

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

ФГУП “РОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ИНФОРМАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ОЦЕНКЕ СООТВЕТСТВИЯ”
(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”)

Рег. № 9142

**Углерод технический. Метод определения общей и внешней
площади поверхности по адсорбции азота**

Standard Test Method for Carbon Black – Total and External Surface Area by Nitrogen Adsorption

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

Федеральное агентство по
техническому регулированию
и метрологии

ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”

Номер регистрации: **9142/ASTM D**

Дата регистрации: **28.02.2017**

Обозначение стандарта

ASTM D6556-16 на русском языке

Организация: ПК 6 ТК 160

Переводчик: ПК 6 ТК 160

Редактор: ПК 6 ТК 160

Кол-во стр. перевода: 10

Дата сдачи перевода: 14.02.2017

**Перевод аутентичен
оригиналу**

Москва

2017 г.



Углерод технический – Метод определения общей и внешней площади поверхности по адсорбции азота¹

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D6556, число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы “эпсилон” (ε) указывает на редакционное изменение со времени пересмотра или утверждения.

1 Область применения

1.1 Данный метод испытания распространяется на определение общей площади поверхности (NSA) технического углерода на основе теории многослойной адсорбции газа Брунауэра, Эммета и Теллера (БЭТ) методом многоточечных измерений и оценку внешней площади поверхности по статистической толщине слоя технического углерода (STSA).

1.2 Стандартными следует считать значения, выраженные в единицах Международной системы единиц (SI). Значения в скобках приведены только для сведения.

1.3 *Настоящий стандарт не имеет цели рассмотрения всех вопросов безопасности, связанных с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры обеспечения безопасности и охраны труда, а также определить применимость нормативных ограничений.* (Минимальное оснащение, гарантирующее безопасность, должно включать защитные перчатки и надёжные средства защиты глаз и лица).

2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM.²

D1799	Углерод технический – Методика отбора проб продукта, транспортируемого в упаковке
D1900	Углерод технический – Методика отбора проб продукта, транспортируемого насыпью
D3765	Углерод технический – Метод определения площади поверхности по адсорбции цетилтриметиламмония бромида (ЦТАБ) ³ (отозван в 2007).
D4483	Методика определения прецизионности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода

3 Сущность метода испытания

3.1 Общую и внешнюю площади поверхности измеряют путём определения количества азота, адсорбированного техническим углеродом при температуре жидкого азота и нескольких значениях парциального давления азота. Данные по адсорбции азота используют для вычисления значений NSA и STSA.

¹ Данный метод находится в ведении Комитета D24 по техническому углероду Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D24.21 по площади поверхности технического углерода и связанным с ней свойствам.

Настоящее издание утверждено 1 января 2016 года. Опубликовано в феврале 2016. Первоначально стандарт был издан в 2000 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2014 году под номером D6556 - 14. Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D6556-16.

² Стандарты ASTM, на которые дана ссылка, можно запросить на Web-сайте ASTM (www.astm.org) или через службу оказания услуг потребителям (service@astm.org). Информация о номерах томов Ежегодника стандартов ASTM представлена на странице сводных данных по стандартам на Web-сайте ASTM.

³ Информацию по последней утверждённой версии данного стандарта можно получить на Web-сайте ASTM: www.astm.org.



4 Назначение и применение

4.1 Настоящий метод испытания используют для определения общей и внешней площадей поверхности технического углерода по многоточечной адсорбции азота. Измерение NSA, основанное на теории БЭТ, позволяет определить общую площадь поверхности, включая микропоры, к которым относят поры диаметром менее 2 нм (20 Å). Внешняя площадь поверхности, определяемая по статистической толщине слоя технического углерода (STSA), представляет собой удельную поверхность, доступную для каучука.

4.2 Метод определения площади поверхности по адсорбции ЦТАБ (ранее метод D3765) изъят из обращения. Значение адсорбции ЦТАБ можно вычислить, используя значение STSA, по уравнению 1. Это уравнение базируется на линейной регрессии значений STSA и адсорбции ЦТАБ, определённых для стандартного эталонного технического углерода (SRB5):

$$CTAB = STSA \times 1,0170 + 2,6434 \quad (1)$$

5 Аппаратура

5.1 *Статический волюметрический аппарат для определения многоточечной адсорбции газа*, поставляемый с сосудами Дьюара и другим вспомогательным оборудованием.

5.2 *Ячейки для образцов*, герметичность которых при установке в аппарат эквивалентна скорости утечки гелия менее 10^{-5} см³/мин на одну атмосферу перепада давления.

5.3 *Аналитические весы* чувствительностью 0,1 мг.

5.4 *Нагревательная оболочка* или другое аналогичное средство для поддержания температуры $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.5 *Термостат с гравитационной конвекцией*, в котором поддерживается температура $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6 Реактивы

6.1 *Жидкий азот* чистотой 98 % или выше.

6.2 *Азот сверхвысокой чистоты* в баллонах или равноценный предварительно очищенный азот.

6.3 *Гелий сверхвысокой чистоты* в баллонах или равноценный предварительно очищенный гелий.

7 Отбор проб

7.1 Пробы отбирают в соответствии с методиками стандартов D1799 и D1900.

8 Подготовка образца

8.1 Испытываемую часть технического углерода высушивают при $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч. Высушивание можно не проводить, если известно, что технический углерод практически не содержит влаги, или, что удаление влаги происходит на последующих стадиях подготовки образца.

8.2 Кондиционируют пустую ячейку для образца не менее 10 мин в условиях, аналогичных условиям дегазации образца. Определяют и регистрируют массу пустой ячейки с точностью до 0,1 мг.

8.3 Взвешивают в ячейку для образца приблизительно 0,4 г технического углерода.



ПРИМЕЧАНИЕ 1 – При испытании образцов пылящего технического углерода в ячейку с прямыми стенками переносят материал в количестве, достаточном для образования слоя толщиной приблизительно 2 дюйма или взвешивают приблизительно 0,4 г технического углерода в круглую ячейку.

8.4 *Дегазация в потоке гелия*

8.4.1 Открывают регулировочный клапан для газа, вставляют питающую трубку в ячейку и продувают её гелием или азотом не менее 1 мин.

8.4.2 Помещают нагревательную оболочку или другой источник тепла вокруг ячейки и дегазируют образец при $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение получаса или более, чтобы исчезли все следы влаги, конденсирующейся в верхней части ячейки. Дегазация может быть проведена в течение минимального времени, требуемого для достижения стабильного значения площади поверхности (т.е. значения площади поверхности, не увеличивающегося при дополнительном времени дегазации).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – Для технического углерода с равновесным влажосодержанием, подобного маркам стандартного эталонного технического углерода, может потребоваться более длительное время дегазации для достижения стабильных результатов. При испытании SRB B8 рекомендуется, чтобы продолжительность дегазации составляла не менее 60 мин.

8.4.3 Определив типичное время дегазации, испытываемые образцы можно дегазировать только по времени, если это требуется, допуская приемлемое превышение продолжительности процесса. Для дегазации некоторых образцов, особенно образцов, подвергнутых незначительному воздействию влаги, необходимо менее 30 мин. В таких случаях образцы могут быть дегазированы в течение минимального времени, при котором достигается стабильная площадь поверхности.

8.4.4 После дегазации ячейку с образцом либо сразу переносят в анализатор, либо, сняв нагревательную оболочку, продолжают продувание гелием до полной готовности образца для испытания.

8.4.5 Переходят непосредственно к Разделу 9 и выполняют остальные процедуры испытания.

8.5 *Вакуумная дегазация*

8.5.1 Поддерживая атмосферное давление в аппарате, ячейку с образцом технического углерода помещают в дегазатор.

8.5.2 Начинают процесс дегазации в соответствии с методикой, подходящей для используемого аппарата.

8.5.3 Помещают нагревательную оболочку или какой-либо другой аналогичный источник тепла вокруг ячейки и дегазируют образец при $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение получаса или более длительного времени, чтобы получить и поддерживать давление менее 1,4 Па (10 мкм рт. ст.).

ПРИМЕЧАНИЕ 3 – Следует иметь в виду, что вакуумная дегазация, выполняемая в течение 30 мин, может не подходить для некоторых марок техуглерода, что приводит к получению результатов, статистически отличающихся от результатов дегазации в потоке гелия.

8.5.4 Определив типичное время дегазации, испытываемые образцы можно дегазировать, контролируя, при необходимости, только время и допуская приемлемое превышение продолжительности процесса. Дегазация некоторых образцов, в частности, образцов, подвергнутых незначительному воздействию влаги, занимает менее получаса. В таких случаях дегазацию проводят в течение минимального времени, требуемого для достижения стабильного значения площади поверхности (ПРИМЕЧАНИЕ 2).

8.5.5 Переходят непосредственно к Разделу 9 и выполняют последующие стадии испытания.

9 **Проведение испытания**

9.1 Внимательно изучают руководство по эксплуатации применяемого анализатора многоточечной адсорбции газа. Существует большое разнообразие приборов с разными вариантами измерения давления насыщенного пара (P_0), оборудованных сосудами Дьюара разных размеров.

9.2 Заполняют сосуд Дьюара жидким азотом (LN₂) и оставляют его для достижения температурного равновесия. Сосуд Дьюара повторно заполняют приблизительно один раз в час или в промежутке времени между анализами. Время достижения равновесия зависит от размера и качества сосуда Дьюара.

9.2.1 *Сосуд Дьюара небольшого размера (менее 1 л)* – Заполняют и закрывают сосуд Дьюара не менее чем за 2 ч до применения. В конце каждого дня сосуд Дьюара очищают и высушивают.



9.2.2 *Сосуд Дьюара большого размера (более 1 л)* – Заполняют и закрывают сосуд Дьюара не менее чем за 16 ч до применения, если не проводится непрерывное измерение P_0 . В случае непрерывного измерения P_0 прибегают к двухчасовому уравниванию сосуда Дьюара. Большой сосуд Дьюара может сохранять достигнутое равновесие в течение нескольких дней, если он остаётся в заполненном и закрытом состоянии. Оператор устанавливает периодичность очищения сосуда Дьюара по своему усмотрению, но очищение не должно проводиться чаще одного раза в неделю.

9.3 Ниже указаны варианты измерения P_0 .

9.3.1 *Непрерывное измерение P_0* (измерение в каждой точке относительного давления) - Такая методика считается наиболее оптимальной, но её применение, как правило, приводит к увеличению времени выполнения анализа.

9.3.2 *Едиичное измерение P_0 при проведении одного анализа* – Хотя едиичное измерение P_0 может быть выполнено перед анализом, во время и после анализа, предпочтительным считается определение P_0 в конце проведения анализа, т.к. показатель STSA вычисляется по данным, полученным в последних измерительных точках, и находится в значительной зависимости от значений P_0 . Для данного метода требуется определение P_0 до начала любых измерений, чтобы убедиться в достижении равновесия в сосуде Дьюара, как указано в 9.4. Впоследствии при проведении каждого анализа определяют новое значение P_0 , используемое для вычисления значений NSA/STSA.

9.3.3 *Ежедневное определение P_0* – К такой методике прибегают, если есть данные, свидетельствующие о достижении стабильности в сосуде Дьюара, а изменения атмосферного давления не превышают 0,13 кПа (1 мм рт. ст.).

9.3.4 *Вычисление P_0* – По данной методике P_0 вычисляют путём измерения атмосферного давления и прибавления значения в пределах от 1,3 кПа до 2,6 кПа (от 10 до 20 мм рт. ст.). Оператор несёт ответственность за определение константы, приемлемой для его лаборатории, но, чаще всего, используют константу 2,0 кПа (15 мм рт. ст.).

9.4 В тех случаях, когда непрерывное измерение P_0 не проводится, рекомендуют определять значение P_0 до начала выполнения анализов NSA/STSA. Если значение P_0 выше атмосферного давления не более чем на 1,3 кПа – 2,6 кПа (10 мм рт. ст. – 20 мм рт. ст.), а разность между двумя значениями P_0 , последовательно измеренными в течение 10 мин, не превышает 0,13 кПа (1 мм рт. ст.), то это свидетельствует о достижении стабильности в сосуде Дьюара. Исходя из опыта работы, оператор определяет, какая разность между значением P_0 и атмосферным давлением может быть в его лаборатории.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 – Последовательные определения P_0 рекомендуют проводить с интервалом не менее 10 мин, т.к. погружение элемента для измерения P_0 в LN2 приводит к нарушению температурного равновесия. При более коротких интервалах между измерениями получают ошибочно высокие и нестабильные значения.

9.5 Свободный объём ячейки для образца измеряют, используя гелий, или вычисляют на основе принятой плотности технического углерода, составляющей 1,9 г/см³.

9.6 Получают не менее пяти равноотстоящих экспериментальных точек в диапазоне относительного давления (P/P_0) от 0,1 до 0,5. При испытании некоторых марок протекторного технического углерода, в частности, технического углерода серий N100 и N200, необходимо провести измерения в двух дополнительных экспериментальных точках (0,05 и 0,075) для повышения точности определения NSA. Данные, получаемые в каждой экспериментальной точке, включают значения относительного давления, при котором достигается равновесие, и общее количество азота, адсорбированного образцом при этом относительном давлении.

9.7 Определяют массу ячейки с сухим образцом с точностью до 0,1 мг. Это может быть сделано до или после измерения адсорбции азота. Использование гелия должно соответствовать методическим рекомендациям во избежание ошибки, вызываемой плавучестью (гидростатической выталкивающей силой), 1 мг/см³ объёма ячейки. По альтернативному способу массу технического углерода можно определить непосредственно путём переноса всего образца (без потерь) из ячейки в чашку тарированных весов.



10 Вычисление

10.1 Функции большей части автоматических аппаратов включают выполнение вычислений после завершения анализа. Пользователь должен проверить соответствие операции вычислений нижеприведённой методике.

10.2 *Масса образца:*

Масса образца (сухого) = (масса ячейки + масса образца) – (масса ячейки) (2)
Регистрируют массы с точностью до 0,1 мг.

10.3 *Объём адсорбированного азота*

10.3.1 Вычисляют общий объём азота, адсорбированного на 1 г образца, с точностью до 0,0001 см³/г:

$$V_a = \frac{\text{Объём азота при каждом дозировании, см}^3}{\text{Масса образца, г}} \quad (3)$$

10.4 *Площадь поверхности по адсорбции азота*

10.4.1 Определяют площадь поверхности по адсорбции азота (NSA), используя график БЭТ, построенный по уравнению Брунауэра, Эммета и Теллера⁴:

$$\frac{P}{V_a(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C - 1}{V_m C} \times \frac{P}{P_0}, \quad (4)$$

где:

P – манометрическое давление, кПа;

P_0 – давление насыщенного пара азота, кПа;

V_m – объём азота на грамм, покрывающий один мономолекулярный слой, стандартный см³/г;

C – константа БЭТ, численное значение которой зависит от теплоты адсорбции мономолекулярного слоя.

10.4.2 Строят график зависимости с P/P_0 на оси X и $\frac{P}{V_a(P_0 - P)}$ на оси Y для набора данных со значениями P/P_0 в диапазоне от 0,05 до 0,30 (линейная область уравнения БЭТ).

10.4.3 Три или большее число экспериментальных точек, по которым получают наиболее прямую линию, служат для определения наклона и отсекаемого на оси y отрезка, используемых в вычислениях площади поверхности. Примеры выбора подходящего диапазона относительного давления представлены в Таблице 1.

10.4.4 В качестве альтернативы можно прибегнуть к упрощенному выбору подходящего относительного давления на основе заданных диапазонов давления для разных типов технического углерода.

Диапазон давления по БЭТ

Технический углерод серии N300 и марки технического углерода для каркасных резиновых смесей	0,1–0,3
Технический углерод серий N100 и N200	0,05–0,2
Технический углерод с площадью поверхности более 130 м ² /г	0,05–0,1

Оператор должен определить, подходят ли указанные значения давления для испытываемых образцов.

⁴ Brunauer, Emmett and Teller; Journal of American Chemical Society, v. 60, 1938, p. 309.



Таблица 1 – Пример анализа данных по NSA

N121 ^A				
Исходные данные			Вычисление	
P/P ₀	Объём адсорбированного азота, см ³ /г	Диапазон относительного давления	Коэффициент корреляции	NSA, м ² /г
0,0500	26,716
0,1000	29,753
0,1500	32,313	0,05–0,15	0,999981	123,9
0,2000	34,692	0,05–0,20	0,999992	124,0
0,2500	37,110	0,05–0,25	0,999990	123,6
0,3000	39,641	0,05–0,30	0,999935	122,8

N326 ^B				
Исходные данные			Вычисление	
P/P ₀	Объём адсорбированного азота, см ³ /г	Диапазон относительного давления	Коэффициент корреляции	NSA, м ² /г
0,0500	16,675
0,1000	18,318
0,1500	19,859	0,05–0,15	0,999960	75,6
0,2000	21,426	0,05–0,20	0,999948	76,3
0,2500	23,035	0,05–0,25	0,999964	76,6
0,3000	24,751	0,05–0,30	0,999979	76,6

N683 ^B				
Исходные данные			Вычисление	
P/P ₀	Объём адсорбированного азота, см ³ /г	Диапазон относительного давления	Коэффициент корреляции	NSA, м ² /г
0,0500	8,194
0,1000	9,113
0,1500	9,945	0,05–0,15	0,999939	38,2
0,2000	10,739	0,05–0,20	0,999950	38,5
0,2500	11,543	0,05–0,25	0,999972	38,6
0,3000	12,364	0,05–0,30	0,999973	38,4

^A Наиболее точное измерение значения NSA достигнуто в диапазоне относительного давления 0,05-0,20.

^B Наиболее точное измерение значения NSA достигнуто в диапазоне относительного давления 0,05-0,30.

10.4.5 График БЭТ с отрицательным отсечённым отрезком на оси Y может свидетельствовать о присутствии микропор (диаметром менее 2 нм), но появление такого отрезка может быть связано и с другими факторами. Площадь поверхности рассчитывают по трём или большему количеству точек в диапазоне давления, при котором достигается самый высокий коэффициент корреляции и положительный отрезок, отсекаемый на оси Y.

10.4.6 Вычисляют площадь поверхности по азоту с точностью до 0,1 м²/г:

$$\text{Площадь поверхности, м}^2/\text{г} = V_m \times 4,35 \quad (5)$$

где:

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

B - отрезок, отсекаемый на оси Y, $\pm 10^{-5}$;

M - наклон прямой линии $\pm 10^{-5}$;

$$4,35 = \frac{(6,02 \times 10^{23})(16,2 \times 10^{-20})}{22400};$$

$6,02 \times 10^{23}$ - число Авогадро;

$16,2 \times 10^{-20}$ - площадь сечения молекулы азота, м²;

22400 - объём, см³, занимаемый одним молем газа при нормальных условиях.



10.5 Площадь поверхности по статистической толщине слоя технического углерода

10.5.1 Определяют STSA⁵ технического углерода по графику зависимости объема азота, адсорбированного на 1 г образца при нормальных условиях, (V_a), от статистической толщины слоя технического углерода (t).

10.5.2 Строят график зависимости V_a от t , отложив значения t (нм) на оси X, а значения V_a (дм³/кг при нормальных условиях) на оси Y, для набора данных, включающих равноотстоящие точки при значении P/P_0 в интервале от 0,2 до 0,5,

где:

$$t - \text{статистическая толщина слоя технического углерода} = 0,088(P/P_0)^2 + 0,645(P/P_0) + 0,298$$

ПРИМЕЧАНИЕ 5 – Модель толщины слоя техуглерода была разработана с использованием техуглерода N762 при P/P_0 в интервале от 0,2 до 0,5. Значения t , вычисленные при P/P_0 , выходящем за границы данного интервала, являются недостоверными и приводят к получению ошибочных значений STSA.

10.5.3 Определяют наклон кривой на графике V_a - t , используя стандартную линейную регрессию.

10.5.4 Вычисляют STSA с точностью до 0,1 м²/г:

$$STSA = M \times 15,47, \quad (6)$$

где:

M - наклон кривой на графике $V_a - t$,

15,47 - константа для преобразования объема газообразного азота в объем жидкого азота и преобразования единиц измерения в м²/г.

10.5.5 Определение значения STSA базируется на модели толщины слоя технического углерода, разработанной при использовании технического углерода N762, выбор которого обусловлен его низкой площадью поверхности и низким уровнем структуры. Эта универсальная модель не является оптимальной для всех марок техуглерода. Соответственно, хотя с теоретической точки зрения невозможно, чтобы внешняя площадь поверхности превышала общую площадь поверхности, на практике бывают случаи, когда значение STSA выше значения NSA. Если при проведении испытаний получают значение STSA, превышающие значения NSA, в протоколе указывают измеренное значение STSA.

11 Протокол испытания

11.1 В протокол испытания включают нижеприведенные данные:

11.1.1 Надлежащую характеристику образца.

11.1.2 Число экспериментальных точек и относительные давления, использованные для определения NSA и STSA.

11.1.3 Массу образца, указанную с точностью до 0,1 мг.

11.1.4 Значения NSA или STSA, либо обоих показателей образца, указанные с точностью до 0,1 м²/г.

12 Прецизионность и отклонение

12.1 Настоящий раздел по прецизионности и отклонению подготовлен в соответствии с методикой стандарта D4483, в которой приведены терминология и другие статистические данные.

12.2 Информация о проведении межлабораторной программы по прецизионности указана в Таблице 2. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний (дни). В каждой лаборатории, принимавшей участие в программе, два оператора выполняли по одному испытанию каждого материала в каждый из двух дней (всего 4 испытания). Результат испытания представляет собой значение, полученное при однократном определении. Приемлемые значения расхождения не оценивали. Компонента изменчивости при проведении испытания разными операторами включена в вычисленные значения r и R .

⁵ Magee R. W., *Rubber Chemistry and Technology*, Vol. 68, №. 4, 1995, p. 590.



12.3 Площадь поверхности по адсорбции азота (NSA):

12.3.1 Данные по прецизионности основаны на результатах, полученных в ходе выполнения межлабораторной программы по Точности Типа 1. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний (дни). В каждой лаборатории, принимавшей участие в программе, два оператора выполняли по одному испытанию каждого материала в каждый из двух дней (всего 4 испытания). Количество лабораторий-участниц указано в Таблице 2.

Таблица 2 – Информация о программе межлабораторных испытаний по прецизионности SRB8

Материал SRB8	Марка	Производитель	Период проведения испытания	Число лабораторий (M/H/L)	
				D6556 NSA	D6556 STSA
SRB-8A	N326	Continental	Март 2008	58 (0/1/0)	54 (1/2/0)
SRB-8A2	N326	Continental	Март 2013	67 (1/2/0)	63 (1/2/0)
SRB-8B	N134	Cabot	Июнь 2009	65 (0/3/1)	62 (2/2/0)
SRB-8B2	N134	Cabot	Март/Апрель 2014	11 (1/1/0)	15 (1/1/0)
SRB-8C	HS Tread	Columbian	Сентябрь 2010	63 (1/2/0)	58 (2/3/0)
SRB-8D	LS Carcass	Cabot	Март 2009	64 (1/2/2)	60 (1/2/0)
SRB-8E	N660	Orion	Сентябрь 2008	54 (1/1/1)	51 (1/1/0)
SRB-8F	N683	Orion	Март 2010	67 (2/2/0)	64 (1/1/0)
SRB-8F2	N683	Orion	Март 2015	30 (0/1/0)	44 (2/1/0)
SRB-8G ^A	N990	Cancarb	Вторая половина 1996	Неприменимо	Неприменимо

^A Материал SRB-8G был получен и утверждён во второй половине 1996 года как SRB-5G и с тех пор включается в каждую последующую серию SRB. В то время, когда этот материал был впервые получен и утверждён, Комитет D24 публиковал только среднеквадратическое отклонение Sr и связанные с ним предельные значения. Межлабораторное среднеквадратическое отклонение SR никогда не публиковалось. Поскольку данных нет, нельзя вычислить и опубликовать значения SR и соответствующие предельно допустимые значения. SRB-G использовали только в испытаниях по определению NSA, STSA, OAN по версиям методов, существовавшим в 1996 году.

12.3.2 Результаты вычисления прецизионности данного метода испытания приведены в Таблице 3 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня.

12.3.3 **Сходимость – Усреднённая относительная сходимость, (*r*)**, метода определения NSA установлена как 1,1 %. Любое подходящее значение из Таблицы 3 может быть использовано для оценки сходимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний (или определений), выполненных в установленных для данного метода условиях сходимости при использовании идентичных испытываемых материалов не должна превышать сходимость в среднем более одного раза из 20 случаев при точном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний превышает соответствующие значения из Таблицы 3, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае принимают надлежащие меры.

ПРИМЕЧАНИЕ 6 – Под надлежащими мерами имеется в виду проверка правильности выполнения процедуры метода испытания, правильности функционирования испытательной аппаратуры или идентичности двух материалов, образцов и т.д., использованных для получения двух результатов испытаний.

12.3.4 **Воспроизводимость – Усреднённая относительная воспроизводимость, (*R*)**, метода определения NSA установлена как 2,9 %. Любое подходящее значение из Таблицы 3 может быть использовано для оценки воспроизводимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний, проведённых двумя операторами, работающими в разных лабораториях в установленных для данного метода условиях воспроизводимости и при использовании идентичных испытываемых материалов, не должна превышать воспроизводимость в среднем более одного раза из 20 случаев при точном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний, проведённых в отдельных лабораториях, превышает соответствующие значения из Таблицы 3, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае проводят надлежащую проверку, или принимают технические/коммерческие меры.



12.3.5 *Отклонение* - По терминологии методов испытаний отклонение есть разность между средним значением по результатам испытаний, и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Для настоящего метода испытания нет опорных значений, так как значение или уровень определяемого свойства оценивают исключительно данным методом испытания. Поэтому отклонение не может быть определено.

12.4 *Площадь поверхности по статистической толщине слоя технического углерода (STSA):*

12.4.1 Данные по прецизионности основаны на результатах, полученных в ходе выполнения межлабораторной программы по Точности Типа 1. Сходимость и воспроизводимость представлены для краткосрочных испытаний (дни). В каждой лаборатории, принимавшей участие в программе, два оператора выполняли по одному испытанию каждого материала в каждый из двух дней (всего 4 испытания). Число лабораторий-участниц указано в Таблице 2.

12.4.2 Результаты вычисления прецизионности данного метода испытания приведены в Таблице 4 с указанием материалов в порядке возрастания среднего уровня.

**Таблица 3 – Параметры прецизионности метода испытания D6556 –
Определение NSA технического углерода (Точность Типа 1)^A**

Единицы измерения	10 ⁻⁵ м ³ /кг (см ³ /100 г)						
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
SRB-8B	142,0	0,47	1,34	0,9	1,44	4,06	2,9
SRB-8B2	138,0	0,31	0,87	0,6	0,79	2,24	1,6
SRB-8C	126,4	0,44	1,25	1,0	1,07	3,02	2,4
SRB-8A	76,5	0,33	0,94	1,2	0,84	2,38	3,1
SRB-8A2	75,9	0,29	0,81	1,1	0,70	1,98	2,6
SRB-8E	36,7	0,23	0,65	1,8	0,53	1,49	4,1
SRB-8F	36,7	0,21	0,58	1,6	0,38	1,09	3,0
SRB-8D	21,6	0,18	0,52	2,4	0,30	0,85	3,9
Среднее по средним уровням	81,7						
Усреднённые значения		0,32	0,91	1,1	0,83	2,35	2,9

^AПредпочтительные значения прецизионности выделены жирным шрифтом

**Таблица 4 – Параметры прецизионности метода испытания D6556 –
Определение STSA технического углерода (Точность Типа 1)^A**

Единицы измерения	10 ⁻⁵ м ³ /кг (см ³ /100 г)						
Материал	Средний уровень	Sr	r	(r)	SR	R	(R)
SRB-8B	133,1	0,71	2,00	1,5	1,39	3,92	2,9
SRB-8B2	126,7	0,56	1,58	1,2	2,02	5,73	4,5
SRB-8C	115,8	0,48	1,35	1,2	1,06	3,01	2,6
SRB-8A	77,2	0,41	1,17	1,5	1,15	3,26	4,2
SRB-8A2	76,0	0,47	1,32	1,7	1,23	3,49	4,6
SRB-8E	35,8	0,34	0,96	2,7	0,71	2,02	5,6
SRB-8F	35,4	0,33	0,93	2,6	0,69	1,95	5,5
SRB-8D	21,2	0,26	0,73	3,5	0,54	1,52	7,2
Среднее по средним уровням	77,6						
Усреднённые значения		0,46	1,31	1,7	1,19	3,36	4,3

^AПредпочтительные значения прецизионности выделены жирным шрифтом

12.4.3 *Сходимость* – **Усреднённая относительная** сходимость, (r), метода определения STSA установлена как 1,7 %. Любое подходящее значение из Таблицы 4 может быть использовано для оценки сходимости. Разность между двумя результатами однократных испытаний (или определений), выполненных в установленных для данного метода условиях сходимости при использовании идентичных испытываемых материалов не должна превышать сходимость в среднем более одного раза из 20 случаев при точном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний превышает соответствующие значения из Таблицы 4, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае принимают надлежащие меры.

ПРИМЕЧАНИЕ 7 – Под надлежащими мерами имеется в виду проверка правильности выполнения процедуры метода испытания, правильности функционирования испытательной аппаратуры или степени идентичности двух материалов, образцов и т.д., использованных для получения двух результатов испытания.



12.4.4 *Воспроизводимость* – **Усреднённая относительная** воспроизводимость, (R), метода определения STSA установлена как 4,3 %. Любое подходящее значение из Таблицы 4 может быть использовано для оценки воспроизводимости. Разность между двумя результатами однократных и независимых испытаний, выполненных двумя операторами, работающими в разных лабораториях в установленных для данного метода условиях воспроизводимости и при использовании идентичных испытываемых материалов, не должна превышать воспроизводимость в среднем более одного раза из 20 случаев при точном выполнении метода испытания в нормальных условиях. Если разность между двумя результатами однократных испытаний, проведённых в отдельных лабораториях, превышает соответствующие значения из Таблицы 4, то это может свидетельствовать о том, что они были получены при использовании разных совокупностей. В этом случае проводят надлежащую проверку, или принимают технические/коммерческие меры.

12.5 *Отклонение* – По терминологии методов испытаний отклонение есть разность между средним значением по результатам испытаний, и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Для настоящего метода испытания нет опорных значений, так как значение или уровень определяемого свойства оценивают исключительно данным методом испытания. Поэтому отклонение не может быть определено.

13 Ключевые слова

13.1 Брунауэр/Эммет/Теллер; технический углерод; БЭТ; адсорбция азота; площадь поверхности по адсорбции азота; площадь поверхности по статистической толщине слоя технического углерода; площадь поверхности по многоточечному методу БЭТ; внешняя площадь поверхности.

Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности каких-либо патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности любых таких патентных прав, а также риска их нарушения полностью лежит на тех, кто использует настоящий стандарт.

Настоящий стандарт подлежит пересмотру ответственным техническим комитетом в любое время и пересматривается каждые пять лет; в противном случае, он утверждается заново или аннулируется. Любые комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе составления дополнительных стандартов. Направляйте Ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут тщательно рассмотрены собранием ответственного технического комитета, на котором Вы также можете присутствовать. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не прошли объективного рассмотрения, Вы можете поставить об этом в известность Комитет по стандартам ASTM, обратившись по адресу, указанному ниже.

Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальную копию (в виде одной или нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail (service@astm.org) или на Web-сайт ASTM (www.astm.org). Разрешение на фотокопирование стандарта может быть также предоставлено Центром по охране авторских прав (Copyright Clearance Center, 222, Rosewood Drive, Danvers, MA 01923; Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>).