



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۲۷۹

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

18279

1st. Edition

2014

پلاستیک‌های تقویت‌شده با شیشه-منسوج –
پیش‌آغشته‌ها، آمیزه‌های قالب‌گیری و لایه‌ها
– اندازه‌گیری مقدار شیشه-منسوج و مواد
پرکننده معدنی – به روش تکلیس

**Textile-Glass-Reinforced plastics –
Prepregs, moulding compounds and
laminates – Determination of the textile-
Glass and mineral-Filler content –
Calcination methods**

ICS:83.120

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 جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد^۱ (ISO) کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک^۲ (IEC) و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی^۳ (OIML) است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی^۵ (CAC) 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، مؤسسه استاندارد 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 Electro technical Commission

3-International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)

4-Contact point

5-Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

" پلاستیک‌های تقویت‌شده با شیشه-منسوج - پیش‌آغشته‌ها، آمیزه‌های قالب‌گیری و لایه‌ها -
اندازه‌گیری مقدار شیشه-منسوج و مواد پرکننده معدنی- به روش تکلیس "

رئیس:

اخچاری، شهاب

(کارشناس ارشد شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

دبیر:

زارعی، محمود

(کارشناس شیمی)

شرکت پیشگامان کیفیت هستی آذر

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امیرشقاقی، احمد

(دکتری مهندسی پلیمر)

دانشگاه آزاد اسلامی - واحد اهر

خادمی، داوود

(کارشناس ارشد پلیمر)

شرکت آریانام

رحیمی اهر، زهره

(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

انجمن مسئولین کنترل کیفی استان
آذربایجان شرقی

رحیمی اهر، لیلی

(کارشناس ارشد شیمی)

انجمن کامپوزیت ایران

زارعی، چنگیز

(کارشناس شیمی)

پتروشیمی تبریز

شعارغفاری، سایه

(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت سپهرشیمی

قاسمیان خجسته، محسن

(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت تدبیر نوین‌سازان

شرکت کیمیاگستران نوین

گوگانیان، امیرمحمد
(کارشناس ارشد شیمی)

itechpolymer.com

فهرست مندرجات

صفحه

ب

ج

و

۱

۱

۲

۲

۲

۳

۳

۸

۸

۹

فهرست

آشنایی با سازمان استاندارد

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

پیش‌گفتار

۱ هدف و دامنه کاربرد

۲ مراجع الزامی

۳ تعاریف

۴ اصول آزمون

۵ نمونه‌برداری

۶ آماده‌سازی آزمون‌ها

۷ اندازه‌گیری

۸ دقت

۹ گزارش آزمون

پیوست الف (اطلاعاتی) دقت روش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد " پلاستیک‌های تقویت‌شده با شیشه-منسوج - پیش‌آغشته‌ها، آمیزه‌های قالب‌گیری و لایه‌ها - اندازه‌گیری مقدار شیشه-منسوج و مواد پرکننده معدنی- به روش تکلیس " که پیش‌نویس آن در کمیسیون مربوط توسط شرکت پیشگامان کیفیت هستی آذر تهیه و تدوین شده و در یک‌هزار و یک‌صد و نود و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۲/۱۲/۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان 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.

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

ISO 1172: 1996, Textile- glass- reinforced plastics- prepregs, moulding compounds and laminates- Determination of the textile- glass and mineral filler content- Calcination methods

پلاستیک‌های تقویت‌شده با شیشه-منسوج^۱ - پیش‌آغشته‌ها^۲، آمیزه‌های قالب‌گیری و لایه‌ها - اندازه‌گیری مقدار شیشه-منسوج و مواد پرکننده معدنی - به روش تکلیس^۳

هشدار - این استاندارد جزئیات اقدامات پیشگیرانه جهت الزامات سلامتی و ایمنی را ارائه نمی‌کند. روش‌های آزمون توضیح داده‌شده نیاز به استفاده از دماهای بالا و اسیدهای غلیظ دارد. ایجاد شرایط مناسب و انجام صحیح آن بر عهده کاربر این استاندارد می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین دو روش تکلیس برای اندازه‌گیری مقدار شیشه-منسوج و مواد پرکننده معدنی در پلاستیک‌های تقویت‌شده با شیشه است. روش‌ها عبارتند از:
روش A: برای اندازه‌گیری مقدار شیشه-منسوج در حالت عدم حضور ماده پرکننده معدنی.
روش B: برای اندازه‌گیری مقدار شیشه-منسوج و ماده پرکننده معدنی درحالی که هر دو جزء وجود دارد.
این استاندارد برای انواع مواد زیر کاربرد دارد:
الف - پیش‌آغشته‌های ساخته شده از نخ، خامه^۴، نوار یا پارچه؛
ب - آمیزه‌های قالب‌گیری SMC^۵، BMC^۶ و DMC^۷؛
پ - مواد و گرانول‌های قالب‌گیری گرمانرم تقویت شده با شیشه-منسوج؛
ت - لایه‌های شیشه-منسوج پر شده و پرنشده ساخته شده از رزین‌های گرماسخت یا گرمانرم.
روش‌های ارائه شده در این استاندارد برای انواع پلاستیک‌های تقویت‌شده زیر کاربرد ندارد:
الف - پلاستیک‌های حاوی تقویت‌کننده‌هایی غیر از شیشه-منسوج؛
ب - پلاستیک‌های حاوی موادی که در دمای آزمون به‌طور کامل نمی‌سوزند (مانند موادی برپایه رزین‌های سیلیکون)؛
پ - پلاستیک‌های حاوی پرکننده‌های معدنی که در دمای پایین‌تر از کمینه دمای تکلیس، تجزیه می‌شوند.
برای این مواد می‌توان از استاندارد ISO 11667 استفاده کرد.

۲ مراجع الزامی

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

-
- 1 - Textile-glass-reinforced
 - 2 - Prepregs
 - 3 - Calcination
 - 4 - Rovings
 - 5 - Sheet moulding compounds
 - 6 - Bulk moulding compounds
 - 7 - Dough moulding compounds

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی شماره ۱۰۲۴۷، فیلترهای متخلخل آزمایشگاهی - درجه تخلخل - طبقه‌بندی و نامگذاری

2-2 ISO 472:1988, Plastics - Vocabulary

2-3 ISO 8604: 1988, Plastics - Prepregs - Definitions of terms and symbols for designations

۲ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ارائه‌شده در استانداردهای ISO 472 و ISO 8604 کاربرد دارند.

۴ اصول آزمون

آزمونه وزن می‌شود و سپس در دمای معین تکلیس می‌شود. سپس آزمونه دوباره وزن می‌شود و مقدار مواد غیرقابل اشتعال (شیشه + پرکننده) با اندازه‌گیری اختلاف وزن آزمونه قبل و بعد از تکلیس با یکی از روش‌های زیر به دست می‌آید:

الف- در مورد مواد بدون پرکننده، مقدار شیشه به طور مستقیم از اختلاف وزن محاسبه می‌شود (روش A)؛
ب- در مورد مواد حاوی شیشه و پرکننده، شیشه و پرکننده باقی‌مانده بعد از تکلیس با حل کردن پرکننده در اسید هیدروکلریک جدا می‌شود. از اختلاف وزن آزمونه قبل از تکلیس و وزن آزمونه خشک بعد از واکنش با اسید برای اندازه‌گیری مقدار شیشه استفاده می‌شود. مقدار پرکننده با محاسبه اختلاف وزن بین آزمونه بعد از تکلیس و وزن آزمونه خشک بعد از واکنش با اسید به دست می‌آید (روش B).

روش آزمون به کلیه توزین‌های انجام شده در وزن ثابت، بعد از تکلیس و/یا خشک کردن تکرار شده، نیاز دارد. در مواردی که مواد معین به‌طور منظم آزمون می‌شوند، کمینه زمان روش تکلیس و خشک کردن ممکن است با آزمون اطمینان از رسیدن به وزن ثابت، تعیین شود.

یادآوری ۱- اگر ماده آزمون شده حاوی رزین قابل اشتعال تحت شرایط آزمون و/یا پرکننده‌هایی که با تکلیس تجزیه نمی‌شوند، باشد، کاهش وزن در اثر احتراق برابر با مقدار رزین است. باید توجه شود که مقدار رزین محاسبه‌شده با این روش شامل قسمت قابل اشتعال سایر اجزاء موجود در ترکیب (اندازه شیشه، رنگدانه‌ها و ...) است ولی معمولاً نسبت به مقدار رزین، کمتر مقایسه می‌شود.

یادآوری ۲- در مواردی که پرکننده‌هایی وجود داشته باشند که در دمای آزمون تجزیه می‌شوند، اندازه‌گیری مقدار دقیق شیشه، رزین یا پرکننده ممکن نیست.

۵ نمونه‌برداری

۱-۵ اندازه‌گیری مقادیر شیشه و پرکننده باید به‌طور موازی روی دو آزمونه که تا حد ممکن قابل شناسایی هستند انجام شود. نتیجه آزمون، میانگین اندازه‌گیری‌ها روی دو آزمونه است، به شرطی که اختلاف

بین دو اندازه‌گیری کم‌تر از ۵٪ باشد. در غیر این صورت، سومین آزمون که تا حد امکان به دو آزمون نزدیک‌تر است باید آزمون شود. در این حالت از سه مقدار برای محاسبه نتیجه آزمون باید استفاده شود.

۲-۵ به منظور انجام آزمون ارزیابی نتیجه‌ای که نشان‌دهنده مقدار احتمالی شیشه و پرکننده نمونه اولیه^۱ یا نمونه آزمایشگاهی است، این روش اجرای آزمون ممکن است به چندین تکرار در موقعیت‌های خاص در نمونه اولیه آزمون شده نیاز داشته باشد. تعداد تکرار و موقعیت‌های واقعی با ویژگی محصول یا درخواست فرد برای آنالیز تعریف خواهد شد. در موارد بعدی، تعداد و موقعیت به‌صورت تجربی از نتیجه کار قبلی تصمیم‌گیری خواهد شد.

۳-۵ برای تمام آزمون‌ها به‌جز آزمون در واحدهای ابتدایی، از آزمون‌هایی که نماینده مواد تحت آزمون در شرایط محیطی مجاز است، استفاده کنید.

۶ آماده‌سازی آزمون‌ها

آزمون‌ها باید کاملاً نماینده قطعه^۲ یا بچ^۳ آزمون‌شده باشند و باید مطابق با بند ۵ تهیه شوند. پیشنهاد می‌شود که آزمون‌ها به شکلی که مناسب برای قایق سیلیسی^۴ یا بوته چینی باشند، برش داده شوند، مگر این‌که به گونه دیگری توافق شده باشد.

وزن هر آزمون باید در بازه زیر باشد:

الف- ۲ g تا ۲۰ g برای پیش‌آغشته‌ها و آمیزه‌های قالب‌گیری؛

ب- ۲ g تا ۱۰ g برای لایه‌ها.

برای هر نتیجه آزمون، حداقل از دو آزمون استفاده کنید (به بند ۵-۱ مراجعه کنید).

در مورد پیش‌آغشته‌ها و آمیزه‌های قالب‌گیری که حاوی حلال‌ها یا مونومرهای آزاد هستند، برای جلوگیری از کاهش ماده فرار باید مراقبت‌های لازم انجام گیرد. برای SMC، فیلم رهاسازی محافظ^۵ نباید از نمونه آزمایشگاهی یا آزمون، تا دقیقاً قبل از شروع آزمون جدا شود. کلیه نمونه‌های آزمایشگاهی از پیش‌آغشته‌ها و آمیزه‌های قالب‌گیری حاوی SMC، باید بلافاصله بعد از برداشتن نمونه آزمایشگاهی، در یک کیسه پلاستیکی عایق بخار درزبندی شود.

۷ اندازه‌گیری

انتخاب روش استفاده شده برای اندازه‌گیری شیشه و پرکننده به حضور یا عدم حضور پرکننده بستگی خواهد داشت. روش‌های توضیح‌داده شده در این استاندارد عبارتند از:

روش A: برای اندازه‌گیری مقدار شیشه در حالت عدم حضور ماده پرکننده؛

روش B: اندازه‌گیری مقدار شیشه و ماده پرکننده درحالتی که هر دو جزء وجود دارد.

1 - Elementary unit
2 - Piece
3 - Batch
4 - Silica boat
5 - Protective release film

۷-۱-۷ روش A

۷-۱-۱-۷ مواد و/یا واکنشگرها

برای روش A هیچ ماده و واکنشگری نیاز نیست.

۷-۱-۲-۷ وسایل و دستگاهها

علاوه بر وسایل و دستگاههای معمول آزمایشگاهی از وسایل و دستگاههای زیر نیز استفاده می شود:

۷-۱-۲-۱-۷ ترازو، با درجه بندی 0.1 mg ؛

۷-۱-۲-۲-۷ قایقک سیلیسی یا بوته چینی، در اندازه مناسب مطابق با مقدار آزمون؛

۷-۱-۲-۳-۷ کوره مافل^۱، قرار گرفته در زیر هود و با قابلیت حفظ دمای انتخاب شده (به بند ۷-۱-۳-۲ مراجعه کنید) با دقت $\pm 20^\circ \text{C}$ ؛

۷-۱-۲-۴-۷ دسیکاتور، حاوی ماده خشک کن مناسب (مانند سیلیکاژل)؛

۷-۱-۲-۵-۷ آون خشک کن تهویه دار، تنظیم شده در $(3 \pm 105)^\circ \text{C}$.

۷-۱-۳-۷ روش انجام آزمون

برای هر آزمون، طبق مراحل زیر را اقدام کنید:

۷-۱-۳-۱-۷ آماده سازی قایقک یا بوته

قایقک خشک یا بوته تمیز و خشک (به بند ۷-۱-۲-۲ مراجعه کنید) را با ترازویی با دقت 0.1 mg (به بند ۷-۱-۲-۱) وزن کنید. کوره مافل (به بند ۷-۱-۲-۳ مراجعه کنید) را در دمای انتخاب شده (به بند ۷-۱-۳-۲ مراجعه کنید) تنظیم کنید و 10 min منتظر بمانید. بعد از خنک شدن تا دمای محیط در دسیکاتور (به بند ۷-۱-۲-۴ مراجعه کنید) تغییر وزن آن را کنترل کنید. اگر تغییری وجود داشت، این عملیات را تا وقتی که به وزن ثابت برسد تکرار کنید.

۷-۱-۳-۲-۷ تکلیس

قایقک یا بوته تمیز و خشک را همان طور که در بند ۷-۱-۳-۱ توضیح داده شد وزن کنید. وزن بر حسب g را به عنوان m_1 یادداشت کنید.

آزمون را در قایقک یا بوته قرار دهید و در آون خشک کن تهویه دار (به بند ۷-۱-۳-۵ مراجعه کنید) در دمای 105°C تا رسیدن به وزن ثابت خشک کنید.

در دسیکاتور تا رسیدن به دمای محیط خنک کنید و دوباره وزن کنید. وزن بر حسب g را به عنوان m_2 ثبت کنید.

1 - Muffle

در مورد آزمون‌های حاوی ماده فرار، نیاز به مراقبت برای جلوگیری از کاهش ماده فرار است. بنابراین از مرحله خشک کردن صرفنظر کنید. آزمون را از کیسه عایق بخار خارج کنید و فیلم رهاسازی را جدا کنید. آزمون را در قایقک یا بوتله قرار دهید، وزن بر حسب g را به‌عنوان m_6 ثابت کنید. قایقک یا بوتله حاوی آزمون را در کوره مافل قرار دهید، تا دمای 625°C پیش‌گرمایش کنید و تا رسیدن به وزن ثابت گرم کنید.

برای محصولات تقویت‌شده با شیشه یا پرکننده که در دمای تکلیس مقاومت نخواهند کرد، ممکن است از دمای بین 500°C تا 600°C ، مطابق با ویژگی شیشه یا پرکننده، استفاده شود. حفظ دمای ثابت انتخاب‌شده با دقت $\pm 20^\circ\text{C}$ ضرورت دارد.

اجازه دهید باقی‌مانده مواد داخل قایقک یا بوتله در داخل دسیکاتور تا دمای محیط خنک شود و دوباره وزن کنید. وزن بر حسب g را به‌عنوان m_3 ثبت کنید.

۴-۱-۷ بیان نتایج

برای هر نمونه، مقدار شیشه، M_{glass} ، بر حسب درصدی از وزن اولیه را با استفاده از معادله (۱) محاسبه کنید:

$$M_{\text{glass}} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

m_1 وزن اولیه قایقک یا بوتله خشک، بر حسب g؛

m_2 وزن اولیه قایقک یا بوتله خشک به‌اضافه آزمون خشک‌شده، بر حسب g؛

m_3 وزن نهایی قایقک یا بوتله به‌اضافه باقی‌مانده بعد تکلیس، بر حسب g است.

در صورت وجود ماده فرار در آزمون‌ها، مرحله خشک کردن حذف می‌شود و به‌جای m_2 در معادله (۱)، m_6 را جایگزین کنید، m_6 وزن اولیه قایقک یا بوتله خشک به‌اضافه آزمون خشک نشده بر حسب g است.

اگر نتایج تک تک اندازه‌گیری‌ها بیش از ۵٪ مقدار نسبی اختلاف داشته باشند، اندازه‌گیری دیگری روی آزمون سومی که از همان موقعیت نمونه اولیه یا نمونه آزمایشگاهی برداشته شده است انجام دهید. نتایج آزمون را به‌صورت میانگین دو (یا سه) اندازه‌گیری منفرد بیان کنید.

۲-۷ روش B

۱-۲-۷ مواد و واکنشگرها

مواد و واکنشگرهای زیر برای روش B مورد نیاز است:

۱-۱-۲-۷ اسید هیدروکلریک، با غلظت ۳۵٪ (حجمی/حجمی) با درجه صنعتی؛

۲-۱-۲-۷ اتانول غیراشباع؛

۳-۱-۲-۷ مخلوط اسید کرومیک، برای تمیز کردن؛

ترکیب پیشنهادی برای مخلوط، دی‌کرومات سدیم ۷٪ در اسید سولفوریک اشباع است.

۲-۲-۷ دستگاه‌ها

از دستگاه‌های توضیح‌داده شده در بند ۷-۱-۲ و دستگاه‌های زیر استفاده کنید:

۷-۲-۲-۱ صافی متخلخل شیشه‌ای با قطر ۴۰ mm، با تخلخل P 160، یعنی از ۱۰۰ μm تا ۲۰۰ μm (به استاندارد ملی ۱۰۲۴۷ مراجعه کنید).

۷-۲-۲-۲ بشر ۲۵۰ ml؛

۷-۲-۲-۳ بالن مکش؛

۷-۲-۲-۴ میله شیشه‌ای؛

۷-۲-۲-۵ انبرک؛

۷-۲-۳ روش آزمون

برای هر آزمون، طبق مراحل زیر اقدام کنید:

۷-۲-۳-۱ آماده‌سازی قایقک‌ها یا بوت‌ها

طبق مراحل بند ۷-۱-۳-۱ اقدام کنید.

۷-۲-۳-۲ آماده‌سازی صافی متخلخل شیشه‌ای

قبل از هر آزمون، صافی متخلخل شیشه‌ای (به بند ۷-۲-۱-۱ مراجعه کنید) را با غوطه‌ور ساختن در مخلوط اسید کرومیک (به بند ۷-۲-۱-۳ مراجعه کنید) تمیز کنید. صافی را در بالن مکش (به بند ۷-۲-۲-۳ مراجعه کنید) قرار دهید، مکش را انجام دهید و ابتدا صافی را با آب گرم، سپس با اتانول غیر اشباع (به بند ۷-۲-۱-۲ مراجعه کنید) آب‌کشی کنید. صافی را در آون خشک‌کن (به بند ۷-۲-۱-۵ مراجعه کنید) تا وزن ثابت خشک کنید. وزن بر حسب g را به‌عنوان m_4 ثبت کنید.

۷-۲-۳-۳ تکلیس

طبق مراحل بند ۷-۱-۳-۲ اقدام کنید.

۷-۲-۳-۴ جداسازی شیشه و ماده پرکننده وقتی ماده پرکننده کاملاً در اسید هیدروکلریک حل می‌شود

ماده پرکننده را از شیشه مطابق با توضیحات زیر جدا کنید:

در بشر ۲۵۰ ml (به بند ۷-۲-۲-۲ مراجعه کنید) به‌ازای هر g از مواد باقی‌مانده در قایقک یا بوت‌ه بعد از تکلیس، ۵ ml اسید هیدروکلریک (به بند ۷-۲-۱-۱ مراجعه کنید) بریزید.

با استفاده از میله شیشه‌ای، به آرامی باقی‌مانده مواد داخل قایقک یا بوت‌ه را به اسید داخل بشر اضافه کنید. با دقت تا حصول اطمینان از این‌که همه مواد باقی‌مانده با اسید واکنش داده‌اند، هم بزنید. مواظب باشید که جوشش ایجادشده توسط اسید واکنش داده با پرکننده‌های کربنات، باعث تشکیل قطرات کوچکی که از بشر بیرون می‌ریزند نشود.

زمانی که جوشش تمام شد، سه چهارم قایقک یا بوت‌ه را با آب پر کنید و آن را داخل بشر ۲۵۰ ml بریزید، در صورت لزوم تا زمانی که کل مواد باقی‌مانده به داخل بشر منتقل شوند تکرار کنید.

۵۰ ml آب اضافی به بشر اضافه کنید.

صافی خشک شده و وزن شده مطابق بند ۲-۳-۲-۷ را روی بالن مکش قرار دهید و مکش را ایجاد کنید. به آرامی اسید را روی شیشه داخل صافی بریزید.

شیشه را داخل بشر حاوی آب، آب کشی کنید و آب را روی صافی بریزید، سپس با الکل غیر اشباع آب کشی کنید، با میله شیشه‌ای هم بزنیید و الکل را روی صافی بریزید.

این عملیات را چهار یا پنج بار تا زمانی که شیشه کاملاً تمیز شود تکرار کنید.

شیشه را با استفاده از میله شیشه‌ای و نیز جت کردن اتانول غیر اشباع روی صافی منتقل کنید. دو بار با اتانول غیر اشباع شستشو دهید.

صافی را تا رسیدن به وزن ثابت در آون خشک کن خشک کنید.

اجازه دهید تا رسیدن به دمای محیط در دسیکاتور خنک شود و وزن کنید. وزن را بر حسب g به عنوان m_5 یادداشت کنید.

۲-۳-۲-۷ جداسازی شیشه و ماده پرکننده وقتی ماده پرکننده کاملاً در اسید هیدروکلریک حل نمی‌شود اگر پرکننده غیر محلول در اسید هیدروکلریک روی صافی باقی بماند، وزن m_5 را مطابق بند ۲-۳-۲-۷ بدین ترتیب اندازه بگیرید:

با استفاده از انبرک (به بند ۲-۲-۲-۷ مراجعه کنید)، کل شیشه را از صافی بردارید. صافی را با ماده پرکننده نامحلول روی آن دوباره وزن کنید. وزن بر حسب g را به عنوان m_7 یادداشت کنید.

یادآوری - اگر فیلمان‌های^۱ شیشه‌ای خیلی کوتاه باشند، ممکن است جداسازی آنها از صافی به صورت دستی امکان پذیر نباشد. در این مورد، روش توضیح داده شده در این استاندارد قابلیت بیان مقادیر دقیق شیشه و مقادیر ماده پرکننده را به طور جداگانه ندارد، هر چند مقدار ترکیب ماده پرکننده و شیشه می‌تواند اندازه گیری شود.

۴-۲-۷ بیان نتایج

برای هر آزمون، مقدار شیشه، M_{glass} ، و مقدار ماده پرکننده، M_{filler} ، را بر حسب درصد وزن اولیه، به ترتیب با استفاده از معادلات (۲) و (۳) محاسبه کنید:

$$M_{glass} = \frac{m_5 - m_4}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (2)$$

$$M_{filler} = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} - \frac{m_5 - m_4}{m_2 - m_1} \right) \times 100 \quad (3)$$

که در آن:

m_1 وزن اولیه قایقک یا بوته خشک، بر حسب g؛

m_2 وزن اولیه قایقک یا بوته خشک به اضافه آزمون خشک شده، بر حسب g؛

m_3 وزن نهایی قایقک یا بوته به اضافه مواد باقی مانده بعد تکلیس، بر حسب g؛

m_4 وزن صافی خشک، بر حسب g؛

m_5 وزن صافی به اضافه مقادیر مواد باقی مانده بعد از واکنش با اسید، برحسب g است. در مورد ترکیبات قالب‌گیری حاوی مواد فرار، مرحله خشک کردن حذف می‌شود و به جای m_2 در معادله (۱)، m_6 را جایگزین کنید، m_6 وزن اولیه قایقک یا بوتله خشک به اضافه نمونه خشک نشده برحسب g است. اگر ماده پرکننده نامحلول در اسید هیدروکلریک روی صافی باقی بماند، در معادله (۲) و (۳) به جای m_4 ، m_7 را جایگزین کنید، m_7 وزن صافی خشک به اضافه ماده پرکننده معدنی نامحلول، برحسب g است. اگر نتایج تک تک اندازه‌گیری‌ها بیش از ۵٪ مقدار نسبی اختلاف داشته باشد، اندازه‌گیری دیگری روی نمونه سومی که از همان موقعیت نمونه اولیه یا نمونه آزمایشگاهی برداشته شده است انجام دهید. نتایج آزمون را به صورت میانگین دو (یا سه) اندازه‌گیری منفرد بیان کنید.

۸ دقت

دقت این روش آزمون مشخص نیست زیرا داده‌های بین آزمایشگاهی هنوز موجود نیست. زمانی که داده‌های بین آزمایشگاهی به دست آمد، توضیح دقت به نسخه تجدیدنظر اضافه خواهد شد.

یادآوری- آزمون‌های بین آزمایشگاهی، شامل بررسی دقت نسبی طبق روش توضیح داده شده در بند ۷-۲-۳-۴ و پیوست الف خواهد بود.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۹ ارجاع به شماره این استاندارد؛
- ۲-۹ آیا روش A استفاده شده است یا روش B؛
- ۳-۹ کلیه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل ماده مورد آزمون؛
- ۴-۹ روش نمونه‌برداری استفاده شده؛
- ۵-۹ تعداد نمونه‌های آزمون شده؛
- ۶-۹ ابعاد و/یا وزن نمونه‌ها؛
- ۷-۹ دمای تکلیس، اگر دما با دمای $^{\circ}C (625 \pm 20)$ متفاوت باشد؛
- ۸-۹ نتیجه آزمون برای مقدار شیشه-منسوج؛
- ۹-۹ نتیجه آزمون برای مقدار ماده پرکننده معدنی اگر روش B استفاده شود؛
- ۱۰-۹ تاریخ انجام آزمون؛
- ۱۱-۹ جزئیات هر رویداد نامعمول که روی نتایج آزمون به‌ویژه موارد زیر تاثیر داشته است:
- ۱-۱۱-۹ وجود هر گونه مواد پرکننده نامحلول؛
- ۲-۱۱-۹ هر مشکلی که در جداسازی دستی شیشه-منسوج و ماده پرکننده نامحلول تجربه می‌شود.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

روش جایگزین جداسازی الیاف شیشه ریزشده از ماده پرکننده معدنی

در آزمون ماده شامل الیاف ریز شده با طول کمینه ۱۲ mm، ممکن است متغیرهای زیر استفاده شود. استفاده از کیسه از جنس پارچه پشمی درشت مشابه تور پشه‌بند، با عرض حدود ۱۵ cm و طول ۱۶ cm (اندازه‌گیری شده زمانی که کیسه به صورت مسطح قرار گرفته است) نیاز است. تور از جنس نخ پشمی با روکش PVC با چگالی تقریبی ۷ yarns/cm است. بعد از تکلیس، در دمای محیط وزن کنید؛ نمونه را در کیسه‌ای از جنس پارچه توری قرار دهید؛ کیسه را در بشر حاوی اسید هیدروکلریک قرار دهید، کیسه را به صورت عمودی در بشر نگهدارید؛ زمانی که جوشش تقریباً تمام شد، کیسه را بردارید و آن را در بشر دیگر حاوی اسید تازه قرار دهید. (ممکن است اسید هیدروکلریک برای چندین اندازه‌گیری استفاده شود)؛ زمانی که جوشش کاملاً تمام شد، کیسه را با آب شیر آب‌کشی کنید تا نمونه سفید شود؛ نمونه را از کیسه خارج کنید، آن را فشار دهید و ناپدید شدن همه ماده پرکننده را کنترل کنید؛ نمونه را در ۱۰۵ °C به مدت ۳۰ min خشک کنید.