

4 اصل

یک نمونه آزمون وزن شده و سپس در دمای معین خاکستر می‌شود. نمونه آزمون پس از آن دوباره وزن شده و مقدار ماده غیر قابل احتراق (شیشه + پرکننده) با تعیین اختلاف جرم یک نمونه آزمون پیش و پس از خاکستر شدن، به یکی از روش‌های زیر به دست می‌آید:

الف) در مورد موادی که فاقد پرکننده هستند، مقدار شیشه مستقیماً از اختلاف جرم محاسبه می‌شود (روش A)؛
ب) در مورد موادی که هم شیشه و هم پرکننده دارند، شیشه و پرکننده باقی‌مانده پس از خاکستر شدن، با حل کردن پرکننده در اسید هیدروکلریک از یکدیگر جدا می‌شوند. اختلاف بین جرم نمونه آزمون پیش از خاکستر شدن و جرم نمونه آزمون خشک‌شده پس از واکنش با اسید، برای اندازه‌گیری مقدار شیشه به کار می‌رود. مقدار پرکننده با محاسبه اختلاف بین جرم نمونه آزمون پس از خاکستر شدن و جرم نمونه آزمون خشک‌شده پس از واکنش با اسید به دست می‌آید (روش B).
روش آزمون مستلزم آن است که تمام توزین‌ها پس از خاکستر کردن و/یا خشک کردن مکرر، در جرم ثابت انجام شوند. در مواردی که مواد شناخته‌شده به‌طور منظم آزمون می‌شوند، می‌توان حداقل زمان لازم برای مراحل خاکستر کردن و خشک کردن را از طریق آزمایش تعیین کرد تا حصول جرم ثابت تضمین شود.
یادداشت‌ها:

1 اگر ماده مورد آزمون حاوی رزینی باشد که تحت شرایط آزمون قابل احتراق است و/یا پرکننده‌هایی داشته باشد که در اثر خاکستر کردن تجزیه نمی‌شوند، کاهش جرم در اثر احتراق برابر با مقدار رزین خواهد بود. باید توجه داشت که مقدار رزین محاسبه‌شده به این روش، بخش قابل احتراق سایر اجزای موجود در ترکیب (سایز شیشه، رنگ‌دانه‌ها و غیره) را نیز شامل می‌شود؛ اما این مقدار معمولاً در مقایسه با مقدار رزین کم است.
2 در مواردی که پرکننده‌های موجود در دمای آزمون تجزیه می‌شوند، تعیین دقیق مقدار شیشه، رزین یا پرکننده امکان‌پذیر نیست.

6 آماده‌سازی نمونه‌های آزمون

نمونه آزمون باید کاملاً نماینده قطعه یا محموله مورد بررسی باشد. نمونه‌ها باید مطابق بند 5 تهیه شوند. مگر آنکه به صورت دیگری مشخص شده باشد، توصیه می‌شود نمونه‌های آزمون به شکلی بریده شوند که درون قایق سیلیسی یا بوتی چینی قرار گیرند. جرم هر نمونه آزمون باید در محدوده زیر باشد:
2 g تا 20 g برای پیش‌آغشته‌ها و ترکیبات قالب‌گیری؛
2 g تا 10 g برای لمینیت‌ها.

برای هر نتیجه آزمون، حداقل از دو نمونه آزمون استفاده کنید (نگاه کنید به 5.1). در مورد پیش‌آغشته‌ها و ترکیبات قالب‌گیری حاوی حلال یا مونومر آزاد، باید از هدررفت مواد فرار جلوگیری شود. در مورد SMC، فیلم جداکننده محافظ نباید تا درست پیش از شروع روش آزمون از نمونه آزمایشگاهی یا نمونه آزمون جدا شود. تمام نمونه‌های آزمایشگاهی پیش‌آغشته و ترکیب قالب‌گیری، از جمله SMC، باید بلافاصله پس از برداشت نمونه آزمایشگاهی در یک کیسه پلاستیکی نفوذناپذیر در برابر بخار قرار شوند.

7 تعیین

انتخاب روش مورد استفاده برای تعیین مقدار شیشه و پرکننده، به وجود یا عدم وجود پرکننده بستگی دارد. روش‌های شرح داده شده در این استاندارد بین‌المللی عبارت‌اند از:

روش A: برای تعیین مقدار شیشه در صورت نبود پرکننده.

روش B: برای تعیین مقدار شیشه و پرکننده در صورت وجود هر دو جزء.

7.1 روش A

7.1.1 معرف‌ها

برای روش A به هیچ معرف شیمیایی نیاز نیست.

7.1.2 دستگاه

دستگاه‌های معمول آزمایشگاهی، به علاوه موارد زیر:

7.1.2.1 ترازوی با دقت gradation تا 0.01 mg

7.1.2.2 قایق سیلیسی یا بوته چینی، با اندازه مناسب برای جای دادن یک نمونه آزمون.

7.1.2.3 کوره الکتریکی، نصب شده زیر هود دارای تهویه و قادر به حفظ دمای انتخاب شده (نگاه کنید به 7.1.3.2) با دقت $\pm 20^\circ\text{C}$.

7.1.2.4 دسیکاتور، حاوی ماده خشک کننده مناسب (برای مثال، سیلیکاژل).

7.1.2.5 آون خشک کن دارای تهویه، تنظیم شده روی $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$.

7.1.3 روش اجرا

برای هر نمونه آزمون، مراحل زیر را انجام دهید:

7.1.3.1 آماده سازی قایق یا بوته

قایق یا بوته تمیز و خشک (7.1.2.2) را با ترازوی (7.1.2.1) تا نزدیک ترین 0.01 mg وزن کنید. آن را در کوره الکتریکی (7.1.2.3) که روی دمای انتخاب شده (نگاه کنید به 7.1.3.2) تنظیم شده است، قرار داده و به مدت 10 min نگه دارید. پس از سرد شدن تا دمای محیط در دسیکاتور (7.1.2.4)، بررسی کنید که جرم تغییر نکرده باشد. در صورت وجود تغییر، این عملیات را تا رسیدن به جرم ثابت تکرار کنید.

7.1.3.2 خاکستر کردن

قایق یا بوته تمیز و خشک را که مطابق 7.1.3.1 آماده شده است، وزن کنید. جرم را بر حسب گرم به صورت ml ثبت کنید. یک نمونه آزمون را در قایق

یا بوته قرار داده و در آن خشک کن دارای تهویه (7.125) در دمای C 105 تا رسیدن به جرم ثابت خشک کنید. نمونه را در دسیکاتور تا دمای محیط سرد کرده و دوباره وزن کنید. جرم را بر حسب گرم به صورت m2 ثبت کنید. در مورد نمونه‌های آزمونی که حاوی مواد فرار هستند، باید برای جلوگیری از هدررفت ماده فرار دقت شود؛ بنابراین مرحله خشک کردن را حذف کنید. نمونه آزمون را از کیسه نفوذناپذیر در برابر بخار خارج کرده و هرگونه فیلم جداکننده را جدا کنید. نمونه آزمون را در قایقک یا بوته قرار داده، وزن کنید و جرم را بر حسب گرم به صورت m6 ثبت کنید.

قایقک یا بوته حاوی نمونه آزمون را در کوره الکتریکی که از پیش تا دمای C 625 گرم شده است، قرار داده و تا رسیدن به جرم ثابت حرارت دهید.

برای محصولات تقویت شده‌ای که شیشه یا پرکننده آن‌ها این دمای خاکستر کردن را تحمل نمی‌کند، می‌توان مطابق مشخصات شیشه یا پرکننده، از دمایی بین C 500 و C 600 استفاده کرد. ثابت نگه داشتن دمای انتخاب شده با دقت ± 20 C ضروری است.

قایقک یا بوته را به همراه باقی مانده، در دسیکاتور تا دمای محیط سرد کرده و دوباره وزن کنید. جرم را بر حسب گرم به صورت m3 ثبت کنید.

7.1.4 بیان نتایج

برای هر نمونه آزمون، مقدار شیشه M_glass را که به صورت درصدی از جرم اولیه بیان می‌شود، با استفاده از معادله (1) محاسبه کنید:

$$M_{\text{glass}} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$

where

- m_1 is the initial mass, in grams, of the dry boat or crucible;
- m_2 is the initial mass, in grams, of the dry boat or crucible plus dried specimen;
- m_3 is the final mass, in grams, of the boat or crucible plus residue after calcination.

در مورد نمونه‌های آزمون حاوی مواد فرار، چنانچه مرحله خشک کردن حذف شده باشد، در معادله (1) به جای m_2 از m_6 استفاده کنید؛ در اینجا m_6 جرم اولیه، بر حسب گرم، قایقک یا بوتله خشک به علاوه قطعه آزمون خشک نشده است.

اگر نتایج اندازه‌گیری‌های منفرد بیش از 5 % از نظر مقدار نسبی با یکدیگر اختلاف داشته باشند، یک تعیین اضافی روی نمونه آزمون سوم که از همان محل در واحد اولیه یا نمونه آزمایشگاهی برداشته شده است، انجام دهید.

نتیجه آزمون را به صورت میانگین دو (یا سه) اندازه‌گیری منفرد بیان کنید.

7.2 روش B

7.2.1 معرف‌ها

معرف‌های زیر برای روش B مورد نیاز هستند.

7.2.1.1 اسید هیدروکلریک، با غلظت 35 % (VIV)، گرید تجاری.

7.2.1.2 اتانول دناتوره شده.

7.2.1.3 مخلوط اسید کرومیک، برای تمیزکاری.

ترکیب توصیه شده مخلوط، 7 % دی کرومات سدیم در اسید سولفوریک غلیظ است.

7.2.2 دستگاه

دستگاه های ارائه شده در 7.1.2، به علاوه موارد زیر:

7.2.2.1 فیلتر شیشه ای تف جوش با قطر 40 mm، تخلخل P 160، یعنی 100 μ m تا 160 μ m (نگاه کنید به ISO 4793).

7.2.2.2 بشر 250 ml.

7.2.2.3 .□□□ □□□□

7.2.2.4 میله شیشه ای.

7.2.2.5 پنس.

7.2.3 روش اجرا

برای هر نمونه آزمون، مراحل زیر را انجام دهید:

7.2.3.1 آماده سازی قایقک ها یا بوته ها

روش ارائه شده در 7.1.3.1 را دنبال کنید.

7.2.3.2 آماده سازی فیلتر شیشه ای تف جوش

پیش از هر آزمون، فیلتر شیشه ای تف جوش (7.2.2.1) را با خیساندن در مخلوط اسید کرومیک (7.2.1.3) تمیز کنید. فیلتر را روی بالن مکش (7.2.2.3) قرار داده، مکش را اعمال کنید و فیلتر را ابتدا با آب گرم و سپس با اتانول دنا توره شده (7.2.1.2) آبکشی کنید. فیلتر را در آون خشک کن (7.1.2.5) تا رسیدن به جرم ثابت خشک کنید. جرم را بر حسب گرم به صورت m4 ثبت کنید.

7.2.3.3 خاکستر کردن

روش ارائه شده در 7.1.3.2 را دنبال کنید.

7.2.3.4 جداسازی شیشه و پرکننده در صورتی که پرکننده به طور کامل در اسید هیدروکلریک حل شود
پرکننده را به صورت زیر از شیشه جدا کنید:

به ازای هر گرم باقی مانده ای که پس از خاکستر کردن در قایقک یا بوتله باقی مانده است، 5 ml اسید هیدروکلریک (7.2.1.1) در بشر (7.2.2.2) 250 ml بریزید.

با استفاده از میله شیشه ای، باقی مانده موجود در قایقک یا بوتله را به آرامی به اسید داخل بشر اضافه کنید. با دقت هم بزنید تا اطمینان حاصل شود که تمام باقی مانده با اسید واکنش داده است؛ توجه کنید که جوشش ناشی از واکنش اسید با پرکننده های کربناته باعث پاشش قطرات از بشر نشود.

پس از پایان جوشش، قایقک یا بوتله را تا سه چهارم حجم آن از آب پر کرده و تمام آب را داخل بشر 250 ml بریزید؛ در صورت نیاز این کار را تکرار کنید تا تمام باقی مانده به بشر منتقل شود.

50 ml آب اضافی به بشر اضافه کنید.

فیلتر را که مطابق شرح 7.2.3.2 خشک و وزن شده است، روی بالن مکش قرار داده و مکش را اعمال کنید.

اسید را به آرامی روی شیشه و سپس روی فیلتر بریزید.

شیشه موجود در بشر را با آب آبکشی کرده و آب را روی فیلتر بریزید؛ سپس با اتانول دناتوره شده آبکشی کنید، در حالی که با میله شیشه‌ای هم می‌زنید، و اتانول را روی فیلتر بریزید.

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

شیشه را با استفاده از میله شیشه‌ای و جریان اتانول دناتوره شده روی فیلتر منتقل کنید.

دو بار با اتانول دناتوره شده آبکشی کنید.

فیلتر را در آون خشک‌کن تا رسیدن به جرم ثابت خشک کنید.

اجازه دهید فیلتر در دسیکاتور تا دمای محیط سرد شود و سپس آن را وزن کنید. جرم را بر حسب گرم به صورت m5 ثبت کنید.

به عنوان روش جایگزین، اگر طول الیاف بیشتر از 12 mm باشد، می‌توان از روش شرح داده شده در پیوست اطلاع رسانی A استفاده کرد. با این حال، روش ارائه شده در 7.2.3.4 همواره باید به عنوان روش مرجع به کار رود.

7.2.3.5 جداسازی شیشه و پرکننده در صورتی که پرکننده به طور کامل در اسید هیدروکلریک حل نشود
اگر پرکننده نامحلول در اسید هیدروکلریک پس از فیلتراسیون روی فیلتر باقی بماند، جرم m5 را مطابق شرح 7.2.3.4 تعیین کرده و سپس به صورت زیر

ادامه دهید:

با استفاده از پنس (7.2.2.5)، تمام شیشه را از روی فیلتر جدا کنید. فیلتر را به همراه پرکننده نامحلول موجود روی آن دوباره وزن کنید. این جرم را بر حسب گرم به صورت m7 ثبت کنید.

یادداشت — اگر رشته‌های شیشه بسیار کوتاه باشند، ممکن است جداسازی دستی آن‌ها از پرکننده امکان‌پذیر نباشد. در این حالت، روش ارائه‌شده در این استاندارد بین‌المللی قادر به ارائه مقادیر دقیق جداگانه برای مقدار شیشه و پرکننده نیست؛ هرچند مقدار ترکیبی پرکننده و شیشه را می‌توان تعیین کرد.

7.2.4 بیان نتایج

برای هر نمونه آزمون، مقدار شیشه Mglass و مقدار پرکننده Mfiller را که به صورت درصدی از جرم اولیه بیان می‌شوند، با استفاده از معادلات 2 و 3، به ترتیب محاسبه کنید:

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

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

where

- m_1 is the initial mass, in grams, of the dry boat or crucible;
- m_2 is the initial mass, in grams, of the dry boat or crucible plus the dried specimen;
- m_3 is the final mass, in grams, of the boat or crucible plus residue after calcination;
- m_4 is the mass, in grams, of the dry filter;
- m_5 is the mass, in grams, of the filter plus contents after reacting the residue with acid.

در مورد ترکیبات قالب‌گیری حاوی مواد فرار، چنانچه مرحله خشک کردن حذف شده باشد، در معادله به جای m_2 از m_6 استفاده کنید؛ در اینجا m_6 جرم اولیه، بر حسب گرم، قایق یا بوته خشک به علاوه قطعه آزمون خشک نشده است.

اگر پرکننده نامحلول در اسید هیدروکلریک پس از فیلتراسیون روی فیلتر باقی بماند، در معادلات (2) و (3) به جای m_4 از m_7 استفاده کنید؛ در اینجا m_7 جرم، بر حسب گرم، فیلتر خشک به علاوه پرکننده معدنی حل نشده است.

اگر نتایج اندازه‌گیری‌های منفرد بیش از 5 % از نظر مقدار نسبی با یکدیگر اختلاف داشته باشند، یک تعیین اضافی روی نمونه آزمون سوم که از همان محل در واحد اولیه یا نمونه آزمایشگاهی برداشته شده است، انجام دهید. نتیجه آزمون را به صورت میانگین دو (یا سه) اندازه‌گیری منفرد بیان کنید.

<https://www.ahp-makina.com/shop/ash-content-tester-high--test-furnace-900c/>

آوا هونام پلیمر