min و در دمای ۱۰۵°C قرار گیرد. در این مرحله باید مراقبت شود تا از جریان یافتن بیش از حد جلوگیری شود. سطح تحت آزمون با یک چاقوی داغ و تیز ایجاد می‌شود (می‌توان از گرم‌کن چاقو نوع استاندارد استفاده کرد). صاف‌ترین و یکنواخت‌ترین قسمت از سطح برش را برای درجه بندی استفاده کنید.

۳-۶ تعداد آزمون

ترجیحاً باید بیشتر از یک آزمون (در پارگی‌های مختلف) برای هر آزمون‌ها انجام شود. در صورت امکان باید بیشتر از یک کاربر نمونه‌ها را درجه بندی کنند.

۳-۷ روش آزمون

۳-۷-۱ آزمون‌ها آماده شده را به وسیله یک ذره بین یا میکروسکوپ دو چشمی با نوردهی مورب جهت مشاهده جزئیات سطح بررسی کنید (میکروسکوپ دو چشمی ترجیح دارد). بزرگ‌نمایی و شرایط نوردهی را برای همه آزمون‌ها ثابت نگه‌دارید.

۳-۷-۲ اندازه و تعداد کلوخه‌های کربن بلک در آزمون‌ها (که به صورت تورفتگی یا برآمدگی مشخص شده) را با استانداردهای تصویری مقایسه کنید. سپس نزدیکترین درجه عددی منطبق را برای هر آمیزه تخصیص دهید. در حالت‌های مرزی از درجه‌های کسری استفاده کنید. برای مثال $3\frac{1}{2}$ نشان دهنده درجه بین ۳ و ۴ است.

1 - Unvulcanized Compounds

2 - Mill

3 - Mixing

در حالتی که تشابهی بین اندازه و تعداد کلوخه‌ها در آزمون و استانداردها وجود ندارد، کاربر باید بر حسب قضاوت خود درجه‌ای که بیشترین تطابق دارد را انتخاب کند. در آمیزه‌های خاص مانند لاستیک طبیعی (NR)^۱ و لاستیک ایزوپرن (IR)^۲ کربن بلک می‌تواند به کلوخه‌های خیلی کوچک تبدیل شود و به همین علت به‌کارگیری روش بررسی چشمی برای آنها مشکل است. در نمونه‌هایی که تعداد کلوخه‌ها زیاد است، نوعی سطح زبر و ظاهر سنگریزه‌ای ظریف در تصاویر ایجاد می‌شود. تفاوت‌ها در بزرگ‌نمایی بالاتر (برای مثال میکروسکوپ دوچشمی با بزرگ‌نمایی ۲۰ برابر) قابل مشاهده است. در صورت امکان آمیزه‌های این دسته توسط روش شمارش کلوخه نیز مورد بررسی قرار گیرد تا تجربه کافی برای تشخیص اختلاف با روش بررسی چشمی به دست آید.

۳-۷-۳ در مقایسه یک سری از آمیزه‌های مختلف، بهتر است به جای اینکه آزمون‌ها را تک تک درجه بندی کنیم آن‌ها را کنار هم درجه‌بندی کنیم. اغلب استفاده از یک آمیزه کنترلی توصیه می‌شود. بهترین آمیزه کنترلی توسط هر کاربر آماده می‌شود، زیرا نیازهای پراکنش برای انواع مختلف آمیزه‌ها بسیار متفاوت است. آمیزه کنترلی باید دارای حداقل سطح پراکنش قابل قبول برای نوع آمیزه تحت بررسی باشد. با توجه به اینکه آمیزه کنترلی را می‌توان به صورت پهلوی به پهلوی با نمونه‌های ناشناخته تحت شرایط یکسان مشاهده کرد، برای تشخیص انحراف‌های کوچک در نمونه‌های خاص، آمیزه کنترلی خیلی صحیح‌تر از تصاویر استاندارد است. برای اطمینان از تمیزی نمونه‌ها در موارد لازم یک سطح تازه برای آمیزه کنترلی ایجاد کنید.

۳-۸ گزارش آزمون

۳-۸-۱ درجه بندی ها

۳-۸-۱-۱ تمام درجه‌ها از جمله درجه‌های به دست آمده از هر آمیزه کنترلی را بر مبنای مقیاس ۱ تا ۵ تصاویر استاندارد گزارش کنید. در صورت نیاز از درجه‌بندی کسری استفاده کنید.

۳-۸-۱-۲ میانگین درجه آزمون‌های مختلف از یک آمیزه و درجه‌های به‌دست آمده از کاربرهای مختلف را به‌دست آورید. مقدار میانگین نهایی را گزارش کنید.

۳-۸-۲ شناسایی آمیزه

۳-۸-۲-۱ فرمول‌بندی- در صورت امکان موارد زیر را در گزارش بیان کنید:

۳-۸-۲-۱-۱ کربن بلاک ، نوع و میزان استفاده ؛

۳-۸-۲-۱-۲ سایر پرکننده ها ، نوع و میزان استفاده ؛

۳-۸-۲-۱-۳ نوع پلیمر ؛

1 - Natural rubber
2 - Isoprene rubber

- ۳-۸-۲-۱-۴ روغن افزودنی رنگ (بسط دهنده)^۱، نوع و میزان استفاده.
- ۳-۸-۲-۲-۲ اختلاط - اختلاط آمیزه را بر حسب یک یا چند حالت زیر بیان کنید:
- ۳-۸-۲-۲-۱ روش انجام اختلاط استاندارد؛
- ۳-۸-۲-۲-۲ نوع دستگاه؛
- ۳-۸-۲-۲-۳ مستریج؛
- ۳-۸-۲-۲-۴ آمیزه نهایی (ولکانیده)؛
- ۳-۸-۲-۲-۵ آمیزه نهایی (غیر ولکانیده)؛
- ۳-۸-۳ شماره این استاندارد ملی؛
- ۳-۸-۴ تاریخ انجام آزمون.

۳-۹ دقت و اُریبی^۲

هیچ گونه روشی در خصوص دقت یا اُریبی روش آزمون الف وجود ندارد، زیرا نتایج کیفی بوده و قابل کاربرد در عملیات آماری نیست.

۴ روش آزمون ب - شمارش کلوخه

۱-۴ دامنه کاربرد

روش آزمون ب، یک روش آزمون کمی است. در این روش برای ارزیابی پراکنش در آمیزه، با استفاده از یک میکروسکوپ نوری درصد سطح پوشش داده شده با کلوخه‌های مشکی در سطح مقطع ایجاد شده با میکروتوم اندازه‌گیری می‌شود. از آنجایی که در این روش اندازه‌گیری به طور مستقیم انجام می‌شود، یک روش کمی بوده و صحیح‌تر از روش آزمون چشمی است. این روش برای بررسی پراکنش کربن بلک در آمیزه‌هایی که حاوی پرکننده‌های دیگر هستند نیز کاربرد دارد.

۲-۴ خلاصه روش آزمون

آمیزه لاستیکی با استفاده از میکروتوم به برش‌های نازک تبدیل می‌شود. برش‌ها باید به اندازه کافی نازک باشد تا بتوان کلوخه‌های مشکی را در نور عبوری با کمک میکروسکوپ نوری مشاهده کرد. جمع کل سطح مقطع عرضی کلوخه‌های $5 \mu\text{m}$ یا بزرگتر محاسبه شده و از مقدار مشخص کربن بلک در ماده اولیه، درصد کربن بلک‌های زیر $5 \mu\text{m}$ محاسبه می‌شود و در نهایت بر حسب "درصد کربن بلک پراکنده شده" بیان می‌شود.

۳-۴ اهمیت و کاربرد

خواص فیزیکی مهم و معین آمیزه به طور قابل توجه تحت تاثیر درجه پراکنش کربن بلک در آمیزه است (برای مثال استحکام کششی و مقاومت سایشی). ارتباط این خواص با درصد پراکنش تعیین شده با روش شمارش کلوخه، الگوی زیر را برای انواع مختلفی از ترکیبات لاستیکی حاوی کربن بلک پیش‌بینی می‌کند.

جدول ۳- طبقه بندی کیفیت برای درصدهای مختلف پراکنش

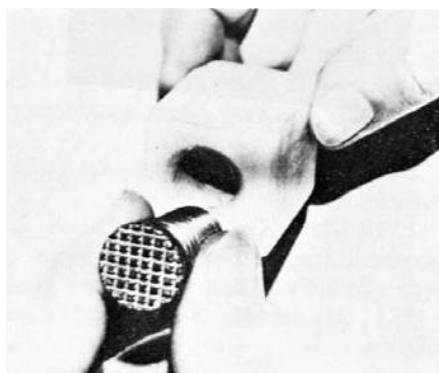
| درصد پراکنش | طبقه بندی (کیفی) |
|-------------|------------------|
| بیشتر از ۹۹ | خیلی بالا |
| ۹۷-۹۹ | بالا |
| ۹۵-۹۷ | متوسط |
| ۹۲-۹۵ | پایین |

۴-۴ وسایل

۴-۴-۱ میکروتوم - یک میکروتوم کشویی^۱ که مجهز به گیره آزمون و نگه دارنده چاقوی شیشه‌ای است. چاقوی فولادی نیز می‌تواند استفاده شود که بستگی به انتخاب کاربر دارد.

۴-۴-۲ جعبه انجماد - شامل یک پیچ از جنس آلیاژ برنج که در یک جعبه عایق از جنس تترا فلورو اتیلن (TFE)^۲ - فلوروکربن پیچ می‌شود (طبق شکل ۲). سطح مقطع جعبه مربعی با ابعاد ۲۸ mm و ارتفاع آن ۴۰ mm است. قطر قسمت رزوه شده پیچ برنجی ۱۵ mm بوده و در مرکز جعبه TFE- فلوروکربن تا عمق ۳۴mm وارد می‌شود. رزوه نوع درشت باید استفاده شود تا از ترک خوردن TFE- فلوروکربن در هنگام انجماد جلوگیری شود.

قطر سر پیچ برنجی ۱۸ mm بوده و ۳ mm خارج از جعبه عایق TFE- فلوروکربن قرار می‌گیرد. سر پیچ باید دارای شیارهای ظریف و ریز با عمق حدود یک میلی‌متر باشد.



شکل ۲ - پایه برنجی نمونه و عایق TFE- فلوروکربن

۴-۴-۳ میکروسکوپ - میکروسکوپ نوری دوچشمی پیشنهاد می‌شود (برای فوتومیکروگراف، نوع سه چشمی^۳ پیشنهاد می‌شود). میکروسکوپ باید دارای جایگاه متحرک نمونه و منبع نوری با شدت متغیر باشد. دو عدسی چشمی با بزرگ‌نمایی ۱۰ برابر و عدسی شیئی با بزرگ‌نمایی ۶ تا ۱۰ برابر لازم است. تنظیمات لوله میکروسکوپ و عدسی شیئی باید به‌گونه‌ای باشد بزرگ‌نمایی نهایی ۷۵ تا ۱۰۰ برابر به‌دست آید (برای فوتومیکروگرافها صفحه شیئی با بزرگ‌نمایی ۴ برابر و عدسی چشمی Preplantic با بزرگ‌نمایی ۱۰ برابر پیشنهاد می‌شود).

1- Sledge microtome
2- Tetrafluoroethylene
3- Trinocular

۴-۴-۴ لوازم میکروسکوپ - عدسی چشمی با میدان دید وسیع و بزرگ‌نمایی ۱۰ برابر که دارای شبکه شطرنجی به اندازه یک سانتی‌متر مربع بوده و به ۱۰۰۰۰ مربع کوچک تقسیم شده است.

۴-۴-۵ ذره‌بین - ذره‌بین با بزرگ‌نمایی ۷ برابر که تا ۰٫۱ mm کالیبره شده و برای تعیین ضریب تورم نمونه‌های میکروتوم شده استفاده می‌شود. یک کولیس نیز می‌تواند برای این منظور استفاده شود.

۴-۴-۶ انبردست شیشه‌گری و شیشه‌بر - انبردست شیشه‌گری با دهانه پهن و شیشه‌بر نوع چرخشی برای آماده کردن چاقوی شیشه‌ای پیشنهاد می‌شود.

۴-۴-۷ قالب نمونه - قالب از جنس فولاد آبدیده^۱ برای برش آزمون‌های ۳ mm تا ۸ mm

۴-۴-۸ برس مویی (شماره 00)

۴-۴-۹ فلاسک دیوئر - حجم ۲ dm³ (2-L)، با دهانه پهن

۴-۴-۱۰ چاقوی شیشه‌ای - چاقو از نوارهای پهن ۵۰ mm از شیشه تخت با ضخامت تقریباً ۶ mm

۴-۴-۱۱ شیشه‌های لام و لامل میکروسکوپ .

۴-۵ مواد و واکنشگرها

۴-۵-۱ نیتروژن مایع

۴-۵-۲ لعاب یا چسب^۲ محلول در آب

۴-۵-۳ نفتا با نقطه جوش در محدوده °C ۱۱۳ تا °C ۱۱۴

۴-۵-۴ زایلن با نقطه جوش در محدوده °C ۱۳۵ تا °C ۱۴۵

۴-۶ نمونه برداری

۴-۶-۱ آمیزه‌های ولکانیده - آزمون‌ها می‌تواند از صفحه‌های آزمون استاندارد (با حدود دو میلی‌متر ضخامت) و یا قطعه‌هایی از محصول پخت شده اصلی بریده شود. به علت اینکه برای از بین بردن پیچ برش‌های نازک از حلال استفاده شده، باید نمونه‌های ولکانیده استفاده شود. قطعات با ضخامت بالا باید به ضخامت حدود ۲ mm تا ۳ mm برش داده شود.

1 - Tempered steel
2 - Mucilage

۴-۶-۲ آمیزه‌های غیرولکانیده - برای لاستیک‌های غیر اشباع^۱ با درجه بالا مانند لاستیک استایرن-بوتادین دارای مواد افزودنی رنگ(OE-SBR)^۲، لاستیک طبیعی(NR) و لاستیک بوتادین (BR)^۳، آمیزه همراه دی کیومیل پروکسید به صورت ذرات کوچک بر روی یک سطح پاشیده می‌شود تا یک دکمه با قطر ۱۵ mm و عمق ۲ mm تا ۳ mm تشکیل شود. پخت در یک قالب^۴ دکمه‌ای شکل تحت فشار بالا و در دمای حدود ۱۵۵°C صورت می‌گیرد. لاستیک‌های OE-SBR نیازمند ۳۰ دقیقه تا ۶۰ دقیقه پخت می‌باشد و BR به ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه پخت نیاز دارد. بعد از پخت پراکسید اضافی را از سطح نمونه پاک کرده و برش زدن را به روش استاندارد انجام دهید. دقت کنید که قسمت های زائد در زیر لایه سطح پخت شده برش زده نشود.

۴-۶-۲-۱ برای لاستیک ایزوبوتن- ایزوپرن (IIR)^۵ پخت سطحی رضایت‌بخش را می‌توان با استفاده از مخلوطی تشکیل شده از یک قسمت تترامتیل تیورام دی‌سولفید (TMTD)^۶، یک قسمت مرکاپتو بنزو تیا زول (MBT)^۷، یک قسمت گوگرد و ۵ قسمت اکسید روی با یک ساعت پخت در دمای ۱۵۵°C، به دست آورد. روشهای جایگزین برای پخت پلیمرهای اشباع نشده بدون مخلوط کردن عامل پخت شامل پرتو دهی با انرژی بالا و یا عملیات شیمیایی با سولفور مونو کلرید می‌باشند. البته قبل از استفاده از این دو روش، نمونه خام باید تحت فشار قرار گیرد تا بیشتر منافذ هوا از بین برود. پخت را مطابق با بند ۲-۱ انجام دهید.

۴-۷ تهیه نمونه

۴-۷-۱ یک نمونه مستطیلی شکل با طول ۸ mm و عرض ۳ mm و ضخامت ۲ mm برش دهید. چنانچه قالب برش وجود دارد از آن استفاده کنید. اگر قالب استفاده نشود، طول و عرض نمونه باید با استفاده از یک وسیله اندازه گیری ثبت شود.

۴-۷-۲ برای هر آمیزه مورد ارزیابی مختلف یک بلوک نمونه آماده کنید.

۴-۸ آماده سازی چاقو های شیشه ای

۴-۸-۱ انواع صفحه شیشه ای استاندارد برای ساخت چاقوها مناسب است. ضخامت ترجیحاً باید حدود ۶ mm باشد. یک صفحه بزرگ شیشه ابتدا باید چندین بار از وسط شکسته شود تا سرانجام نوارهایی با عرض ۵۰ mm به دست آید. شکستن با این روش نسبت به شکستن ساده یک نوار ۵۰ mm در یک بار ترجیح داده می‌شود. در

1 - Unsaturation
2 - Oil extended styrene butadiene rubber
3 - Butadiene rubber

۴ - یک قالب خاص دارای چند حفره دایره ای با قطر ۱۰ mm و عمق ۳ mm

5 - Isobutene- Isoprene rubber
6 - Tetramethylthiuram disulfide
7 - Mercaptobenzothiazole

روش دوم ممکن است رگه‌های نایکنواخت ایجاد شود و یا اینکه در لبه‌های چاقو نامنظمی ایجاد شود. همچنین لازم است که شیشه قبل از شکستن تمیز و بدون آلودگی باشد. شستشو با یک مایع پاک کننده توصیه می‌شود.

۴-۸-۲ با استفاده از یک خط کش ضخیم، با فاصله ۵۰ mm از انتهای نوار شیشه‌ای یک خط مستقیم از عرض نوار (عمود بر ضلع جانبی) ایجاد و نشانه‌گذاری کنید. مواظب باشید که نشانه گذاری از لبه‌ها فاصله داشته باشد و باعث لب‌پر شدن لبه‌ها نشود. سپس از روی خط ایجاد شده با استفاده از یک انبردست شیشه آن را بشکنید. فک بالایی انبردست باید دارای نقاط برجسته (با فشار بیشتر) در دو انتهای سطح گرفته شده باشد، درحالی‌که فک پایینی باید دارای یک سطح برجسته در مرکز باشد. چنان‌چه این نقاط فشاری از قبل بر روی انبردست تعبیه نشده است، می‌توان آنها را با باریکه‌های کوچک از نوار پلاستیکی ایجاد کرد.

برای شکستن شیشه، آن را با انبردست گرفته و مهار کنید به‌طوری‌که نقطه فشار در فک پایینی در زیر نشانه ایجاد شده نزدیک مرکز نوار باشد. لبه‌های جلویی فک‌های انبردست باید عمود بر خط نشانه‌گذاری شده باشد. یک فشار ثابت و محکم به راحتی باعث شکستن شیشه می‌شود. سپس مربع شیشه‌ای ۵۰ mm به دست آمده را از قطر آن نشانه گذاری کنید. خط نشانه باید کمی خارج از مرکز باشد به‌طوری‌که لبه چاقوی ایجاد شده اندکی از گوشه‌های مربع فاصله داشته باشد. مجدداً مراقب باشید که خط ایجاد شده از لبه‌های شیشه فاصله داشته باشد. ۱ mm تا ۲ mm از هر لبه فاصله بگیرید. با استفاده از انبردست مانند قبل شیشه را بشکنید. هر مربع معمولاً یک تیغه برش مناسب ایجاد می‌کند.

۴-۸-۳ در هر بار چندین چاقو درست کنید و لبه‌های آن را با یک میکروسکوپ دو چشمی از نظر معایب لبه (شامل ترک، دندان، انحنا و غیره) بررسی کنید. لبه‌های صاف بهترین حالت است، اما کاملاً ضروری نیست.

یادآوری - چاقوهای شیشه ای باید در یک دسیکاتور حاوی اتانول مطلق (با خلوص شیمیایی) نگهداری شود تا دوام لبه‌های چاقو حفظ شود. نگهداشتن بیش از حد طولانی چاقو باعث خراب شدن لبه‌ها می‌شود.

۴-۸-۴ در هنگام استفاده، هر چاقوی شیشه‌ای باید مرتباً بررسی شود و چنان‌چه لب‌پر شده باشد، دور انداخته شود. طول عمر یک چاقو وابسته به تعداد قطعات بریده شده (مخصوصاً در برش نمونه جعبه) و نوع نمونه

می‌باشد. لاستیک‌هایی که حاوی مقادیر نسبتاً زیاد رنگدانه‌های غیرآلی هستند، باعث ایجاد تراشه و لب‌پر شدن چاقو می‌شوند و برای هر نمونه به یک چاقوی تازه نیاز است.

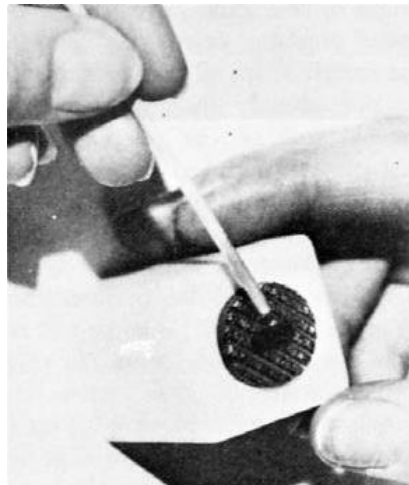
۴-۸-۵ موضوع دیگری که باید در نظر گرفته شود زاویه آزاد است (زاویه شکل گرفته بین نمونه و سطح پائینی چاقو). زاویه آزاد حدود ۱۵ درجه برای انواع مختلف آمیزه‌های الاستومری مطلوب و رضایت‌بخش است. اما زاویه مناسب با توجه به اولویت و ترجیح هر کاربر متغیر است.

۹-۴ روش انجام آزمون

۱-۹-۴ جاسازی و انجماد آزمون‌ها (نیتروژن مایع)

آزمون‌ها را با چسب محلول در آب در مرکز سطح برنجی شیار خورده از پایه آزمون‌ها جاسازی کنید به طوری که محور بلند آن موازی با لبه های جعبه TFE-فلوروکربن باشد. دقت کنید که چسب بر روی لبه های بالایی آزمون‌ها در هر چهار ضلع رسیده باشد. آن گاه با استفاده از انبر، پایه نمونه را در یک فلاسک دیوئر حاوی نیتروژن مایع غوطه ور کنید. بعد از چند ثانیه چسب منجمد شده و سفید می شود. در این زمان، پایه آزمون‌ها را به سرعت خارج کنید و عیب های احتمالی جاسازی مانند حباب های هوا یا کج شدن نمونه را بررسی کنید. اگر جاسازی مناسب بود، توصیه می شود که با استفاده از یک تیغ چسب اضافی از بالا و لبه های نمونه را تراشیده و تمیز کنید. این کار آسیب بعدی به لبه چاقو را در حین برش نمونه کاهش می دهد.

مجدداً پایه آزمون‌ها را در نیتروژن مایع به مدت لازم غوطه ور کنید. زمان غوطه وری اصولاً به نوع پلیمر و میزان افزودن و نوع کربن بلک بستگی دارد. زمان لازم با کاهش میزان کربن بلک، افزایش اندازه ذره و کاهش دمای انتقال مرتبه دوم پلیمر افزایش می یابد. آمیزه های ولکانیده IIR حاوی 50 phr^1 از کربن بلک N330 و یا مواد خام SBR (دارای مواد افزودنی رنگ) با میزان 50 phr از کربن بلک N110 به حدود یک دقیقه انجماد نیاز دارند. آمیزه های BR به ۲ دقیقه یا بیشتر زمان برای انجماد نیاز دارد. اطلاعات جزئی بیشتر در خصوص زمان انجماد توسط کاربران خاص و با توجه به تجربه تهیه آزمون‌های مختلف، گردآوری شده است.



شکل ۳- جاسازی آزمون‌ها

1- Part per hundred part of resin

۲-۹-۴ جاسازی و انجماد نمونه (دی اکسید کربن مایع)

یک محفظه انجماد CO₂ از نوع استاندارد می‌تواند استفاده شود. اگرچه به عنوان اقدام احتیاطی، پیشنهاد می‌شود که محفظه جهت مقاومت در برابر فشار بخار زیاد دی اکسید کربن مایع، مستحکم شده باشد.

۱-۲-۹-۴ محفظه انجماد را با استفاده از یک شیلنگ انعطاف پذیر و یک فیلتر به مخزن دی اکسید کربن مایع وصل کنید. مخزن باید مجهز به اتصال سیفونی باشد تا CO₂ به صورت مایع خارج شود و به صورت گاز خارج نشود.

۲-۲-۹-۴ آزمون را در چسب، در مرکز محفظه انجماد مانند روش گفته شده در بند ۱-۹-۴ جاسازی کرده و با چندین مرتبه باز و بسته کردن سریع و متوالی شیر منجمد کنید. در صورت نیاز در حین عملیات برش نیز می‌توان انجماد مجدد انجام داد. برای آزمون‌هایی که برای برش با میکروتوم در دمای CO₂ مایع خیلی نرم هستند، هنگامیکه آزمون در محفظه انجماد قرار دارد مقداری نیتروژن مایع را بر روی بلوک نمونه بریزید.

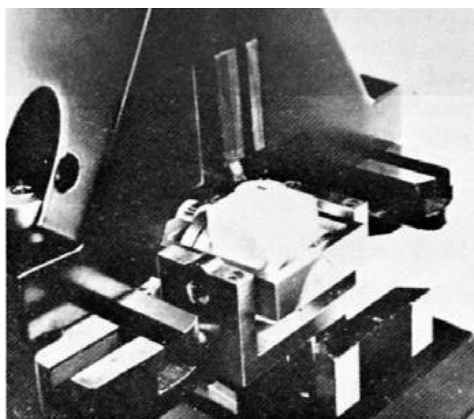
۳-۹-۴ عملیات میکروتوم کردن

پایه آزمون منجمد شده را درگیره میکروتوم قرار داده و آن را محکم کنید به طوری که محور بلند آزمون هم‌راستا با محور بلند چاقو باشد (طبق شکل ۴). سپس به صورت دستی آزمون را به بالا فشار دهید به طوری که سطح بالای آن تقریباً به سطح چاقو برسد. در این نقطه با استفاده از تنظیم پیشرفته در اندازه های ۵μm تا ۱۰μm میکروتوم کردن را شروع کنید تا حدی که سطح آزمون صاف و یکنواخت شود و برش‌هایی با اندازه کامل ایجاد شود. در کل مدت عملیات برش لبه چاقو باید به صورت دائم با حلال (زایلن یا نفتا) توسط برس موئی خیس شود.

۱-۳-۹-۴ بعد از برش سطح، کنترل اتوماتیک ضخامت را در ۲ μm تنظیم کنید (اگر میزان مصرفی کربن بلک خیلی زیاد باشد و یا اگر میزان انبساط حرارتی زیاد باشد، تنظیم ضخامت کمتر لازم خواهد بود) و با استفاده از ضربه‌های یکنواخت و بلند برش را انجام دهید. با یک برس که در زایلن یا نفتا غوطه‌ور شده است برش‌های نازک را به سرعت بعد از هر برش از لبه چاقو جدا کنید.

برش‌ها را در یک پتری دیش^۱ حاوی زایلن یا نفتا قرار دهید. برای رسیدن به کیفیت خوب عملیات را تکرار کنید تا حداقل ۱۲ برش ایجاد شود. از اتلاف زمان بین برش‌های بعدی خودداری کنید، چرا که انبساط حرارتی منجر به ضخیم شدن برش‌ها می‌شود. همچنین اگر زمان زیادی بگذرد آزمون لاستیکی نرم شده و به انجماد مجدد نیاز خواهد داشت.

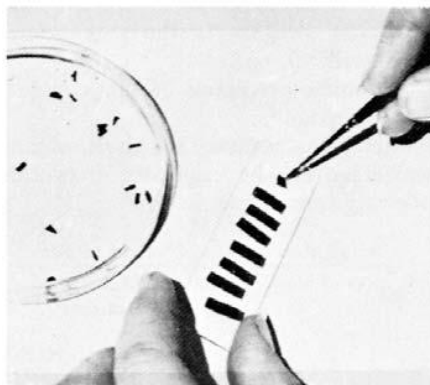
1 - Petri dish



شکل ۴- نمونه منجمد نصب شده برای برش در میکروتوم

۴-۹-۴ قرار دادن برش ها روی صفحه های میکروسکوپی

با استفاده از یک برس مویی جدید (به جز بُرسی که برای برداشتن برش ها از چاقو استفاده شد) ، یک نمونه را از حلال به یک شیشه میکروسکوپی تمیز منتقل کنید. برش ممکن است پیچ خورده و به صورت حلقه‌ای یا فردار شود. در هنگام کار با برس خیس شده با حلال دقت کنید که نمونه بصورت باز و صاف بر روی شیشه قرار گیرد (طبق شکل ۵). به آرامی به برس کشیدن ادامه دهید تا تمام چروک خوردگی‌ها از بین برود. چنانچه برش تمایل به جمع شدن و سرخوردن بر روی صفحه شیشه‌ای دارد، گوشه‌های آن را به آرامی با یک سوزن نگاهدارید.



شکل ۵- خارج کردن برش های متورم شده در نفتا به وسیله برس مویی

۴-۹-۴-۱ برای اطمینان از اندازه‌گیری مناسب، ۵ تا ۶ برش را به روی شیشه میکروسکوپ (لام) منتقل کنید سپس یک شیشه پوشش دهنده (لامل) بر روی برش‌ها قرار داده و با استفاده از نوار چسب یا مقدار کمی چسب در چهار گوشه بچسبانید.

۵-۹-۴ آماده سازی برای شمارش

کیفیت برش‌های آماده شده را با استفاده از میکروسکوپ نوری بررسی کرده و یک برش بدون چین و چروک، سوراخ یا اثر چاقو را انتخاب کنید. همچنین از برش‌های خیلی نازک نیز استفاده نکنید، زیرا ممکن است بعضی از خوشه‌های کربن بلک جدا شده و از سطح خارج شوند.

۴-۹-۵-۱ طول و عرض برش انتخاب شده را اندازه‌گیری کنید. حاصل ضرب این ابعاد، سطح نمونه بعد از تورم^۱ است. این مقدار را به همراه سطح نمونه قبل از تورم یادداشت کنید.

۶-۹-۴ روش انجام شمارش

شمارش کلوخه با استفاده از خط‌کش شطرنجی قرار گرفته در یکی از عدسی‌های چشمی انجام می‌شود. بزرگ‌نمایی باید در محدوده ۷۵ برابر تا ۱۰۰ برابر باشد. اندازه دقیق آن بستگی به تشخیص هر کاربر دارد و وابسته به مشخصات میکروسکوپ و سیستم عدسی‌ها است. در بزرگ‌نمایی ۱۰۰ برابر، هر مربع در شبکه شطرنجی به اندازه $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ است. در محدوده بزرگ‌نمایی ۷۵ برابر تا ۱۰۰ برابر، درصد پراکنش مربوط به یک برش به طور معنی‌داری تغییر نمی‌کند، به شرط آنکه نمونه‌گیری به روش صحیح انجام شده باشد. هر چند در مقایسه و طبقه‌بندی اندازه کلوخه‌ها در نمونه‌های مختلف، بزرگ‌نمایی باید ثابت باشد.

۴-۹-۶-۱ بصورت قراردادی پنج قسمت را در چهار گوشه و مرکز انتخاب کنید و شمارش را در آنها انجام دهید. هر قسمت از ۱۰۰۰۰ مربع کوچک در سطح شطرنجی تشکیل می‌شود. تمام مربع‌هایی را که حداقل نصف آن توسط یک کلوخه از کربن بلک پوشیده شده را بشمارید. این شمارش شامل همه کلوخه‌هایی با اندازه حدودی $5\mu\text{m}$ خواهد بود. خوشه‌های مشکی کربن بلک به راحتی از زمینه (که معمولاً سایه قهوه‌ای رنگ دارد) و از اثرات چاقو قابل تشخیص است و به صورت رگه‌ها یا نوارهای طویل دیده می‌شود.

۱۰-۴ محاسبه و تفسیر نتایج

۴-۱۰-۱ درصد پراکنش - درصد کربن بلکی است که با اندازه کمتر از $5\mu\text{m}$ پراکنده شده است و با استفاده از معادله (۱) محاسبه می‌شود:

$$\text{درصد پراکنش} = 100 - \text{SU/L} \quad (1)$$

1 -swelling

که در آن :

U تعداد کل مربع‌های شطرنجی که حداقل نصف آن با کربن بلک پر شده است (این عدد نشان دهنده میانگین ۵ شمارش در برش است، یادآوری را ببینید)؛

یادآوری - بیشتر کلوخه‌ها کاملاً از کربن بلک تشکیل نشده است. کلوخه‌ها ممکن است حاوی مقادیر قابل توجهی از پلیمر یا مواد افزودنی رنگ (رنگدانه یار) باشد. در خیلی از موارد که U خیلی بالا است، درجه بندی معکوس پراکنش مقدور است. چنین موادی خیلی ضعیف بوده و به راحتی می‌توان آنها را در درجه صفر یا بدون پراکنش طبقه بندی کرد. همچنین باید فرض کرد که سطح خالص تمام مقادیر درصد پراکنش احتمالاً بزرگتر از مقدار گزارش شده است. هیچ روش آزمون رضایت بخشی برای تعیین مقدار دقیق کربن بلک در هر کلوخه وجود ندارد.

S ضریب تورم سطح ناشی از واکنش حلال استفاده شده برای بازکردن پیچ خوردگی برش‌ها (نسبت سطح برش بعد از تورم به سطح قبل از تورم)؛
 L درصد حجمی کربن بلک استفاده شده در آمیزه است.

برای حداکثر صحت؛ درصد حجمی کربن بلک استفاده شده را می‌توان با استفاده از معادله (۲) محاسبه کرد:

$$L_1 = \frac{\text{جرم کربن بلک} \times \text{چگالی آمیزه}}{\text{کل جرم آمیزه} \times \text{چگالی کربن بلک}} \times 100 \quad (2)$$

اگرچه وقتی با لاستیک‌های هیدروکربنی کار می‌کنیم، جهت اهداف کاربردی، چگالی کربن بلک را بطور ساده می‌توان دو برابر چگالی پلیمر و روغن در نظر گرفت و از سهم وزنی عوامل پخت می‌توان صرف نظر کرد. آن‌گاه درصد حجمی کربن بلک را می‌توان از معادله ساده شده (۳) محاسبه کرد:

$$L_2 = \frac{\text{جرم کربن بلک}}{(\text{کل جرم پلیمر و روغن}) \times 2 + \text{جرم کربن بلک}} \times 100 \quad (3)$$

۴-۱۰-۱ در خصوص لاستیک‌هایی مانند SBR ، NR ، BR ، IIR و EPDM دو روش مختلف برای محاسبه درصد حجمی کربن بلک، اختلاف ناچیزی در مقدار نهایی درصد پراکنش ایجاد می‌کند. درحالی‌که برای هیدروکربن‌های هالوژنه شده مانند CR و یا هیدروکربن‌هایی مانند لاستیک سیلیکونی، چگالی واقعی پلیمر باید در رابطه مدنظر قرار گیرد.

۴-۱۰-۲ طبقه بندی اندازه کلوخه و محدوده پراکنش

اندازه کلوخه نیز یک موضوع مهم در پراکنش است، زیرا معمولاً کلوخه‌های مشکی بزرگتر باعث ایجاد آسیب بیشتر در کارآیی نهایی آمیزه می‌شود. برای اینکه تخمین ساده‌ای از میانگین اندازه کلوخه‌ها داشته باشیم

می‌توانیم از نمودار طبقه بندی پراکنش^۱ استفاده کنیم. هم‌چنین در مواردی که محاسبه مقدار دقیق پراکنش لازم نیست، می‌توان از این نمودار به عنوان یک مقیاس مرجع برای تخمین درصد پراکنش کربن بلک استفاده کرد. هم‌چنین در نمونه‌هایی که سطح پراکنش خیلی پائین است و کیفیت ضعیف پراکنش در بررسی چشمی برش مشخص شده است، می‌توان از این نمودار استفاده کرد. اندازه‌گیری این نمونه‌ها خیلی سخت و خسته‌کننده است.

۱-۲-۱۰-۴ نمودار طبقه‌بندی پراکنش شامل تعدادی میکروگراف نوری (با بزرگ‌نمایی ۶۰ برابر) از برش‌های میکروتوم شده از آمیزه‌هایی با کیفیت پراکنش مختلف می‌باشد. هر میکروگراف نمایش‌دهنده یک مربع $1/3\text{mm} \times 1/3\text{mm}$ از برش لاستیک واقعی است. در همه نمونه‌ها درصد حجمی کربن بلک استفاده شده ۱۸٪ است. نمودار از A تا H در جهت کاهش درصد پراکنش و ۱ تا ۶ در جهت افزایش اندازه کلوخه درجه بندی شده است. برای هر درجه حرفی (از A تا H) مقدار کربن بلک پراکنده نشده در میان ۶ دسته اندازه کلوخه‌ها ثابت است. باید یادآوری شود که بعضی از میکروگراف‌های محدوده A، B و C برای کلوخه‌های درشت‌تر وجود ندارد، زیرا درجه‌بندی درصد پراکنش از محدوده اندازه این گروه‌ها خارج می‌شود. محدوده‌های درصد پراکنش و دسته‌های اندازه کلوخه در جدول ۳ و جدول ۴ آورده شده است. باید خاطر نشان کرد در هر میکروگراف نمایش داده شده در نمودار طبقه بندی پراکنش، مقادیر معینی از کربن بلک پراکنده نشده نشان داده می‌شود و محدوده درصد فقط برای مقدار درصد حجمی ۱۸٪ کربن بلک معتبر است.

آمیزه‌های حاوی مقدار درصد حجمی خیلی کمتر یا بیشتر از کربن بلک را نیز می‌توان با استفاده از نمودار طبقه بندی کرد، اما درجه‌های درصد پراکنش باید متعاقباً اصلاح شود.

جدول ۳- محدوده درجه بندی پراکنش بر حسب درصد

| H | G | F | E | D | C | B | A | محدوده |
|-----|-----------|--------------|--------------|--------------|------------|--------------|-------------|----------------|
| (۰) | ۰ تا ۴۸٫۴ | ۴۸٫۴ تا ۷۱٫۶ | ۷۱٫۶ تا ۸۴٫۴ | ۸۴٫۴ تا ۹۱٫۸ | ۹۱٫۸ تا ۹۶ | ۹۶٫۰ تا ۹۸٫۶ | ۹۸٫۶ تا ۱۰۰ | مرزهای محدوده |
| (۰) | ۳۰٫۰ | ۶۰٫۰ | ۷۸٫۰ | ۸۸٫۱ | ۹۳٫۹ | ۹۷٫۳ | ۹۹٫۳ | میانگین محدوده |
| (۰) | ۴۸٫۴ | ۲۳٫۲ | ۱۲٫۸ | ۷٫۴ | ۴٫۲ | ۲٫۶ | ۱٫۴ | عرض محدوده |

جدول ۴- دسته‌های اندازه کلوخه

| گروه (دسته) | ۱ | ۲ | ۳ | ۴ | ۵ | ۶ |
|--|------------|-------------|--------------|---------------|----------------|-------------------|
| میانگین سطح - مربع های $10\ \mu\text{m}$ | ۲,۸ | ۸,۴ | ۲۵,۳ | ۷۶ | ۲۲۸ | ۶۸۴ |
| میانگین قطر - μm | ۱۹ | ۳۳ | ۵۷ | ۹۸ | ۱۷۰ | ۲۹۵ |
| مرزها - مربع های $10\ \mu\text{m}$ | ۰,۵ تا ۴,۹ | ۴,۹ تا ۱۴,۷ | ۱۴,۷ تا ۴۳,۹ | ۴۳,۹ تا ۱۲۸,۴ | ۱۲۸,۴ تا ۳۹۵,۵ | ۳۹۵,۵ تا ∞ |

۴-۱۰-۲-۲ نمودار طبقه‌بندی پراکنش هم‌چنین به عنوان وسیله‌ای برای توضیح انواع مشخصی از پراکنش‌های نامعمول کربن بلک مانند مستریج‌های لاتکس آسیاب نشده یا مستریج ضعیف^۱ به کار می‌رود. یک مستریج لاتکس آسیاب نشده متداول در نمودار نشان داده شده است. مستریج‌های ضعیف و یا دارای ظاهر متغیر را می‌توان بر حسب سری H بیان کرد. هرچند تمام این گروه در سطح پراکنش صفر یا بدون پراکنش هستند، اما طبقه‌های کلوخه مختلف در ظاهر به طور قابل توجهی متغیر می‌باشند. توضیح صحیح این ظاهر در تعیین حالت یک مستریج ضعیف معنادار می‌باشد.

۱۱-۴ گزارش آزمون

- ۴-۱۱-۱ درصد پراکنش - درجه پراکنش اندازه‌گیری شده را با تقریب ۰,۱٪ گزارش کنید.
- ۴-۱۱-۲ اندازه کلوخه - میانگین اندازه کلوخه را بر حسب یکی از ۶ گروه نمودار طبقه بندی پراکنش گزارش کنید. در مواردی که توزیع دوقله‌ای^۲ کلوخه وجود دارد، ممکن است دو گروه گزارش شود.
- ۴-۱۱-۳ مقادیر درصد پراکنش تخمین زده شده - درجه پراکنش تخمینی را بر حسب یکی از ۸ محدوده A تا H در نمودار طبقه بندی پراکنش گزارش کنید.
- ۴-۱۱-۴ درجه بندی ترکیبی - در مواردی که درصد پراکنش اندازه گیری شده است ، مقدار اندازه گیری شده را گزارش کرده و در ادامه محدوده و طبقه اندازه کلوخه در نمودار طبقه بندی پراکنش را بیان کنید . برای مثال مقدار محاسبه شده ۹۴,۳٪ با دسته کلوخه ۲ باید به صورت زیر گزارش شود : (C2) ۹۴,۳
- ۴-۱۱-۴-۱ در جایی که محدوده پراکنش تخمین زده شده است، به طور ساده محدوده را با طبقه اندازه کلوخه گزارش کنید، برای مثال نمونه بالا به صورت زیر گزارش می‌شود : C2

1- Poor masterbatch letdown
2 -Bimodal

۴-۱۱-۵ شناسایی آمیزه - اطلاعات مربوط به آمیزه را تا حد امکان مطابق موارد زیر گزارش کنید:

۴-۱۱-۵-۱ فرمول بندی ؛

۴-۱۱-۵-۱-۱ کربن بلاک ، نوع و میزان استفاده ؛

۴-۱۱-۵-۱-۲ سایر پرکننده‌ها ، نوع و میزان استفاده ؛

۴-۱۱-۵-۱-۳ نوع پلیمر ؛

۴-۱۱-۵-۱-۴ مواد افزودنی رنگ (بسط دهنده) ، نوع و میزان استفاده .

۴-۱۱-۵-۲ اختلاط- اختلاط آمیزه را بر حسب یک یا چند حالت زیر بیان کنید:

۴-۱۱-۵-۲-۱ روش انجام اختلاط استاندارد ؛

۴-۱۱-۵-۲-۲ نوع دستگاه ؛

۴-۱۱-۵-۲-۳ مستریچ ؛

۴-۱۱-۵-۲-۴ آمیزه نهایی ؛

۴-۱۱-۶ شماره این استاندارد ملی ؛

۴-۱۱-۷ تاریخ انجام آزمون .

۴-۱۲ دقت و اریبی

به علت استفاده محدود، توضیحی در مورد دقت و اریبی برای روش ب نمی تواند بیان شود.

۵ روش آزمون پ - اندازه گیری ریز زبری با استفاده از پروفایل سنج

۱-۵ دامنه کاربرد

روش پ یک روش آزمون کمی است. در یک سطح برش خورده از آزمون لاستیکی که با یک قلم فولادی^۱ (نوک سوزنی) اثرگذاری^۲ شده است، میزان زبری ایجاد شده توسط کلوخه های کربن بلک اندازه گیری می شود. این روش آزمون برای آمیزه های لاستیکی حاوی انواع مختلف کربن بلک و با محدوده وسیعی از میزان مصرف کربن بلک کاربرد دارد.

۲-۵ خلاصه روش آزمون

با برش آمیزه لاستیکی یک سطح داخلی تازه ایجاد می شود. این سطح با یک قلم فولادی ظریف (شعاع نوک $2.5 \mu\text{m}$ و نیروی 200 mg) اثرگذاری می شود و آن گاه ضریب زبری بر اساس تعداد و میانگین ارتفاع بی نظمی های سطح (برآمدگی ها و تورفتگی ها) ایجاد شده توسط کلوخه های کربن بلک، تعیین می شود. ضریب زبری اندازه گیری شده یک شاخص پراکنش را نتیجه می دهد که بر مبنای مقیاس مشابه (۰ تا ۱۰۰) مانند روش ب بیان می شود. مقادیر درصد پراکنش به دست آمده از روش ب برای پایه گذاری مقیاس شاخص پراکنش برای انواع مختلف فرمول بندی لاسٹیک استفاده می شود.

۳-۵ اهمیت و کاربرد

خواص فیزیکی مهم و معین آمیزه به طور قابل توجه تحت تاثیر درجه پراکنش کربن بلک است (برای مثال استحکام کششی، مقاومت سایشی و دوام خستگی). ارتباط این خواص با شاخص پراکنش تعیین شده با روش اندازه گیری میکرو زبری، طرح مشابهی مطابق روش شمارش کلوخه در بند ۴-۳ ارائه می دهد.

۴-۵ وسایل

۱-۴-۵ دستگاه تجزیه گر^۳ پراکنش، یک وسیله اندازه گیری ریز زبری با قلم فولادی که مجهز به نگه دارنده آزمون، وسیله برش نمونه و پایه ردیابی^۴ آزمون است (مطابق شکل ۶).

۲-۴-۵ صفحه جداسازی ارتعاشی، با ابعاد حدودی 66 cm در 51 cm و عمق 4 cm برای نصب قسمت حرکتی و پایه ردیابی آزمون

1 - Stylus
2 - Tracing
3 - Analyzer
4 - Tracking



شکل ۶- اجزای یک سیستم پروفایل سنج برای تجزیه پراکنش

۳-۴-۵ قیچی

۴-۴-۵ تیغ ، تک لبه از جنس فولاد زنگ نزن (پوشش داده شده) ، مورد نیاز برای وسیله برش نمونه

۵-۴-۵ ذره بین دستی (با بزرگنمایی ۱۰ برابر)

۶-۴-۵ منجمد کننده - یک دستگاه مبرد منجمد کننده استاندارد (-5°C) برای آمیزه‌های غیر ولکانیده مورد نیاز است .

۷-۴-۵ کاغذ نمودار لگاریتمی.

۵-۵ نمونه برداری

۱-۵-۵ آمیزه‌های ولکانیده- نمونه‌ها از یک باریکه آزمون استاندارد (با ضخامت ۲ mm) و یا از محصول لاستیکی اصلی با برش عرضی حدود ۲ mm تا ۳ mm بریده می‌شود.

۲-۵-۵ آمیزه‌های غیر ولکانیده - نمونه‌ها از صفحه‌های لاستیکی که به باریکه‌هایی با ضخامت یکنواخت ۲ mm تا ۳ mm تبدیل شده، تهیه می‌شود.

۶-۵ تهیه آزمون

۱-۶-۵ با استفاده از یک قیچی یک آزمون مستطیلی شکل با طول حدود ۳/۵ cm و عرض ۲ cm و ضخامت ۰/۲ cm برش دهید. طول آزمون باید در جهتی که صفحه لاستیکی ورقه‌ای شده است، بریده شود.

۲-۶-۵ آزمون غیر ولکانیده را قبل از آزمون در دمای 5°C به مدت حداقل ۳۰ min نگهداری کنید.

۷-۵ کالیبراسیون

۱-۷-۵ بخش متحرک دستگاه تجزیه‌گر پراکنش باید تراز شده باشد، به طوری که قلم فولادی در یک سطح افقی حرکت کند. قبل از انجام این کار بخش متحرک را بر روی صفحه مجزا کننده ارتعاشی قرار دهید.

۱-۱-۷-۵ نوک قلم فولادی را برای اثرگذاری بر روی یک سطح صاف معلوم قرار دهید که یک سطح افقی مرجع مناسب فراهم می‌کند. یک صفحه شیشه‌ای تخت بر روی سطح مجزا کننده ارتعاشی برای این کار مناسب است.

۲-۱-۷-۵ طول اثرگذاری را به میزان حدود ۱۰ cm تنظیم کنید.

۳-۱-۷-۵ سرعت را به مقدار ۲/۵ mm/s تنظیم کنید و کلید اجرای دستگاه را فعال کنید. با این کار اثرگذاری قلم فولادی در جهت متناوب رفت و برگشت بر روی سطح افقی مرجع شروع می‌شود.

۴-۱-۷-۵ سرعت قلم فولادی را کم کنید و ادامه دهید تا قلم فولادی با سطح مربع تماس پیدا کند. موقعیت قلم فولادی در نمایشگر صفحه کنترل به صورت بالا (High) یا پائین (low) مشخص شده است. علامت بالا و پائین به فشار قلم فولادی بر سطح اشاره می‌کند.

۵-۱-۷-۵ موقعیت قلم فولادی در حین اثرگذاری را مشاهده کنید و بخش متحرک را در نقطه نهایی با کلید توقف در صفحه کنترل متوقف کنید.

۶-۱-۷-۵ ارتفاع قلم فولادی را تصحیح کنید. این تنظیم باید هماهنگ با تصحیح انجام شده در جهت معکوس برای ارتفاع کلی میله قلم فولادی باشد

۷-۱-۷-۵ کلید اجرای دستگاه را فعال کنید و مجدداً تغییرات در ارتفاع قلم فولادی را بر روی صفحه مرجع مشاهده کنید. عملیات تراز کردن و تصحیح ارتفاع را تکرار کنید تا ارتفاع قلم فولادی در کل مسیر اثرگذاری دقیقاً در وسط موقعیت های بالا و پائین باشد

۸-۵ روش انجام آزمون

۱-۸-۵ واحد کنترل و ثبت دستگاه را روشن کنید.

۵-۸-۲ پروفایل دستگاه را پاک کنید.

۵-۸-۳ قبل از انجام اولین اثرگذاری، بخش متحرک را با انجام عملیات بدون نمونه به مدت ۱۵ دقیقه، تثبیت کنید.

۵-۸-۴ ثابت های رگرسیون، A (شیب) و B (عرض) را برای محاسبه شاخص پراکنش^۱ وارد کنید. این ثابت ها برای هر فرمول بندی مخصوص و معین است. اگر ثابت ها برای فرمول بندی لاستیک مورد ارزیابی در دسترس نیست، به بخش ۵-۹ مراجعه کنید.

۵-۸-۵ عرض برش زبری را ۰/۸ قرار دهید.

۵-۸-۶ ثابت C برای حداقل ارتفاع پیک زبری را وارد کنید. این ثابت، اختلالات ارتعاشی یا الکترونیکی با فرکانس بالا که وابسته به موقعیت دستگاه است را حذف می کند. مقدار $C = 0.7 \mu m$ معمولاً هنگامیکه بخش متحرک بر روی صفحه جداسازی ارتعاشی نصب شده است به کار می رود. مقادیر کمتر یا بیشتر C ممکن است با تشخیص کاربر استفاده شود. این انتخاب وابسته به نوع فرمول بندی لاستیک یا محدوده اندازه کلوخه ها است که مربوط به جنبه های ویژه کاربرد محصول می باشد.

۵-۸-۷ بخش متحرک را برای طول اثرگذاری ۲ cm تنظیم کنید.

۵-۸-۸ آزمون لاستیکی را در گیره نگه دارنده آزمون قرار دهید.

۵-۸-۹ گیره نگه دارنده آزمون را در وسیله برش آزمون قرار داده و محکم کنید.

۵-۸-۱۰ یک تیغ جدید در برش دهنده آزمون قرار دهید.

۵-۸-۱۱ دسته برش را با یک حرکت یکنواخت و آهسته پائین بیاورید تا تیغ از آزمون عبور کند. نگه دارنده آزمون را از وسیله برش خارج کنید و تیغ استفاده شده و قطعه لاستیکی بریده شده از آزمون را دور بیاندازید.

۵-۸-۱۲ سطح برش خورده از آزمون را با یک ذره بین با بزرگنمایی ۱۰ برابر بررسی کنید. اگر سطح یکنواخت نبوده و یا اثرات ناشی از برش شدید بر روی آن مانده باشد، فرآیند برش را با یک تیغ جدید تکرار کنید. آزمون های غیر ولکانیده باید قبل از برش تا $5^{\circ}C$ مجدداً سرد شود.

۵-۸-۱۳ نگه دارنده آزمون را در پایه ردیابی قرار دهید به طوری که سطح برش خورده رو به بالا باشد.

۵-۸-۱۴ نگه دارنده آزمون را به نحوی تنظیم کنید که قلم فولادی در امتداد درازای آزمون در یک مسیر نزدیک مرکز حرکت کند و از حدود ۰/۵ cm از انتهای آن شروع کند.

۵-۸-۱۵ سرعت ردیابی قلم فولادی را برای عملیات معمولی (۲/۵ m/s) تنظیم کنید.

- ۵-۸-۱۶ ارتفاع قلم فولادی را به گونه تنظیم کنید که در تماس با سطح آزمون قرار گیرد.
- ۵-۸-۱۷ دستگاه را برای یک سیکل (دوره) تنظیم کرده و دکمه اجرای دستگاه را فعال کنید. دستگاه شروع به اثرگذاری آزمون می کند.
- ۵-۸-۱۸ هنگامیکه اثرگذاری کامل شد، مقادیر اندازه گیری شده شاخص پراکنش (DI) تعداد پیکهای زبری در سانتی متر (F)، میانگین ارتفاع پیک زبری (H) و ضریب زبری (F^2H) را ثبت کنید.
- ۵-۸-۱۹ آزمون نصب شده را از پهلو حدود ۰٫۲ mm جابجا کرده و یک اثر زبری دوم بگیرید. میانگین مقادیر اولین و دومین اثرگذاری را ثبت کنید. این میانگین یک نتیجه آزمون محسوب می شود.
- ۵-۸-۲۰ مراحل ۵-۸-۸ تا ۵-۸-۱۹ را برای آزمون های بیشتر از همان فرمول بندی لاستیک تکرار کنید.

۹-۵ محاسبات

- ۵-۹-۱ شاخص پراکنش (DI) با مقیاس ۰ تا ۱۰۰ و اندازه های زبری F و H برای هر نمونه توسط دستگاه ارائه می شود. اگر ثابت های A و B برای محاسبه DI مشخص نباشد، باید با استفاده از یک سری مخلوط های استاندارد که توسط روش آزمون ب تجزیه شده است، به دست آید.
- ۵-۹-۲ آماده سازی استانداردها - یک مجموعه از ۴ سطح مختلف پراکنش کربن بلک برای فرمول بندی دلخواه لاستیک با تغییر در زمان یا انرژی مخلوط سازی آماده کنید. تمام محدوده سطوح پراکنش باید مشابه محدوده استانداردهای بند ۶-۵ باشد.
- ۵-۹-۲-۱ درصد پراکنش در هر مخلوط استاندارد را با استفاده روش آزمون ب مطابق بندهای ۴-۱ تا ۴-۱۲ محاسبه کرده یا تخمین بزنید.
- ۵-۹-۲-۲ ضریب زبری F^2H را برای هر مخلوط استاندارد مطابق روش شرح داده شده در بندهای ۵-۳ تا ۵-۸ محاسبه کنید.
- ۵-۹-۳ شاخص پراکنش - شاخص پراکنش با استفاده از معادله (۴) محاسبه می شود :

$$DI = 100 - 10 \exp[A \log F^2H + B] \quad (4)$$

که در آن :

F تعداد پیکهای زبری در هر سانتی متر؛

H میانگین ارتفاع پیک (بر حسب میکرومتر) است.

A و B ثابت های ویژه هر فرمول بندی لاستیک هستند و با نوع پلیمر، نوع کربن بلک، میزان مصرف کربن بلک و روغن و حالت پخت تغییر می کنند. میزان شاخص پراکنش رابطه معکوس با F^2H دارد.

۵-۹-۳-۱ برای تعیین مقدار ثابت های A و B ، مقادیر F^2H اندازه گیری شده برای هر مخلوط استاندارد را در مقابل درصد پراکنش (d) به دست آمده از روش آزمون ب بر روی کاغذ لگاریتمی رسم کنید. بهترین خط رگرسیون را رسم کنید و دو نقطه مختلف در خط انتخاب کنید که مقادیر درصد پراکنش و F^2H به صورت مشخص دیده شود مقادیر این دو نقطه را ثبت کنید.

۵-۹-۳-۲ A (شیب) و B (عرض از مبدأ) را با استفاده از معادله های زیر محاسبه کنید :

$$A = \frac{\log_{10}(100-d)_2 - \log_{10}(100-d)_1}{\log_{10}(F^2H)_2 - \log_{10}(F^2H)_1} \quad (5)$$

$$B = \log_{10}(100 - F^2H)_2 - A \log_{10}(100 - F^2H)_1 \quad (6)$$

همانطور که در بالا بیان شد، نقطه ۲ سطح پراکنش بالاتری را نسبت به نقطه ۱ نشان می دهد. مقدار A معمولا مثبت و مقدار B منفی است، زیرا عرض یک عدد کسری است.

۵-۱۰ گزارش آزمون

اطلاعات زیر را گزارش کنید:

۵-۱۰-۱ شناسایی درست نمونه مطابق بند ۴-۱۱-۵-۱ ؛

۵-۱۰-۲ مقدار A و B با دقت ۰٫۰۰۱ ؛

۵-۱۰-۳ مقدار C ؛

۵-۱۰-۴ ضریب زبری F^2H با دقت ۱٫۰ ؛

۵-۱۰-۵ مقدار شاخص پراکنش با دقت ۰٫۱ ؛

۵-۱۰-۶ شماره این استاندارد ملی ؛

۵-۱۰-۷ تاریخ انجام آزمون .

۵-۱۱ دقت و اریبی

۵-۱۱-۱ دقت : نتایج دقت این روش های آزمون در ابتدا از یک برنامه آزمون بین آزمایشگاهی گرفته شده است که قبل از پذیرش استاندارد ASTM D4483 به عنوان استاندارد مرجع دقت برای روشهای آزمون D24 بوده است و براساس استاندارد ASTM D4483 انجام نشده است. اگرچه نتایج آن برنامه آزمون بین آزمایشگاهی در این بخش تا حد ممکن به قالب و فرمت بیان دقت استاندارد ASTM D4483 تبدیل شده است.

۵-۱۱-۲ نتایج دقت در این بخش ، تخمینی از دقت روش آزمون با استفاده از موادی است که در برنامه بین آزمایشگاهی خاص (طبق بند ۵-۱۱-۱) استفاده شده است. برای این که پارامترهای دقت برای پذیرش یا عدم پذیرش آزمون دسته ای از مواد، به کار گرفته شوند، باید قابل استفاده بودن آنها برای آن مواد و روش های آزمون توافق شده، اثبات شده باشد.

۵-۱۱-۳ یک برنامه بین آزمایشگاهی نوع ۱ اجرا شده است. ۴ نوع مواد (آمیزه های کربن بلک) هر کدام دوبار، در دو روز و توسط شش آزمایشگاه آزمون شده‌اند. هر اندازه‌گیری بر مبنای یک اثرگذاری زبری ۲ cm انجام شده است. محدوده نتایج آزمون (شاخص پراکنش اندازه گیری شده) تقریباً از ۳۵ تا ۹۸ است.

۵-۱۱-۴ نتایج دقت روش پ برای میانگین دو آزمون در هر روز در جدول ۵ ارائه شده است.

۵-۱۱-۵ اریبی - اریبی عبارت است 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 توسط روش آزمون تعریف شده است. بنابراین اریبی نمی‌تواند تعیین شود.

جدول ۵ - نتایج دقت نوع ۱ برای روش آزمون پ (شاخص پراکنش اندازه گیری شده)

| (R) | R | S _R | (r) | r | S _r | شاخص پراکنش (میانگین) |
|---|------|----------------|------|------|----------------|--------------------------|
| ۶۰٫۷ | ۲۱٫۵ | ۷٫۵۹ | ۲۸٫۱ | ۹٫۹۶ | ۳٫۵۲ | ۳۵٫۴ |
| ۶٫۷۳ | ۵٫۷۴ | ۲٫۰۳ | ۳٫۶۱ | ۳٫۰۸ | ۱٫۰۹ | ۸۵٫۳ |
| ۴٫۱۵ | ۳٫۸۲ | ۱٫۳۵ | ۴٫۰۲ | ۳٫۷۰ | ۱٫۳۱ | ۹۲٫۰ |
| ۲٫۲۱ | ۲٫۱۸ | ۰٫۷۷ | ۲٫۵۳ | ۲٫۴۹ | ۰٫۸۸ | ۹۸٫۵ |
| <p>S_r : انحراف معیار تکرارپذیری (در واحدهای اندازه گیری)</p> <p>r : تکرارپذیری (در واحدهای اندازه گیری)</p> <p>(r) : تکرارپذیری (درصد نسبی)</p> <p>S_R : انحراف معیار تجدیدپذیری (در واحدهای اندازه گیری)</p> <p>R : تجدیدپذیری (در واحدهای اندازه گیری)</p> <p>(R) : تجدیدپذیری (درصد نسبی)</p> | | | | | | |

۶ روش آزمون ت - اندازه گیری ریز زبری با استفاده از میکروسکوپ تداخلی

۱-۶ دامنه کاربرد

روش آزمون ت یک روش آزمون کمی است. سطح بریده شده از آزمون لاسستیک با یک میکروسکوپ تداخلی مورد بررسی قرار گرفته و میزان زبری ایجاد شده در اثر کلوخه های کربن بلک اندازه گیری می شود. این روش آزمون برای آمیزه های لاسستیکی حاوی تمام انواع کربن بلک با میزان مصرف مختلف کاربرد دارد.

۲-۶ خلاصه روش آزمون

با برش آمیزه لاسستیکی یک سطح داخلی جدید ایجاد کنید. این سطح با یک میکروسکوپ تداخلی (میدان دید $512 \mu\text{m} \times 512 \mu\text{m}$ و تفکیک پذیری $1 \mu\text{m}^2$) مورد بررسی قرار گرفته و ریشه میانگین توان های دوم (RMS)^۱ زبری و درجه اوج^۲ نامنظمی های سطح (برآمدگی یا تورفتگی) ایجاد شده توسط کلوخه های کربن بلک اندازه گیری می شود. این پارامترهای اندازه گیری شده زبری برای دستیابی به شاخص پراکنش مشابه روش آزمون ب و پ (با مقیاس ۰ تا ۱۰۰) مورد استفاده قرار می گیرد. مقادیر شاخص پراکنش چندمنظوره بوده و برای فرمول بندی های مختلف لاسستیک و با میزان پرکننده های مختلف کاربرد دارد.

۳-۶ اهمیت و کاربرد

۱-۳۷ خواص فیزیکی مهم و معین آمیزه به طور قابل توجه تحت تاثیر درجه پراکنش کربن بلک است (برای مثال استحکام کششی، مقاومت سایشی و دوام خستگی). ارتباط این خواص با شاخص پراکنش تعیین شده با روش اندازه گیری میکروزبری، طرح مشابهی مطابق روش شمارش کلوخه در بند ۴-۳ ارائه می دهد.

۴-۶ وسایل

۱-۴-۶ دستگاه تجزیه گر پراکنش - یک وسیله اندازه گیری زبری بر اساس میکروسکوپ تداخلی که به نگره دارنده آزمون و وسیله برش نمونه مجهز شده است (طبق شکل ۷).

۲-۴-۶ میز جداسازی ارتعاشی - با ابعاد ۴۳ cm در ۵۳ cm و عمق ۲ cm برای نصب سر میکروسکوپ پیشنهاد می شود.

1- Root mean squares
2- kurtosis

۳-۴-۶ قیچی

۴-۴-۶ تیغ - تک لبه از جنس فولاد زنگ نزن (پوشش داده شده) ، مورد نیاز برای وسیله برش آزمون



شکل ۷- اجزای یک سیستم میکروسکوپ تداخلی برای تجزیه پراکنش

۵-۴-۶ ذره بین دستی (با بزرگنمایی ۱۰ برابر)

۶-۴-۶ منجمد کننده - یک دستگاه مبرد منجمد کننده استاندارد (-5°C) برای آمیزه‌های غیر ولکانیده مورد نیاز است.

۵-۶ نمونه برداری

۱-۵-۶ آمیزه‌های ولکانیده- آزمون‌ها از یک باریکه آزمون استاندارد (با ضخامت ۲ mm) و یا از محصول لاستیکی اصلی با برش عرضی حدود ۲ mm تا ۳ mm بریده می‌شود.

۲-۵-۶ آمیزه‌های غیر ولکانیده - آزمون‌ها از صفحه‌های لاستیکی که به ورق‌های با ضخامت یکنواخت ۲ mm تا ۳ mm تبدیل شده، تهیه می‌شود.

۶-۶ تهیه آزمون

۱-۶-۶ با استفاده از یک قیچی یک آزمون مستطیلی شکل با طول حدود ۳ cm و عرض ۲ cm و ضخامت ۰/۲ cm برش دهید. طول آزمون باید در جهتی که صفحه لاستیکی ورقه‌ای شده است، بریده شود.

۲-۶-۶ آزمون غیر ولکانیده را قبل از آزمون در دمای -5°C به مدت حداقل ۳۰ min نگهداری کنید.

۷-۶ روش کار

۱-۷-۶ رایانه و کنترل کننده موتور را روشن کنید.

۲-۷-۶ نرم افزار پردازش تصویر را راه اندازی کنید.

۷-۷-۶ در صفحه کنترل میکروسکوپ مقادیر پارامترهای زیر را تایید کنید :

- Mode در حالت " Texture " تنظیم شود.

- پیکسل ها به مقدار 480×480 تنظیم شود.

- بزرگ‌نمایی به میزان $10 \times$ تنظیم شود.

۸-۷-۶ آزمون لاستیکی را در گیره نگه دارنده آزمون قرار دهید.

۹-۷-۶ نگه دارنده آزمون را در وسیله برش آزمون قرار دهید.

۱۰-۷-۶ یک تیغ جدید در وسیله برش آزمون قرار دهید.

۱۱-۷-۶ دسته برش را با یک حرکت یکنواخت و آهسته پائین بیاورید تا تیغ از آزمون عبور کند. نگه دارنده آزمون را از وسیله برش خارج کنید و تیغ استفاده شده و قطعه لاستیکی بریده شده از آزمون را دور بیاندازید.

۱۲-۷-۶ سطح برش خورده از آزمون را با استفاده از یک ذره بین با بزرگ‌نمایی $10 \times$ بررسی کنید. اگر سطح ناپیکنواخت بوده و یا اثرات ناشی از برش شدید بر روی آن مانده باشد، فرآیند برش را با یک تیغ جدید تکرار کنید.

۱۳-۷-۶ نگه دارنده آزمون را در محل استقرار آن در پایه میکروسکوپ قرار دهید به طوری که سطح برش خورده رو به بالا باشد.

۱۴-۷-۶ بر روی دکمه "ورود نمونه" کلیک کنید تا نمونه در زیر عدسی های چشمی میکروسکوپ قرار گیرد. در صورت لزوم موقعیت نگه‌دارنده نمونه و stage را تنظیم کنید تا سطح بریده شده در زیر موضع نور میکروسکوپ قرار گیرد. نقطه نور باید از بالا به پائین در مرکز و تقریباً 5 mm از سمت راست آزمون باشد.

۱۵-۷-۶ شدت لامپ میکروسکوپ را تنظیم کنید تا نوردهی کافی برای تصویر سطح نمونه به دست آید.

۱۶-۷-۶ نور Z را به نحوی تنظیم کنید تا حاشیه های تداخل در تصویر سطح به دست آید.

۶-۷-۱۷ با استفاده از تنظیم گام^۱ و چرخش^۲، پوشش حاشیه ها را در تصویر حداکثر کنید. برای نمونه‌هایی که شیب زیاد دارند، این کار باعث می‌شود موضع نور از سطح آزمون خارج شود. در این صورت موقعیت آزمون را با عقب کشیدن آن در زیر عدسی شیئی میکروسکوپ تنظیم کنید.

۶-۷-۱۸ در نرم افزار نور را در حالت اتوماتیک قرار دهید.

۶-۷-۱۹ موقعیت نقاط بالاترین و پائین‌ترین را در میدان دید تعیین کنید. براساس این نقاط طول اسکن مناسب را انتخاب کرده و محدوده Z (um) را طبق آن تنظیم کنید. طول اسکن باید به اندازه کافی طولانی باشد تا گرفتن داده ها کامل باشد، از طرف دیگر باید تا اندازه ممکن کوتاه باشد تا گرفتن داده‌ها موثر و کارآمد باشد.

۶-۷-۲۰ در صورت نیاز به نحوی تنظیم کنید تا حاشیه ها در مرکز پنجره تصویر قرار گیرد.

۶-۷-۲۱ دکمه شروع را فشرده و منتظر باشید تا میکروسکوپ در عرض نمونه ها اسکن را انجام دهد.

۶-۷-۲۲ بعد از انجام اسکن، داده ها نمایش داده خواهد شد و یک پیام برای پذیرش تصویر ظاهر می‌شود.

۶-۷-۲۲-۱ اگر داده ها قابل قبول است، نتایج را ذخیره کنید.

۶-۷-۲۲-۲ اگر داده‌ها حاوی خطاهای زیادی بود، میکروسکوپ را تنظیم کرده و مرحله بند ۶-۷-۲۱ را تکرار کنید.

۶-۷-۲۲-۳ مراحل بند ۶-۷-۱۶ تا ۶-۷-۲۲ را تکرار کنید تا ۱۰ تصویر به‌دست آید.

۶-۷-۲۲-۴ نمونه را خارج کنید.

۶-۷-۲۲-۵ برای نمونه‌های بیشتر مراحل ۶-۷-۸ تا ۶-۷-۲۴ را تکرار کنید.

۸-۶ محاسبات

۶-۸-۱ در حین تجزیه داده‌ها، نرم افزار پارامترهای زیر را از هر فایل داده ها محاسبه می‌کند.

۶-۸-۱-۱ FRq : زبری RMS سطح بعد از به‌کارگیری تبدیل فوریه سریع (FFT)^۳

۶-۸-۱-۲ ISku : کشیدگی سطحی از داده ها قبل از به‌کارگیری تبدیل فوریه سریع

۶-۸-۱-۳ FSku : کشیدگی سطحی از داده ها بعد از به‌کارگیری تبدیل فوریه سریع

1- Pitch
2- Roll
3- Fast Fourier transform

۲-۸-۶ شاخص پراکندگی طبق معادله (۷) به دست می‌آید :

$$DI = 100.86 - 34.57 \times FRq + 111.55 \times ISku^{-1} - 3510.80 \times FSk u^{-2} \quad (۷)$$

که پارامترهای محاسبه شده از هر ۱۰ فایل داده‌ای برای استفاده در این فرمول میانگین‌گیری می‌شود.

۹-۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد :

۱-۹-۶ شناسایی صحیح نمونه مطابق بند ۴-۱۱-۵-۱ ؛

۲-۹-۶ مقدار شاخص پراکنش با دقت ۰٫۱ ؛

۳-۹-۶ مقادیر FRq ، $ISku$ و $FSku$ با دقت ۰٫۱ ؛

۴-۹-۶ شماره این استاندارد ملی ؛

۵-۹-۶ تاریخ انجام آزمون .