INSO
23110
1st Edition
2022

Identical with
ISO/TS 23362:
2021

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iran National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۲۳۱۱۰
چاپ اول
۱۴۰۰

دارای محتوای رنگی

فناوری نانو– آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌عنوان پایه کاتالیست برای کنترل نشر گازهای خروجی اگزوز وسایل نقلیه- تعیین مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری

Nanotechnologies — Nanostructured porous alumina as catalyst support for vehicle exhaust emission control — Specification of characteristics and measurement methods

ICS: 07.120; 43.060.20

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۱۱۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۰

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران،ضلع جنوب‌غربی میدان ونک،خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق‌پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن:۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱(۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴(۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: http://www.isiri.gov.ir

Iran National Standardization Organization (INSO)

No.2592Valiasr 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@isiri.gov.ir

Website: http://www.isiri.gov.ir

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد ، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفهٔ تعیین، تدوین، به‌روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را برعهده 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 منصفانهٔ 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 پیشنهادها در کمیتهٔ 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 درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ 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)[1]،کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی(OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی(CAC)[5] 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 زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را براساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ 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 (OrganisationInternationale de MetrologieLegals)
4-Contact point
5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌عنوان پایه کاتالیست برای کنترل نشر گازهای خروجی اگزوزوسایل نقلیه- تعیین مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری»

رئیس:	**سمت و/یا محل اشتغال:**
سهرابی جهرمی، ابوذر (دکتری فناوری نانو)	مدیر عامل- شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته
دبیر:	
دارابی، عادله (دکتری فیزیک)	عضو مستقل
اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
اسلامی‌پور، الهه (کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)	کارشناس- گروه استاندارد و ایمنی ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو ISIRI/TC 299
شاکری، روشنک (کارشناسی ارشد فیزیک اتمی- مولکولی)	کارشناس استاندارد – سازمان ملی استاندارد ایران
گشتی‌آذر، سمانه (کارشناسی ارشد مهندسی مواد و متالورژی)	کارشناس- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
ویراستار:	
سیفی، مهوش (کارشناس ارشد مدیریت دولتی)	کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو ISIRI/TC 299

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

پیش‌گفتار و
مقدمه ز
۱ هدف و دامنهٔ کاربرد ۱
۲ مراجع الزامی ۱
۳ اصطلاحات، تعاریف و کوته‌نوشت‌ها ۲
۳-۱ اصطلاحات و تعاریف ۲
۳-۲ کوته‌نوشت‌ها ۴
۴ مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها ۴
۴-۱ کلیات ۴
۴-۲ مشخصات مهم و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها ۵
۴-۳ مشخصات افزوده و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها ۵
۵ شرح مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها ۶
۵-۱ کلیات ۶
۵-۲ مساحت سطح ویژه ۶
۵-۳ حجم حفرهٔ ویژه ۶
۵-۴ قطر حفره ۷
۵-۵ میزان ناخالصی ۷
۵-۶ چگالی ظاهری ۸
۵-۷ چگالی ضربه‌ای ۸
۵-۸ اندازهٔ ذره ۸
۵-۹ کاهش جرم در اثر سوختن ۹
۶ گزارش‌دهی ۹
پیوست الف (آگاهی‌دهنده) طرحوارهٔ مبدل کاتالیستی سه‌راهه ۱۰
پیوست ب (آگاهی‌دهنده) نمونه قالب جدول گزارش‌دهی ۱۱
کتاب‌نامه ۱۲

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌عنوان پایه کاتالیست برای کنترل نشر گازهای خروجی اگزوز وسایل نقلیه- تعیین مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره‌شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تهیه و تدوین شده، در یکصد و هشتمین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۰/۱۱/۲۰ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم وخدمات، استانداردهای ملی ایران درصورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر درکمیسیون فنی مربوط، موردتوجه قرارخواهدگرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO/TS 23362:2021, Nanotechnologies – Nanostructured porous alumina as catalyst support for vehicle exhaust emission control – Specification of characteristics and measurement methods

مقدمه

آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌عنوان پایه کاتالیست برای کنترل نشر گازهای خروجی اگزوز وسایل نقلیه نقش مهمی در پالایش گازهای خروجی خودرویی ایفا می‌کند[15]. در سامانه کنترل گازهای خروجی اگزوز وسایل نقلیه در سرتاسر دنیا از مبدل‌های کاتالیستی سه‌راهه (TWCs)[1] استفاده می‌شود که می‌توانند کربن مونوکسید (CO)، هیدروکربن (HC) و اکسی‌نیترید (NOx) را به کربن دی‌اکسید (CO_2)، نیتروژن (N_2) و اکسیژن (O_2) تبدیل کنند. مزیت آلومینای متخلخل نانوساختاری، مساحت سطح ویژهٔ (SSA)[2] بالا و همچنین پایداری گرمایی عالی است که موجب می‌شود TWCs در خودروهای بنزینی، فعالیت کاتالیستی بالای خود را در دمای ۹۰۰ °C تا ۱۰۰۰ °C حفظ کنند. آلومینای متخلخل نانوساختاری با عملکرد مناسب، به‌عنوان یکی از مهم‌ترین مواد در مبدل کاتالیستی [16] به‌شدت مورد تقاضا است. در زمینهٔ پالایش گازهای خروجی خودرویی، سالانه تقریبا ۱۱۰۰۰ تن پودر آلومینای متخلخل مورد نیاز است.

مساحت سطح ویژه، حجم حفرهٔ ویژه، ناخالصی‌ها و پایداری گرمایی مشخصات اصلی هستند که بر عملکرد آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌عنوان پایه کاتالیست، اثر می‌گذارند [17]. مساحت سطح ویژهٔ بالا می‌تواند پراکنش همگن فلز نجیب را تسهیل‌کند. اندازهٔ مناسب حجم حفرهٔ ویژه، این اطمینان را می‌دهد که بارگذاری فلز نجیب به‌صورت مؤثری انجام گیرد و عبور گاز واکنش از میان حفره و تماس با کاتالیست را ممکن می‌سازد. ناخالصی‌ها می‌توانند کاتالیست فلز نجیب را غیرفعال کنند و در نتیجه مضر هستند. پایداری گرمایی عالی تضمین می‌کند که پس از پیمایش مسافت طولانی، TWCs همچنان سطح بالای فعالیت خود را حفظ کرده و در نتیجه عمر بهره‌برداری طولانی‌تری داشته باشند. طرحوارهٔ تصویری مربوطه در پیوست **الف** نشان داده شده‌است.

تقاضا برای آلومینای متخلخل نانوساختاری در بازار جهانی سالانه افزایش می‌یابد. با این وجود، درحال‌حاضر، هیچ استانداردی دربارهٔ مدیریت کنترل و تضمین کیفیت برای سازندگان و دربارهٔ انتخاب مواد مناسب برای TWCs برای کاربران وجود ندارد.

این استاندارد، مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌عنوان پایه کاتالیست برای کنترل نشر گازهای خروجی اگزوز وسایل نقلیه را در اختیار قرار می‌دهد. هدف از آن تسهیل تراکنش بین خریداران و فروشندگان آلومینای متخلخل نانوساختاری در سرتاسر جهان است.

1- Three-way Catalytic Converters
2- Specific Surface Area

فناوری نانو– آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌عنوان پایه کاتالیست برای کنترل نشر گازهای خروجی اگزوز وسایل نقلیه – تعیین مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری

۱ هدف و دامنهٔ کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مشخصات آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌شکل پودر به‌عنوان پایه کاتالیست برای کنترل نشر گازهای خروجی اگزوز وسایل نقلیه است که باید اندازه‌گیری‌شوند و همچنین تعیین روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها است. این استاندارد شامل مشخصات مهمی است که اندازه‌گیری آن‌ها الزامی است و همچنین شامل مشخصات افزوده‌ای است که براساس توافق بین طرف‌های ذی‌نفع، توصیه می‌شود اندازه‌گیری شوند. روش‌های اندازه‌گیری برای هریک از مشخصات، توصیه شده‌است.

این استاندارد برای آلومینای متخلخل نانوساختاری برای خودروهای بنزینی کاربرد دارد و برای مشخصات درخصوص بهداشت، ایمنی و محیط زیست کاربرد ندارد.

۲ مراجع الزامی

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

درصورتی‌که 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:

۲-۱ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۱: اصطلاحات اصلی

2-2 ISO/TS 80004-6, Nanotechnologies- Vocabulary- Part 6: Nano-object characterization

یادآوری- استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴ : سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۶: مشخصه‌یابی نانوشیء با استفاده از استاندارد ISO 80004-6: 2015 تدوین شده‌است.

۳ اصطلاحات، تعاریف و کوته‌نوشت‌ها

۳-۱ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه‌بر اصطلاحات و تعاریف ارائه‌شده در استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴ و استاندارد ISO 80004-6، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به‌کار می‌رود[۱].

۳-۱-۱

مساحت سطح ویژه

specific surface area
SSA

نسبت مساحت سطح مطلق نمونه به جرم آن است.

[منبع: زیربند ۳-۱۱، استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۵۲۵: سال ۱۳۹۱]

۳-۱-۲

حجم حفرهٔ ویژه

specific pore volume

حجم حفره‌های باز در واحد جرم ماده است.

۳-۱-۳

قطر حفره

pore diameter

قطر حفره در مدلی که در آن حفره‌ها به‌طور نوعی به‌شکل استوانه فرض می‌شوند و از داده‌های به‌دست آمده با یک روش‌اجرای مشخص محاسبه می‌شود.

[منبع: زیربند3.15، استاندارد ISO 15901-1: 2016]

۳-۱-۴

چگالی ظاهری

apparent density

چگالی توده‌ای سست است.

۱- اصطلاحات و تعاریف به‌کاررفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org قابل‌دسترس است.

جرم خشک واحد حجم پودری که در شرایط مشخص به روش ریزش آزاد به‌دست آمده‌است.

[منبع: زیربند 3.1، استاندارد ISO 9161: 2019]

۳-۱-۵

چگالی ضربه‌ای (تقه‌ای)

tap density

جرم خشک واحد حجم پودر در ظرفی که در شرایط مشخص تحت ضربه قرار گرفته‌است.

[منبع: زیربند 3.2، استاندارد ISO 9161: 2019]

۳-۱-۶

ناخالصی

impurity

عنصر فلزی یا غیرفلزی موجود در ماده که ناخواسته به ماده اضافه شده‌باشد.

[منبع: زیربند ۳-۱۰، استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۹۴: سال ۱۳۸۷، تغییریافته – «در ماده که ناخواسته به ماده اضافه شده‌باشد» جایگزین «در یک فلز است که به‌طور غیرعمد اضافه شده و کمترین مقدار از چیزی که به‌طور کنترل‌نشده در فلز وجود دارد» شده‌است.]

۳-۱-۷

کاهش جرم در اثر سوختن

loss on ignition

تغییر جرم ماده‌ای که در دمای مشخصی نگاه داشته شده‌است و کاهش جرم ناشی از رطوبت جذبی (نم‌گیری) را شامل نمی‌شود.

[منبع: زیربند ۸-۴، استاندارد ملی ایران شماره ۸۰۶۲ : سال ۱۳۸۹، تغییریافته- «ماده‌ای که در دمای مشخصی نگه‌داشته شده‌است» جایگزین «کانه‌ای که در °C ۱۰۰۰ نگاه داشته شده‌است» شده‌است.]

۳-۱-۸

لانه‌زنبوری سرامیکی

ceramic honeycomb

بدنهٔ سرامیکی ظریف دارای کانال‌های چندگانه‌ای که چیدمان نوعاً لانه‌زنبوری دارند.

[منبع: زیربند 2.1.18، استاندارد ISO 20507: 2014، یادآوری حذف شده‌است.]

۳-۲ کوته‌نوشت‌ها

کوته‌نوشت	عنوان کامل	معادل فارسی
BET	Brunauer–Emmet –Teller	برونائر- امت- تلر
BJH	Barrett –Joyner–Halenda	باره- جوینر- هالندا
ICP-AES	inductively coupled plasma atomic emission spectrometry	طیف‌سنجی نشر اتمی- پلاسمای جفت‌شده القایی
ICP-OES	inductively coupled plasma optical emission spectrometry	طیف‌سنجی نشر نوری- پلاسمای جفت‌شده القایی
SSA	specific surface area	مساحت سطح ویژه
TWC	three-way catalytic converter	مبدل کاتالیستی سه‌راهه
XRF	X-ray fluorescence spectrometry	طیف‌سنجی فلوئورسانس پرتو ایکس

۴ مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

۴-۱ کلیات

مشخصات مهم و افزوده‌ای که در آلومینای متخلخل نانوساختاری باید اندازه‌گیری شوند، به‌ترتیب در جدول‌های ۱ و ۲ فهرست شده‌اند.

اگرچه استانداردهای بین‌المللی ارائه‌شده در جدول‌های ۱ و ۲ هرکدام جداگانه می‌توانند برای مواد عمومی یا برای مواد خاص به‌کار روند، اما هنوز همهٔ استانداردها از لحاظ قابلیت کاربرد به‌طور ویژه برای آلومینای متخلخل نانوساختاری، کاملاً صحه‌گذاری نشده‌اند. کاربران این استانداردها باید خود، کاربرد استانداردهای ذکرشده را صحه‌گذاری و در این زمینه تصمیم‌گیری کنند.

چون آلومینای متخلخل نانوساختاری امکان جذب رطوبت دارد، مشخصات آن می‌تواند تحت‌تاثیر شرایط انبارش[1] باشد. بهتر است نمونهٔ مورد اندازه‌گیری در محیطی خشک انبار شود. درغیر این‌صورت، برای قابل‌مقایسه بودن نتایج، بهتر است خریداران و فروشندگان در مورد شرایط انبارش نمونه‌ها توافق داشته باشند.

1- Storage

۴-۲ مشخصات مهم و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

مشخصات مهم فهرست‌شده در جدول ۱ باید اندازه‌گیری شوند. مقادیر اندازه‌گیری‌شدهٔ این مشخصات باید در حین خرید در اختیار خریدار قرار داده شود. مساحت سطح ویژه و حجم حفرهٔ ویژه باید پیش و پس از عملیات حرارتی اندازه‌گیری شوند.

بهتر است از روش‌های اندازه‌گیری فهرست‌شده در جدول ۱ استفاده شود.

جدول ۱– مشخصات مهم و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

مشخصات	یکاها	روش‌های اندازه‌گیری	استاندارد(های) مربوطه
مساحت سطح ویژه	m^2/g	روش برجذب گاز	استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۵۸: سال ۱۳۸۸
حجم حفرهٔ ویژه	m^3/kg	روش برجذب گاز	ISO 15901-2: 2006[1]
قطر حفره	nm	روش برجذب گاز	ISO 15901-2: 2006
میزان ناخالصی	درصد کسر جرمی	ICP-OES/-AES	ISO 17942: 2014 استاندارد ملی ایران شماره ۳-۸۰۳۷: سال ۱۳۹۰

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۸۷۰۶: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو- مواد نانومتخلخل- اندازه‌گیری و تعیین میزان تخلخل و توزیع اندازه حفره‌ها در مواد جامد با استفاده از روش جذب سطحی گاز- تحلیل ماکروحفره‌ها، مزوحفره‌ها و میکروحفره‌ها، با استفاده از استانداردهای ISO 15901-1:2006 و ISO 15901-2: 2006 تدوین شده‌است.

۴-۳ مشخصات افزوده و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

توصیه می‌شود مشخصات افزودهٔ فهرست‌شده در جدول ۲ اندازه‌گیری شوند. توصیه می‌شود برای هر یک از مشخصات، از روش‌های اندازه‌گیری فهرست‌شده در جدول ۲ استفاده شود.

جدول ۲ – مشخصات افزوده و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

مشخصات	روش‌های اندازه‌گیری	استاندارد مربوطه
چگالی ظاهری	روش قیف	ISO 3923-1: 2018
چگالی ضربه‌ای	روش ضربه‌ای استوانه‌ای	ISO 3953: 2011
اندازهٔ ذره	روش پراش لیزری	ISO 13320: 2020
کاهش جرم در اثر سوختن	سوزاندن و گرانی‌سنجی[1]	استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۵۰۷ : سال ۱۳۹۴

1- Gravimetry

۵ شرح مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

۵-۱ کلیات

بندهای زیر مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری فهرست‌شده در جدول‌های ۱ و ۲ را به‌تفصیل شرح می‌دهند.

۵-۲ مساحت سطح ویژه

در آلومینای متخلخل نانوساختاری، مساحت سطح ویژهٔ بزرگ، پراکنش مناسب کاتالیست در آلومینای متخلخل را تضمین می‌کند. مساحت سطح ویژه، نسبت مساحت سطح نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری به جرم نمونه است. مساحت سطح ویژهٔ یک نمونه از آلومینای متخلخل نانوساختاری باید هم پیش و هم پس از عملیات حرارتی اندازه‌گیری شود. آنالیز BET [18][19][20] برای روش برجذب گاز را می‌توان برای اندازه‌گیری‌های مساحت سطح ویژه به‌کار برد. روش‌اجرای اندازه‌گیری‌ها را می‌توان در استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۵۸: سال ۱۳۸۸ یافت.

نمونه باید برای حذف رطوبت، پیش از اندازه‌گیری در دمای مناسبی خشک شود (بین $200^{\circ}C$ تا $300^{\circ}C$ توصیه می‌شود). جرم نمونهٔ خشک‌شده اندازه‌گیری و در یک آنالیزور SSA بارگذاری می‌شود. نتیجهٔ SSA به‌دست آمده از آنالیزور که براساس فرمول BET محاسبه شده‌است، ثبت می‌شود.

عملیات حرارتی را باید با نگه‌داشتن نمونه‌ای خشک‌شده در یک دمای مشخص در شرایط هوای جو (دمای بین $1000^{\circ}C$ تا $1100^{\circ}C$ و از ۴ ساعت تا ۱۰ ساعت توصیه می‌شود) انجام داد و سپس نمونه را تا دمای اتاق سرد کرد. خریدار و فروشنده می‌توانند در مورد دما و زمان توافق کنند.

۵-۳ حجم حفرهٔ ویژه

حجم حفرهٔ ویژه یکی از پارامترهایی است که ساختار تخلخلی آلومینا را که جایگاه اصلی توزیع کاتالیست است، بازتاب می‌دهد. بنابراین، اندازهٔ مناسب حجم حفرهٔ ویژه، می‌تواند پراکنش مطلوب کاتالیست و فعالیت کاتالیستی را تضمین کند.

حجم حفرهٔ ویژهٔ نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری باید هم پیش و هم پس از عملیات حرارتی اندازه‌گیری شود. حجم حفرهٔ ویژه از یک فرمول BJH که از نظریهٔ «چگالش مویینگی کلوین[1]» به‌دست آمده، محاسبه می‌شود. روش‌اجرای اندازه‌گیری‌ها را می‌توان در استاندارد ISO 15901-2: 2006 یافت.

استاندارد ISO15901-2: 2006 روش‌اجرای اندازه‌گیری‌هایی برای ارزشیابی تخلخل و توزیع اندازهٔ حفرهٔ مواد جامد با استفاده از برجذب گاز را شرح می‌دهد. توصیه می‌شود این استاندارد برای نمونه‌های پودری آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌کار گرفته شود، زیرا برای مواد جامدی که قطر حفره در آن‌ها در گسترهٔ ۲ nm تا ۱۰۰nm است، تدوین شده‌است.

1- Kelvin capillary condensation

عملیات حرارتی را باید با نگه‌داشتن نمونه‌ای خشک‌شده در یک دمای مشخص در شرایط هوای جو (دمای بین $^{\circ}C$ ۱۰۰۰ تا $^{\circ}C$ ۱۱۰۰ و از ۴ ساعت تا ۱۰ ساعت توصیه می‌شود) انجام داد و سپس نمونه را تا دمای اتاق سرد کرد. خریدار و فروشنده می‌توانند در مورد دما و زمان توافق کنند.

۵-۴ قطر حفره

قطر حفره یکی از پارامترهایی است که ساختار تخلخلی آلومینا را بازتاب می‌دهد. اندازهٔ مناسب قطر حفره، انتشارِ روان گازهای خروجی اگزوز را تضمین و واکنش کاتالیستی را تسهیل می‌کند.

قطر حفرهٔ یک نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری باید بدون عملیات حرارتی اندازه‌گیری شود. قطر حفره از یک فرمول BJH که از نظریهٔ چگالش مویینگی کلوین به‌دست آمده، محاسبه می‌شود. روش‌اجرای اندازه‌گیری‌ها را می‌توان در استاندارد ISO 15901-2: 2006 یافت.

استاندارد ISO 15901-2: 2006 روش‌اجرای اندازه‌گیری‌هایی برای ارزشیابی تخلخل و توزیع اندازهٔ حفرهٔ مواد جامد با استفاده از برجذب گاز را شرح می‌دهد. بهتر است این استاندارد برای نمونه‌های پودری آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌کار گرفته شود، زیرا برای مواد جامدی که قطر حفره در آن‌ها در گستره ۲ nm تا ۱۰۰ nm است، تدوین شده‌است.

۵-۵ میزان ناخالصی

ناخالصی‌های موجود در آلومینای متخلخل نانوساختاری اثر منفی بر کاربرد کاتالیست دارند. میزان ناخالصی نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری باید بدون عملیات حرارتی با استفاده از روش اندازه‌گیری مناسبی، اندازه‌گیری شود. میزان ناخالصی، نسبت جرم عنصر به جز محتوای آلومینا در نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری به جرم نمونهٔ خشک‌شده است.

توصیه می‌شود ناخالصی‌های مرتبط، با استفاده از XRF شناسایی شوند. به‌طور کلی عناصر ناخالصی اصلی، Si، Fe، Ti، Ca، Na و K هستند.

اندازه‌گیری میزان ناخالصی‌ها با روشی مناسب، الزامی است، برای مثال:

– روش ICP-OES، روشی است برای تعیین میزان تمامی عناصر فلزی و برخی از عناصر غیرفلزی [21].

– استاندارد ISO 17942: 2014 روش‌هایی برای تعیین میزان ناخالصی در بور نیترید را با استفاده از روش ICP-OES ارائه می‌کند.

– روش ICP-AES می‌تواند میزان ناخالصی‌های آلومینای متخلخل نانوساختاری را نیز تعیین کند [22].

– استاندارد ملی ایران شماره ۳-۸۰۳۷: سال ۱۳۹۰، روش‌هایی را برای تعیین میزان ناخالصی در منیزیت ودولومیت با استفاده از ICP-AES ارائه می‌کند.

روش‌های ICP-OES و ICP-AES روش‌های یکسانی هستند و نتایج اندازه‌گیری آن‌ها معادل یکدیگر است.

۵-۶ چگالی ظاهری

چگالی ظاهری آلومینای متخلخل نانوساختاری بر رفتار رئولوژیکی (شارش‌شناختی)[1] دوغاب کاتالیستی، هنگامی که روی لانه‌زنبوری سرامیکی نشانده می‌شود، اثر دارد. توصیه می‌شود چگالی ظاهری نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری، بدون عملیات حرارتی، با یک روش اندازه‌گیری مناسب اندازه‌گیری شود.

چگالی ظاهری را می‌توان با روش قیف، اندازه‌گیری کرد. نمونه باید برای حذف رطوبت در دمای مناسبی خشک شود (بین $200\ ^{\circ}C$ تا $300\ ^{\circ}C$ توصیه می‌شود). سپس پودر خشک‌شده که در شرایط سست قرار دارد، در فنجانی با حجم مشخص ریخته می‌شود. شرایط سست با قراردادن قیف در فاصله مشخصی بالای فنجان، هنگام پر کردن فنجان، حاصل می‌شود. نسبت بین جرم تعیین‌شده از طریق وزن کردن و حجم، چگالی ظاهری را بیان می‌کند.

استاندارد ISO 3923-1: 2018 اجرای روش قیف برای تعیین چگالی ظاهری پودرهای فلزی تحت شرایط استاندارد را تعیین می‌کند[23]. این روش می‌تواند برای آلومینای متخلخل نانوساختاری مناسب باشد.

۵-۷ چگالی ضربه‌ای

چگالی ضربه‌ای آلومینای متخلخل نانوساختاری بر سیالیت[2] دوغاب کاتالیستی، هنگامی که روی لانه‌زنبوری سرامیکی نشانده می‌شود، اثر دارد. بهتر است چگالی ضربه‌ای نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری بدون عملیات حرارتی، با یک روش مناسب اندازه‌گیری شود.

نمونه باید برای حذف رطوبت در دمای مناسبی خشک شود (بین $200\ ^{\circ}C$ تا $300\ ^{\circ}C$ توصیه می‌شود). مقدار مشخصی از پودر در ظرفی با استفاده از یک دستگاه ضربه‌زن تکان داده‌می‌شود تا زمانی‌که دیگر کاهشی در حجم رخ ندهد [24]. چگالی ضربه‌ای، جرم نمونه پودری تقسیم بر حجم نهایی آن است.

روش‌اجرای اندازه‌گیری‌ها را می‌توان در استاندارد ISO 3953: 2011 یافت.

۵-۸ اندازهٔ ذره

بهتر است اندازهٔ ذره در نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری با یک روش اندازه‌گیری مناسب اندازه‌گیری شود.

اندازهٔ ذره، اغلب با روش پراش لیزری برای تعیین مشخصات آلومینای نانوساختاری، اندازه‌گیری می‌شود [25]. چون استاندارد ISO 13320: 2020 روش‌اجراهای اندازه‌گیری پراش لیزری قابل‌اعمال بر پودرها را شرح می‌دهد، می‌توان آن را برای نمونه‌های آلومینای متخلخل نانوساختاری نیز به‌کار برد.

1- Rheological
2- Fluidity

برای اندازه‌گیری اندازهٔ ذره در آلومینای متخلخل نانوساختاری، یک باریکه لیزر از نمونه آزمون تعلیقه‌ای که در آن آلومینای متخلخل با غلظت کافی در یک مایع مناسب پخش شده‌است، عبور می‌کند. نور پراکنده‌شده به‌وسیله ذرات در زاویه‌های مختلف، با آشکارسازهای چندعنصره اندازه‌گیری می‌شود و مقادیر عددی مربوط به الگوی پراکندگی برای آنالیزهای بعدی ثبت می‌شوند. این مقادیرِ عددیِ پراکندگی سپس با یک مدل اپتیکی و روش ریاضی مناسب تبدیل می‌شوند تا نسبت حجم کل ذرات به عدد گسسته‌ای از دسته‌بندی اندازهٔ ذرات به‌دست آید و یک توزیع حجمی از اندازهٔ ذرات تشکیل شود.

روش‌اجرای اندازه‌گیری‌ها را می‌توان در استاندارد ISO 13320: 2020، یافت.

۵-۹ کاهش جرم در اثر سوختن

کاهش جرم در اثر سوختن، برای اندازه‌گیری اجزای فرّار و اجزای آلی در نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌کار می‌رود.

کاهش جرم در اثر سوختن، نسبت اختلاف جرم نمونه آلومینای متخلخل نانوساختاری به‌شکل پودر خشک‌شده، پیش و پس از عملیات حرارتی تا یک دمای مشخص بالا است. روش گرانی‌سنجی برای تعیین کاهش جرم در اثر سوختن به‌کار می‌رود [26]. توصیه می‌شود نمونه دست‌کم به مدت یک ساعت در دمای ۱۰۰۰ °C نگهداری شود. نتایج اندازه‌گیری معمولا به‌صورت درصد کسر جرمی بیان می‌شوند.

روش‌اجرای اندازه‌گیری‌ها را می‌توان در استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۵۰۷: سال ۱۳۹۴، یافت.

۶ گزارش‌دهی

توصیه می‌شود گزارش شامل اطلاعات زیر باشد، اما محدود به این موارد نشود:

الف- تمامی جزئیاتی که به‌طور کلی برای شناسایی محصول آزمون‌شده لازم هستند (نام محصول، نام شیمیایی، شماره بهر[1])؛

ب- ارجاع به این استاندارد ملی، INSO 23110؛

پ- مشخصات اندازه‌گیری‌شده، نتایج اندازه‌گیری (همراه با بیان عدم‌قطعیت)، روش‌های آماده‌سازی و اندازه‌گیری نمونه مطابق جدول ۱ و روش‌های مطابق جدول ۲ با توافق بین خریداران و فروشندگان؛

ت- تاریخ اندازه‌گیری، نام آزمایشگاهی که اندازه‌گیری در آن انجام شده و شرحی در مورد سامانه کیفیت آزمایشگاه محل اندازه‌گیری برای تک تک مشخصات؛

ث- داده‌های پشتیبان در اندازه‌گیری‌ها، درصورت وجود؛

ج- موارد انحراف از این استاندارد و توجیحات آن‌ها، درصورت وجود.

1- Lot number

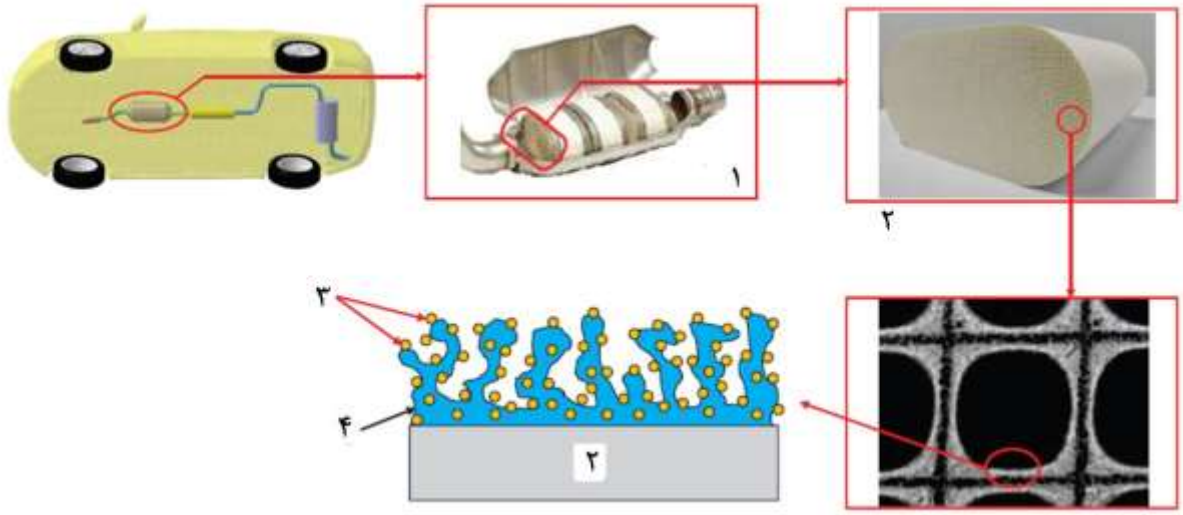
نمونه‌ای از قالب جدول گزارش‌دهی در پیوست ب نشان داده شده‌است.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

طرحوارهٔ تصویری مبدل کاتالیستی سه‌راهه

شکل الف-۱، طرحواره‌ای از ساختار یک TWC را به‌تصویر می‌کشد. تصویر نشان می‌دهد که لانه‌زنبوری سرامیکی و آلومینای متخلخل نانوساختاری نقش‌های متفاوتی در یک TWC ایفا می‌کنند.



راهنما:

۱ TWC
۲ لانه‌زنبوری سرامیکی
۳ کاتالیست فلز نجیب
۴ پایه‌آلومینای متخلخل نانوساختاری

شکل الف-۱- طرحوارهٔ تصویری مبدل کاتالیستی سه‌راهه

پیوست ب

(آگاهی‌دهنده)

نمونه قالب جدول گزارش‌دهی

جدول ب-۱، نمونه‌ای از قالب جدول گزارش‌دهی را نشان می‌دهد.

بهتر است مطابق توافق بین خریدار و فروشنده، تاریخ اندازه‌گیری، نام آزمایشگاهی که اندازه‌گیری در آن انجام شده و شرحی در مورد سامانه کیفیت آزمایشگاه اندازه‌گیری ارائه شود.

جدول ب-۱- قالب جدول گزارش‌دهی

کلیات			
نام محصول		نام شیمیایی	
شماره بهر		اطلاعات مرجع	
مشخصات			
مشخصه	نتایج اندازه‌گیری		روش اندازه‌گیری
مساحت سطح ویژه (m^2/g)			
مساحت سطح ویژه: پس از عملیات حرارتی (m^2/g)			
حجم حفرهٔ ویژه (m^3/kg)			
حجم حفرهٔ ویژه: پس از عملیات حرارتی (m^3/kg)			
قطر حفره (nm)			
چگالی ظاهری (kg/m^3)			
چگالی ضربه‌ای (kg/m^3)			
اندازهٔ ذره (μm)			
کاهش جرم در اثر سوختن (درصد کسر جرمی)			
میزان ناخالصی			
ناخالصی	دادهٔ آنالیز		روش اندازه‌گیری
سیلیسیم، Si (درصد کسر جرمی)			
آهن، Fe (درصد کسر جرمی)			
تیتانیوم، Ti (درصد کسر جرمی)			
کلسیم، Ca (درصد کسر جرمی)			
سدیم، Na (درصد کسر جرمی)			
پتاسیم، K (درصد کسر جرمی)			

کتاب‌نامه

[۱] استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۹۴: سال ۱۳۸۷، آلومینیوم و آلیاژهای آلومینیومی- قطعه‌های ریخته‌گری- ترکیب شیمیایی و خواص مکانیکی

[2] ISO 3923-1:2018, Metallic powders — Determination of apparent density — Part 1: Funnel method

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۹۵۳۱: سال ۱۳۸۸، پودرهای فلزی- تعیین چگالی ظاهری- قسمت ۱: روش قیف، با استفاده از استاندارد ISO 3923-1: 2008 تدوین شده‌است.

[3] ISO 3953:2011, Metallic powders — Determination of tap density

[4] ISO 9161:2019, Uranium dioxide powder — Determination of apparent density and tap density

[۵] استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۵۲۵: سال ۱۳۹۱، تعیین مساحت سطح ویژه جامدات توسط جذب سطحی گاز- روش BET

[۶] استاندارد ملی ایران شماره ۳-۸۰۳۷: سال ۱۳۹۰، دیرگدازها- تجزیه شیمیایی فراورده‌های دیرگداز منیزیتی و دولومیتی (جایگزین روش فلورسانس اشعه X) – قسمت ۳: طیف‌سنجی نوری نشر اتمی پلاسمای جفت‌شده القایی (ICP-AES)

[۷] استاندارد ملی ایران شماره ۸۰۶۲: سال ۱۳۸۹، کانه آهن و آهن اسفنجی- واژه‌نامه

[۸] استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۵۰۷: سال ۱۳۹۴، کانه‌های آهن- تعیین کاهش وزن در اثر اشتعال- روش وزن‌سنجی

[9] ISO 13320:2020, Particle size analysis — Laser diffraction methods

[10] ISO 15901-1:2016, Evaluation of pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption — Part 1: Mercury porosimetry

[11] ISO 15901-2:2006, Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption — Part 2: Analysis of mesopores and macropores by gas adsorption

[12] ISO 17942:2014, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Methods for chemical analysis of boron nitride powders

[۱۳] استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۵۸: سال ۱۳۸۸، سرامیک‌های ظریف (سرامیک‌های پیشرفته، سرامیک‌های صنعتی پیشرفته) – مساحت سطحی ویژه پودرهای سرامیکی به‌وسیله جذب گاز با استفاده از روش BET- روش آزمون

[14] ISO 20507:2014, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Vocabulary

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۹۲۲: سال ۱۳۸۷، سرامیک‌های ظریف (سرامیک‌های پیشرفته، سرامیک‌های صنعتی پیشرفته)- واژه‌نامه، با استفاده از استاندارد ISO 20507: 2003 تدوین شده‌است.

[15] Thompson G.E. Porous anodic alumina: fabrication, characterization and applications. Thin Solid Film. 1997, **297**, pp. 192–201

[16] Roth D., Gelin P., Tena E., Primet M. Combustion of methane at low temperature over Pd and Pt catalysts supported on Al2O3, SnO2 and Al2O3-grafted SnO2. Topics in Catalysis. 2001, **16**, pp. 77–82

[17] Pingping Jiang, Guanzhong Lu, Yanglong Guo, Shunhai Zhang Xingyi Wang. Preparation properties of a γ-Al2O3 wash coat deposited on a ceramic honeycomb. Surface and Coatings Technology. 2005, **190**(2–3), pp. 314–320

[18] Parida K.M., Pradhan A.C., Das J., Sahu N. Synthesis and characterization of nano-sized porous gamma-alumina by control precipitation method. Materials Chemistry and Physics. 2009, **113**(1), pp. 244–248

[19] Thommes M., Kaneko K., Neimark A.V. et al. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 2015, **87**(9–10)

[20] Beguin B., Garbowski E., Prinot M. Stabilization of alumina by addition of lanthanum. Applied Catalysis. 1991, **75**(1), pp. 119–132

[21] Olesik J.W. Elemental analysis using ICP-OES and ICP/MS. *Anal. Chem*. 1991, **63**(1), pp. 12A–21A

[22] Harada Y., Kurata N., Furuno G. Determination of impurities in high-purity mullite and alumina by ICP-AES. *Bunseki Kagaku*. 1991, **40**(2), pp. 77–82

[23] Popov K.I., Krstic S.B., Pavlović M.G. The critical apparent density for the free flow of copper powder. *Journal of the Serbian Chemical Society*. 2003, **68**(6), pp. 511–513

[24] Huang Caijuan, Yang Xiangping. Influence of Roasting Factors on Tap Density of AMD. *Journal of The Chinese Rare Earth Society*. 2008, **26**, pp. 469–472

[25] Rodríguez-Parra J., Moreno R., Velázquez Nieto M.I. Effect of cooling rate on the microstructure and porosity of alumina produced by freeze casting. *Journal of the Serbian Chemical Society*. 2012, **77**(12), pp. 1775–1785

[26] Vaidya S.D., Thakkar N. Study of phase transformations during hydration of rho alumina by combined loss on ignition and X-ray diffraction technique. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2001, **62**(5), pp. 977–986