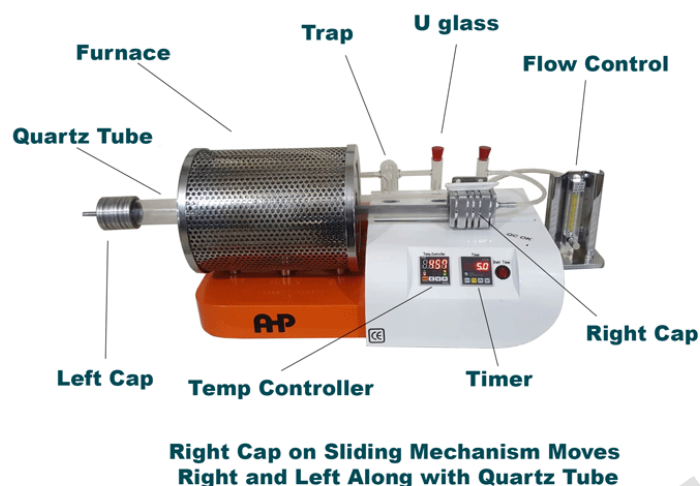




5 تجهیزات

- 5.1 کوره الکتریکی، با طول حداقل 20 cm (7.9 in.)، مناسب برای استفاده با لوله شرح داده شده در 5.2.
- 5.2 لوله احتراق شیشه‌ای دمای بالا، 4 عدد با قطر مناسب و تقریباً دو برابر طول کوره شرح داده شده در 5.1.
- 5.3 درپوش‌ها—دو درپوش لاستیکی یا نئوپرنی، متناسب با لوله شرح داده شده در 5.2، مگر اینکه لوله به اتصالات شیشه‌ای ساییده و رابط‌های جفت‌شونده مجهز باشد.
- 5.4 لوله شیشه‌ای، با قطر تقریبی 10 mm (0.39 in.)، به مقدار کافی، به همراه لوله‌های لاستیکی یا پلاستیکی متناسب برای اتصالات.
- 5.5 قایق احتراق، با ابعاد تقریبی 8 × 1.9 × 1.3 cm (3.15 × 0.75 × 0.51 in.)، چینی لعاب‌دار، شیشه کوارتز با سیلیس بالا یا پلاتین مناسب است.
- 5.6 ترموکوپل آهن-کنسنتان، و پتانسیومتر یا میلی‌ولت‌متر مناسب برای تعیین دماها در محدوده 300 تا 700°C (572 تا 1292°F).
- 5.7 فلومتر، مناسب برای اندازه‌گیری جریان گاز با نرخ 1 تا 10 L/min.

5.8 تله‌ها، سه تله شیشه‌ای با سرهای متصل‌شونده شیشه‌ای ساییده و قابل جداسازی و لوله‌های داخلی و اتصال‌دهنده با قطر 10-(0.39-in.) mm یادداشت 3—اگر کل مجموعه دستگاه در هود بخارات قرار داده شود، تنها یک تله مورد نیاز است. همچنین اگر علاوه بر آن، نیتروژن با خلوص کافی استفاده شود و از روش‌های جایگزین ارائه‌شده در بخش 6 تولید شود، هیچ تله‌ای مورد نیاز نیست.

5.9 لوله خشک‌کن—لوله خشک‌کن لاشکل، با قطر داخلی 20 mm (0.79 in.) یا بیشتر، مجهز به دریوش‌های شیشه‌ای ساییده یا نئوپرنی.

5.10 پشم شیشه.

5.11 دسیکاتور، به همراه ماده خشک‌کن.

5.12 مشعل بونزن یا کوره موفل—کوره الکتریکی با گرمایش مقاومتی یا کوره مایکروویوی، قادر به رساندن قایقک احتراق به حالت سرخ‌شدن.

یادداشت 4—هنگام استفاده از کوره الکتریکی، آن را در هودی با تهویه مناسب قرار دهید. هنگام استفاده از کوره مایکروویوی، آن را داخل یا مجاور هود قرار دهید و لوله خروجی را به داخل هود هدایت کنید تا از تنفس محصولات جانبی هرگونه احتراق جلوگیری شود. نرخ جریان هوای 2.8 m³/min درون محفظه مایکروویو توصیه می‌شود.

5.13 ترازو—ترازوی تحلیلی با حساسیت 0.0001 g.

6 معرف‌ها و مواد

6.1 دی‌اکسید کربن، جامد (یخ خشک).

یادداشت 5—در صورتی که کل مجموعه دستگاه در هود بخارات قرار داده شود، دی‌اکسید کربن جامد و تری‌کلرواتیلن مورد نیاز نیستند. 6.2 ماده خشک‌کن، مانند کلرید کلسیم بی‌آب (CaCl₂).

6.3 نیتروژن، پیش‌تصفیه‌شده، با میزان اکسیژن کمتر از 0.01 %. برای جلوگیری از نشت تصادفی، آلودگی یا خلوص ناکافی، گاز باید با استفاده از یکی از روش‌های زیر بیشتر تصفیه شود:

6.3.1 عبور دادن نیتروژن از یک تله شیشه‌ای که پیش از لوله خشک‌کن قرار گرفته است (شکل 1 را ببینید) و تقریباً به اندازه یک سوم با محلول هیدروکسید پتاسیم-پیروگالول پر شده باشد؛ این محلول از 5 g پیروگالول و 50 g KOH در 100 mL آب تهیه می‌شود. استفاده از معرف‌های گرید فنی یا بهتر قابل قبول است. 6.3.2 قرار دادن یک دسته یا رول از رشته‌های مسی تمیز، فویل مسی یا سیم مسی به طول 7.5 تا 10 cm (3 تا 4 in.) درون لوله احتراق، پیش از نمونه (شکل 1 را ببینید)، به گونه‌ای که کاملاً در ناحیه گرم‌شده کوره قرار گیرد. دقت کنید که از عبور کانالی نیتروژن از میان دسته

جلوگیری شود. میزان سیاه شدن مس را می توان به عنوان راهنمایی برای تعیین زمان تعویض دسته در نظر گرفت.

6.3.3 عبور دادن نیتروژن از لوله احتراقی که به طول 15 cm (6 in.) یا بیشتر با رشته های مسی تمیز، فویل مسی یا سیم مسی پر شده و در کوره ای با دمای حدود 500°C (932°F) نگهداری می شود.

6.3.4 در صورت استفاده از گازی با میزان اکسیژن کمتر از 0.002 % (20 ppm)، اجرای روش های شرح داده شده ضروری نیست.

6.4 تری کلرواتیلن، گرید فنی (یادداشت 5).

7 نمونه برداری و مشخصات آزمون

7.1 نمونه های آزمون می توانند شکل های مختلفی داشته باشند که درون قایق احتراق جای گیرند، اما باید الزامات 8.3 را برآورده کنند. قطعات آلوده باید شسته شوند و قطعات چاپ شده با حلالی مناسب تمیز شوند.

8 روش اجرا

یادداشت 6—روش زیر بر این فرض استوار است که لوله احتراق را بتوان به سادگی از کوره خارج کرد. اگر چنین نباشد، روش های جایگزین برای وارد کردن و خارج کردن قایق های نمونه قابل قبول هستند، مشروط بر اینکه الزامات دما، زمان purge و نرخ جریان رعایت شوند.

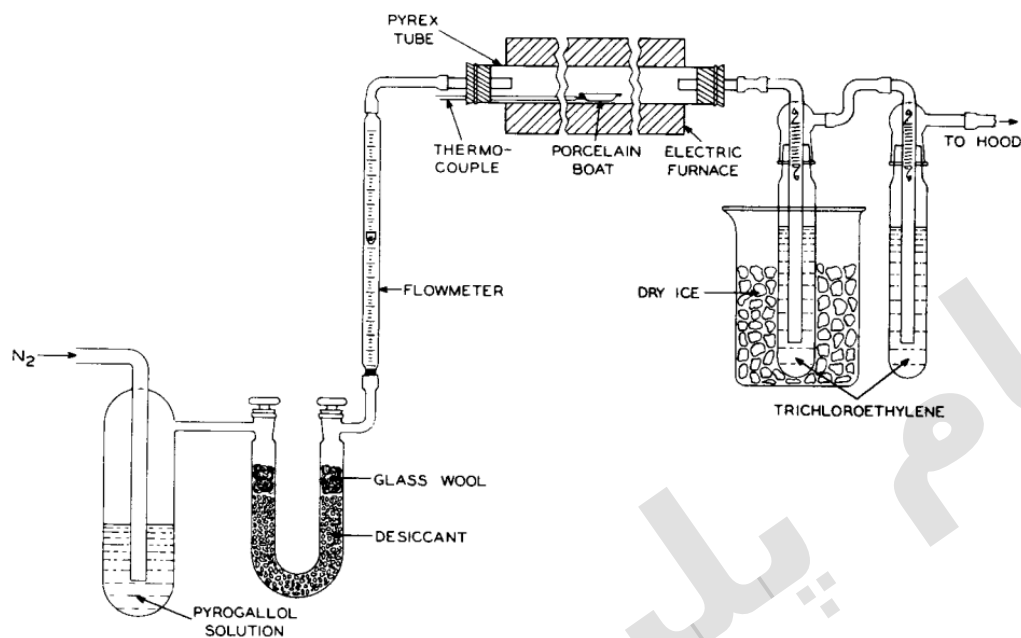


FIG. 1 Assembly of Apparatus

- 8.1 دستگاه را مطابق شکل 1 مونتاژ کنید. هر دو تله سرد پس از لوله احتراق باید حاوی تری کلرواتیلن باشند، اما فقط تله نخست باید با دی اکسید کربن جامد سرد شود. روش جایگزین این است که کل دستگاه در هود بخارات قرار داده شود و دو تله پس از لوله احتراق حذف شوند. لوله خشک کن را با CaCl_2 بی آب یا ماده خشک کن مناسب دیگری پر کنید. ماده خشک کن را بین دو درپوش شل پشم شیشه نگه دارید.
- 8.2 یک قایقک احتراق تمیز را در شعله بونزن یا کوره موفل تا حالت سرخ شدن حرارت دهید؛ سپس قایقک را به دسیکاتور منتقل کنید و اجازه دهید حداقل 30 min روی ماده خشک کن تازه سرد شود.
- 8.3 قایقک را از دسیکاتور خارج کرده و آن را با دقت 0.0001 g وزن کنید (w1). بلافاصله 0.1 g 1.0 g از پلاستیک اتیلن تحت آزمون را درون قایقک قرار

دهید و آن را با دقت 0.0001 g وزن کنید (w2).
8.4 کوره را تا دمای ثابت 600°C (1112°F) گرم کنید.

8.5 در حالی که لوله احتراق از کوره خارج است، نرخ جریان نیتروژن عبوری از لوله را روی 0.3 6 1.7 L/min تنظیم کنید. انتهای ورودی لوله احتراق را باز کنید، قایقک احتراق حاوی نمونه را به سرعت درون لوله قرار دهید؛ به گونه‌ای که قایقک هنگام قرارگیری در کوره در دمای مناسب باشد. ورودی لوله را ببندید و اجازه دهید نیتروژن حداقل 5 min جریان داشته باشد تا پیش از قرار دادن لوله در کوره، اکسیژن از سیستم تخلیه شود. اگر کوره با ترموکوپل خارجی کنترل می‌شود، ترموکوپل را طوری تنظیم کنید که محل اتصال آن در مجاورت قایقک باشد. در صورت استفاده، plug مسی را وارد کنید (6.3.2) را ببینید). لوله را به سرعت درون کوره قرار دهید، کوره را ببندید و اجازه دهید گرمایش حداقل 15 min ادامه یابد.

یادداشت 7—دمای دقیق گرمایش در محدوده 500 تا 700°C (932 تا 1292°F) بحرانی نیست، اگرچه در دماهای پایین‌تر، زمان گرمایش تا 30 min مطلوب است. در صورت تمایل، می‌توان نمونه را در دمای 300°C (572°F) یا کمتر وارد کوره کرد و سپس دمای کوره را طوری برنامه‌ریزی کرد که نمونه طی 10 min به 350°C (662°F) طی 10 min دیگر به 450°C (842°F) و پس از مجموع 30 min به 500°C (932°F) برسد؛ سپس گرمایش در 500°C (932°F) برای 15 min دیگر ادامه یابد.

یادداشت 8—اگر لوله احتراق و کوره اندازه کافی داشته باشند، می‌توان چند قایقک نمونه را به‌طور هم‌زمان آزمون کرد، مشروط بر اینکه در ناحیه‌ای از کوره قرار گیرند که الزامات دما را برآورده می‌کند.

8.6 لوله یا کوره را جابه‌جا کنید تا قایقک دیگر در ناحیه گرم‌شده کوره نباشد و ضمن حفظ جریان نیتروژن، 5 min برای خنک‌شدن زمان بدهید. در صورت وجود، plug مسی را خارج کنید و قایقک را از انتهای ورودی لوله بیرون آورید؛ سپس اجازه دهید قایقک حداقل 30 min در دسیکاتور خنک شود. مراقب باشید قایقک از رسوبات موجود روی دیواره‌های لوله آلوده نشود. سپس قایقک و محتویات آن را به سرعت با دقت 0.0001 g دوباره وزن کنید (w3).

8.7 اگر قرار است اندازه‌گیری‌های دوده کرنی در مقادیر کمتر از 1 % انجام شود، قایقک نمونه حاوی باقیمانده حاصل از سوختن در کوره لوله‌ای باید تقریباً 10 min در کوره موفل قرار داده شود تا دوده کرنی اکسید شود. این کار برای اصلاح اثر وجود مواد معدنی باقیمانده در نمونه انجام می‌شود. پس از گرمایش، قایقک نمونه را در دسیکاتور تا رسیدن به دمای اتاق خنک کنید. قایقک به‌همراه محتویات را با دقت 0.0001 g وزن کنید (w4).

8.8 برای هر نمونه، دو تعیین انجام می‌شود.

9 محاسبه

9.1 مقدار دوده کربنی را به صورت زیر محاسبه کنید:

$$\text{Carbon black, \%} = \frac{(W_r - W_o)}{W_s} \times 100 \quad (1)$$

where:

$W_r = w_3 - w_1 = \text{mass of residue (g) after burning in nitrogen,}$

$W_o = w_4 - w_1 = \text{mass of residue (g) afterburning in air, and}$

$W_s = w_2 - w_1 = \text{mass of sample (g).}$

[Carbon Black Content Test Furnace \(CBC Tester\)](https://ahp-makina.com/key-tech-notes-about-carbon-content--as-per-iso-6964/)

<https://ahp-makina.com/key-tech-notes-about-carbon-content--as-per-iso-6964/>