



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۷۲۶

تجدیدنظر اول

۱۴۰۲

INSO

18726

1st Revision

2024

Identical with  
ASTM D 4527:  
2018

کربن بلک (دوده) - اندازه گیری مواد  
قابل استخراج با حلال - روش آزمون

**Carbon black – Determination of  
solvent extractables–Test method**

ICS: 83.040.20

استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۶ (تجدیدنظر اول): سال ۱۴۰۲

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@inso.gov.ir](mailto:standard@inso.gov.ir)

وب‌گاه: <http://www.inso.gov>

### **Iran National Standards 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@inso.gov.ir](mailto:standard@inso.gov.ir)

Website: <http://www.inso.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، به روزرسانی 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کربن بلک (دوده) - اندازه‌گیری مواد قابل استخراج با حلال - روش آزمون»

### رئیس:

سمت و/یا محل اشتغال:

هیئت علمی - پژوهشگاه استاندارد

خالقی مقدم، ماهرو  
(دکتری شیمی آلی)

### دبیر:

کارشناس استاندارد - شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

بهروزی، سحر  
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

مدیر تکنولوژی - مجتمع صنعتی آرتاویل تایلر

امام جمعه‌زاده، سلمان  
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

مدیر تحقیق و توسعه - شرکت رنگدانه سیرجان

افضلی، اویس  
(دکتری سازه)

کارشناس آزمایشگاه - شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

بیگدلی‌فر، ام البنین  
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

مدیر فنی - آزمایشگاه آریانام

جهان فروغ نادر، میلاد  
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

مدیر واحد کامپاندینگ - شرکت لاستیک دنا

حسینی‌مهر، سید علی  
(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع لاستیک)

کارشناس استاندارد - شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

دبیر شاه‌اویسی، فرانک  
(کارشناسی شیمی محض)

مدیر کنترل کیفیت مواد اولیه - شرکت لاستیک بارز

رحیمی، مهدی  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

سرپرست مهندسی لاستیک - ایران تایلر

رحمانی، آرش  
(کارشناسی پلیمر)

سرپرست آزمایشگاه - لاستیک ایران تایلر

سیاهپوش، پریا  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

**سمت و/یا محل اشتغال:**

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس هماهنگی امور تدوین استاندارد- اداره کل استاندارد  
استان خوزستان

شیرالی، لیلا  
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

مدیر کنترل کیفیت- شرکت ویژگان بسپار شرق

شفیعی، شبنم  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

رئیس کنترل کیفیت- شرکت دوده صنعتی کربن سیمرغ

صمدزاده مهابادی، حسن  
(کارشناسی شیمی محض)

مدیر فنی آزمایشگاه- شرکت آبراهه گستر نیشابور

ضابطی، مهسا  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس استاندارد - بازنشسته پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی  
ایران

فرهنگ‌زاده، سلوی  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

کارشناس تحقیق و توسعه- شرکت پویا پلیمر تهران

فقیری، سعید  
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

مسئول پژوهش و فناوری- مرکز تحقیقات صنایع لاستیک

کرامتی، طاهره  
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

مدیر فنی آزمایشگاه- شرکت ماهران ساحل جنوب

کمایی، مجتبی  
(کارشناسی مهندسی پلیمر)

مدیر کنترل کیفیت- شرکت دوده پارس

کیانی راد، داود  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

مدیر پروژه‌های نفت، گاز، پتروشیمی- شرکت رنگدانه سیرجان

منصوری، عبدالامیر  
(دکتری اقتصاد نفت، گاز، پتروشیمی)

رئیس توسعه مواد و فرایند- شرکت کویر تایر

مقبولی، یاسر  
(دکتری شیمی آلی)

رئیس اداره هماهنگی و امور تدوین استاندارد- اداره کل استاندارد  
استان خوزستان

مهرمولایی، فاطمه  
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

مدیر کنترل کیفیت- شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم-  
کارخانه مشهد

ملائکه، پدرام  
(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

**اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

مشرقی، هانیه

(کارشناسی ارشد مدیریت اجرایی)

محمدپور، مینا

(کارشناسی شیمی محض)

موسی‌زاده، آرش

(کارشناسی شیمی کاربردی)

هاتف‌نیا، علی

(کارشناسی مهندسی شیمی)

**ویراستار**

فرهنگ‌زاده، سلوی

(کارشناسی مهندسی شیمی)

**سمت و/یا محل اشتغال:**

مدیر کنترل کیفیت- شرکت جهد لوله خراسان

مدیر تضمین کیفیت- شرکت لاستیک بریجستون

مدیر اداره کنترل کیفیت مواد اولیه و آمیزه- شرکت لاستیک بارز

مدیر کنترل و تضمین کیفیت- شرکت صنعتی دوده فام

کارشناس استاندارد- بازنشسته پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۲	۴ اهمیت و کاربرد
۲	۵ وسایل
۳	۶ مواد و واکنشگرها
۳	۷ اقدامات احتیاطی
۵	۸ روش اجرای آزمون
۶	۹ محاسبه
۶	۱۰ گزارش آزمون
۶	۱۱ اریبی و دقت

## پیش‌گفتار

استاندارد «کربن بلک (دوده) – اندازه‌گیری مواد قابل‌استخراج با حلال – روش آزمون» که نخستین‌بار در سال ۱۳۹۳ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌صد و چهل و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ ۱۴۰۲/۱۰/۳۰ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده 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 ۱۸۷۲۶: سال ۱۳۹۳ می‌شود.

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

ASTM D 4527: 2018, Standard test methods for carbon black – Solvent extractables



## کربن بلک (دوده) - اندازه‌گیری مواد قابل‌استخراج با حلال - روش 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<sup>۱</sup>

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری مواد قابل‌استخراج دوده با حلال است.

۲-۱ با این روش آزمون کل مواد استخراج‌شده از دوده با تولوئن در شرایط مشخص اندازه‌گیری می‌شود. این روش برای استخراج با سایر حلال‌ها مانند سیکلوهگزان و غیره نیز کاربرد دارد.

### 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 مرجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است. استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D 4483, Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries

### ۳ اصول آزمون

نمونه‌ای از دوده به مدت ۴۸ h (یا مدت مشخص شده دیگر) در سوکسله استخراج می‌شود. حلال با تبخیر در دمای کنترل‌شده خارج و مواد باقی‌مانده استخراج به روش وزن‌سنجی اندازه‌گیری می‌شود. اگر مواد قابل‌استخراج دوده تحت تجزیه و تحلیل اضافی قرار داده می‌شوند، به بند ۷ مراجعه شود.

---

۱- توضیحات تکمیلی در خصوص دامنه کاربرد این استاندارد، در بند اهمیت و کاربرد (به بند ۴ مراجعه شود) ارائه شده است.

#### ۴ اهمیت و کاربرد

روش اجرای آزمون استخراج از دوده، روش یکنواخت و دقیقی برای اندازه‌گیری مواد قابل‌استخراج با حلال آلی از دوده به روش وزن‌سنجی ارائه می‌دهد. درستی و دقت روش برای بیشتر ویژگی‌ها یا اهداف نظارتی یا هردو، قابل‌قبول است. اگرچه دوده با ماده استخراجی بسیار کم (کمتر از ۰/۰۲٪) ممکن است نیاز به روش اجرای استخراج دقیق‌تری داشته باشد. ترکیب شیمیایی واقعی ماده استخراجی به‌طور قابل‌توجهی می‌تواند با نوع و منشأ دوده متفاوت باشد.

#### ۵ وسایل

۱-۵ دستگاه استخراج سوکسله، با اتصالات سنباده‌ای تعویض‌پذیر، لوله استخراج با قطر داخلی ۴۰ mm و بالن با گنجایش  $250 \text{ cm}^3$ .

۲-۵ انگشتانه استخراج شیشه‌ای، با قطر ۳۵ mm و ارتفاع ۹۰ mm دارای صفحه فریت‌شده<sup>۱</sup> با تخلخل درشت که وقتی با ۵۰ ml تلولن پر می‌شود زمان تخلیه برای ۴۰ ml اول نباید بیش از ۹۵ s باشد. انگشتانه‌هایی که زمان بیشتری طول می‌کشند را دور بریزید.

۳-۵ گرم‌کننده، برای بالن استخراج با قابلیت تنظیم دما. اجاق الکتریکی استخراج<sup>۲</sup> یا اجاق سبدي نیم‌کروی<sup>۳</sup> ترجیح داده می‌شود.

۴-۵ قیف صافی، از نوع شیشه‌ای با صفحه فریت‌شده متخلخل با تخلخل متوسط.

۵-۵ ارلن صافی، با گنجایش ۱۲۵ ml یا ۲۵۰ ml.

۶-۵ حمام آب، یا هر وسیله مناسب دیگر برای تبخیر حلال از ماده استخراجی در دمای کنترل‌شده بین  $40^\circ\text{C}$  تا  $50^\circ\text{C}$ .

۷-۵ ظرف، مناسب برای خارج کردن حلال نهایی و توزین باقی‌مانده استخراج. یک ظرف آلومینیمی سبک به ابعاد (۱۷,۵ × ۶۳) mm، یک فنجان فلونئوروکربن - تترافلونئورواتیلن یا بشر شیشه‌ای  $50 \text{ cm}^3$  پیشنهاد می‌شود.

۸-۵ آون خلأ، از نوع همرفت گرانشی با قابلیت تنظیم دمای  $(1 \pm 125)^\circ\text{C}$  و یکنواختی دمایی  $\pm 5^\circ\text{C}$ .

۹-۵ آون، از نوع همرفت گرانشی با قابلیت تنظیم دمای  $(1 \pm 125)^\circ\text{C}$  و یکنواختی دمایی  $\pm 5^\circ\text{C}$ .

1- Fritted

2- Hot plate extraction heater

3- Hemispherical heating mantle

۱۰-۵ خشکانه.

۱۱-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت  $0.1 \text{ mg} \pm$ .

## ۶ مواد و واکنشگرها

۱-۶ تولوئن، با باقی‌مانده پس از تبخیر کمتر از  $10 \text{ mg/kg}$  (ترجیحاً کمتر از  $2 \text{ mg/kg}$ ).

۲-۶ نیتروژن.

۳-۶ پشم شیشه، که با تولوئن استخراج و با هوا خشک می‌شود. سپس در آون همرفتی در دمای  $125^\circ\text{C}$  به مدت ۱ h خشک شده و تا هنگام استفاده در یک ظرف در بسته نگهداری می‌شود.

۴-۶ فویل آلومینیم.

## ۷ اقدامات احتیاطی

۱-۷ به دلایل ایمنی، استخراج و تبخیر حلال را زیر یک هود تأیید شده<sup>۱</sup> استاندارد انجام دهید. دوده‌ها ممکن است دارای ترکیبات آروماتیک چند هسته‌ای باشند که برخی از آن‌ها سرطان‌زا هستند. پیوند این ترکیبات در صورت وجود با دوده چنان قوی است که آن‌ها را از نظر زیستی غیرفعال می‌کند. با وجود این، ممکن است به وسیله استخراج با تولوئن یا سایر حلال‌های مناسب آزاد شوند. از تماس پوست با مواد استخراجی با حلال از این دوده‌ها اجتناب کنید.

۲-۷ برای بیشتر دوده‌های ساچمه‌ای، عمق  $60 \text{ mm}$  در انگشتانه  $15 \text{ g}$  تا  $25 \text{ g}$  نمونه باشد. دوده‌های غیر ساچمه‌ای باید از پیش به اندازه کافی متراکم شوند که این عمق به حداقل  $10 \text{ g}$  نمونه نیاز داشته باشد.

۳-۷ در اتصالات سمباده‌ای از روان‌کننده اتصال (برای مثال گریس) استفاده نکنید. برای به حداقل رساندن اتلاف بخار در اثر نشت، ممکن است اتصالات با لایه‌های فلئوئوروکربن-تترافلئورواتیلن درزگیری شده یا با نوارهای فلئوئوروکربن-تترافلئورواتیلن آزمایشگاهی پیچیده شوند.

۴-۷ انگشتانه‌های جدید را برای زدودن ذرات پراکنده مواد خارجی مانند گرد و خاک پیش از استفاده، ابتدا تحت مکش با هیدروکلریک اسید داغ شست‌و‌شو دهید و سپس با آب مقطر یا آب یون‌زدوده آب‌کشی کنید. انگشتانه‌ها به وسیله واشویه<sup>۲</sup> با یک مایع مناسب (مثل آب، استون و غیره) به راحتی تمیز می‌شوند. چنانچه منافذ صفحه فریت‌شده متخلخل با دوده مسدود شده باشد، ممکن است لازم باشد تا دوده را با قراردادن انگشتانه در

---

1- Approved fume hood  
2- Back washing

کوره مافلی<sup>۱</sup> و گرمادهی آهسته از دمای محیط تا  $500^{\circ}\text{C}$  بسوزانید. معمولاً ۱ h برای این کار کافی است. استفاده از محلول تمیزکاری کرومیک اسید توصیه نمی‌شود. تراوایی انگشتانه تمیز باید به‌طور دوره‌ای بررسی شود. مطابق با زیربند ۵-۲ انگشتانه‌های با زمان تخلیه بیش از ۹۵ s را دور بیندازید.

۵-۷ توصیه می‌شود برای جلوگیری از آلودگی تمام ظروف شیشه‌ای استفاده‌شده در این روش اجرایی، تنها برای استخراج از دوده اختصاص یابند. اگر این کار امکان‌پذیر نیست، ظروف شیشه‌ای باید پیش از استفاده مطابق با زیربند ۶-۷ استخراج شوند.

۶-۷ ظروف شیشه‌ای جدید، از جمله انگشتانه با تولوئن یا حلال دیگر باید در صورت لزوم به‌دفعات استخراج شوند تا زمانی که شاهد قابل قبول باشد ( ترجیحاً کمتر از  $0.3\text{ mg}$  در  $150\text{ ml}$  حلال).

۷-۷ ممکن است دو یا سه دانه شیشه‌ای (سنگ جوش) برای ایجاد جوشش ملایم به بالن استخراج اضافه شود. از چپس‌های متخلخل جوش استفاده نکنید.

۸-۷ اگر در بالن استخراج، دوده مشاهده شود یا انگشتانه به‌درستی تخلیه نشود و در مدت استخراج سرریز داشته باشد، مواد استخراج‌شده باید دور ریخته شود.

۹-۷ نیتروژن باید از طریق یک نوک شیشه‌ای یا فلزی وارد شود. از تماس پلاستیک یا لاستیک با حلال جلوگیری کنید.

۱۰-۷ برای جلوگیری از ورود گرد و خاک، قراردادن یک درپوش شل روی ظرف تبخیر پیشنهاد می‌شود.

۱۱-۷ در صورت دسترسی به تبخیرکننده خلأ، برای تبخیر حلال از آن استفاده شود.

۱۲-۷ هرگونه تجزیه و تحلیل بیشتر ماده استخراجی مستلزم آن است که در محلول باشد. حل کردن مجدد کامل ماده استخراجی خشک ممکن است دشوار یا غیرممکن باشد. بنابراین اگر قرار است تجزیه و تحلیل بیشتری انجام شود، یک نمونه اضافی از دوده باید استخراج شده و حذف حلال فقط تا حجم کاهش‌یافته مدنظر انجام شود. توصیه می‌شود در مدت استخراج و جابه‌جایی بعدی از قرارگیری در معرض نور شدید، به‌ویژه نور خورشید اجتناب شود و در صورت نگهداری ماده استخراجی برای مدت زمان طولانی با گاز بی‌اثر (نیتروژن) پوشانده شود.

۱۳-۷ مشخص شده است که در مقدار باقی‌مانده موجود در بطری‌های مختلف تولوئن که شماره بهر یکسان دارند، ممکن است تغییرات قابل توجهی وجود داشته باشد. در نتیجه، برای هر بطری باید شاهد استفاده شود.

## ۸ روش اجرای آزمون

۱-۸ مقدار کافی نمونه دوده را در ظرف باز با ابعاد مناسب به طوری که عمق دوده بیش از ۱۰ mm نباشد، به مدت ۱ h در آن همرفت گرانشی در دمای  $125^{\circ}\text{C}$  خشک کنید. نمونه را خنک کرده و در خشکانه نگهداری کنید.

۲-۸ مقدار کافی نمونه دوده خشک شده را تا عمق حدود ۶۰ mm در یک انگشتانه استخراج تمیز و خشک بریزید و وزن کنید. وزن دوده را با تقریب  $0.1\text{ g}$  ثبت کنید. روی دوده را با پشم شیشه بپوشانید. انگشتانه را داخل لوله استخراج قرار دهید،  $150\text{ ml}$  تولوئن در بالن استخراج بریزید و وسایل را سرهم کنید (به زیربندهای ۷-۱ تا ۶-۷ مراجعه شود).

۳-۸ استخراج را به طور پیوسته برای ۴۸ h (یا زمان دیگری در صورت مشخص شدن) با گرمادهی ادامه دهید به طوری که زمان چرخه میان سیفون شدن ها ۴ min تا ۵ min باشد (به زیربند ۷-۷ مراجعه شود). دور لوله استخراج و بخش بالایی بالن را برای کاهش اتلاف گرما به صورت شل فویل آلومینیمی بپیچید. استخراج را هنگامی که انگشتانه تقریباً پر است، خاتمه دهید تا مقدار حلال باقی مانده درون بالن که باید تبخیر شود، کاهش یابد (به زیربند ۷-۸ مراجعه شود).

۴-۸ محتویات بالن استخراج را با استفاده از مکش متوسط به یک بالن صافی تمیز صاف کنید. بالن استخراج و صافی را با چند بخش کوچک از تولوئن شست و شو دهید.

۵-۸ محتویات بالن صافی را در دمای  $40^{\circ}\text{C}$  تا  $50^{\circ}\text{C}$  تبخیر کنید تا حجمی حدود  $10\text{ ml}$  باقی بماند. برای تسریع تبخیر، جریانی از نیتروژن خشک را از روی سطح محلول عبور دهید (به زیربندهای ۷-۹ تا ۷-۱۱ مراجعه شود).

۶-۸ محلول باقی مانده در صافی را به ظرف نهایی منتقل کنید که از قبل خشک و توزین شده (با دقت  $0.1\text{ mg}$ ) است. بالن را با چند بخش کوچک از تولوئن شست و شو دهید. تبخیر را تا خشک شدن کامل ادامه دهید (به زیربند ۷-۱۲ مراجعه شود).

۷-۸ برای حذف کامل حلال تا رسیدن به جرم باقی مانده ثابت، ظرف را در آن خلأ با دمای  $40^{\circ}\text{C}$  قرار دهید. از قراردادن ظرف در کف آن اجتناب شده و از یک پایه نارسانا یا معادل آن استفاده شود. به آرامی فشار آن را تا حدود  $3.3\text{ kPa}$  کاهش دهید و در آن سطح نگه دارید. پس از یک زمان مناسب (معمولاً  $45\text{ min}$  تا ۱ h) ظرف و محتویات آن را در خشکانه تا دمای محیط خنک کرده و با تقریب  $0.1\text{ mg}$  وزن کنید. ظرف را برای  $15\text{ min}$  به آن برگردانید، خنک کرده و دوباره وزن کنید. این کار را در صورت لزوم تا رسیدن به جرم ثابت، تکرار کنید. جرم اصلی را کم کنید تا جرم مواد باقی مانده به دست آید.

۸-۸ برای هر بطری تولوئن استفاده شده، دو اندازه‌گیری شاهد را دقیقاً مطابق با روش اجرایی به کاررفته برای نمونه با حذف دوده انجام دهید (به زیربند ۷-۱۳ مراجعه شود).

## ۹ محاسبه

۹-۱ مقدار مواد قابل استخراج را با تقریب  $\pm 0.1\%$  را با استفاده از فرمول ۱ محاسبه کنید:

$$(1) \quad \text{مواد قابل استخراج برحسب درصد جرمی} = \frac{R-B}{W} \times 100$$

که در آن:

$R$  جرم ماده باقی مانده از نمونه، برحسب g؛

$B$  جرم ماده باقی مانده از شاهد، برحسب g؛

$W$  جرم ماده دوده، برحسب g است.

## ۱۰ گزارش آزمون

۱۰-۱ گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۱۰-۱-۱ مشخصات کامل نمونه،

۱۰-۱-۲ ارجاع به شماره این استاندارد ملی،

۱۰-۱-۳ نام حلال استفاده شده،

۱۰-۱-۴ مدت زمان استخراج، و

۱۰-۱-۵ نتایج به دست آمده با تقریب  $\pm 0.1\%$ .

## ۱۱ اریبی<sup>۱</sup> و دقت

۱۱-۱ این بیانیه‌های دقت مطابق با استاندارد ASTM D 4483 تهیه شده است. برای اصطلاحات و سایر جزئیات آماری به این استاندارد مراجعه شود.

۱۱-۲ برنامه دقت بین آزمایشگاهی (ITP) نوع ۱ مطابق با جدول‌های ۱ و ۲ اجرا شده است. زمان‌های استخراج به ترتیب، ۴۸ h یا ۱۶ h بودند. هردو تکرارپذیری و تجدیدپذیری، شرایط آزمون کوتاه مدت (روزانه) را نشان می‌دهند. آزمون توسط یک آزمونگر در هر آزمایشگاه، با انجام یکبار آزمون در دو روز متفاوت انجام شد. نتیجه آزمون مقدار به دست آمده از یک اندازه‌گیری واحد است. مقادیر اختلاف قابل قبول اندازه‌گیری نشده است.

۱۱-۳ نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول‌های ۱ و ۲ ارائه شده است. مواد به ترتیب صعودی «سطح میانگین» مرتب شده‌اند. دقت ترجیحی به صورت پررنگ نشان داده شده است.

۱۱-۴ **تکرارپذیری، تکرارپذیری مطلق** ادغام شده ( $r$ ) این روش آزمون، برای زمان استخراج ۴۸ h، % ۰٫۰۴ و برای ۱۶ h، % ۰٫۰۳ است. در صورت لزوم می‌توان از سایر مقادیر جدول‌های ۱ یا ۲ به عنوان تخمینی از تکرارپذیری استفاده کرد. در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، اختلاف بین دو نتیجه آزمون تکی (یا دو اندازه‌گیری) که از مواد آزمون یکسان در شرایط تکرارپذیری تعیین شده برای این آزمون به دست آمده است، نباید بیش از یک مورد در ۲۰ مورد از مقدار متوسط تکرارپذیری فراتر رود. دو نتیجه آزمون تکی که بیش از مقادیر مناسب جدول‌های ۱ یا ۲ با هم تفاوت داشته باشند، باید مشکوک به این در نظر گرفته شوند که از جمعیت‌های مختلف هستند و برخی اقدامات مناسب تحقیقی یا فنی-تجاری انجام شود.

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

۱۱-۵ **تجدیدپذیری، تجدیدپذیری مطلق** ادغام شده ( $R$ ) این روش آزمون، برای زمان استخراج ۴۸ h، % ۰٫۰۹ و برای ۱۶ h، % ۰٫۰۷ است. در صورت لزوم می‌توان از سایر مقادیر جدول‌های ۱ و ۲ به عنوان تخمینی از تجدیدپذیری استفاده کرد. در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، اختلاف بین دو نتیجه آزمون تکی و مستقل که توسط دو آزمونگر، در شرایط تجدیدپذیری تعیین شده در آزمایشگاه‌های مختلف برای مواد یکسان به دست آمده است، نباید بیش از یک مورد در ۲۰ مورد از مقدار متوسط تجدیدپذیری فراتر رود. دو نتیجه آزمون تکی تولید شده در آزمایشگاه‌های مختلف که بیش از مقادیر مناسب جدول‌های ۱ یا ۲ با هم تفاوت داشته باشند، باید مشکوک به این در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب تجاری/فنی انجام شود.

۱۱-۶ **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، دوده- مواد قابل استخراج با حلال، (دقت نوع ۱) زمان استخراج ۴۸ h

یکها برحسب درصد									
(R)	R	SR	(r)	r	Sr	سطح میانگین	تعداد آزمایشگاهها <sup>A</sup> (M/H/L)	دوره	مواد
۶۷,۵	۰,۱۰	۰,۰۳	۲۹,۳	۰,۰۴	۰,۰۱	۰,۱۴	۵ (۰/۰/۰)	۲۰۱۷	SRB-8F
۱۴۹,۸	۰,۱۰	۰,۰۴	۳۴,۵	۰,۰۲	۰,۰۱	۰,۰۷	۵ (۰/۰/۰)	۲۰۱۷	SRB-8E
۱۳۱,۲	۰,۰۷	۰,۰۳	۸۰,۴	۰,۰۵	۰,۰۲	۰,۰۶	۵ (۰/۰/۰)	۲۰۱۷	SRB-8A
						۰,۰۹			متوسط
۱۰۲,۸	۰,۰۹	۰,۰۳	۴۲,۷	۰,۰۴	۰,۰۱				مقادیر ادغام شده

<sup>A</sup> تعداد آزمایشگاه‌های دارای مقادیر دورافتاده<sup>۱</sup> برای میانگین (M)، تغییرپذیری زیاد (H) و تغییرپذیری کم (L)

جدول ۲- پارامترهای دقت برای این استاندارد، دوده- مواد قابل استخراج با حلال، (دقت نوع ۱) زمان استخراج ۱۶ h

یکها برحسب درصد									
(R)	R	SR	(r)	r	Sr	سطح میانگین	تعداد آزمایشگاهها <sup>A</sup> (M/H/L)	دوره	مواد
۵۲,۰	۰,۰۶	۰,۰۲	۳۳,۱	۰,۰۴	۰,۰۱	۰,۱۲	۵ (۰/۰/۰)	۲۰۱۷	SRB-8F
۱۶۰,۰	۰,۱۰	۰,۰۳	۴۴,۸	۰,۰۳	۰,۰۱	۰,۰۶	۵ (۰/۰/۰)	۲۰۱۷	SRB-8E
۷۸,۱	۰,۰۴	۰,۰۱	۶۸,۲	۰,۰۳	۰,۰۱	۰,۰۵	۵ (۰/۰/۰)	۲۰۱۷	SRB-8A
						۰,۰۸			متوسط
۹۱,۹	۰,۰۷	۰,۰۲	۴۴,۱	۰,۰۳	۰,۰۱				مقادیر ادغام شده

<sup>A</sup> تعداد آزمایشگاه‌های دارای مقادیر دورافتاده برای میانگین (M)، تغییرپذیری زیاد (H) و تغییرپذیری کم (L)