

4 اصل

تعیین خاکستر یک ماده آلی با سه روش اصلی امکان پذیر است:

الف) خاکسترگیری مستقیم، یعنی سوزاندن ماده آلی و حرارت دادن باقیمانده در دمای بالا تا رسیدن به جرم ثابت (روش A).

ب) خاکسترگیری پس از سولفات کردن، که می تواند با دو روش متفاوت انجام شود:

□ با تیمار اسید سولفوریک پس از سوزاندن، یعنی سوزاندن ماده آلی، تبدیل باقیمانده غیرآلی به سولفات ها با استفاده از اسید سولفوریک غلیظ و حرارت دادن باقیمانده در دمای بالا تا رسیدن به جرم ثابت. این روش معمول برای به دست آوردن «خاکستر سولفات» است (روش B).

□ با تیمار اسید سولفوریک پیش از سوزاندن، یعنی حرارت دادن ماده آلی همراه با اسید سولفوریک غلیظ تا دماهایی که در آن ها بخاردهی و سپس سوزاندن ماده آلی رخ دهد و در نهایت حرارت دادن باقیمانده در دمای بالا تا رسیدن به جرم ثابت (روش C). این روش ممکن است در مواردی استفاده شود که هالیدهای فلزی فراز احتمالاً هنگام سوزاندن ماده آلی تبخیر شوند. این روش برای سیلیکون ها یا پلیمرهای حاوی فلوئور کاربرد ندارد.

در هر مورد، مرحله نهایی روش، خاکسترگیری در دمای 850 °C، 750 °C، 600 °C یا 950 °C تا رسیدن به جرم ثابت است (بخش 7.2 را ببینید).

یادداشت جرم خاکستر ممکن است با دمای احتراق تغییر کند. برای مثال، دماهای بالاتر مانند 850 °C کربنات کلسیم و سایر کربنات ها را به اکسیدهای آن ها تبدیل می کنند و در نتیجه مقادیر کمتری برای خاکستر به دست می آید.

5 مواد شیمیایی (فقط برای روش های B و C)

در طول آزمون، فقط از مواد شیمیایی با گرید تحلیلی و آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

5.1 کربنات آمونیوم، بدون آب.

5.2 نیتрат آمونیوم، محلول تقریباً 10 % (برحسب جرم).

5.3 اسید سولفوریک، $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$

هشدار — بسیار خورنده است. آن را با استفاده از حفاظت مناسب برای پوست و چشم و در هود شیمیایی جابه جا کنید. با آب واکنش گرمازا دارد.

5.4 اسید سولفوریک، محلول 50 % (برحسب حجم).

هشدار — با احتیاط کار کنید. محلول را با افزودن آهسته اسید غلیظ به آب تهیه کنید.

6 تجهیزات

6.1 بوته، ساخته شده از سیلیس، چینی یا پلاتین و بی اثر نسبت به ماده مورد آزمون. استفاده از درپوش بوته یا شیشه ساعت ممکن است برای نمونه هایی که خاکستر ریزدانه تولید می کنند مفید باشد.

6.2 مشعل گازی، یا هر منبع حرارتی مناسب دیگر.

6.3 کوره الکتریکی یا کوره مایکروویو، capable of being maintained at $600^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$, $750^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, $850^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ or $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, as appropriate.

6.4 ترازوی تحلیلی، با دقت 0,1 mg.

6.5 پیپت ها، با ظرفیت مناسب (فقط برای روش های B و C).

6.6 دسیکاتور، حاوی ماده خشک کننده مؤثری که با خاکستر واکنش ندهد.

یادداشت در برخی موارد، خاکستر ممکن است نسبت به آب، تمایل بیشتری از برخی موادی داشته باشد که معمولاً به عنوان خشک کننده استفاده می شوند.

6.7 بطری توزین.

6.8 هود شیمیایی.

7 روش اجرا

7.1 بخش آزمون

مقداری از نمونه آزمون بردارید که برای تولید 5 mg تا 500 mg خاکستر کافی باشد (جدول 1 را ببینید). در مورد مواد تقویت شده، یک بخش آزمون 2 g بردارید. اگر مقدار احتمالی خاکستر نامشخص است، یک تعیین مقدماتی خاکستر انجام دهید. با توجه به مقدار تقریبی خاکستر، اندازه بخش آزمون مورد استفاده را از جدول 1 انتخاب کنید.

Table 1 — Mass of test portion

Approximate ash %	Test portion g	Mass of ash obtained mg
$\leq 0,01$	≥ 200	approximately 5 to 10
$> 0,01$ to 0,05	100	10 to 50
$> 0,05$ to 0,1	50	25 to 50
$> 0,1$ to 0,2	25	25 to 50
$> 0,2$ to 1	10	20 to 100
> 1 to 10	5	50 to 500
> 10	2	200

برای پلاستیک‌هایی که خاکستر بسیار کمی تولید می‌کنند، استفاده از بخش‌های آزمون بزرگ‌تر ضروری است. هنگامی که سوزاندن کل بخش آزمون در یک مرحله ممکن نباشد، مقدار موردنیاز را در یک بطری توزین مناسب وزن کرده و آن را در مقادیر مناسب، طی چند مرحله سوزاندن، به بوته (6.1) منتقل کنید تا کل بخش آزمون سوزانده شود.

7.2 شرایط آزمون

خاکسترگیری باید تا رسیدن به جرم ثابت، مطابق تعریف ارائه‌شده در 7.3.6، ادامه یابد؛ اما مدت خاکسترگیری در کوره (6.3) در دمای مشخص‌شده نباید از 3 h بیشتر شود.

انتخاب دمای خاکسترگیری و استفاده از روش سولفاته‌کردن به ماهیت پلاستیک و هرگونه افزودنی موجود در آن بستگی دارد. اگر بین چند شرایط رضایت‌بخش حق انتخاب وجود داشته باشد، شرایطی را انتخاب کنید که امکان دستیابی به جرم ثابت را در کمتر از 3 h فراهم کند. دمای بالاتر یا استفاده از سولفاته‌کردن معمولاً مدت خاکسترگیری را کوتاه می‌کند.

صرف نظر از اینکه کدام روش — A، B یا C — استفاده می‌شود، برای مرحله نهایی (خاکستری) یکی از محدوده‌های دمایی زیر را انتخاب کنید، مگر اینکه به دلایل فنی یا تجاری خاص، دماهای دیگری درخواست شده باشد:

$600^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$, $750^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, $850^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$.

برای انجام فرایند خاکستری از هود شیمیایی استفاده کنید.

در روش A، اگر بتوان به‌طور قطعی نشان داد که برای نوع خاصی از نمونه، خاکستری مستقیم در کوره بدون پیش‌گرم کردن یا مشتعل کردن نمونه روی شعله بونزن یا وسیله معادل، همان نتیجه را به دست می‌دهد، این نسخه از روش (A خاکستری سریع) مجاز است. استفاده از این روش خاکستری سریع باید در گزارش آزمون درج شود.

7.3 روش A — خاکستری مستقیم

7.3.1 بوتله (6.1) را با حرارت دادن در کوره (6.3) در دمای آزمون آماده کنید تا به جرم ثابت برسد. آن را در دسیکاتور (6.6) به مدت 1 h یا تا رسیدن به دمای اتاق خنک کنید و با ترازوی تحلیلی (6.4) تا نزدیک‌ترین 0,1 mg وزن کنید.

7.3.2 یک بخش آزمون (که مطابق شرح ارائه شده در مشخصات ماده مربوطه از پیش خشک شده است) با جرمی مطابق جدول 1، در بطری توزین از پیش توزین شده (6.7) وارد کنید. دوباره آن را تا نزدیک‌ترین 0,1 mg یا 0,1 % جرم بخش آزمون وزن کنید. اگر بخش آزمون متناظر با مقدار خاکستر مشخص شده در جدول 1، بیش از نصف حجم بوتله را پر نکند، می‌توان این مقدار را مستقیماً در بوتله قرار داد و در همان جا وزن کرد. باین حال، روش شرح داده شده در ادامه بر این فرض استوار است که چنین حالتی رخ نمی‌دهد. مواد با چگالی بالک بالا را می‌توان به شکل قرص فشرده کرد و سپس قرص‌ها را به قطعاتی با اندازه مناسب خرد کرد.

7.3.3 به اندازه‌ای از بخش آزمون را وارد بوتله کنید که نیمی از حجم آن پر شود. بوتله را مستقیماً روی مشعل یا وسیله حرارتی مناسب دیگر (6.2) حرارت دهید تا به آرامی بسوزد و محصولات فرار خارج شوند. این عملیات را تکرار کنید تا کل بخش آزمون کاملاً زغال شود.

7.3.4 بوتله را در کوره‌ای که از پیش تا دمای تعیین شده گرم شده است قرار دهید و به مدت 30 min خاکستری کنید.

7.3.5 بوتله را در دسیکاتور قرار دهید، به مدت 1 h یا تا رسیدن به دمای اتاق خنک کنید و با ترازوی تحلیلی تا نزدیک‌ترین 0,1 mg وزن کنید.

7.3.6 خاکستری را دوباره در همان شرایط ادامه دهید تا جرم ثابت حاصل شود؛ یعنی نتایج دو توزین متوالی بیش از 0,5 mg با یکدیگر اختلاف نداشته باشند.

7.3.7 اگر یک آزمایشگاه بتواند مستند کند که روش آن برای زمان و دمای یک مرحله خاکستری منفرد روی ماده‌ای مشخص، به جرم ثابت منجر می‌شود، استفاده از این «روش سریع» مجاز است و در گزارش آزمون باید به انجام یک مرحله خاکستری اشاره شود. در صورت بروز اختلاف، روش مرجع، خاکستری تا رسیدن به جرم ثابت خواهد بود.

7.4 روش B – خاکستری پس از تیمار با اسید سولفوریک بعد از سوزاندن

7.4.1 مطابق 7.3.1، 7.3.2 و 7.3.3 عمل کنید.

7.4.2 پس از خنک شدن، محلول اسید سولفوریک (5.4) را با استفاده از پیپت مناسب (6.5)، قطره قطره اضافه کنید تا باقیمانده کاملاً مرطوب شود و سپس آن را حرارت دهید تا خروج بخارات متوقف شود؛ از جوشیدن شدید جلوگیری کنید.

7.4.3 اگر پس از خنک شدن، اثری از مواد کربنی باقی ماند، 1 تا 5 قطره محلول نیترات آمونیوم (5.2) اضافه کنید و حرارت دهید تا خروج بخارات سفید کاملاً متوقف شود.

7.4.4 برای تبدیل مجدد اکسیدهای فلزی تشکیل شده در مراحل پیشین به سولفات‌ها، پس از خنک شدن حدود 5 قطره اسید سولفوریک غلیظ (5.3) اضافه کنید و حرارت دهید تا دیگر بخارات سفید خارج نشود؛ از جوشیدن شدید یا از دست رفتن خاکستر در اثر بخاردهی بیش از حد جلوگیری کنید.

7.4.5 پس از خنک شدن، 1 g تا 2 g کربنات آمونیوم جامد (5.1) اضافه کنید و با جلوگیری از اتلاف خاکستر، حرارت دهید تا بخاردهی متوقف شود. سپس بوته را در کوره‌ای که از پیش تا دمای مشخص شده گرم شده است قرار دهید و مطابق 7.3.4، 7.3.5 و 7.3.6 عمل کنید.

7.5 روش C – خاکستری پس از تیمار با اسید سولفوریک پیش از سوزاندن

7.5.1 این روش هرگز نباید برای سیلیکون‌ها یا پلیمرهای حاوی فلئوئور استفاده شود.

7.5.2 مطابق 7.3.1 و 7.3.2 عمل کنید.

7.5.3 به اندازه‌ای از بخش آزمون را در بوته وارد کنید که نیمی از حجم آن پر شود. با استفاده از پیپت (6.5)، مقدار کافی اسید سولفوریک غلیظ (5.3) اضافه کنید تا ماده کاملاً مرطوب شود. بوته را با شیشه ساعت بپوشانید. بوته را مستقیماً روی مشعل و با شعله کم حرارت دهید تا تجزیه ماده آلی آغاز شود.

حرارت دادن را با دقت ادامه دهید و شیشه ساعت را طوری تنظیم کنید که اسید بتواند بخار شود و اطمینان حاصل کنید که هیچ ماده حاوی خاکستر از دست نرود. در مورد پلاستیک‌هایی که تمایل به از دست دادن ماده حاوی خاکستر دارند، توصیه می‌شود بوتۀ همراه با محتویات آن درون صفحه‌ای سوراخ‌دار از جنس ماده نسوز (برای مثال الیاف سرامیکی) قرار داده شود و فقط با شعله کم حرارت ببیند تا ماده آلی به جای سوختن، به آرامی دود کند. اگر مقدار اولیه داخل بوتۀ برای تولید جرم قابل قبول خاکستر کافی نبود، اجازه دهید بوتۀ خنک شود، مقدار بیشتری از بخش آزمون اضافه کنید و عملیات شرح داده شده در بالا را تکرار کنید تا کل بخش آزمون سوزانده شود. شیشه ساعت را بردارید و اطمینان حاصل کنید که هیچ ذره جامدی به آن نچسبیده باشد.

در مواردی که اسید سولفوریک تمایل دارد از لبۀ بوتۀ سرریز شود یا با وجود اقدامات احتیاطی، بخشی از آزمون در اثر واکنش شدید از دست برود (که در مورد PVC شایع است)، می‌توان اسید سولفوریک غلیظ را با مخلوطی از اسیدهای استیک و سولفوریک غلیظ جایگزین کرد. استفاده از این اسیدهای مخلوط باید بین طرف‌های ذی‌نفع مورد توافق قرار گیرد و در گزارش آزمون به آن اشاره شود.

7.5.4 مطابق 7.4.3، 7.4.4 و 7.4.5 عمل کنید.

9 بیان نتایج

خاکستر یا خاکستر سولفات، که به صورت درصد جرمی بیان می‌شود، از فرمول زیر به دست می‌آید:

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

where

m_0 is the mass, in grams, of the dried test portion;

m_1 is the mass, in grams, of the ash obtained.

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

آوا هونام پلیمر