



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران

۱۲۴۷۷

تجدید نظر اول

۱۴۰۲

INSO

12477

1st Revision

2024

Identical with
ASTM D 6556 :
2021

کربن بلک (دوده) - تعیین مساحت سطح
کل و سطح خارجی توسط جذب سطحی
نیترژن - روش آزمون

**Carbon Black – Determination of
total and external surface area by
nitrogen adsorption -
Test method**

ICS: 71.060.10

استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۷۷ (تجدیدنظر اول): سال ۱۴۰۲

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج- شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وب‌گاه: <http://www.inso.gov>

Iran National Standards Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: <http://www.inso.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به‌روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کربن بلک (دوده) – تعیین مساحت سطح کل و سطح خارجی توسط جذب سطحی نیتروژن – روش آزمون»

رئیس: سمت و/یا محل اشتغال:

عضو- دفتر مطالعاتی پژوهشگاه منطقه‌ای استاندارد قزوین
رضایی ملایری نژاد، سیامک
(کارشناسی شیمی کاربردی)

دبیر:

بهروزی، سحر
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)
کارشناس استاندارد- شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

افضلی، اویس
(دکتری سازه)
مدیر تحقیق و توسعه- شرکت رنگدانه سیرجان

امام جمعه‌زاده، سلمان
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)
مدیر تکنولوژی- مجتمع صنعتی ارتاویل تایر

بیگدلی‌فر، ام البنین
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)
کارشناس آزمایشگاه- شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

برهانی، غلامحسین
(دکتری متالورژی پودر و مواد مرکب)
رئیس کمیته فنی متالورژی پودر (ساختار متناظر TC 119 در ایران)- دانشگاه صنعتی مالک اشتر شاهین شهر اصفهان

فهیمه، پورشهسواری
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
مدیر کیفی - شرکت کیمیا سنجش خلیج فارس

جهان فروغ نادر، میلاد
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
مدیر فنی - آزمایشگاه آریانام

حسینی مهر، سید علی
(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع لاستیک)
مدیر واحد کامپاندینگ - شرکت تولیدی لاستیک دنا

دبیر شاه اویسی، فرانک
(کارشناسی شیمی محض)
دبیر کمیته فنی مواد ترموپلاستیک (ساختار متناظر TC 61 در ایران)- شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم

سمت و/یا محل اشتغال:

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سرپرست مهندسی - لاستیک ایران تایر	رحمانی، آرش (کارشناسی پلیمر)
کارشناس - شرکت نوین اندیشان پارس جنوب خرمشهر	روحیان، سحر (کارشناسی ارشد مهندسی کشاورزی)
سرپرست آزمایشگاه - لاستیک ایران تایر	سیاهپوش، پریا (کارشناسی مهندسی شیمی)
مدیر کنترل کیفیت - شرکت ویژگان بسپار شرق	شفیعی، شبنم (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
کارشناس هماهنگی امور تدوین استاندارد - اداره کل استاندارد استان خوزستان	شیرالی، لیلا (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)
رئیس کنترل کیفیت - شرکت رنگدانه سیمرغ محلات	صمدزاده مهابادی، حسن (کارشناسی شیمی محض)
مدیر فنی آزمایشگاه - شرکت آبراهه گستر نیشابور	ضابطی، مهسا (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
مدیر کنترل کیفیت - شرکت ماهران ساحل جنوب	طهماسبی هزاروند، سامان (کارشناسی مهندسی شیمی)
مدیر کنترل کیفیت - شرکت پویا شیمی	عالی‌زاده، رقیه (کارشناسی ارشد شیمی آلی)
کارشناس استاندارد - اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی	قدیمی، فریده (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
مسئول پژوهش و فناوری - مرکز تحقیقات صنایع لاستیک	طاهره، کرامتی (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
مدیر فنی آزمایشگاه - شرکت ماهران ساحل جنوب	کمایی، مجتبی (کارشناسی مهندسی پلیمر)
مدیر کنترل کیفیت - شرکت دوده پارس	کیانی راد، داود (کارشناسی مهندسی شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

سرپرست بازرسی فنی - شرکت کرین ایران	اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا) کیائی فر، ناصر (کارشناسی ارشد مهندسی متالورژی)
مدیر کنترل کیفیت - شرکت آبان بسیار توسعه	گودرزی، هادی (کارشناسی مهندسی مکانیک)
رئیس توسعه مواد و فرایند - شرکت کویر تایر	مقبولی، یاسر (دکتری شیمی آلی)
دبیر کمیته فنی مواد اولیه (از جمله لاتکس) برای استفاده در صنعت لاستیک (کمیته فنی متناظر TC45/SC3 در ایران) - اداره کل استاندارد استان ایلام	محمدی، مریم (کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)
مدیر فنی آزمایشگاه - شرکت صنایع پلاستیک جهاد زمزم - کارخانه مشهد	ملائکه، پدرام (کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)
مدیر کنترل کیفیت - شرکت جهد لوله خراسان	مشرقی، هانیه (کارشناسی ارشد مدیریت اجرایی)
مدیر اداره کنترل کیفیت مواد اولیه و آمیزه - شرکت لاستیک بارز	موسی زاده، آرش (کارشناسی شیمی کاربردی)
مدیر پروژه های نفت، گاز، پتروشیمی - شرکت رنگدانه سیرجان	منصوری، عبدالامیر (دکتری اقتصاد نفت، گاز، پتروشیمی)
مدیر فنی - شرکت بازرسی کاوشیار پژوهان	میرزائیان، نوراله (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
مدیر کنترل و تضمین کیفیت - شرکت صنعتی دوده فام	هاتف نیا، علی (کارشناسی مهندسی شیمی)
سرپرست آزمایشگاه - شرکت تولیدی سیم و کابل تبریز	هادی، علی (کارشناسی ارشد مکانیک)

ویراستار:

کارشناس استاندارد - اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی	قدیمی، فریده (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
---	--

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ اهمیت و کاربرد
۲	۵ دستگاه
۳	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۷ نمونه‌برداری
۳	۸ روش اجرایی آماده‌سازی نمونه
۵	۹ روش اجرایی اندازه‌گیری
۷	۱۰ محاسبات
۱۱	۱۱ گزارش آزمون
۱۲	۱۲ دقت و اریبی

پیش‌گفتار

استاندارد «کربن بلک (دوده) – تعیین مساحت سطح کل و سطح خارجی توسط جذب سطحی نیتروژن – روش آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۸۸ تدوین و منتشر شد، براساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یکصد و چهار و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ ۱۴۰۲/۱۱/۱۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران – ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۴۷۷: سال ۱۳۸۸ می‌شود.

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

ASTM D 6556: 2021, Standard test methods for carbon black – Total and external surface area by nitrogen adsorption

کربن بلک (دوده) – تعیین مساحت سطح کل و سطح خارجی توسط جذب سطحی نیتروژن – روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد^۱

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری برای مساحت سطح کل دوده توسط تئوری (B.E.T.NSA)^۲ بر اساس جذب چند نقطه‌ای نیتروژن و اندازه‌گیری مساحت سطح خارجی دوده براساس روش مساحت سطح ضخامت آماری است.

۲-۱ مقادیر بیان شده برحسب واحدهای SI به‌عنوان استاندارد در نظر گرفته می‌شود. سایر واحدهای اندازه‌گیری مشمول این استاندارد نمی‌شود.

۳-۱ حداقل تجهیزات ایمنی باید شامل دست‌کش‌های محافظتی، چشم‌بند محکم و محافظ صورت باشد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D 1799, Practice for carbon black – Sampling packaged shipment

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۷: سال ۱۳۹۳، کربن بلک (دوده)- نمونه‌برداری از محموله‌های بسته‌بندی شده، با استفاده از استاندارد ASTM D 1799: 2008 تدوین شده است.

2-2 ASTM D 1900, Practice for carbon black — Sampling bulk shipment

۱ - توضیحات تکمیلی در خصوص دامنه کاربرد این استاندارد، در بند اهمیت و کاربرد (به بند ۴ مراجعه شود) ارائه شده است.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۷۲۴: سال ۱۳۹۳، کربن بلک (دوده) - نمونه برداری از محموله های فله، با استفاده از استاندارد ASTM D 1900: 2011 تدوین شده است.

2-3 ASTM D 3765, Test method for carbon black — CTAB (Cetyltrim ethylammonium Bromide) Surface Area (Withdrawn 2007)

2-4 ASTM D 4483, Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries

۳ اصول آزمون

مساحت سطح کل و سطح خارجی با سنجش مقدار نیتروژن جذب سطحی شده توسط دوده، در چند فشار نسبی، در دمای نیتروژن مایع، تعیین می شود. داده های مربوط به جذب، برای محاسبه مقادیر NSA و STSA استفاده می شود.

۴ اهمیت و کاربرد

۱-۴ تعیین مساحت سطح کل توسط تئوری رفتار جذب گاز چند لایه ای با استفاده از اندازه گیری های چند نقطه ای (B.E.T NSA) انجام می شود و منافذ بسیار ریز، منافذ با قطرهای کمتر از (۲۰ Å) ۲ nm را شامل می شود. مساحت سطح خارجی بر اساس روش مساحت سطح ضخامت آماری (STSA)^۱ انجام می شود و به عنوان مساحت سطح ویژه قابل دسترس لاستیک تعریف می شود.

۲-۴ مساحت سطح^۲ CTAB (روش آزمون ASTM D 3765 قبلی) باطل شده است. مقدار CTAB را از مقدار STSA با استفاده از فرمول ۱ می توان تخمین زد. این فرمول بر اساس رگرسیون خطی مقادیر اندازه گیری شده CTAB و STSA از پنج ماده مرجع^۳ SRB است.

$$CTAB = STSA * ۱,۰۱۷۰ + ۲,۶۴۳۴ \quad (۱)$$

۵ دستگاه

۱-۵ دستگاه جذب گاز استاتیک - حجمی چند نقطه ای، همراه فلاسک های دوار^۴ و سایر ملحقات مورد نیاز برای عملیات

1- Statistical Thickness Surface Area
2- Cetyltrimethylammonium bromide
3- Standard Reference Black
4- Dewar flasks

۲-۵ سل‌های نمونه، که با اتصال به دستگاه جذب سطحی، نمونه را از محیط جدا نگه‌دارد به طوری که حداکثر نرخ نشت هلیوم کمتر از $10^{-5} \text{ cm}^3 / \text{min}$ ، به ازای هر اتمسفر اختلاف فشار باشد.

۳-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت 0.1 mg ±.

۴-۵ منتل حرارتی^۱ یا معادل آن، با قابلیت نگهداری دما در $(300 \pm 10)^\circ\text{C}$.

۵-۵ آون از نوع همرفت گرانشی، با قابلیت نگهداری دما در $(125 \pm 10)^\circ\text{C}$.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۶ نیتروژن مایع، با خلوص ۹۸٪ یا بیشتر.

۲-۶ گاز نیتروژن، با خلوص بسیار زیاد، درون کپسول یا از منبع دیگر گاز نیتروژن خالص شده.

۳-۶ گاز هلیوم، با خلوص بسیار زیاد، درون کپسول یا از منبع دیگر گاز هلیوم خالص شده.

۷ نمونه برداری

نمونه برداری از دوده می‌تواند مطابق با استانداردهای ASTM D1799 و ASTM D 1900 انجام شود.

۸ روش اجرای آماده‌سازی نمونه

۱-۸ بخشی از نمونه را به مدت ۱ h در آون در دمای 125°C خشک کنید. اگر مشخص شود دوده فاقد رطوبت است، یا مراحل بعدی آماده‌سازی برای رطوبت‌زدایی کافی است، این مرحله می‌تواند حذف شود.

۲-۸ یک سل نمونه خالی را حداقل به مدت ۱۰ min در همان شرایطی که برای گاززدایی نمونه موردنظر است، قرار داده، با تقریب 0.1 mg وزن شده و جرم آن ثبت شود.

۳-۸ حدود 0.4 g از دوده درون سل نمونه وزن شود.

یادآوری- برای نمونه‌های پودری دوده، در لوله‌های استوانه‌ای، کربن‌بلک را تا عمق حدود ۵ cm ریخته یا در صورت استفاده از سل‌های نمونه حبایی، حدود 0.4 g وزن شود.

۴-۸ جریان گاززدایی

۸-۴-۱ شیر کنترل گاز باز شده و لوله انتقال گاز در حین استراحت نمونه وارد لوله نمونه شود، به مدت حداقل ۱ min پاکسازی با نیتروژن انجام شود.

۸-۴-۲ یک منتل حرارتی یا منبع دیگر اطراف سل نمونه قرار داده شده و به مدت ۳۰ min یا بیشتر در دمای $^{\circ}\text{C}$ (300 ± 10) گاززدایی شود، تا جایی که اطمینان حاصل شود حتی مقادیر جزئی رطوبت متراکم شده در قسمت بالای لوله حذف شده است. گاززدایی باید در حداقل زمانی که مساحت سطح ثابتی ایجاد شود (مساحت سطحی که با گاززدایی بیشتر، افزایش نمی‌یابد) انجام شود. عدم انجام این کار منجر به گزارش کم مقادیر NSA و STSA برای نمونه تحت آزمون می‌شود.

یادآوری- دوده‌های حامل رطوبت تعادلی، مانند مواد مرجع دوده که در معرض شرایط اتمسفری قرار داده شده‌اند، احتمالاً نیاز به زمان گاززدایی بیشتری برای دستیابی به نتایج پایدار خواهند داشت. مشخص شده که برای مواد مرجع SRB-8B و SRB-8C و SRB-9C به‌منظور دستیابی قابل اطمینان به مقادیر هدف NSA و STSA لازم است زمان گاززدایی تا حداقل ۶۰ min افزایش یابد. این مورد ممکن است برای دوده‌های با ساختار و تخلخل بالا درست باشد. مجدداً عدم خروج کامل گاز دوده به گزارش کم مقادیر NSA و STSA منتج خواهد شد.

۸-۴-۳ یک‌بار که زمان گاززدایی معمولی تعیین شد، در صورت تمایل نمونه‌های بعدی می‌تواند بر اساس زمان به‌تنهایی یا اجازه دادن زمان اضافی منطقی گاززدایی شود. بعضی از نمونه‌ها ممکن است به زمان کمتر از ۳۰ min برای گاززدایی نیاز داشته باشند، به‌ویژه هنگامی که زمان قرارگیری در معرض رطوبت حداقل باشد. در این موارد، گاززدایی باید در حداقل زمانی که مساحت سطح ثابتی ایجاد شود انجام شود. تعیین حداقل زمان لازم برای هر یک از گریدهای دوده الزامی است.

۸-۴-۴ پس از گاززدایی، لوله نمونه می‌تواند مستقیماً به آنالیزور منتقل شود. در غیر این‌صورت، لوله نمونه از منبع حرارت جدا شده و جریان گاز پاک‌کننده آنالیزور ادامه داده شود تا برای آنالیز آماده گردد.

۸-۴-۵ مستقیماً به بند ۹ رفته و مراحل باقی‌مانده روش اجرایی ادامه داده شود.

۸-۵ گاززدایی در خلاء

۸-۵-۱ درحالی‌که فشار داخل دستگاه با فشار محیط برابر است، سل نمونه حاوی دوده در دستگاه گاززدا قرار داده شود.

۸-۵-۲ روش اجرایی گاززدایی به صورتی که برای دستگاه مناسب باشد، انجام شود.

۸-۵-۳ یک منتل حرارتی یا منبع دیگر اطراف سل نمونه قرار داده و به مدت حداقل ۳۰ min یا بیشتر در دمای $^{\circ}\text{C}$ (300 ± 10) گاززدایی شود تا فشار به کمتر از 1.4 Pa (0.105 mm Hg) برسد. در این فشار نگاه‌داشته شود.

یادآوری- توجه! ممکن است ۳۰ min گاززدایی در خلاء برای بعضی از گریدها کافی نباشد و ممکن است به نتایج آماری متفاوتی

در جریان گاززدایی منتج شود.

۸-۵-۴ یکبار که زمان گاززدایی معمولی تعیین شد، در صورت تمایل نمونه‌های بعدی می‌تواند بر اساس زمان به‌تنهایی یا اجازه دادن زمان اضافی منطقی گاززدایی شود. بعضی از نمونه‌ها ممکن است به زمان کمتر از ۳۰ min برای گاززدایی نیاز داشته باشند، به‌ویژه هنگامی که زمان قرارگیری در معرض رطوبت حداقل باشد. در این موارد، گاززدایی باید در حداقل زمانی که مساحت سطح ثابتی ایجاد شود انجام شود (به یادآوری زیربند ۸-۴-۲ مراجعه شود). تعیین حداقل زمان لازم برای هریک از گریدهای دوده الزامی است.

۸-۵-۵ مستقیماً به بند ۹ رفته و مراحل باقیمانده روش اجرایی ادامه داده شود.

۹ روش اجرایی اندازه‌گیری

۹-۱ برای کار با دستگاه آنالیزور جذب گاز چندنقطه‌ای، به کتابچه کار با دستگاه یا دستورالعمل‌های ویژه دستگاه مورد استفاده، مراجعه شود و کاملاً با روش اجرای آزمون آشنایی حاصل شود. ابزارهای در دسترس زیادی وجود دارند که تنوعی از اندازه‌گیری فشار بخار اشباع (P_0) و اندازه‌های فلاسک دوار را ارائه می‌دهند. برای دستیابی به مقادیر STSA و NSA قابل اطمینان به توصیه‌های ویژه سازنده برای فضای خالی و گزینه‌های اندازه‌گیری P_0 مراجعه شود.

۹-۲ فلاسک دوار با نیتروژن مایع (LN_2) پر شده و اجازه داده شود تا به تعادل دمایی برسد. فلاسک دوار باید هر ساعت یکبار یا بین هر آنالیز پر شود. دمای مورد نیاز برای رسیدن به تعادل دمایی وابسته به اندازه و کیفیت فلاسک دوار است. از توصیه‌های سازنده برای زمان‌های تعادل و آماده‌سازی فلاسک دوار کمک گرفته شود.

۹-۲-۱ دوار کوچک (کوچک‌تر از ۱ l)، دوار پر شده و به مدت حداقل ۲ h قبل از استفاده پوشانیده شود. دوار بهتر است در پایان هر روز تمیز و خشک شود.

۹-۲-۲ دوار بزرگ (بزرگ‌تر از ۱ l)، دوار پر شده و به مدت حداقل ۲ h قبل از استفاده پوشانیده شود، مگر این‌که اندازه‌گیری مستمر P_0 انجام شود. برای اندازه‌گیری مستمر P_0 یک دوار که مدت ۲ h به تعادل دمایی رسیده به کار برده می‌شود. یکبار که تعادل دمایی دوار بزرگ به دست آید، اگر پر و پوشیده نگه‌داشته شود، تعادل می‌تواند چندین روز حفظ شود. تناوب تمیزکاری به صلاح‌دید کاربر می‌باشد، اما بیشتر از یکبار در هفته نیست. از توصیه‌های سازنده برای تمیزکاری دوار کمک گرفته شود.

۹-۳ گزینه‌های اندازه‌گیری P_0 ، به ترتیب نزولی مقادیر قابل اطمینان P_0 به شرح زیر فهرست شده است. برای تعیین مقادیر P_0 که برای محاسبات STSA و NSA به کار برده می‌شوند، به توصیه‌های سازنده مراجعه شود.

۹-۳-۱ P_0 پیوسته (اندازه‌گیری در هر نقطه فشار نسبی) - به نظر می‌رسد این روش، بهترین روش باشد.

هنگامی که یک مجموعه نرم افزار و ابزار در دسترس است، استفاده از این گزینه توصیه می شود.

۹-۳-۲ P_0 تکی برای هر آنالیز، با وجود این که این مقدار می تواند قبل، در حین یا بعد از آنالیز اندازه گیری شود، از آنجا که STSA از آخرین نقاط، به دست آمده و به طور قابل توجهی تحت تاثیر مقادیر P_0 محاسبه می شود، مقدار P_0 اندازه گیری شده در پایان آنالیز، ترجیح داده می شود. برای اطمینان از به تعادل رسیدن دوار مطابق با زیربند ۹-۴، لازم است که در این روش یک مقدار P_0 قبل از شروع هر اندازه گیری تعیین شود، سپس یک مقدار P_0 جدید برای هر آنالیز، اندازه گیری شود که برای محاسبه مقادیر NSA/STSA به کار برده می شود.

۹-۳-۳ P_0 روزانه، این روش هنگامی به کار برده می شود که شاهدهی بر پایداری دوار وجود داشته باشد و هیچ تغییر فشار اتمسفری بیشتر (۱ mm Hg) 0.13 kPa اتفاق نیفتد.

۹-۳-۴ P_0 محاسبه شده، این روش یک مقدار P_0 را توسط اندازه گیری فشار اتمسفری و اختصاص یک مقدار، بین 1.3 kPa تا 2.6 kPa (۱۰ mm Hg تا ۲۰ mm Hg) به آن محاسبه می کند. کاربر، مسئول تعیین ثابت کاربردی در آزمایشگاه خود می باشد؛ با وجود این 2.0 kPa (۱۵ mm Hg) بیشتر به کار برده می شود.

۹-۴ به استثنای اندازه گیری های پیوسته P_0 ، توصیه می شود که مقدار P_0 قبل از شروع آنالیزهای NSA/STSA تعیین شود. یک مقدار P_0 از 1.3 kPa تا 2.6 kPa (۱۰ mm Hg تا ۲۰ mm Hg) بالای فشار اتمسفر و دو مقدار P_0 متوالی که در یک دوره زمانی بیشتر از ۱۰ min تفاوت بیشتر از 0.13 kPa ندارد، نشان دهنده دوار پایدار هستند. تجربه تفاوت های قابل انتظار در P_0 و فشار اتمسفری آزمایشگاه را به کاربر یاد خواهد داد.

یادآوری- حداقل زمان انتظار ۱۰ min بین اندازه گیری های P_0 توصیه می شود، به طوری که غوطه وری سل P_0 درون نیتروژن مایع (LN2) تعادل دمایی را به هم بزند. اندازه گیری های P_0 انجام شده در فواصل زمانی کم منجر به مقادیر ناپایدار و اشتباه زیاد می شود.

۹-۵ فضای آزاد سل نمونه توسط اندازه گیری با هلیوم یا توسط محاسبه با استفاده از دوده با چگالی فرضی 1.9 g/cm³ تعیین شود. برای فضای آزاد محاسبه شده نمونه، باید به طور کلی فضای آزاد سل های نمونه خالی از یک آنالیز با سلول های نمونه خالی شناخته شوند. فضای آزاد برای هر سل باید برای بعضی از طرح های سل تعیین شود. برای دستیابی به مقادیر مناسب فضای آزاد، مستقیماً با نمونه بیشتر اندازه گیری شده، یا محاسبه از طریق به کار بردن حجم فضای آزاد سل های نمونه، جرم نمونه و چگالی، به توصیه های سازنده مراجعه شود. برای ایجاد مقدار فضای آزاد پایدار و شاید در حداقل اندازه، به عنوان مثال با استفاده از میله های متراکم کننده، به توصیه های سازنده مراجعه شود.

۹-۶ حداقل پنج نقطه داده با فاصله مساوی در گستره فشار نسبی ($\frac{P}{P_0}$) 0.1 تا 0.5 ، به دست آورده شود. برای بعضی دوده های ترد^۱، به ویژه سری های N100 و N200، به منظور افزایش درستی اندازه گیری NSA، لازم است دو

نقطه داده اضافی (۰٫۰۷۵ و ۰٫۰۵) اندازه‌گیری شود. هر نقطه داده شامل فشار نسبی در نقطه تعادل و مقدار کل گاز نیتروژن جذب شده توسط نمونه در آن فشار نسبی است.

۷-۹ برای تعیین جرم دوده، جرم سل حاوی نمونه خشک، با تقریب ۰٫۱ mg تعیین شود. این کار می‌تواند قبل یا بعد از اندازه‌گیری جذب نیتروژن انجام شود. برای این کار، به‌ویژه هنگام پایان گاززدایی یا آنالیز، از هلیوم استفاده نشود، زیرا یک خطای متغیر معادل 0.001 g/cm^3 مربوط به حجم سل ممکن است بروز کند. به‌عنوان یک روش جایگزین، جرم دوده می‌تواند به‌طور مستقیم با ریختن کامل آن از سل نمونه درون یک ظرف توزین وزن‌شده، تعیین شود.

۱۰ محاسبات

۱-۱۰ در بیشتر ابزارهای خودکار، محاسبات در تکمیل آنالیز به شرح زیر انجام می‌شود. کاربر باید تصدیق کند که محاسبات داخلی، روش زیر را تایید می‌کند.

۲-۱۰ جرم نمونه با استفاده از معادله (۲) محاسبه می‌شود:

$$m = A_2 - A_1 \quad (2) \quad (\text{خشک شده})$$

که در آن:

m جرم نمونه، بر حسب g؛

A_1 جرم سل، بر حسب g؛

A_2 جرم سل و نمونه، بر حسب g است.

جرم‌ها با تقریب ۰٫۱ mg ثبت شود.

۳-۱۰ حجم نیتروژن جذب‌شده

حجم کل گاز نیتروژن جذب‌شده، به ازای یک گرم نمونه، با تقریب $0.0001 \text{ cm}^3/\text{g}$ با استفاده از معادله (۳) محاسبه شود.

$$V_a = \frac{V}{m} \quad (3)$$

که در آن:

V_a حجم نیتروژن به ازای یک گرم، بر حسب cm^3/g ؛

V حجم نیتروژن کل، بر حسب cm^3 ؛

m جرم نمونه، بر حسب g است.

۴-۱۰ مساحت سطح نیتروژن

۴-۱۰-۱ مساحت سطح نیتروژن (NSA) با رسم منحنی به دست آمده از معادله B.E.T، با استفاده از معادله (۴) به دست خواهد آمد.

$$\frac{P}{V_a(P_0-P)} = \frac{1}{VmC} + \frac{C-1}{VmC} \times \frac{P}{P_0} \quad (۴)$$

که در آن :

P فشار مانومتر، برحسب kPa؛

P_0 فشار بخار اشباع نیتروژن، برحسب kPa؛

V_m حجم کل نیتروژن جذب شده به ازای یک گرم نمونه که یک لایه تک مولکولی را پوشش می‌دهد، برحسب cm^3/g

C ثابت B.E.T که مقدار عددی آن وابسته به حرارت جذب لایه تک مولکولی است.

۴-۱۰-۲ برای مجموعه داده‌هایی که $\left(\frac{P}{P_0}\right)$ آن‌ها در گستره ۰/۰۵ تا ۰/۳۰ (ناحیه خطی در معادله B.E.T) قرار دارد، با قرار دادن مقادیر $\left(\frac{P}{P_0}\right)$ روی محور افقی و مقادیر $\frac{P}{V_a(P_0-P)}$ روی محور عمودی، یک منحنی رسم شود.

۴-۱۰-۳ نقاط داده‌ای (۳ داده یا بیشتر) که بهترین خط راست را همراه با عرض از مبدا مثبت ایجاد کند، برای محاسبه شیب و عرض از مبدا استفاده می‌شود. شیب و عرض از مبدا برای محاسبه مساحت سطح استفاده می‌شوند. برای انتخاب گستره فشار نسبی مناسب به جدول ۱ مراجعه شود.

جدول ۱- مثالی از داده‌های آنالیز NSA

A N۱۲۱				
محاسبات			داده‌های خام	
NSA m ² /g	ضریب همبستگی	گستره فشار نسبی	حجم گاز جذب شده cm ³ /g	P/P ₀
.....	۲۶,۷۱۶	۰,۱۵۰۰
.....	۲۹,۷۵۳	۰,۱۰۰۰
۱۲۳,۹	۰,۹۹۹۹۸۱	۰,۱۰۵ - ۰,۱۵	۳۲,۳۱۳	۰,۱۵۰۰
۱۲۴,۰	۰,۹۹۹۹۹۲	۰,۱۰۵ - ۰,۲	۳۴,۶۹۲	۰,۲۰۰۰
۱۲۳,۶	۰,۹۹۹۹۹۰	۰,۱۰۵ - ۰,۲۵	۳۷,۱۱۰	۰,۲۵۰۰
۱۲۲,۸	۰,۹۹۹۹۳۵	۰,۱۰۵ - ۰,۳۰	۳۹,۶۴۱	۰,۳۰۰۰
B N۳۲۶				
محاسبات			داده‌های خام	
NSA m ² /g	ضریب همبستگی	گستره فشار نسبی	حجم گاز جذب شده cm ³ /g	P/P ₀
.....	۱۶,۶۷۵	۰,۱۵۰۰
.....	۱۸,۳۱۸	۰,۱۰۰۰
۷۵,۶	۰,۹۹۹۹۶۰	۰,۱۰۵ - ۰,۱۵	۱۹,۸۵۹	۰,۱۵۰۰
۷۶,۳	۰,۹۹۹۹۴۸	۰,۱۰۵ - ۰,۲	۲۱,۴۲۶	۰,۲۰۰۰
۷۶,۶	۰,۹۹۹۹۶۴	۰,۱۰۵ - ۰,۲۵	۲۳,۰۳۵	۰,۲۵۰۰
۷۶,۶	۰,۹۹۹۹۷۹	۰,۱۰۵ - ۰,۳۰	۲۴,۷۵۱	۰,۳۰۰۰
B N۶۸۳				
محاسبات			داده‌های خام	
NSA m ² /g	ضریب همبستگی	گستره فشار نسبی	حجم گاز جذب شده cm ³ /g	P/P ₀
.....	۸,۱۹۴	۰,۱۵۰۰
.....	۹,۱۱۳	۰,۱۰۰۰
۳۸,۲	۰,۹۹۹۹۳۹	۰,۱۰۵ - ۰,۱۵	۹,۹۴۵	۰,۱۵۰۰
۳۸,۵	۰,۹۹۹۹۵۰	۰,۱۰۵ - ۰,۲	۱۰,۷۳۹	۰,۲۰۰۰
۳۸,۶	۰,۹۹۹۹۷۲	۰,۱۰۵ - ۰,۲۵	۱۱,۵۴۳	۰,۲۵۰۰
۳۸,۴	۰,۹۹۹۹۷۳	۰,۱۰۵ - ۰,۳۰	۱۲,۳۶۴	۰,۳۰۰۰
<p>^A درست‌ترین مقدار NSA اندازه‌گیری شده در فشار نسبی ۰,۱۰۵ تا ۰,۲۰ است.</p> <p>^B درست‌ترین مقدار NSA اندازه‌گیری شده در فشار نسبی ۰,۱۰۵ تا ۰,۳۰ است.</p>				

۱۰-۴-۴ یک روش جایگزین برای تفسیر فشار نسبی مناسب برای محاسبات NSA، با استفاده از گستره‌های فشار، برای انواع مختلف دوده طبق جدول ۲ می‌باشد.

جدول ۲- گستره B.E.T برای انواع دوده

انواع دوده	گستره B.E.T
سری N۳۰۰ و انواع کارکاس	۰٫۱ - ۰٫۳
سری N۱۰۰ و سری N۲۰۰	۰٫۱۰۵ - ۰٫۲
دوده با مساحت سطح بزرگتر از ۱۳۰ m ² /g	۰٫۱۰۵ - ۰٫۱

مسئولیت اطمینان از مناسب بودن گستره‌های انتخاب شده برای نمونه‌های مورد آزمون، به‌عهده کاربر است.

۱۰-۴-۵ منفی بودن عرض از مبداء منحنی B.E.T می‌تواند نشان‌دهنده وجود منافذ بسیار ریز^۱ (با قطر کمتر از ۲ nm) باشد، اما عوامل دیگر نیز ممکن است باعث منفی شدن عرض از مبداء شود. مساحت سطح از ۳ نقطه (یا بیشتر) در گستره فشارهایی محاسبه می‌شود که به بیشترین ضریب همبستگی و عرض از مبداء مثبت منجر شوند.

۱۰-۴-۶ مساحت سطح نیتروژن با تقریب ۰٫۱ m²/g از معادله ۵ محاسبه شود.

$$SA = V_m \times ۴٫۳۵ \quad (۵)$$

که در آن :

SA مساحت سطح برحسب m²/g؛

$$\frac{1}{B+M} V_m$$

B عرض از مبداء؛

M شیب خط راست؛

$$\frac{(6.02 \times 10^{23})(16.2 \times 10^{-20})}{22400} = \text{مساحت سطح اشغال شده توسط } ۱ \text{ cm}^3 \text{ گاز نیتروژن}$$

۱۰^{۲۳} × ۶٫۰۲ عدد آووگادرو؛

۱۰^{-۲۰} × ۱۶٫۲ مساحت مولکول نیتروژن برحسب m²؛

۲۲۴۰۰ حجم اشغال شده توسط یک مول گاز در دما و فشار استاندارد (STP) برحسب cm³ است.

۱۰-۵ مساحت سطح ضخامت آماری

۱۰-۵-۱ STSA دوده با رسم منحنی حجم گاز نیتروژن جذب شده، برای هر گرم نمونه در دما و فشار استاندارد (V_a) نسبت به ضخامت لایه آماری (t) تعیین شود.

۱۰-۵-۲ منحنی V_a-t برای مجموعه داده‌هایی با حداقل چهار نقطه جمع‌آوری شده در مقادیر $\frac{P}{P_0}$ که به‌طور یکنواخت در گستره ۰٫۲ تا ۰٫۵ پراکنده شده، با رسم منحنی t(nm) در محور افقی و مقادیر V_a(dm³/kg) در

دمای استاندارد در محور عمودی، تهیه شود. گستره نقاط استفاده شده برای محاسبه مقادیر STSA تغییر داده نشود. مقدار t از معادله ۶ محاسبه شود.

$$t = 0,088 \left(\frac{P}{P_0}\right)^2 + 0,645 \left(\frac{P}{P_0}\right) + 0,298 \quad (6)$$

که در آن :

t ضخامت لایه آماری دوده بر حسب nm است.

بادآوری - مدل ضخامت دوده با استفاده از یک دوده سری NY۶۲ در گستره $\frac{P}{P_0}$ ۰,۲ تا ۰,۵ توسعه یافته است. مقادیر T محاسبه شده خارج از این گستره اشتباه هستند و نتیجه، مقادیر نادرست STSA خواهد بود.

۱۰-۵-۳ شیب منحنی V_a-t با استفاده از رگرسیون خطی استاندارد، تعیین شود.

۱۰-۵-۴ مساحت سطح ضخامت آماری (STSA) با تقریب $0,1 \text{ m}^2/\text{g}$ از معادله ۷ محاسبه شود.

$$STSA = M \times 15,47 \quad (7)$$

M شیب منحنی V_a-t ، و

۱۵,۴۷ ثابت تبدیل حجم گاز نیتروژن به حجم نیتروژن مایع و تبدیل یکاها به m^2/g است.

۱۰-۵-۵ STSA بر اساس یک مدل ضخامت توسعه یافته با استفاده از یک دوده سری NY۶۲ است. این دوده به دلیل مساحت سطح و سطح ساختاری کم انتخاب شده است. این مدل جهانی به طور کامل برای همه دوده‌ها به کار نمی‌رود؛ بنابراین، در حالی که از نظر تئوری غیرممکن است که سطح خارجی بیشتر از سطح کل باشد، در عمل مواردی وجود دارد که STSA بیشتر از NSA است. توصیه می‌شود برای آنالیزهایی که به مقادیر STSA بیشتر از NSA منجر شود، مقدار STSA اندازه‌گیری شده گزارش شود.

۱۱ گزارش آزمون

۱-۱۱ گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱-۱۱ مشخصات کامل نمونه

۱۱-۲ ارجاع به شماره این استاندارد ملی

۱۱-۳-۱ تعداد نقاط داده و فشارهای نسبی استفاده شده برای به دست آوردن NSA و STSA

۱۱-۴-۱ جرم نمونه (با تقریب $0,1 \text{ mg}$)

۱۱-۱-۵ مقادیر NSA یا STSA یا هر دو از نمونه گزارش شده (با تقریب m^2/g ۰٫۱)

۱۱-۱-۶ تاریخ انجام آزمون

۱۲ دقت و اریبی^۱

۱۲-۱ دقت این روش مطابق با استاندارد ASTM D 4483-99 تهیه شده است. برای اصطلاحات و جزئیات آماری بیشتر به این استاندارد مراجعه شود.

۱۲-۲ مساحت سطح نیتروژن (NSA)

۱۲-۲-۱ یک برنامه دقت بین‌آزمایشگاهی نوع ۱ (ITP)^۲ مطابق با جدول ۳ اجرا شده است. تکرارپذیری و تجدیدپذیری، شرایط آزمون کوتاه‌مدت (روزانه) را بیان می‌کند. آزمون، توسط دو آزمون‌گر در هر آزمایشگاه، با انجام یکبار آزمون در دو روز متفاوت روی هر ماده انجام شد (کلاً چهار آزمون). نتیجه آزمون مقدار به‌دست آمده از یک اندازه‌گیری تکی است. مقادیر اختلاف قابل قبول اندازه‌گیری نشده است. انحراف جزئی بین دو اپراتور شامل مقادیر محاسبه شده برای R و r می‌باشد. تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده در جدول ۳ ارائه شده است.

۱۲-۲-۲ نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول ۳ ارائه شده است.

۱۲-۲-۳ تکرارپذیری، تکرارپذیری نسبی ادغام شده (r)، آزمون NSA، ۱٫۴٪ است. در صورت لزوم ممکن است از مقادیر دیگر جدول ۳ به‌عنوان تخمینی از تکرارپذیری استفاده شود. در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، اختلاف بین دو نتیجه آزمون تکی (یا دو اندازه‌گیری) که از مواد یکسان، در شرایط تکرارپذیر به‌دست آمده است، نباید بیش از یک مورد از هر ۲۰ مورد، از مقدار متوسط تکرارپذیری فراتر رود. اگر دو نتیجه آزمون تکی، بیش از مقادیر مناسب جدول ۳ با هم تفاوت داشته باشند، باید مشکوک در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب انجام شود.

یادآوری- اقدام مناسب می‌تواند بررسی روش اجرای آزمون یا وسایل برای عملیات معیوب، یا اعلام وجود یک اختلاف معنی‌دار در دو ماده، نمونه‌ها و غیره باشد، که منجر به آن دو نتیجه آزمون شده است.

۱۲-۲-۴ تجدیدپذیری، تجدیدپذیری نسبی ادغام شده (R)، آزمون NSA، ۴٫۰٪ است. در صورت لزوم ممکن است از مقادیر دیگر جدول ۳ به‌عنوان تخمینی از تجدیدپذیری استفاده شود. در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، اختلاف بین دو نتیجه آزمون تکی و مستقل که توسط دو آزمون‌گر، در شرایط تجدیدپذیر شرح داده شده، در آزمایشگاه‌های مختلف، روی مواد یکسان آمده است، نباید بیش از یک مورد از هر ۲۰ مورد، از مقدار متوسط

1- Bias

2- Interlaboratory Test Programme

تجدیدپذیری فراتر رود. اگر دو نتیجه آزمون تکی، بیش از مقادیر مناسب جدول ۳ با هم تفاوت داشته باشند، باید مشکوک در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب تجاری/فنی انجام شود.

۱۲-۲-۵ اریبی، انحراف بین یک مقدار آزمون و یک مقدار مرجع است. بنابراین برای این روش آزمون نمی‌توان اریبی را تعیین کرد.

۱۲-۳ مساحت سطح ضخامت آماری (STSA)

۱۲-۳-۱ یک برنامه دقت بین‌آزمایشگاهی نوع ۱ (ITP) مطابق با جدول ۴ اجرا شده است. تکرارپذیری و تجدیدپذیری، شرایط آزمون کوتاه مدت (روزانه) را بیان می‌کند. آزمون، توسط دو آزمون‌گر در هر آزمایشگاه، با انجام یک‌بار آزمون در دو روز متفاوت روی هر ماده انجام شد (کلاً چهار آزمون). نتیجه آزمون مقدار به‌دست آمده از یک اندازه‌گیری تکی است. مقادیر اختلاف قابل قبول اندازه‌گیری نشده است. انحراف جزئی بین دو اپراتور شامل مقادیر محاسبه شده برای R و r می‌باشد. تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده در جدول ۴ ارائه شده است.

۱۲-۳-۲ نتایج محاسبات دقت برای این آزمون در جدول ۴ ارائه شده است.

۱۲-۳-۳ تکرارپذیری، تکرارپذیری نسبی ادغام شده (r)، آزمون STSA، ۱٫۷٪ است. در صورت لزوم ممکن است از مقادیر دیگر جدول ۴ به‌عنوان تخمینی از تکرارپذیری استفاده شود. در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، اختلاف بین دو نتیجه آزمون تکی (یا دو اندازه‌گیری) که از مواد یکسان، در شرایط تکرارپذیر به‌دست آمده است، نباید بیش از یک مورد از هر ۲۰ مورد، از مقدار متوسط تکرارپذیری فراتر رود. اگر دو نتیجه آزمون تکی، بیش از مقادیر مناسب جدول ۴ با هم تفاوت داشته باشند، باید مشکوک در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب انجام شود.

یادآوری - اقدام مناسب می‌تواند بررسی روش اجرای آزمون یا وسایل برای عملیات معیوب، یا اعلام وجود یک اختلاف معنی‌دار در دو ماده، نمونه‌ها و غیره باشد، که منجر به آن دو نتیجه آزمون شده است.

۱۲-۳-۴ تجدیدپذیری، تجدیدپذیری نسبی ادغام شده (R)، آزمون STSA، ۵٫۸٪ است. در صورت لزوم ممکن است از مقادیر دیگر جدول ۴ به‌عنوان تخمینی از تجدیدپذیری استفاده شود. در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، اختلاف بین دو نتیجه آزمون تکی و مستقل که توسط دو آزمون‌گر، در شرایط تجدیدپذیر شرح داده شده، در آزمایشگاه‌های مختلف، روی مواد یکسان آمده است، نباید بیش از یک مورد از هر ۲۰ مورد، از مقدار متوسط تجدیدپذیری فراتر رود. اگر دو نتیجه آزمون تکی، بیش از مقادیر مناسب جدول ۴ با هم تفاوت داشته باشند، باید مشکوک در نظر گرفته شود که از جمعیت‌های مختلف هستند و اقدام مناسب تجاری/فنی انجام شود.

۱۲-۴ اریبی، انحراف بین یک مقدار آزمون و یک مقدار مرجع است. بنابراین برای این روش آزمون نمی‌توان اریبی را تعیین کرد.

جدول ۳- پارامترهای دقت برای این استاندارد، روش NSA (دقت نوع ۱)^A

یکها برحسب $10^3 \text{ m}^2/\text{kg} (\text{m}^2/\text{g})$									
(R)	R	SR	(r)	r	Sr	سطح میانگین	تعداد آزمایشگاه‌ها ^B (M/H/L)	دوره	مواد
۲٫۶	۱٫۹۷	۰٫۷	۱٫۲	۰٫۸۹	۰٫۳۱	۷۵٫۹	۷۱ (۱/۲/۰)	مارس ۲۰۱۳	SRB-9A
۲٫۸	۲٫۱۸	۰٫۷۷	۱٫۰	۰٫۷۶	۰٫۲۷	۷۸٫۲	۷۹ (۱/۲/۱)	مارس ۲۰۱۶	SRB-9B
۵٫۷	۱٫۱۶	۰٫۴۱	۲٫۵	۰٫۵۱	۰٫۱۸	۲۰٫۳	۷۰ (۱/۲/۴)	مارس ۲۰۱۸	SRB-9D
۳٫۴	۱٫۱۷	۰٫۴۱	۱٫۷	۰٫۵۷	۰٫۲۰	۳۴٫۱	۷۴ (۱/۳/۲)	اوت ۲۰۱۶	SRB-9E
۵٫۳	۱٫۷۱	۰٫۶۰	۱٫۷	۰٫۵۷	۰٫۲۰	۳۲٫۴	۷۱ (۱/۲/۰)	مارس ۲۰۱۵	SRB-9F
۱۳٫۱	۱٫۲۰	۰٫۴۲	۴٫۰	۰٫۳۶	۰٫۱۳	۹٫۱	۶۶ (۱/۳/۲)	اوت ۲۰۱۷	SRB-9G
۳٫۱	۲٫۴۴	۰٫۸۶	۱٫۰	۰٫۷۶	۰٫۲۷	۷۷٫۵	۷۰ (۰/۲/۰)	مارس ۲۰۱۹	SRB-9B2
۲٫۹	۲٫۳۱	۰٫۸۲	۱٫۲	۰٫۹۵	۰٫۳۳	۷۸٫۷	۷۲ (۱/۱/۰)	اوت ۲۰۱۸	SRB-9A2
۴٫۰	۵٫۴۴	۱٫۹۲	۰٫۸	۱٫۱۰	۰٫۳۹	۱۳۶٫۲	۵۰ (۱/۲/۰)	اوت ۲۰۱۹	SRB-9C
۲٫۹	۳٫۶۹	۱٫۳۰	۱٫۴	۱٫۷۸	۰٫۶۳	۱۲۵٫۲	۶۳ (۱/۴/۱)	مارس/آوریل ۲۰۲۰	SRB-9H
						۶۶٫۸			متوسط
۴٫۰	۲٫۶۵	۰٫۹۴	۱٫۴	۰٫۹۱	۰٫۳۲				مقادیر ادغام شده

^A دقت ترجیحی به صورت پررنگ نشان داده شده است.

^B تعداد آزمایشگاه‌های دارای مقادیر دورافتاده^۱ برای میانگین (M)، تغییرپذیری زیاد (H) و تغییرپذیری کم (L)

جدول ۴- پارامترهای دقت برای این استاندارد، روش STSA (دقت نوع ۱)^A

یکایها برحسب $10^3 \text{ m}^2/\text{kg} (\text{m}^2/\text{g})$									
(R)	R	SR	(r)	r	Sr	سطح میانگین	تعداد آزمایشگاهها ^B (M/H/L)	دوره	مواد
۴,۶	۳,۵	۱,۲۴	۱,۷	۱,۳۲	۰,۴۷	۷۶,۰	۶۴ (۱/۲/۰)	مارس ۲۰۱۳	SRB-9A
۴,۵	۳,۴۶	۱,۲۲	۱,۵	۱,۱۵	۰,۴۱	۷۷,۲	۷۴ (۱/۱/۰)	مارس ۲۰۱۶	SRB-9B
۹,۰	۱,۷۸	۰,۶۳	۳,۵	۰,۶۹	۰,۲۴	۱۹,۸	۶۹ (۱/۳/۰)	مارس ۲۰۱۸	SRB-9D
۷,۷	۲,۵۶	۰,۹۱	۲,۸	۰,۹۳	۰,۳۳	۳۳,۵	۶۸ (۱/۳/۱)	اوت ۲۰۱۶	SRB-9E
۹,۷	۳,۰۸	۱,۰۹	۲,۶	۰,۸۲	۰,۲۹	۳۱,۹	۶۸ (۱/۲/۰)	مارس ۲۰۱۵	SRB-9F
۲۰,۸	۱,۷۱	۰,۶	۷,۱	۰,۵۸	۰,۲۱	۸,۲	۶۶ (۱/۴/۱)	اوت ۲۰۱۷	SRB-9G
۴,۲	۳,۲۱	۱,۱۴	۱,۳	۱,۰۳	۰,۳۶	۷۶,۷	۷۰ (۰/۲/۰)	مارس ۲۰۱۹	SRB-9B2
۵,۹	۷,۴۴	۲,۶۳	۱,۰	۱,۳۱	۰,۴۰	۱۲۵,۷	۶۰ (۱/۳/۰)	اوت ۲۰۱۹	SRB-9A2
۴,۲	۳,۳۱	۱,۱۷	۱,۵	۱,۱۶	۰,۴۶	۷۹,۳	۷۲ (۲/۲/۰)	اوت ۲۰۱۸	SRB-9C
۳,۳	۳,۸۸	۱,۳۷	۱,۲	۱,۴۲	۰,۵۰	۱۱۷,۲	۶۵ (۱/۲/۰)	مارس/آوریل ۲۰۲۰	SRB-9H
						۶۴,۵			متوسط
۵,۸	۳,۷۲	۱,۳۱	۱,۷	۱,۰۸	۰,۳۸				مقادیر ادغام شده

^A دقت ترجیحی به صورت پررنگ نشان داده شده است.

^B تعداد آزمایشگاههای دارای مقادیر دورافتاده برای میانگین (M)، تغییرپذیری زیاد (H) و تغییرپذیری کم (L)