



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۰۲۳۷-۱

تجدید نظر اول

آبان ۱۳۹۲

INSO
10237-1
1st.Revision
Oct.2013

پلاستیک‌ها - اندازه گیری خاکستر

قسمت ۱:

روش‌های عمومی

Plastics — Determination of ash —
Part 1:
General methods

ICS:83.080.01

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 پیشنهادات 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

« پلاستیک‌ها - اندازه گیری خاکستر قسمت ۱: روش های عمومی »

رئیس:

نیکنام، خدابخش
(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

دانشیار گروه شیمی دانشگاه خلیج
فارس

دبیران:

خدادادی، معصومه
(لیسانس شیمی)

مدیر کیفی آزمایشگاه همکار شاخه زیتون
لیان

کریمی زاده، ملیحه
(لیسانس مهندسی صنایع پلیمر)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امیرزاده فرد، محمد حسن
(لیسانس شیمی)

مسئول کنترل کیفیت واحد تولیدی بوشهر
مسواک

بردیبار، فاطمه
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت بازرسی خبرگان بین
المللی تهران شعبه بوشهر

برسان، حمیده
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس مسئول اداره کل استاندارد و
تحقیقات صنعتی استان بوشهر

برکت، محمد
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

بهره مند، محمدرحیم
(فوق لیسانس خاک شناسی)

معاون فنی اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

پارسایی فرد، زهرا
(لیسانس شیمی کاربردی)

کارشناس آزمایشگاه همکار شاخه زیتون
لیان

حقیقی فرید، حدیث
(لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه همکار معیار گستر
توس

| | |
|--|---|
| مدیر اداره استاندارد و تحقیقات صنعتی شهرستان کنگان | رامشی، مصطفی (لیسانس مهندسی شیمی) |
| کارشناس آزمایشگاه همکار چرخه طبیعت سبز | زنگویی، ساناز (لیسانس شیمی کاربردی) |
| کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر | دشتی، راضیه (کارشناس شیمی) |
| رئیس امور آزمایشگاه های اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر | عزیزی، علی (لیسانس مهندسی کشاورزی) |
| مدیر کل اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر | محتشم، امیر حسین (لیسانس مدیریت صنعتی) |
| رئیس اداره اجرای استاندارد اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر | مواجی، فریده (لیسانس مهندسی کشاورزی) |
| کارشناس آزمایشگاه همکار روزنه شیدافزا | نادری، نازنین (لیسانس میکروبیولوژی) |

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|--------------------------------|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| و | پیش گفتار |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۱ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۱ | ۴ اصول کلی |
| ۲ | ۵ واکنشگرها |
| ۳ | ۶ تجهیزات |
| ۳ | ۷ روش کار |
| ۶ | ۸ تعداد آزمون ها |
| ۶ | ۹ بیان نتایج |
| ۷ | ۱۰ دقت |
| ۷ | ۱۱ گزارش آزمون |

پیش گفتار

استاندارد " پلاستیک‌ها- اندازه گیری خاکستر قسمت ۱: روش‌های عمومی " نخستین بار در سال ۱۳۸۶ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران و تایید کمیسیون های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در نهمین و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۰/۱۲/۲۴ تصویب شد. اینک 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.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۲۳۷: سال ۱۳۸۶ است.

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:
ISO 3451-1: 2008, Plastics - Determination of ash -Part 1: General methods.

پلاستیک‌ها- اندازه گیری خاکستر قسمت ۱: روش‌های عمومی

هشدار- بهتر است افراد استفاده کننده از این استاندارد با روش آزمایشگاهی معمول آشنا باشند. در این استاندارد به تمام مسائل ایمنی اشاره نشده است و در صورت نیاز توضیحات لازم داده شده است. کاربر باید مسائل ایمنی و موارد مرتبط با سلامتی را رعایت کرده و مطمئن شود ، با شرایط این استاندارد مطابقت دارد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌های عمومی اندازه گیری خاکستر گستره ای از پلاستیک‌ها (رزین‌ها و ترکیبات) با شرایط مناسب آزمون است. شرایط خاص انتخاب شده به ویژگی های مواد اولیه پلاستیک بستگی دارد.

شرایط خاص قابل اجرا برای مواد پلی (آلکیلن تری فتالات)، استات سلولزی غیر پلاستیکی شده، پلی آمیدها و پلاستیک‌های پلی (وینیل کلرید)، شامل برخی پرکننده های ویژه، الیاف شیشه‌ای استحکام یافته و مواد ضد اشتعال، دراستانداردهای ISO 3451-2، ISO 3451-3، ISO 3451-4 و ISO 3451-5 مشخص شده اند.

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 می شود . 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. استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 472, Plastics - Vocabulary

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ISO 472، به کار می‌رود.

۴ اصول کلی

تعیین خاکستر یک ماده‌ی آلی به سه روش اصلی امکان پذیر می‌باشد:

الف) آهک سازی مستقیم، به عنوان مثال با سوزاندن ماده‌ی آلی و گرما دادن باقی مانده با دمای بالا تا توده‌ی محکم به دست آید (روش A).

ب) آهک سازی بعد از سولفاته کردن، که می‌تواند با دو دستور کار متفاوت انجام شود:

- واکنش دادن با اسید سولفوریک بعد از سوختن، یعنی با سوزاندن ماده‌ی آلی، تبدیل باقی مانده معدنی به نمک های سولفات با اسید سولفوریک غلیظ و حرارت دادن در دمای بالا تا توده محکم بدست آید. این کار روش معمول به دست آوردن « خاکستر سولفاته شده » است (روش B)

- واکنش دادن با اسید سولفوریک قبل از سوختن، یعنی با گرما دادن ماده‌ی آلی به همراه اسید سولفوریک غلیظ شده در دماهای بالا تا مشاهده دود و در نتیجه سوختن ماده‌ی آلی اتفاق افتد، و سرانجام گرما دادن باقی مانده در دمای بالا تا اینکه توده‌ی محکم به دست آید (روش C). این روش ممکن است برای هالید های فلزی فرار در طی سوختن ماده‌ی آلی فرار استفاده شود. این روش برای پلیمرهای شامل سیلیکون‌ها و فلئورین کاربرد ندارد.

در هر مورد، آخرین مرحله از عمل آهک‌سازی در دماهای 600°C ، 750°C ، 850°C یا 950°C می‌باشد تا اینکه توده‌ی محکم به دست آید (به بند ۷-۲ مراجعه کنید).

یادآوری- جرم خاکستر ممکن است با دمای سوختن تغییر کند. برای مثال، در دماهای بالاتر مثل 850°C کربنات کلسیم و دیگر کربنات‌ها به اسیدهای آنها تبدیل خواهد شد و در نتیجه مقادیر کمتری خاکستر بدست می‌آید.

۵ واکنشگرها (تنها برای روش‌های B و C)

در حین تجزیه و تحلیل، تنها از واکنشگرها با خلوص آزمایشگاهی و آب مقطر یا آب با خلوص هم ارز استفاده شود.

۱-۵ کربنات آمونیوم، بی آب

۲-۵ نترات آمونیوم، محلول تقریبی ۱۰٪ (جرمی)

۳-۵ اسید سولفوریک، $\rho = 1/84\text{g/cm}^3$

هشدار- به شدت خورنده. با محافظ مناسب برای پوست و چشم در یک قفسه‌ی گاز^۱ حمل گردد. با آب واکنش گرماده نشان می‌دهد.

۴-۵ اسید سولفوریک، محلول ۵۰٪ (حجمی)

هشدار - با دقت حمل شود. با اضافه نمودن آهسته‌ی اسید غلیظ به آب تهیه شود.

۶ تجهیزات

۶-۱ بوتله، ساخته شده از سیلیکا، چینی یا پلاتین، که با مواد آزمون واکنش ندهد. استفاده از یک درپوش بوتله/ درپوش شیشه‌ای می‌تواند برای نمونه‌های مورد آزمون که تولید خاکستر با ذرات بسیار ریز می‌نمایند، مفید باشد.

۶-۲ مشعل گاز، یا منبع گرمایی مناسب دیگر.

۶-۳ کوره‌ی موفلی یا کوره‌ی میکروویو، قادر به نگهداری در $^{\circ}\text{C}$ (600 ± 25) ، $^{\circ}\text{C}$ (750 ± 50) ، $^{\circ}\text{C}$ (850 ± 50) یا $^{\circ}\text{C}$ (950 ± 50) هر کدام که نیاز باشد..

۶-۴ ترازوی آزمایشگاهی، با دقت 0.1 mg .

۶-۵ پیپت‌ها، با ظرفیت مناسب (تنها برای روش‌های B و C).

۶-۶ دسیکاتور، حاوی یک ماده‌ی خشک‌کننده مؤثر که با خاکستر واکنش ندهد.

یادآوری: در موارد خاصی، خاکستر ممکن است دارای میل ترکیبی بیشتری به آب نسبت به برخی مواد دیگر باشد که به طور معمول به عنوان خشک‌کننده استفاده می‌شود.

۶-۷ بطری توزین.

۶-۸ قفسه گاز.

۷ دستور کار

۷-۱ آزمون

به اندازه کافی آزمایش بردارید تا مقدار 5 mg تا 500 mg خاکستر بدهد (مطابق جدول ۱). در مورد مواد استحکام یافته، مقدار 2 g آزمون بردارید. اگر مقدار احتمالی خاکستر نامشخص باشد، یک آزمون اندازه‌گیری خاکستر اولیه انجام دهید. بسته به مقدار تقریبی خاکستر، مقدار آزمون را با استفاده از جدول ۱ انتخاب کنید.

جدول ۱- جرم آزمون

| خاکستر تقریبی % | آزمون g | جمع خاکستر بدست آمده mg |
|--------------------|------------|----------------------------|
| ≤ 0.1 | ≥ 200 | حدود ۵ تا ۱۰ |
| 0.1 تا 0.5 | ۱۰۰ | ۵۰ تا ۱۰ |
| 0.5 تا 1 | ۵۰ | ۲۵ تا ۵۰ |
| 1 تا 2 | ۲۵ | ۲۵ تا ۵۰ |
| 2 تا 10 | ۱۰ | ۲۰ تا ۱۰۰ |
| 10 تا >10 | ۵ | ۵۰ تا ۵۰۰ |
| >10 | ۲ | ۲۰۰ |

برای پلاستیک‌هایی که مقدار بسیار کمی خاکستر تولید می‌کنند، ضروری است مقادیر بزرگتری از آزمون استفاده شود. هنگامی که سوختن تمام آزمون در یک زمان غیر ممکن باشد، مقدار مورد نیاز را در یک بطری توزین کننده، وزن نموده و آن را با مقادیر مناسبی برای یک توالی از سوزاندن، درون بوته (۶-۱) قرار دهید تا با توجه به بند (۶-۷) تمام آزمون سوخته شود.

۷-۲ شرایط آزمون

آهک سازی مطابق بند ۷-۳-۶، باید تا زمان توده‌ی محکم شدن ادامه یابد، اما طول آهک سازی در کوره موفلی (۶-۳) در یک دمای مشخص شده نباید بیش از ۳ h طول بکشد.

انتخاب دمای آهک سازی و استفاده از روش سولفات‌ها کردن به طبیعت پلاستیک و دارا بودن هر نوع افزودنی، بستگی دارد. اگر انتخابی بین چندین شرایط رضایت بخش مختلف وجود داشته باشد، روشی را انتخاب نمایید که دست یابی به توده‌ی محکم را کمتر از ۳ ساعت اجازه دهد. دمای بالاتر یا سولفات‌ها کردن به طور معمول زمان آهک سازی را کاهش می‌دهد.

در صورت استفاده از روش های A، B یا C، یکی از گستره‌های دمایی زیر را برای آخرین مرحله (آهک سازی) انتخاب نمایید، مگر اینکه دماهای دیگر به دلایل فنی خاص یا تجاری مورد نیاز باشد:

$^{\circ}\text{C } (60 \pm 25)$ ، $^{\circ}\text{C } (750 \pm 50)$ یا $^{\circ}\text{C } (850 \pm 50)$ یا $^{\circ}\text{C } (950 \pm 50)$

از یک قفسه‌ی گاز برای روش کار خاکستر گیری استفاده کنید.

برای روش A، اگر به طور قطعی برای یک نوع نمونه یا آزمون خاص مشخص شود که خاکستر گیری مستقیم در یک کوره موفلی بدون پیش گرمایی یا سوزاندن آزمایش روی یک شعله بنزن^۱ یا هم ارز با آن نتیجه یکسان دهد، آنگاه این شرح ویژه از روش A (خاکسترگیری سریع) مجاز می‌باشد. استفاده از روش خاکسترگیری سریع باید در گزارش آزمون ذکر شود.

۷-۳ روش A - آهک سازی مستقیم

۷-۳-۱ بوته (۶-۱) را با گرما دادن آن در کوره موفلی (۶-۳) در دمای آزمون آماده کنید تا توده محکم به دست آید. اجازه دهید در دسیکاتور (۶-۶) و تا دمای اتاق به مدت ۱ ساعت سرد شود، یا تا زمانی که به دمای اتاق برسد، آن را با ترازوی آزمایشگاهی (۴-۶) با دقت ۰٫۱ mg وزن کنید.

۷-۳-۲ یک مقدار آزمون (از پیش خشک شده که در مشخصات مواد مربوط شرح داده شده است) را مطابق با جدول ۱ در درون بطری توزین کننده (۶-۷) بریزید. دوباره با دقت ۰٫۱ mg یا تا ۰٫۱٪ از جرم آزمون وزن نمایید. اگر مقدار آزمون مطابق با مقدار خاکستر مشخص شده در جدول ۱ بیشتر از نیمی از بوته را پرنکند، این مقدار می‌تواند مستقیماً درون بوته قرار گرفته و در آن وزن شود. اما در روش کار شرح داده شده در زیر فرض می‌کنند که این حالت اتفاق نمی‌افتد. مواد با توده زیاد می‌تواند به صورت قرص، فشرده شود و ممکن است، پس از آن به قسمت‌هایی با اندازه‌ی مناسب شکسته شود.

۱ - Bunsen flame

۷-۳-۳ مقدار کافی از آزمون را تا نیمه درون بوته بریزید. بوته را به طور مستقیم روی چراغ یا وسیله‌ی گرمایی مناسب دیگر (۶-۲) به آهستگی حرارت دهید تا زمانی که مواد فرار خارج شوند. عملیات را تا زمانی که همه مقدار آزمون به خوبی تبدیل به زغال^۱ شوند تکرار کنید.

۷-۳-۴ بوته را درون کوره‌ی موفلی که از قبل تا دمای شرح داده شده گرم شده، قرار دهید و به مدت ۳۰ min خشک کنید.

۷-۳-۵ بوته را درون دسیکاتور قرار داده، برای ۱ h اجازه دهید خنک شود، یا اجازه دهید به دمای اتاق برسد، روی ترازوی آزمایشگاهی با دقت ۰,۱mg وزن کنید.

۷-۳-۶ تحت همان شرایط تا رسیدن به توده‌ی محکم دوباره خشک کنید، یعنی نتایج توزین متوالی با یکدیگر بیشتر از ۰,۵mg تفاوت نداشته باشد.

۷-۳-۷ اگر آزمایشگاهی مستنداتی ارایه کند که دستور کار آنها در زمان و دمای یک آهک سازی روی مواد داده شده باعث توده‌ی محکم می شود، پس از آن به اصطلاح «روش سریع» مجاز خواهد بود و گزارش آزمون باید یک آهک‌سازی منفرد را ذکر کند. در صورت اختلاف نظر، قضاوت روش باید آهک‌سازی تا رسیدن به توده‌ی محکم باشد.

۷-۴-۲ روش B- آهک سازی به دنبال واکنش دادن با اسید سولفوریک بعد از سوختن

۷-۴-۱ مطابق بندهای ۱-۳-۷، ۲-۳-۷ و ۳-۳-۷ عمل کنید.

۷-۴-۲ بعد از خنک کردن، محلول اسید سولفوریک (۵-۴) را قطره قطره با یک پیپت با ظرفیت مناسب (۶-۵) به طور کامل روی قسمت باقی مانده بریزید تا مرطوب شود و تا زمانی که دود کردن متوقف شود، آن را حرارت دهید، از جوشش شدید جلوگیری کنید.

۷-۴-۳ اگر اثری از مواد کربن دار باقی ماند، پس از سرد کردن ۱ تا ۵ قطره از محلول نیترات آمونیوم (۵-۲) اضافه کنید و تا زمانی که تغییر شکل دوده‌های سفید کاملاً متوقف گردد، حرارت دهید.

۷-۴-۴ به منظور تبدیل مجدد اکسیدهای فلزی تشکیل شده در زمان مراحل قبلی به سولفات، پس از سرد شدن، ۵ قطره از اسید سولفوریک غلیظ (۵-۳) اضافه کنید و تا زمانی که دوده‌های سفید فرار وجود نداشته باشد، حرارت دهید. از جوشاندن شدید یا از دست دادن خاکستر به وسیله‌ی دود کردن زیاد اجتناب کنید.

۷-۴-۵ پس از سرد شدن، ۱g تا ۲g از کربنات آمونیوم (۵-۱) را اضافه کنید، برای جلوگیری از اتلاف خاکستر، تا زمانی که دود کردن متوقف گردد، حرارت دهید. آنگاه بوته را در کوره‌ی موفلی که قبلاً تا دمای تعیین شده گرم شده، قرار دهید و مراحل را که قبلاً در بند ۷-۳-۴، ۷-۳-۵، ۷-۳-۶ بیان شده، انجام دهید.

۷-۵-۲ روش C. آهک سازی به دنبال واکنش دادن با اسید سولفوریک قبل از سوختن

۷-۵-۱ این روش هرگز نباید برای پلیمرهای حاوی سیلیکون‌ها یا فلئورید استفاده شود.

۷-۵-۲ همانگونه که در بندهای ۷-۳-۱ و ۷-۳-۲ مشخص شده عمل کنید.

۷-۵-۳ مقدار کافی از آزمون را تا نیمه در بوته بریزید. با استفاده از یک پیپت (۶-۵) مقدار کافی از اسید سولفوریک غلیظ (۵-۳) را برای مرطوب کردن کامل ماده اضافه کنید. بوته را با یک درپوش شیشه‌ای بپوشانید. بوته را به طور مستقیم روی چراغ با یک شعله کم حرارت دهید تا مواد آلی شروع به تجزیه کنند. گرما دادن را به دقت ادامه دهید، درب شیشه‌ای را چنان تنظیم کنید که اسید بخار شده، خارج شده و مطمئن شوید، هیچ خاکستر حاوی مواد، از دست نرود. برای پلاستیک‌های دارای تمایل به از دست دادن مواد حاوی خاکستر، توصیه می‌گردد بوته و محتویات آن درون یک تخته سوراخدار ساخته شده از مواد ضد اشتعال (یعنی الیاف سرامیکی) قرار داده و در صورتی که مواد آلی به جای سوختن دود کنند تنها با شعله پایین حرارت داده شوند. اگر مقدار اولیه در بوته برای بدست آوردن یک حجم قابل قبولی از خاکستر کافی نبود، اجازه دهید بوته خنک شده، و مقدار آزمون بیشتری اضافه کرده و مراحل شرح داده شده در بالا را تا زمانی که همه مقدار آزمون سوخته شوند تکرار کنید. درب را برداشته، مطمئن شوید که هیچ ذره جامدی به آن نچسبیده نباشد.

علیرغم احتیاط، در مواردی که اسید سولفوریک از روی لبه به بیرون ریخته می‌شود، مقداری از آزمون هدر می‌رود (اغلب در مورد PVC). در این حالت می‌توان بجای اسید سولفوریک از مخلوطی از اسیدهای استیک و سولفوریک استفاده کرد. استفاده از این اسیدهای مخلوط باید مورد توافق طرفین باشد و در گزارش آزمون به آن ارجاع داده شود.

۷-۵-۴ مطابق بندهای ۷-۴-۳، ۷-۴-۴، ۷-۴-۵، عمل کنید.

۸ تعداد آزمون‌ها

تعداد آزمون‌ها و پراکندگی مجاز نتایج به‌طور معمول باید در استاندارد ویژه‌ای برای هر ماده بیان شود. اگر چنین اطلاعاتی در دسترس نیست، دو مقدار تعیین شده را انجام دهید، در صورت لزوم آزمون را تکرار کنید، تا زمانی که نتایج حاصل از دو مقدار اندازه‌گیری شده متوالی از یکدیگر بیش از ۱۰٪ از میانگین تفاوت نداشته باشد.

۹ بیان نتایج

خاکستر یا خاکستر سولفات شده، بر حسب درصد جرمی مطابق با فرمول زیر محاسبه می‌شود.

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

که در آن:

m_0 جرم، بر حسب گرم، مقدار آزمون خشک شده؛

m_1 جرم، بر حسب گرم، خاکستر بدست آمده است.

۱۰ دقت

دقت داده بوسیله آزمون های مشترک بین هشت آزمایشگاه و هشت نمونه متفاوت اندازه گیری شده است. نتایج در جدول ۲ خلاصه شده است.

جدول ۲- خلاصه داده های دقت

| R | r | S _R | S _r | میانگین خاکستر % | مواد/ پرکننده |
|-------|-------|----------------|----------------|---------------------|----------------------|
| ۰٫۰۱۵ | ۰٫۰۱۱ | ۰٫۰۰۵ | ۰٫۰۰۴ | ۰٫۰۱۵ | HDPE/antiblock |
| ۰٫۰۱۵ | ۰٫۰۱۳ | ۰٫۰۰۵ | ۰٫۰۰۵ | ۰٫۱۴۹ | HDPE/antiblock |
| ۰٫۰۱۷ | ۰٫۰۱۳ | ۰٫۰۰۶ | ۰٫۰۰۵ | ۰٫۴۳۷ | HDPE/antiblock |
| ۰٫۰۲۵ | ۰٫۰۲۵ | ۰٫۰۰۹ | ۰٫۰۰۹ | ۱٫۰۰ | HDPE/antiblock |
| ۰٫۱۲۵ | ۰٫۱۲۵ | ۰٫۰۴۵ | ۰٫۰۴۵ | ۳٫۱۸ | PET/SiO ₂ |
| ۰٫۱۴۴ | ۰٫۱۲۹ | ۰٫۰۵۲ | ۰٫۰۴۶ | ۱۲٫۴۶ | PET/TiO ₂ |
| ۰٫۷۹۰ | ۰٫۷۶۰ | ۰٫۲۸۲ | ۰٫۲۷۲ | ۳۳٫۱۶ | PA /glass |
| ۱٫۱۲۰ | ۱٫۰۳۸ | ۰٫۴۰۰ | ۰٫۳۷۱ | ۴۴٫۸۱ | PET/TiO ₂ |

S_r: تکرار پذیری انحراف معیار است.
 S_R: تجدید پذیری انحراف معیار است.
 r حد تکرار پذیری است، به عنوان مثال حد پایینی که اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد تحت شرایط تکرار پذیری (اپراتور یکسان، دستگاه های یکسان، آزمایشگاه یکسان و در یک بازه زمانی کوتاه) مورد انتظار باشد تا با یک احتمال ۹۵٪ قرار گیرد.
 R حد تجدید پذیری است، به عنوان مثال حد پایینی که اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد تحت شرایط تجدید پذیری (اپراتور متفاوت، دستگاه متفاوت و آزمایشگاه های متفاوت) مورد انتظار باشد تا با یک احتمال ۹۵٪ قرار گیرد.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۱ ارجاع به این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۱ همه جزئیات ضروری برای تعیین کامل مواد آزمون شده؛
- ۳-۱۱ روش استفاده شده [A (خاکستری سریع)، B یا C] در صورت استفاده از مخلوط اسید استیک و اسید سولفوریک، (به پاراگراف آخر بند ۷-۵-۳ مراجعه کنید) با توافق طرفین؛
- ۴-۱۱ دمای آهک سازی استفاده شده؛
- ۵-۱۱ تعداد آزمون استفاده شده، و جرم هر یک؛
- ۶-۱۱ نتایج و پراکندگی آنها؛
- ۷-۱۱ تاریخ اندازه گیری.