استاندارد ملی ایران
۲۲۷۷۹-۲
چاپ اول
۱۴۰۱

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

INSO
22779-2
1st Edition
2022

Identical with
ISO/TS 21236-2:
2021

# فناوری نانو- نانومواد رس- قسمت ۲: تعیین مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌های نانوصفحات رس مورداستفاده در کاربردهای فیلم سدکنندهٔ گاز

# Nanotechnologies – Clay nanomaterials – Part 2: Specification of characteristics and measurements for clay nanoplates used for gas-barrier film applications

ICS: 07.120

**سازمان ملی استاندارد ایران**

تهران،ضلع جنوب غربی 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 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 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 اعضایکمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی‌که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استانداردملی ایرانچاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که براساس 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 استانداردهایملی 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 محیط‌زیستی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباریکند. 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 بر اساس 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- نانومواد رس- قسمت ۲: تعیین مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌های نانوصفحات رس مورداستفاده در کاربردهای فیلم سدکنندهٔ گاز»

| **رئیس:** | **سمت و/یا محل اشتغال:** |
|---|---|
| صادق‌حسنی، صدیقه<br>(دکتری شیمی تجزیه- الکتروشیمی) | عضو هیئت علمی- پژوهشگاه صنعت نفت |
| **دبیر:** | |
| دارابی، عادله<br>(دکتری فیزیک) | عضو مستقل |
| **اعضا:** (اسامی به ترتیب حروف الفبا) | |
| اسلامی‌پور، الهه<br>(کارشناسی ارشد زیست‌شناسی) | کارشناس- کارگروه استاندارد و ارزیابی ستاد ویژه توسعه فنـاوری نانو |
| سهرابی، ابوذر<br>(دکتری نانوفناوری- نانومواد) | رئیس هیئت مدیره- شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته |
| سیفی، مهوش<br>(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی) | کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو ISIRI/TC 2299 |
| عسکری ، مجید<br>(کارشناسی ارشد مهندسی و علم مواد- نانومواد) | رئیس هیئت مدیره - شرکت توان پیشرو صنعت آوید |
| لسان‌خوش منفرد ، رسول<br>(دکتری مهندسی و علم مواد) | مدیرعامل- شرکت بسپار پیشرفته شریف |
| **ویراستار:** | |
| سیفی، مهوش<br>(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی) | کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو ISIRI/TC 2299 |

## فهرست مندرجات

**عنوان** **صفحه**


پیش‌گفتار و
مقدمه ز
۱ هدف و دامنهٔ کاربرد ۱
۲ مراجع الزامی ۱
۳ اصطلاحات و تعاریف ۱
۴ کوته‌نوشت‌ها ۳
۵ مشخصه‌ها و روش‌های اندازه‌گیری ۳
۵-۱ کلیات ۳
۵-۲ ترکیب‌بندی کانی ۴
۵-۳ ترکیب‌بندی شیمیایی ۵
۵-۴ ظرفیت تبادل کاتیونی ۵
۵-۵ اندازهٔ ذره ۵
۵-۶ کاهش جرم در اثر سوختن ۶
۵-۷ ظرفیت برجذب متیلن‌بلو ۶
۵-۸ نسبت منظری ۷
۵-۹ شکل‌پذیری فیلم ۷
۵-۱۰ گرانروی ۷
۶ گزارش‌دهی ۸
پیوست الف (آگاهی‌دهنده) پروتکل‌های اندازه‌گیری ۱۰
پیوست ب (آگاهی‌دهنده) اصول سدکنندگی گاز با استفاده از نانوصفحات رس ۱۶
پیوست پ (آگاهی‌دهنده) زنجیره‌های ارزش مواد نانوصفحه‌ای رس ۲۱
پیوست ت (آگاهی‌دهنده) مثالی از برگهٔ گزارش‌دهی ۲۲
کتاب‌نامه ۲۳

## پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- نانومواد رس- قسمت ۲: تعیین مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌های نانوصفحات رس مورداستفاده در کاربردهای فیلم سدکنندهٔ گاز» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تهیه و تدوین شده، در یکصد و هجدهمین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۱/۰۵/۱۲ 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 در صورت 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 21236-2: 2021, Nanotechnologies – Clay nanomaterials – Part 2: Specification of characteristics and measurements for clay nanoplates used for gas-barrier film applications

**مقدمه**

در سال‌های اخیر، با کاربرد گستردهٔ فیلم‌های پلاستیکی و پلاستیک‌های صلب برای بسته‌بندی موادغذایی، بسته‌بندی پزشکی، افزاره‌های الکترونیکی، ساخت‌وساز،کشاورزی و غیره، خاصیت سدکنندگی در مواد بسپاری اهمیت روزافزونی پیدا کرده‌است. تمامی مواد بسپاری درجات مختلفی از تراوایی گاز دارند. بنابراین سطح موردنیاز عملکرد سدکنندگی گاز، بسته به کاربرد تغییر می‌کند. چون فیلم‌های تک‌لایه عموما نسبت به بیشتر گازها کاملا تراوا هستند، فیلم‌های سدکننده اغلب متشکل از فیلم‌های پوشش‌دهی‌شده یا چندلایه‌ای هستند که به‌گونه‌ای طراحی شده‌اند تا نسبت به مهاجرت گاز و رطوبت نفوذناپذیر باشند. فیلم‌های به‌کاررفته در بسته‌بندی موادغذایی باید خاصیت سدکنندگی اکسیژن و بخارآب داشته باشند. فیلم شفاف سدکنندهٔ گاز که با اعمال روش نهشت بخار آلومینا یا سیلیکا روی یک فیلم نایلون یا پت (PET) [1] ایجاد شده، عموما برای بسته‌بندی موادغذایی، مواد دارویی و تولیدات صنعتی به‌کار می‌رود. برای نمایشگرهای دیود نورگسیل آلی، به فیلمی با سطح بالاتری از خاصیت سدکنندگی گاز نیاز است. با استفاده از فیلم‌های معمول بسته‌بندی‌های مواد غذایی، نمی‌توان به چنین سطح بالایی از خاصیت سدکنندگی گاز دست یافت.

انتظار می‌رود از فیلم‌های سدکنندهٔ سطح بالای گاز در گسترهٔ وسیعی از زمینه‌های مختلف از جمله الکترونیک، بسته‌بندی دارویی و انبارش هیدروژن استفاده شود. برای بهبود خواص سدکنندگی در بسته‌بندی پلاستیکی رویکردهای مختلفی را می‌توان درنظر گرفت. یک روش، افزودن نانواشیای ناتراوا نسبت به‌گاز در پلاستیک و تشکیل نانوچندسازه است. یکی از رایج‌ترین انواع نانوچندسازه‌های بسپاری، حاوی نانوصفحات رس است. این نانومواد رس خواص سدکنندگی را بهبود می‌بخشند. گزارش‌های بسیاری، گسترش بازار مواد نانوچندسازه را پیش‌بینی می‌کنند.

مقالات علمی و گواهی‌های ثبت اختراع بسیاری در مورد مواد چندسازه‌ایِ سدکنندهٔ گاز با استفاده از نانوصفحات رس وجود دارد. مخلوط‌کردن نانوصفحات رس با بسپار، خواص سدکنندگی را بهبود می‌بخشد. پدیدهٔ سدکنندگی سطح بالای گاز در «مدل مارپیچی نیلسن» [2] شرح داده شده‌است. محصولات رسی فراوانی به شکل تعلیقه یا پودر وجود دارند و اثر بارگذاری [3] در هریک متفاوت است. هریک از فرایندهای مختلف تولید، مشخصه‌های مختلفی به مواد حاوی رس می‌دهند. محصولات رسی متنوعی برای خرید در دسترس هستند، از جمله اسمکتیت [4]، تالک [5]، کائولینیت [6] و میکا [7]. برخی از این محصولات برای خواص سدکنندگی مناسب هستند و برخی دیگر نیستند. از بین این محصولات رسی، آن‌هایی که نسبت منظری بالا و میل ترکیبی بالا با پلاستیک داشته باشند، ارجحیت دارند. توصیه می‌شود کاربران محصولات نانوصفحه‌ای رس،

1- Polyethylene terephthalate
2- Nielsen's tortuous model
3- Loading
4- Smectite
5- Talc
6- Kaolinite
7- Mica

داده‌های مربوط به مشخصات شرح داده‌شده در کاتالوگ (نماکالا) را وارسی کنند؛ زیرا این مشخصات برای انتخاب نانوصفحات رسِ با کیفیت بالا برای فیلم‌های سدکنندهٔ گاز اهمیت دارند.

استاندارد ISO/TS 21236-1 مشخصه‌های نانومواد لایه‌ای رس به‌شکل پودر و همچنین مشخصه‌های انواع اصلاح‌شدهٔ شیمیایی آن را تعیین می‌کند و روش‌های اندازه‌گیری مربوط به آن‌ها را شرح می‌دهد.

این استاندارد مشخصه‌هایی از نانوصفحهٔ رس که باید اندازه‌گیری شوند و روش‌های در دسترس از لحاظ صنعتی برای اندازه‌گیری این مشخصه‌ها را تعیین می‌کند. به‌علاوه، پروتکل‌های اندازه‌گیری را نیز شرح می‌دهد. همچنین پایه‌ای مستحکم برای تحقیق، توسعه و تجاری‌سازی مواد نانوصفحه‌ای رس برای کاربرد فیلم‌های سدکننده برای بخارآب و گازهای خشک فراهم می‌آورد.

# فناوری نانو- نانومواد رس- قسمت ۲: تعیین مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌های نانوصفحات رس مورداستفاده در کاربردهای فیلم سدکنندهٔ گاز

## ۱ هدف و دامنهٔ کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مشخصه‌هایی که اندازه‌گیری می‌شوند و روش‌های اندازه‌گیری نمونه‌های نانوصفحه‌ای رس به‌شکل پودر و تعلیقه، مورد استفاده در فیلم‌های سدکنندهٔ گاز است. به‌علاوه، پروتکل‌های اندازه‌گیری برای هریک از مشخصه‌ها نیز شرح داده می‌شود.

این استاندارد به مشخصه‌های مربوط به اصلاحات پساساخت[1] نانوصفحات رس نمی‌پردازد و ملاحظات مربوط به مباحث سلامت و ایمنی حین ساخت یا استفاده را نیز پوشش نمی‌دهد.

## 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 شمارهٔ ۶-۸۰۰۰۴ : سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۶ : مشخصه‌یابی نانوشیء

## ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه‌بر اصطلاحات و تعاریف ارائه‌شده در استاندارد ملی ایران- ایزو شمارهٔ ۶-۸۰۰۰۴، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به‌کار می‌رود[2]:

1- Post-manufacturing

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

**۳-۱**

**فیلم سدکنندهٔ گاز**

**gas barrier film**

فیلمی است که نفوذ گاز را کاهش می‌دهد.

**۳-۲**

**نانوصفحه**

**nanoplate**

نانوشیئی با یک بعد خارجی در مقیاس نانو و دو بعد خارجی دیگر که به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای بزرگ‌تر هستند.

[منبع: زیربند ۴-۶، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴ : سال ۱۳۹۵، تغییریافته- یادآوری حذف شده‌است.]

**۳-۳**

**نانوصفحهٔ رس**

**clay nanoplate**

نانوصفحه‌ای متشکل از رس است.

**۳-۴**

**نانوچندسازه بسپاری رسی**

**polymer clay nanocomposite**

نانوچندسازهٔ ماتریس بسپاری که دارای یک فاز رس نانوساختاریافته است.

[منبع: زیربند ۴-۲-۱-۱، استاندارد ملی ایران شماره ۴-۱۸۳۹۲: سال ۱۳۹۳]

**۳-۵**

**شکل‌پذیری فیلم**

**film formability**

قابلیت شکل‌گیری یک فیلم از تعلیقه، بدون افزودنی است.

**یادآوری-** به مرجع [10] مراجعه شود.

## ۴ کوته‌نوشت‌ها

| کوته‌نوشت | اصطلاح انگلیسی | معادل فارسی |
|---|---|---|
| AAS | atomic absorption spectroscopy | طیف‌سنجی جذب اتمی |
| AFM | atomic force microscopy | میکروسکوپی نیروی اتمی |
| DLS | dynamic light scattering | پراکندگی پویای نور |
| EPMA | electron probe micro analysis | میکروآنالیز پروب (کاوند) الکترونی |
| ICP | inductively coupled plasma spectrometry | طیف‌سنجی پلاسمای جفت‌شدهٔ القایی |
| SEM-EDX | scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray spectroscopy | میکروسکوپی الکترونی روبشی- طیف‌سنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی |
| TEM | transmission electron microscopy | میکروسکوپی الکترونی عبوری |
| TGA | thermogravimetric analysis | آنالیز گرماوزن‌سنجی |
| UV-Vis | ultraviolet-visible spectrophotometry | طیف‌نورسنجی فرابنفش- مرئی |
| XRD | X-ray diffraction | پراش پرتو ایکس |
| XRF | X-ray fluorescent analysis | آنالیز فلوئورسانس پرتو ایکس |

**یادآوری**- هر دو اصطلاح spectrometry و spectroscopy، طیف‌سنجی درنظر گرفته می‌شوند.

## ۵ مشخصه‌ها و روش‌های اندازه‌گیری

### ۵-۱ کلیات

مشخصه‌های نمونه‌های نانوصفحه‌ای رس که اندازه‌گیری یا شناسایی می‌شوند و روش‌های کاربردی اندازه‌گیری در جدول‌های ۱ و ۲ فهرست شده‌اند. مشخصه‌های فهرست‌شده در جدول ۱ باید با استفاده از روش‌های فهرست‌شده اندازه‌گیری شوند. مشخصه‌های فهرست‌شده در جدول ۲، توصیه می‌شود با روش‌های فهرست‌شده اندازه‌گیری شوند. ستون میانی در جدول‌های ۱ و ۲، شکل پودری یا تعلیقه‌ای آزمونه را که برای اندازه‌گیری هریک از مشخصه‌ها به‌کار می‌رود، مشخص می‌کند. آزمونه‌ها به‌شکل مشخص‌شده، از نمونهٔ پودری یا تعلیقه‌ای نانوصفحات رس تهیه می‌شوند.

برای پروتکل‌های اندازه‌گیری هریک از مشخصه‌ها، به پیوست **الف** مراجعه شود.

**جدول ۱- مشخصه‌های الزامی نمونه‌های نانوصفحه‌ای رس برای اندازه‌گیری یا شناسایی**

| مشخصه‌ها | شکل آزمونه | روش‌های اندازه‌گیری |
|---|---|---|
| ترکیب‌بندی کانی | پودر | XRD، میکروسکوپی قطبشی |
| ترکیب‌بندی شیمیایی | پودر | ICP، AAS، XRF، SEM-EDX یا EPMA |
| ظرفیت تبادل کاتیونی | پودر | روش شولن‌برگر [12] |
| اندازهٔ ذره | تعلیقه | روش پراش لیزری یا DLS |
| کاهش جرم در اثر سوختن | پودر | اندازه‌گیری وزن یا TGA |

**جدول ۲- مشخصه‌های پیشنهادی نمونه‌های نانوصفحه‌ای رس برای اندازه‌گیری یا شناسایی**

| مشخصه‌ها | شکل آزمونه | روش‌های اندازه‌گیری |
|---|---|---|
| ظرفیت برجذب متیلن‌بلو | پودر | روش کاغذ صافی یا UV-Vis |
| نسبت منظری | پودر | AFM، TEM یا SEM |
| شکل‌پذیری فیلم | پودر | روش قالب‌گیری[1] تعلیقه‌ای |
| گرانروی | تعلیقه | گرانروی‌سنجی[2] |

1- Casting
2- Viscometry

برای اصول سدکنندگی گاز با استفاده از نانوصفحات رس، به پیوست **ب** مراجعه شود. برای زنجیره‌های ارزش مواد نانوصفحه‌ای رس، به پیوست **پ** مراجعه شود.

### ۲-۵ ترکیب‌بندی کانی

یک نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس معمولا از کانی‌های مختلفی تشکیل می‌شود. رس اسمکتیت طبیعی می‌تواند حاوی کوارتز، میکا، فلدسپار[1] و کلسیت باشد. میزان ترکیب‌بندی کانی یک آزمونهٔ نانوصفحه‌ای رس، نسبت جرم کانی در آزمونهٔ نانوصفحه‌ای رس به جرم کل آزمونه است. باید نوع کانی‌ها شناسایی و میزان هریک از آن‌ها نیز اندازه‌گیری شود. نتایج اندازه‌گیری میزان ترکیب‌بندی کانی برای هریک از ترکیبات کانی باید به‌صورت درصد وزنی (wt %) بیان شود.

ترکیب‌بندی کانی را باید با XRD [11]، EPMA یا میکروسکوپی قطبشی روی نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس به‌شکل پودر اندازه‌گیری کرد. روش EPMA، یک روش مکمل[2] برای نمونه‌های نانوصفحه‌ای رس است. میکروسکوپی قطبشی، یک روش متمم[3] است که اطلاعاتی در مورد فاز کانی به‌دست می‌دهد و هیچ‌گونه اطلاعاتی در مورد ترکیب‌بندی ارائه نمی‌کند. این اندازه‌گیری به‌عنوان یک روش مکمل برای افزایش اطمینان‌پذیری[4] شناسایی کانی‌ها به‌کار می‌رود. برای اندازه‌گیری، یک نمونه فیلم نازک با روش قالب‌گیری

1- Feldspar
2- Complementary
3- Supplementary
4- Reliability

تعلیقه‌ای یا روش‌های مشابه آماده می‌شود. اگر نمونه به‌شکل تعلیقه تهیه شده‌باشد، با خشک کردن نمونهٔ تعلیقه‌ای در ۱۰۰ °C، آزمونه‌ای به‌شکل پودر آماده می‌شود. در موارد XRD، میزان ترکیب‌بندی کانی از نسبت شدت پیک (قلهٔ) کانی‌ها محاسبه می‌شود. روش معمول این است که از استاندارد و معیارهای داخلی از جمله مواد مرجع داخلی استفاده شود. برای اندازه‌گیری، یک نمونهٔ فشرده‌شده با سطح تخت‌شده یا یک نمونهٔ جهت‌دار تثبیت‌شده، با قالب‌گیری تعلیقه‌ای آماده می‌شود.

### ۵-۳ ترکیب‌بندی شیمیایی

منظور از ترکیب‌بندی شیمیایی، عناصر موجود در یک نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس است. ترکیب‌بندی شیمیایی باید اندازه‌گیری شود و نتیجهٔ مربوط به هر یک از عناصر باید به‌صورت درصد وزنی (wt %) بیان شود.

ترکیب‌بندی شیمیایی باید شناسایی شود و میزان آن باید با روش‌های ICP، AAS، XRF، SEM-EDX یا EPMA برای نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس به‌شکل پودر، اندازه‌گیری شود. روش SEM-EDX، یک روش مکمل برای نمونه‌های نانوصفحه‌ای رس است. اگر نمونه به‌شکل تعلیقه تهیه شده‌باشد، با خشک کردن نمونهٔ تعلیقه‌ای در ۱۰۰ °C، آزمونه‌ای به‌شکل پودر آماده می‌شود. در مورد اندازه‌گیری‌های ICP و AAS، تعلیقهٔ آبی باید با غلظت مناسبی آماده شود. برای اندازه‌گیری XRF، آزمونهٔ خشک‌شدهٔ جامد در اندازهٔ مناسبی آماده می‌شود.

### ۵-۴ ظرفیت تبادل کاتیونی

ظرفیت تبادل کاتیونی، تعداد کاتیون‌های مبادله‌پذیر[1] به‌ازای مقدار تعریف شده‌ای از جرم یک نمونهٔ خشک نانوصفحه‌ای رس است. ظرفیت تبادل کاتیونی را باید با روش شولن‌برگر اندازه‌گیری کرد [12] و نتایج را بر حسب یکای میلی‌اکی‌والان هیدروژن به‌ازای ۱۰۰ گرم نمونهٔ پودری خشک (meq+/100g)، یا بر حسب یکای سیستم بین‌المللی یکاها، SI، سانتی‌مول برکیلوگرم (cmol+/kg) بیان کرد. روش شولن‌برگر رایج‌ترین روشی است که برای اندازه‌گیری ظرفیت تبادل کاتیونی خاک‌ها به‌کارمی‌رود. غلظت یونی را می‌توان بر پایهٔ آنالیز عنصری با ICP یا AAS محاسبه کرد [13].

### ۵-۵ اندازهٔ ذره

پراکندگی پویای نور (DLS) یک روش عموما پذیرفته‌شده برای توزیع اندازهٔ ذره است [14]. استاندارد ISO 22412 روش DLS را به‌عنوان روشی برای تخمین اندازهٔ متوسط هیدرودینامیکی ذره و اندازه‌گیری گستردگی (پهن‌شدگی) توزیع اندازه فهرست می‌کند. کاربردپذیری آن بر نانومواد به عوامل زیادی بستگی دارد، عواملی که هم به ماده و هم به چیدمان آزمون مربوط هستند. روش DLS در مواردی که اندازه، گسترهٔ باریکی دارد، می‌تواند اطلاعات خوبی ارائه کند و به‌جای اطلاعات دوبعدی روش‌های میکروسکوپی، اطلاعات سه‌بعدی ارائه می‌کند. روش پراش لیزری را نیز می‌توان برای اندازه‌گیری‌های اندازهٔ

1- Exchangeable

ذره به‌کار برد (به استاندارد ISO 13320 مراجعه شود). در تعلیقه، هم ذرات اولیه و هم ذرات کلوخه‌ای وجود دارند. باید توجه کرد که وقتی غلظت تعلیقه بالا باشد، کلوخه‌های بزرگ‌تری تشکیل می‌شوند. کاربردپذیری این روش به تعلیقه‌های ذره‌ای پایدار با توزیع اندازهٔ تک‌مد (تک‌حالته)[1] و نسبتا باریک، محدود است. شکل ذرات نیز در تفسیر نتایج نقش دارد. نمونه‌های رسی که اندازهٔ جانبی آن‌ها از اندازهٔ اولیه‌شان بزرگ‌تر شده‌است، اغلب به‌دلیل نسبت منظری بزرگ، برای بهبود خواص فیلم سودمندند [15]. تعلیقه با استفاده از روش مناسبی مانند مخلوط کردن با همزن، تکان‌دادن[2]، مخلوط‌کردن چرخشی[3] یا دورانی[4] تهیه می‌شود.

اندازهٔ متوسط ذره برای نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس را باید با روش پراش لیزری یا روش DSL اندازه‌گیری کرد. مقدار تحلیلی که با این روش‌های اندازه‌گیری به‌دست می‌آید، اندازهٔ هیدرودینامیکی است. نتایج باید برحسب یکای نانومتر بیان شوند. استانداردهای ISO 13320 و ISO 22412 به‌ترتیب، پروتکل‌های اندازه‌گیری را برای کاربردهای عمومی روش پراش لیزری و روش DLS، مشخص می‌کنند.

اگر نمونه به‌شکل تعلیقه تهیه شده‌باشد، اندازهٔ ذره همان‌گونه که هست اندازه‌گیری می‌شود. اگر نمونه به‌شکل پودر تهیه شده‌باشد، با پخش‌کردن نمونه در یک مایع پراکنه‌ای[5]، آزمونه‌ای به شکل تعلیقه آماده می‌شود.

### ۵-۶ کاهش جرم در اثر سوختن

کاهش جرم در اثر سوختن، نسبت اختلاف جرم یک نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس به‌شکل پودر خشک، پیش و پس از عملیات حرارتی تا ۱۰۰۰ °C، به جرم نمونه پیش از عملیات حرارتی است. این کمیت، به تجزیهٔ ناخالصی آلی و اصلاح‌کنندهٔ آلی، کاهش آب ساختاری و تغییرات فازی کانی‌های رس با کاهش جرم مربوط است. اگر نمونه به‌شکل تعلیقه تهیه شده‌باشد، با خشک‌کردن نمونهٔ تعلیقه‌ای، آزمونه‌ای به‌شکل پودر آماده می‌شود.

کاهش جرم در اثر سوختن را باید با روش اندازه‌گیری وزن یا آنالیز گرماوزن‌سنجی (TGA) اندازه‌گیری کرد. نتیجه را باید به‌صورت درصد وزنی (wt %) بیان کرد.

میزان آب برجذب‌شده در نمونهٔ نانوصفحه با عنوان میزان رطوبت نشان داده می‌شود (به بند ۶ مراجعه شود).

### ۵-۷ ظرفیت برجذب متیلن‌بلو

ظرفیت برجذب متیلن‌بلوی یک نمونهٔ پودری نانوصفحه‌ای رس، نسبت بیشینه مقدار رزانهٔ[6] برجذب‌شدهٔ متیلن‌بلو در نمونهٔ پودری خشک‌شده‌ای که در آب پخش شده، به جرم نمونهٔ پودری خشک‌شده پیش از

1- Monomodal
2- Shaking
3- Rotating
4- Revolution
5- Dispersion liquid
6- Dye

پخش است. اگر نمونه به‌شکل تعلیقه تهیه شده‌باشد، با خشک‌کردن نمونهٔ تعلیقه‌ای، آزمونه‌ای به‌شکل پودر آماده می‌شود.

توصیه می‌شود ظرفیت برجذب متیلن‌بلو بسته به درستی موردنیاز در اندازه‌گیری، با استفاده از روش کاغذ صافی یا روش UV-Vis [17] اندازه‌گیری شود (به استاندارد ملی ایران- ایزو شمارهٔ ۶-۸۰۰۰۴ مراجعه شود). توصیه می‌شود نتایج برحسب یکای میلی‌مول بر ۱۰۰ گرم (mmol/100g) بیان شوند.

### ۵-۸ نسبت منظری

نسبت منظری یک نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس، نسبت قطر دایرهٔ معادل شیء مسطح درون نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس به ضخامت آن است.

توصیه می‌شود قطر و ضخامت با انتخاب روش مناسب از بین روش‌های AFM [۸]، TEM [۹] [6]، [10] و SEM [20] اندازه‌گیری شده و نتایج برحسب نانومتر بیان شوند. برای اندازه‌گیری درست، توصیه می‌شود که آزمونه‌ها به‌اندازهٔ کافی رقیق، آماده‌شوند تا بین اشیای مسطح در تصویر همپوشانی وجود نداشته باشد. نمونه به‌صورت زیر آماده می‌شود: از نمونهٔ تعلیقه‌ای یا پودری شکل، تعلیقه‌ای به‌اندازهٔ کافی رقیق مانند $۵ \times ۱۰^{-۵}$ wt %، آماده می‌شود. محلول رقیق روی بسترهٔ‌ای با صافی سطح زیرنانومتر قالب‌گیری و خشک می‌شود. قالب‌گیری با چکاندن قطرک‌های تعلیقه با پیپت یا وسیله‌ای مشابه انجام می‌شود. خشک‌کردن تحت شرایط تا حد امکان ملایم که فراتر از ۱۰۰ °C نباشد، انجام می‌شود.

قطر متوسط و ارتفاع متوسط اشیای مسطح اندازه‌گیری می‌شود. نسبت منظری با تقسیم اولی (قطر متوسط) بر دومی (ارتفاع متوسط) محاسبه می‌شود. تعداد داده‌های مربوط به اندازه‌گیری قطر و ضخامت را می‌توان با توافق بین خریدار و فروشنده تعیین کرد.

### ۵-۹ شکل‌پذیری فیلم

شکل‌پذیری فیلم، قابلیت شکل‌گیری فیلم بدون هرگونه افزودنی است [10]. توصیه می‌شود شکل‌پذیری فیلم با مشاهدهٔ دیداری و «آزمون خمش مندرل»[1] رسوب به‌دست‌آمده، ارزشیابی شود. بهتر است نتایج به‌شیوه‌ای که در روش مورداستفاده تعریف شده، بیان شوند. برای پروتکل‌های ارزشیابی، به زیربند **الف-۹** مراجعه شود.

### ۵-۱۰ گرانروی

گرانروی یک سیال، خاصیتی رئولوژیکی است که مقاومت در مقابل جریان‌های برشی را بیان می‌کند. توصیه می‌شود گرانروی یک نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس به‌شکل تعلیقه با روش گرانروی‌سنجی اندازه‌گیری شده و نتایج برحسب یکای پاسکال‌ثانیه (Pa·s) بیان شوند. توصیه می‌شود میزان مادهٔ خشکِ نمونهٔ تعلیقه‌ای، گزارش

1- Mandrel bend test

شده و برحسب یکای واحد بر جرم (1/mass) بیان شود. بهتر است نام مایع تعلیقه و دمای اندازه‌گیری گزارش شود.

اگر نمونه به‌شکل تعلیقه تهیه شده‌باشد، گرانروی آن به‌همان صورتی که هست اندازه‌گیری می‌شود. اگر نمونه به‌شکل پودر تهیه شده‌باشد، با پخش‌کردن نمونهٔ پودری در یک مایعِ پراکنه‌ای مناسب، آزمونه‌ای به‌شکل تعلیقه آماده می‌شود. گرانروی به غلظت رس حساس است. بنابراین، اگر نمونه به‌شکل پودر باشد، غلظت باید ذکر شود.

خریدار و فروشنده می‌توانند در مورد نوع گرانروی‌سنج به‌کاررفته و شرایط اندازه‌گیری توافق کنند.

## ۶ گزارش‌دهی

گزارش‌دهی باید شامل موارد زیر باشد. نمونه‌ای از قالب گزارش‌دهی در پیوست **ت** نشان داده شده‌است.

- شناسنامهٔ نمونه:

- نام نمونه؛

- نام سازنده؛

- شمارهٔ بهر؛

- منبع نمونه؛

- شرایط انبارش[1] پیش از آزمون.

- نام مایع تعلیقه برای نمونهٔ تعلیقه‌ای. در مورد رس آب‌دوست[2]، مایع تعلیقه، آب است. در مورد رس آلی[3]، مایع تعلیقه، یک حلال آلی است.

- میزان مادهٔ خشک: نسبت جرم باقیماندهٔ یک نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس به‌شکل تعلیقه یا پودر پس از خشک‌کردن تا رسیدن به جرم ثابت، به جرم نمونه پیش از خشک‌کردن است. برای نمونه‌های تعلیقه‌ای آبی دمای خشک‌کردن ۱۰۵ ± ۲ °C است (به استاندارد ISO 11465 مراجعه شود). نتایج اندازه‌گیری به‌صورت درصد وزنی (wt %) بیان می‌شوند.

- میزان رطوبت: میزان رطوبت یک نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس به‌شکل پودر، با روش کاهش وزن که در آن نمونه گرما داده می‌شود یا با روش TGA اندازه‌گیری می‌شود. دمای مناسب گرمایش ۱۰۵ ± ۵ °C است. نتایج اندازه‌گیری به‌صورت درصد وزنی (wt %) بیان می‌شوند (به استاندارد ISO 15512 مراجعه شود).

1- Storage
2- Hydrophilic
3- Organoclay

- درصورت وجود، نام افزودنی‌ها از قبیل مادهٔ سطح‌فعال[1] یا عامل غلظت‌دهنده.

- ریخت‌شناسی[2]: تصاویر نمونه‌ای که با میکروسکوپ گرفته‌شده و به‌وضوح ساختار و نوع شکل‌گیری از قبیل شکل و حالت کلوخگی[3] نانوصفحات رس را نشان دهند. روش اندازه‌گیری به‌کاررفته باید به‌صورت AFM، TEM یا SEM مشخص شود. روی هر تصویر باید مقیاس بزرگنمایی نشان داده شود. خریدار و فروشنده می‌توانند در مورد تعداد مناسب تصاویر توافق کنند.

- مقدار pH نمونهٔ نانوصفحه‌ای رس هنگامی‌که به‌شکل تعلیقهٔ آبی تهیه شده‌باشد. مقدار pH یک تعلیقهٔ آبی با روش الکترود شیشه‌ای اندازه‌گیری می‌شود و نتایج به‌صورت اعداد بی‌بعد بیان می‌شوند. دمای اندازه‌گیری نیز گزارش می‌شود.

- استاندارد ملی مورداستفاده (شامل سال انتشار).

- نام مشخصه‌های اندازه‌گیری یا شناسایی‌شده که در جدول ۱ فهرست شده‌اند. اگر هریک از مشخصه‌های فهرست‌شده در جدول ۲ اندازه‌گیری شوند، نتایج را می‌توان در این گزارشِ آزمون، گزارش کرد.

- روش‌های اندازه‌گیری مورداستفاده برای تعیین هریک از مشخصه‌ها.

- تاریخ اندازه‌گیری و نام سازمانی که اندازه‌گیری هریک از مشخصه‌ها را انجام داده‌است.

- نتایج کمی و/یا کیفی اندازه‌گیری هریک از مشخصه‌ها، شامل ارجاع به بندی که نحوهٔ محاسبهٔ نتایج را توضیح می‌دهد.

- اطلاعاتی راجع به عدم‌قطعیت نتایج اندازه‌گیری. توصیه می‌شود اطلاعاتی در مورد تکرارپذیری[4] و تجدیدپذیری[5] نیز ارائه شود.

- هرگونه شاخصهٔ غیرمعمول مشاهده‌شده.

- درصورت وجود، اطلاعات افزوده‌ای که از نتایج اندازه‌گیری پشتیبانی کنند.

- اگر انحرافاتی از این استاندارد وجود دارد، نام و جزئیات روش‌های اندازه‌گیری مورداستفاده و توجیه استفاده از آن‌ها ارائه شوند.

1- Surfactant
2- Morphology
3- Agglomeration
4- Repeatability
5- Reproducibility

# پیوست الف

# (آگاهی‌دهنده)

# پروتکل‌های اندازه‌گیری

## الف-۱ کلیات

آماده‌سازی نمونه، روش‌اجرای اندازه‌گیری‌ها و آنالیز داده که معمولا برای مشخصه‌یابی نمونه‌های پودری و تعلیقه‌ای نانوصفحه‌ای رس مورداستفاده قرار می‌گیرند، برای هریک از مشخصه‌ها به‌صورت آگاهی‌دهنده در این پیوست ارائه شده‌اند.

## الف-۲ ترکیب‌بندی کانی

برای تعیین ترکیب‌بندی کانی و میزان آن در نمونه‌های نانوصفحه‌ای رس، اغلب از روش پراش پرتوی ایکس پودر استفاده می‌شود. الگوی پراش به‌دست‌آمده با فایل الگوی پراش هر کانی مقایسه شده و به‌این‌ترتیب کانی‌ها شناسایی می‌شوند. فاصلهٔ $d$ از مقدار پیک الگوی پراش به‌دست‌آمده محاسبه می‌شود. در این مورد استفاده از استانداردهای ملی متداول است [12].

فاصلهٔ $d$ از قانون براگ محاسبه می‌شود:

$$d = n\lambda/(2 \sin \theta)$$

که در آن:

$n$ عددی صحیح است؛

$\theta$ زاویهٔ فرودی (یا بازتاب) باریکهٔ پرتوی ایکس است؛

$\lambda$ طول موج پرتوی ایکس است.

بیشتر دستگاه‌های پرتوی ایکس از تابش Cu-K$\alpha_1$ با طول موج ۰٫۱۵۴۰۵۶۲ نانومتر استفاده می‌کنند. برای بازتاب اصلی، $n = ۱$ است.

شرایط معمول اندازه‌گیری به‌قرار زیر است: پرتوی ایکس Cu، ولتاژ لوله ۴۰ کیلووات، جریان لوله ۴۰ میلی‌آمپر، زاویهٔ اندازه‌گیری از ۲ درجه تا ۶۰ درجه.

ترکیب‌بندی کانی از نسبت شدت پیک کانی‌ها محاسبه می‌شود.

## الف-۳ ترکیب‌بندی شیمیایی

میزان ترکیب‌بندی شیمیایی برای نمونه‌های پودری اغلب با XRF یا SEM-EDX اندازه‌گیری می‌شود. معمولا، برای روش‌اجرای اندازه‌گیری‌ها می‌توان از دستورالعمل‌های سازندگان دستگاه استفاده کرد.

## الف-۴ ظرفیت تبادل کاتیونی

روش‌اجرای اندازه‌گیری ظرفیت تبادل کاتیونی به‌صورت زیر است [16]:

تجهیزات مورداستفاده، ظرف فروشویی[1]، لولهٔ فروشویی[2] و یک مخزن است. مقدار کمی پنبهٔ جاذب روی قسمت پایینی لولهٔ فروشویی قرار می‌گیرد، به‌گونه‌ای که سطح بالایی آن صاف باشد و یک کاغذ امولسیونه (نامیزه‌سازی‌شده) به‌عنوان نگهدارندهٔ نمونه، به‌ضخامت ۲ نانومتر تا ۳ نانومتر روی لولهٔ فروشویی قرار داده می‌شود. نمونه‌ای به‌جرم ۰٫۴ گرم تا ۰٫۵ گرم با پودر کوارتزی با جرم ۱۰ برابرِ جرم نمونه به‌صورت همگن مخلوط می‌شود. نمونه را با دقت ۰٫۱ میلی‌گرم وزن کنید.

پودر کوارتز با اندازهٔ ذراتِ درحدود مش ۴۰ تا مش ۶۰ با اسید هیدروکلریک رقیق جوشانده می‌شود، سپس با آب به‌طور کامل آبکشی شده و خشک می‌شود.

واکنشگرهای[3] به‌کاررفته در روش آزمون به‌قرار زیر هستند. از واکنشگرهای «درجهٔ خاص»[4] استفاده کنید.

**الف-۴-۱ محلول آمونیم استات ۱ N- ۷ pH**. آمونیاک آبی ۲ N و استیک اسید ۲ N با مقدارهای مساوی مخلوط می‌شوند و با استفاده از استیک اسید خشک[5] یا آمونیاک آبی غلیظ، pH محلول به عدد ۷ می‌رسد. مقدار pH با استفاده از pH سنج الکترود شیشه‌ای اندازه‌گیری می‌شود.

**الف-۴-۲ اتیل‌الکل ٪ ۸۰ - ۷ pH**. مقدار ۲۰ حجم آب خالص‌شده و ۸۰ حجم اتیل‌الکل با یکدیگر مخلوط می‌شوند و مقدار pH در حالی‌که مرتب با کاغذ BTB سنجیده می‌شود، با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید به عدد ۷ می‌رسد.

**الف-۴-۳ محلول پتاسیم کلرید ٪ ۱۰**. مقدار ۱۰۰ گرم پتاسیم کلرید را در ۹۰۰ میلی‌لیتر آب خالص‌شده حل کنید.

عملیات فروشویی در روش آزمون به‌صورت زیر است:

**الف-** مقدار ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول آمونیم استات را در قیف قطره‌چکان بریزید. سپس، محلول آمونیم استات را قطره قطره درون لولهٔ فروشویی حاوی نمونه بچکانید، به‌گونه‌ای که نمونه به‌اندازهٔ کافی از محلول اشباع شود. سپس، قیف قطره‌چکان و لولهٔ فروشویی را به مخزن محلول فروشویی متصل کنید. شیر قیف قطره‌چکان را تنظیم کنید و چکاندن آمونیم استات باقی‌مانده را طی ۴ تا ۲۴ ساعت تمام کنید.

**ب-** قیف قطره‌چکان را کامل بشویید، سپس با اضافه کردن ۵۰ میلی‌لیتر اتیل الکل ٪ ۸۰، نمونه را بشویید و اجازه دهید تا از ظرف خالی شود.

---

1- Leachate
2- Leaching
3- Reagents
4- Special grade
5- Glacial

**پ-** پس از شستشوی کامل قیف قطره‌چکان و مخزن، ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول پتاسیم کلرید ٪ ۱۰ را در قیف قطره‌چکان بریزید و بگذارید تا به پایین جریان یابد تا یون آمونیم در نمونه با یون پتاسیم مبادله شود.

**ت-** محلول پتاسیم کلرید مخزن را به دستگاه تقطیر منتقل کنید و طبق روش کلدال[1]، آمونیاک را تقطیر و محصول تقطیر را به سولفوریک اسید ۰٫۱ N اضافه کنید و سولفوریک اسید اضافی را با محلول سدیم هیدروکسید ۰٫۱ N تیتر کنید. همزمان، یک آزمون شاهد که با فرمول الف-۱ محاسبه شده، انجام دهید و رقم اول اعشار را به‌عنوان عدد میلی‌اکی‌والان به ازای ۱۰۰ گرم از نمونهٔ خشک (meq/100g) نمایش دهید.

$$C = [(A - B) \times f \times 10]/[S \times (100 - M)/100] \qquad \text{الف-۱}$$

که در آن:

$A$ حجم سدیم هیدروکسید ۰٫۱ N موردنیاز برای آزمون شاهد بر حسب میلی‌لیتر است؛

$B$ حجم سدیم هیدروکسید ۰٫۱ N موردنیاز است؛

$C$ ظرفیت تبادل کاتیونی (meq/100 g) است؛

$f$ فاکتور سدیم هیدروکسید ۰٫۱ N است؛

$S$ جرم نمونه (g) است؛

$M$ میزان رطوبت نمونه (٪) است.

## الف-۵ اندازهٔ ذره

### الف-۵-۱ کلیات

اندازهٔ ذرات رس در تعلیقه‌ها با استفاده از یک تحلیلگر اندازهٔ ذره پراش لیزری یا DLS اندازه‌گیری می‌شود. مثال‌هایی از پروتکل اندازه‌گیری به‌قرار زیر است.

### الف-۵-۲ پروتکل اندازه‌گیری

نمونه‌های پودری رس ابتدا در $110^{\circ}C$ به‌مدت یک شب خشک می‌شوند. هنگامی‌که میزان مادهٔ خشک خیلی بالا باشد، سهم ذرات تجمعی[2] افزایش می‌یابد. این مساله به‌این دلیل است که با افزایش غلظت، کلوخگی پیشرفت می‌کند. از طرف دیگر، اگر غلظت خیلی پایین باشد، نمی‌توان برای طیف توزیع اندازهٔ ذره، پیکی با شدت کافی به‌دست آورد. بنابراین، پراکنهٔ[3] رقیقی از رس با استفاده از آب مقطر در گستره‌ای از غلظت که در آن پیک با شدت کافی به‌دست‌آید، آماده می‌شود. پراکنه‌های رس ۰٫۲ wt % با مخلوط کردن رس و آب مقطر تهیه می‌شوند. داده‌ها با عنوان اندازهٔ ذرهٔ پراکنهٔ آبی ارائه می‌شوند.

1- Kjeldahl
2- Associated particles
3- Dispersion

### الف-۵-۳ مایع تعلیقه

اگر رس در آب پخش‌پذیر[1] نباشد و در حلال آلی پخش‌پذیر باشد، از یک حلال آلی مناسب استفاده می‌شود. غلظت مناسبی انتخاب و نوع حلال آلی را گزارش کنید. تعلیقه با همزن یا وسیلهٔ مشابهی آماده می‌شود.

## الف-۶ کاهش جرم در اثر سوختن

روش‌اجرای اندازه‌گیری کاهش جرم در اثر سوختن به‌صورت زیر است.

**الف-** نمونه‌ای ۱ گرم تا ۲ گرمی به‌شکل تعلیقه یا پودر را در یک بوتهٔ خشک قراردهید و آن را تا جرم ثابت در آون در $^{\circ}C$ ۱۱۰ خشک کنید. سپس آن را در یک خشکانه[2] خنک کنید و با دقت ۰٫۱ میلی‌گرم وزن کنید.

**ب-** بوته را به‌همراه نمونهٔ خشک‌شده در یک کورهٔ الکتریکی قرار دهید و به‌مدت ۶۰ دقیقه در $^{\circ}C$ ۱۰۰۰±۲۵ گرما دهید.

**پ-** پس از گرمایش، آن را در یک خشکانه خنک کنید و با دقت ۰٫۱ میلی‌گرم وزن کنید.

کاهش جرم در اثر سوختن تا یک دهم اعشار با فرمول الف-۲ محاسبه شده و بر حسب درصد وزنی (wt %) بیان می‌شود.

$$L = (W_1 - W_2)/(W_1 - W_3) \times 100 \qquad \text{الف-۲}$$

که در آن:

$L$ کاهش جرم در اثر سوختن (wt %) است؛

$W_1$ جرم بوته و نمونه پیش از عملیات حرارتی (g) است؛

$W_2$ جرم بوته و نمونه پس از عملیات حرارتی (g) است؛

$W_3$ جرم بوتهٔ خشک‌شده (g) است.

## الف-۷ ظرفیت برجذب متیلن‌بلو

دو روش وجود دارد، روش کاغذ صافی و روش رنگ‌سنجی[3]. در اینجا روش کاغذ صافی توضیح داده می‌شود. برای روش رنگ‌سنجی به مرجع [16] مراجعه شود.

پودر نانوصفحه‌ای رس (۰٫۵۰۰ گرم) با محلول (٪ ۲، ۵۰ ml) تتراسدیم پیروفسفات (TSPP)[4] در یک بشر مخروطی قرار داده می‌شود. تعلیقه با عملیات فراصوت به‌مدت ۲۰ دقیقه یا جوشاندن به‌مدت ۱۰ دقیقه پخش می‌شود. محلول (M ۰٫۰۱) متیلن‌بلو (MB) مرحله به مرحله با نمو[5] یک میلی‌لیتر به محلول اضافه

1- Dispersible
2- Desiccators
3- Colorimetric
4- Tetrasodium pyrophosphate
5- Increment

می‌شود. در هر مرحله، محلول با همزن مغناطیسی همزده می‌شود و یک قطره از محلول روی یک کاغذ صافی چکانده می‌شود تا یک لکهٔ نقطه‌ای ایجاد شود. نقطهٔ پایانی با تشکیل هاله‌ای به‌پهنای ۱٫۵ میلی‌متر دور لکه پس از حدود ۲٫۵ دقیقه هم‌زدن مشخص می‌شود. ظرفیت برجذب متیلن‌بلو از میزان متیلن‌بلوی برجذب‌شده در نقطهٔ پایانی مشخص می‌شود.

ظرفیت برجذب MB [mmol/100g]= (میزان MB اضافه‌شده در نقطهٔ پایانی [mmol]) / (جرم نمونهٔ خشک‌شده [g]) ×۱۰۰

کاغذ صافی با مشخصه‌های زیر توصیه می‌شود:

جرم: حدود ۱۴۰ $g/m^2$

ضخامت: حدود ۰/۲۵ mm

اندازهٔ حفره: حدود ۳ µm

زمان تصفیه (فیلتراسیون) (یعنی زمان تصفیهٔ ۱۰۰ $cm^3$ آب مقطر از میان ۱۰ $cm^2$ کاغذ صافی تحت‌فشار ۰٫۹۸ kPa در ۲۰ °C): حدود ۲۴۰ s یا کمتر.

## الف-۸ نسبت منظری

نسبت منظری نانوصفحات رس در یک نمونه، اغلب با AFM اندازه‌گیری می‌شود. ابتدا یک نمونهٔ تعلیقه‌ای ۰٫۱ wt % تهیه می‌شود و تا $5\times10^{-5}$ wt % رقیق می‌شود. در نهایت، محلول رقیق قالب‌گیری می‌شود و پیش از انجام مشاهدات، روی یک بسترهٔ خیلی صاف خشک می‌شود. تعدادِ از لحاظ آماری معناداری از ابعاد جانبی اشیای مسطح منفرد را اندازه‌گیری و قطر دایرهٔ معادل را حساب کنید. قطر دایرهٔ معادل بر ضخامت متوسط اشیای مسطح تقسیم می‌شود تا نسبت منظری به‌دست آید. برای اندازه‌گیری نسبت منظری با استفاده از TEM، SEM و AFM، به‌ترتیب به مراجع [15]، [19]، [20] و [18] مراجعه شود.

## الف-۹ شکل‌پذیری فیلم

### الف-۹-۱ کلیات

ابتدا یک نمونهٔ تعلیقهٔ آبی نانوصفحه‌ای رس آماده می‌شود [1]، [12]. میزان مادهٔ خشک حدود ۲ wt % تا ۳ wt % است. تعلیقهٔ آبی ۱۱۰ سانتی‌مترمکعبی با شدت همزده می‌شود تا به‌خوبی پخش شود، سپس در یک محفظهٔ خلأ، گاززدایی می‌شود. تعلیقه در یک سینی پلی‌پروپیلنی (۲۵ mm × ۱۴۰ mm × ۲۰۰ mm) ریخته شده و به‌مدت یک روز در ۶۰ °C خشک می‌شود. ارزشیابی شکل‌پذیری فیلم تحت شرایط عادی تهویه هوا که جزئیات آن در زیربند الف-۹-۲ ارائه شده‌است، انجام می‌شود [10].

### الف-۹-۲ شکل‌پذیری فیلم

وجود یا عدم وجود جمع‌شدگی[1] آزمونهٔ حاصل را به‌صورت دیداری مشاهده کنید و عکس بگیرید. به‌دقت آزمونهٔ حاصل را از بسترهٔ قالب‌گیری جدا کنید. مشاهده بر روی حفظ شکل آزمونه انجام شده و شکل‌پذیری فیلم نمونه به چهار درجه طبقه‌بندی می‌شود. معیار داوری در جدول الف-۱ نشان داده شده‌است.

### الف-۹-۳ آزمون انعطاف‌پذیری

انعطاف‌پذیری آزمونه با آزمون خمش استوانه‌ای مندرل (استاندارد ISO 1519) ارزشیابی می‌شود [12]، [13].

**جدول الف- ۱- معیار درجه‌بندی شکل‌پذیری فیلم**

| درجهٔ شکل‌پذیری فیلم | ظاهر رسوب | تغییرشکل | حفظ شکل | ارزشیابی تکمیلی |
|---|---|---|---|---|
| A | فیلم خودایستا[1] | خیر | عالی | انعطاف‌پذیری |
| B | فیلم خودایستا | بله | خوب | انعطاف‌پذیری |
| C | فیلم شکننده | بله | ضعیف | ---- |
| D | فیلمی به‌دست نیامده | ---- | ضعیف | ---- |

1- Freestanding

### الف-۱۰ گرانروی

گرانروی‌سنج‌های متنوعی به‌صورت تجاری در دسترس هستند. برای اندازه‌گیری‌ها از دستورالعملی که سازندهٔ دستگاه ارائه کرده، استفاده کنید. برای اندازه‌گیری گرانروی پراکنه‌های رس اغلب از «گرانروی‌سنج چرخان»[2] استفاده می‌شود. بسته به میزان گرانروی، چرخانهٔ[3] مناسبی باید انتخاب شود. باید دقت شود، زیرا گرانروی به غلظت رس، سرعت چرخش و دما حساس است.

روش اندازه‌گیری و شرایط اندازه‌گیری را می‌توان براساس توافق بین فروشنده و خریدار انتخاب کرد.

1- Shrinkage
2- Rotational viscometer
3- Rotor

## پیوست ب

## (آگاهی‌دهنده)

## اصول سدکنندگی گاز با استفاده از نانوصفحات رس

### ب-۱ کلیات

خواص بهبودیافتهٔ سدکنندگی گاز در نانوچندسازه‌های بسپاری رس مشخص شده‌است و در این رابطه گواهی‌های ثبت اختراع و مقالات بسیاری موجود است. به‌همین دلیل، فیلم‌های بسته‌بندی مواد غذایی و مانند آن مطالعه و تجاری‌سازی شده‌اند. بهبود خواص سدکنندگی گاز با چیدن تعداد زیادی نانوصفحهٔ موازی با فیلم، یک رویکرد مؤثر است [15]. دو نوع فیلم نانوچندسازهٔ سدکنندهٔ گاز وجود دارد: نوع ماتریس پلاستیکی و نوع پوششی[1]. در مورد نوع ماتریس پلاستیکی، باید از همگن بودن مخلوط پلاستیک و نانوصفحهٔ رس مطمئن بود. در مورد نوع پوششی، یک لایهٔ نانوچندسازهٔ نازک وجود دارد که به فیلم پلاستیکی چسبیده است. هر دو مورد از خود خواص سدکنندگی گاز نشان می‌دهند، زیرا بلور نانوصفحه‌ای رس نسبت به مولکول‌های گاز ناتراوا است. رس‌های معمولِ مورداستفاده در نانوچندسازه‌ها شامل بنتونیت خالص‌شده، اسمکتیت سنتزی و رس آلی است. برای تهیهٔ فیلم شفاف سدکنندهٔ گاز، از اسمکتیت سنتزیِ عاری از ناخالصی‌های رنگی استفاده می‌شود. میزان نانوصفحات رس در لایهٔ سدکنندهٔ گاز از مقادیر کم تا ۹۰ wt % است. فیلم پوششی را می‌توان با پوشش‌دهی (پوشانش) و خشک کردن یک محلول مخلوط روی یک فیلم بستره مانند PET تهیه کرد. اگر از «دستگاه پوشش‌دهی غلتکی»[2] (دستگاه پوشش‌دهی رول به رول) استفاده شود، می‌توان فیلم بلندی به‌دست آورد.

برای تشکیل فیلم، هنگام ورزدادن[3] نانوصفحات رس با پلاستیک، «میل ترکیبی»[4] بین پلاستیک و نانوصفحات رس مهم است و به‌همین دلیل اغلب از رس‌آلی استفاده می‌شود. رس‌های آلی گوناگونی، مناسبِ پلاستیک‌هایی با میل ترکیبی مختلف تهیه می‌شوند. تهیهٔ رس‌آلی شامل روشی برای واردکردن یک مادهٔ سطح‌فعال به رس به‌وسیلهٔ مبادلهٔ یون و روشی برای ایجاد یک پیوند کووالانسی با یک مولکول آلی در لبه‌های بلور به‌وسیلهٔ یک عامل سیلیل‌دارکننده[5] است.

در روش قالب‌گیری تعلیقه‌ای، رس و پلاستیک را می‌توان در گسترهٔ وسیعی از نسبتِ اختلاط با یکدیگر مخلوط کرد. در این حالت، مایع یا مایع مخلوطی که همزمان، هم رس در آن به‌خوبی پخش شود و هم پلاستیک در آن حل شود، موردنیاز است. چون بلورهای رس در محیط مایع به‌آسانی حرکت می‌کنند، با این روش به‌راحتی می‌توان فیلمی با جهت‌گیری بلوری بالا به‌دست آورد. در مورد پلاستیک‌های

1- Coating
2- Roll to roll coating machine
3- Kneading
4- Affinity
5- Silylating

آب‌دوست، می‌توان از مایع‌های آب‌پایه[1] و رس آب‌دوست استفاده کرد. لایهٔ سدکنندهٔ ساخته‌شده از رس و پلاستیکِ آب‌دوست خاصیت سدکنندگی گاز خشک دارد، اما خاصیت سدکنندگی بخار آب آن ضعیف است. برای رفع این مشکل، استفاده از رسی که با گرمایش نسبت به آب مقاوم شود، بررسی شده‌است [1]، [14] و [15]. مقاومت نسبت به آب با گرمایش، از این پدیده بهره می‌گیرد که کاتیون‌های مبادله‌پذیر که قطر یونی کوچکی دارند مانند لیتیم، آمونیم و پروتون‌ها با گرمایش به‌سمت فضای خالی هشت‌وجهی مهاجرت می‌کنند. مقاومت نسبت به آب حتی با گرمایش پس از تشکیل فیلم نیز محقق می‌شود. لایهٔ سدکنندهٔ گازی که با این رس‌ها تهیه می‌شود پس از گرمایش، خاصیت سدکنندگیِ بخار آب نشان می‌دهد. با پوشش‌دهی تعلیقه روی یک فیلم بستره مانند PET و سپس کندن فیلم پوششی از بستره می‌توان فیلم خودایستایی با روش قالب‌گیری تعلیقه‌ای به‌دست آورد. اگر از پوشش‌دهندهٔ غلتکی (رول به رول) استفاده شود، می‌توان فیلم بلندی به‌دست آورد.

لایهٔ نانوچندسازهٔ بسپاری رس هم به‌تنهایی به‌عنوان فیلم سدکننده و هم به‌عنوان یک مؤلفهٔ لایه‌ای سدکنندهٔ گاز به‌همراه دیگر لایه‌های سدکننده مانند لایهٔ سدکنندهٔ نهشت بخار به‌کار می‌رود.

### ب-۲ رویکرد مبنا

براساس مدل مارپیچی نیلسن در مورد سدکننده‌های گاز در مواد چندسازه‌ای پلاستیک و بلورهای صفحه‌ای [25]، انتظار می‌رود وقتی از رسی با نسبت منظری بزرگ برای ایجاد فیلمی با نسبت اختلاط رس بالا استفاده شود، فیلمی با خواص سدکنندگی سطح بالای گاز حاصل شود [26]. براساس این مدل، هرچه میزان رس بیشتر باشد، خواص سدکنندگی گاز بهتر خواهد بود. برای بالابردن میزان بارگذاری رس، خاصیت شکل‌پذیری فیلم رس، عامل مهمی است. زیرا اگر خاصیت شکل‌پذیری فیلم رس، سطح بالا باشد، می‌توان فیلمی ساخت که به‌طور عمده از رس تشکیل شده‌باشد. شکل‌پذیری فیلم در رس اسمکتیت، در بین عوامل مختلف، به نسبت منظری بلورهای رس، گونهٔ یون‌های بین‌لایه‌ای و اضافه مقدار یون بستگی دارد [6]، [12]، [13]، [18] و [19].

از سوی دیگر، مشکلاتی مانند ایجاد «حفره‌های سوزنی»[2] و تَرَک، افت انعطاف‌پذیری لایهٔ سدکنندهٔ گاز و کاهش استحکام لایه‌بندی[3] رخ می‌دهند. بدین جهت، میزان بالای بارگذاری رس همیشه حالت بهینه نیست و مقدار بارگذاری بهینهٔ رس با درنظرگرفتن توازن بین مقدار کلی مشخصه‌ها تعیین می‌شود.

برای داشتن یک فیلم شفاف سدکنندهٔ گاز، رس باید در سطح نانو به‌صورت همگن با رزین مخلوط شود. اگر سطح فیلم ناصاف (زبر) باشد فیلم کدر می‌شود، بنابراین سطح باید صاف باشد.

1- Water-based
2- Pinholes
3- Lamination

### ب-۳ آماده‌سازی فیلم سدکنندهٔ گاز

مطالبی که در ادامه ارائه می‌شود نمونه‌هایی از آماده‌سازی فیلم سدکنندهٔ گاز هستند. فیلم رس‌پایهٔ[1] شفاف انعطاف‌پذیری با اسمکتیت سنتزی و بسپارِ محلول در آب تهیه شد. میزان بالای جهت‌گیری بلورهای رس با نمودار پراش پرتوی ایکس تایید شد. فیلم رس‌پایه به‌شدت در مقابل گرما پایدار و دارای خواص سدکنندگی سطح بالای گاز بود [26]. فیلم، تراوایی خیلی کمی نسبت به اکسیژن خشک نشان داد.

اثر افزایش اندازهٔ بلور رس‌های اسمکتیت بر خواص سدکنندگی گاز فیلم نانوچندسازهٔ بسپاری رس نیز بررسی شده‌است [15]. عمل‌آوری رس اسمکتیت تحت شرایط گرمابی[2] منجر به افزایش اندازهٔ بلور آن شد. اندازهٔ ذرات اسمکتیتِ عمل‌آوری‌شده ۷۱ nm، تقریبا دو برابر اندازهٔ ذرات اسمکتیت اولیه (۳۶ nm) بود. سپس برای ارزشیابی اثر افزایش اندازهٔ بلور از اسمکتیت عمل‌آوری‌شده به‌همراه نمک سدیم کربوکسی‌متیل‌سلولز (CMC Na)[3] برای تهیهٔ نانوچندسازه استفاده شد. فیلم‌های نانوچندسازه، با نسبت سدیم کربوکسی‌متیل‌سلولز CMC Na از ۴۰ wt % تا ۹۰ wt %، خواص سدکنندگی اکسیژن بهتری در مقایسه با اسمکتیت اولیه نشان دادند. مدل مارپیچی، مشخص کرد که این بهبود خواص عمدتا ناشی از افزایش اندازهٔ ذره است. برای روشن‌شدن خاصیت سدکنندگی گاز، یک فیلم ضخیم چندمیکرومتری با ۱۰ درصد وزنی CMC Na و ۹۰ درصد وزنی اسمکتیت روی یک فیلم PET ایجاد شد.

از یک بنتونیت خالص‌شده با یون $Li^+$ مبادله‌شده ($BenLi^+$) برای تهیهٔ فیلم سدکنندهٔ گاز استفاده شد [29]. بیشتر یون‌های مبادله‌پذیر، $Li^+$ بودند و ظرفیت تبادل کاتیونی ۱۰۱٫۸ meq/۱۰۰ g بود. با حلال‌کافت[4]، چوب سدر با پلی‌اتیلن گلیکول در حضور کاتالیزور اسیدی، گلیکول لیگنین (GL)[5] حاصل شد و به‌عنوان پیونده[6] مورداستفاده قرار گرفت. فیلم تا ۳۰۰ °C گرما داده‌شد. نمودار پراش پرتوی ایکس میزان بالای جهت‌گیری بلورهای رس را تأیید کرد. این نمونه، نرخ عبوردهی[7] بخار آب ۱٫۶۴ $gm^{-2}day^{-1}$ در ۴۰°C، ٪ ۹۰ رطوبت نسبی و خواص سدکنندگی بخار آب بالاتری نسبت به نه‌تنها بنتونیتِ مقاوم‌به‌آب، بلکه حتی نسبت به GL داشت.

### ب-۴ رابطهٔ بین مشخصه‌های نانوصفحهٔ رس و خواص فیلم سدکنندهٔ سطح بالای گاز

ترکیب‌بندی کانی مشخصهٔ مهمی در ساخت فیلم‌های سدکنندهٔ گاز است. بنتونیت به‌جز اسمکتیت‌ها حاوی کانی‌هایی مانند کوارتز، فلدسپار، کریستوبالیت[8] و میکا است. این کانی‌ها به‌جز اسمکتیت، بیشتر از یک لایه در آب پخش نمی‌شوند، از این‌رو نمی‌توان آن‌ها را نانوصفحهٔ رس نامید. اسمکتیت با

1- Clay-based
2- Hydrothermal
3- Carboxymethylcellulose sodium
4- Solvolysis
5- Glycol lignin
6- Binder
7- Transmission
8- Cristobalite

الوتریاسیون[1] (خالص‌سازی با شستشو)، خالص‌سازی می‌شود و میزان خلوص را می‌توان از روی ترکیب‌بندی کانی دریافت. این مشخصه با پخش‌پذیری[2] و شکل‌پذیری فیلم پودر و همچنین با خاصیت جهت‌گیری بلوری در فیلم‌ها ارتباط دارد.

ظرفیت برجذب متیلن‌بلو مشخصهٔ مهمی در ساخت فیلم‌های سدکنندهٔ گاز است. این مشخصه، شاخصی برای ارزشیابی میزان اسمکتیت در نمونه است. هرچه ظرفیت برجذب متیلن‌بلو بزرگ‌تر باشد، میزان اسمکتیت بیشتر است [23]. این مشخصه با پخش‌پذیری و شکل‌پذیری فیلم پودر و همچنین با خاصیت جهت‌گیری بلوری در فیلم‌ها ارتباط دارد.

ظرفیت تبادل کاتیونی مشخصهٔ مهمی در ساخت فیلم‌های سدکنندهٔ گاز است. این مشخصه همانند ظرفیت برجذب متیلن‌بلو، شاخصی برای ارزشیابی میزان اسمکتیت در نمونه است. به‌طور کلی، هرچه ظرفیت تبادل کاتیونی بزرگ‌تر باشد، میزان اسمکتیت بیشتر است. این مشخصه با پخش‌پذیری و شکل‌پذیری فیلم پودر و همچنین با خاصیت جهت‌گیری بلوری در فیلم‌ها ارتباط دارد. همچنین به خاصیت مقاومت نسبت به آب با گرمایش نیز مربوط است.

توزیع اندازهٔ ذره در تعلیقه مشخصهٔ مهمی در ساخت فیلم‌های سدکنندهٔ گاز است. این مشخصه، شاخصی است که نشان می‌دهد رس تا چه اندازه می‌تواند در مایع پخش شود. رسی که به‌خوبی در مایع پخش شود می‌تواند با پلاستیکی که میل ترکیبی مشابهی با آب دارد، مخلوط شود. هنگام شکل‌گیری فیلم، ذرات رسِ «تک‌پراکنه‌شده»[3] در مایع، آسان جهت‌گیری می‌کنند. برعکس، در نمونه‌ای که قطر ذرات گسترده است، احتمال زیادی وجود دارد که ذرات اولیه کلوخه‌ای شوند. این مشخصه با پخش‌پذیری و شکل‌پذیری فیلم پودر و همچنین با خاصیت جهت‌گیری بلوری در فیلم‌ها ارتباط دارد.

ترکیب‌بندی کانی، مشخصهٔ مهمی در ساخت فیلم‌های سدکنندهٔ گاز است. در مورد اسمکتیت طبیعی، امکان شناسایی گونهٔ اسمکتیت از روی ترکیب‌بندی شیمیایی وجود دارد. غلظت عنصرهای رنگی نیز مشخص می‌شود. در مورد اسمکتیت سنتزی، از روی ترکیب‌بندی شیمیایی می‌توان فهمید که اسمکتیت که مادهٔ هدف است، به‌دست آمده‌است یا خیر. همچنین می‌توان نسبت بار[4] لایهٔ چهاروجهی و لایهٔ هشت‌وجهی را که برای خاصیت مقاومت نسبت به آب با گرمایش مهم هستند، یافت.

نسبت منظری مشخصهٔ مهمی در ساخت فیلم‌های سدکنندهٔ گاز است. براساس مدل مارپیچی نیلسن برای سدکننده‌های گاز در مواد چندسازه‌ای پلاستیک و بلورهای صفحه‌ای، انتظار می‌رود که استفاده از رس با نسبت منظری بالا منجر به ایجاد فیلم‌هایی با خاصیت سدکنندگی بالا شود. این مشخصه با شکل‌پذیری فیلم پودر و همچنین با خاصیت جهت‌گیری بلوری در فیلم‌ها ارتباط دارد.

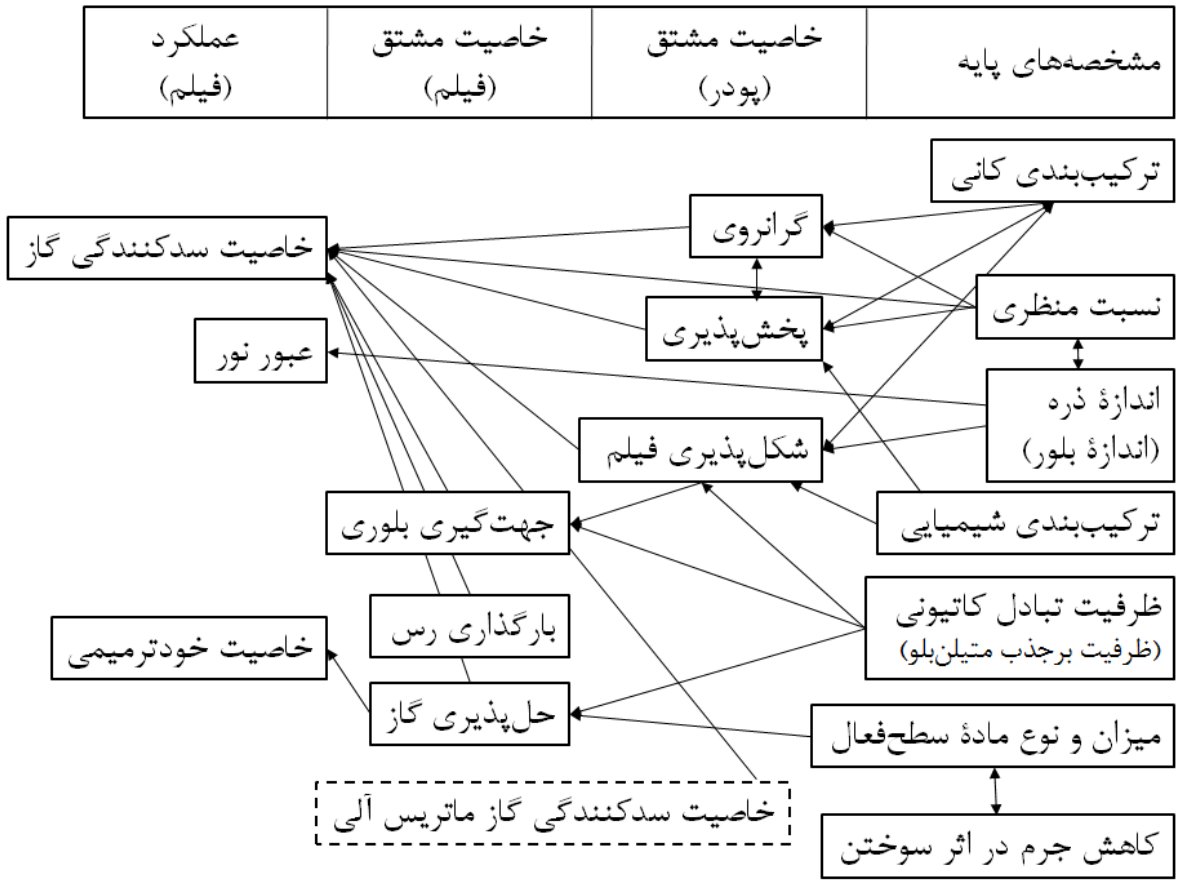
---

1- Elutriation
2- Dispersibility
3- Monodispersed
4- Charge

شکل‌پذیری فیلم، مشخصهٔ مهمی در ساخت فیلم‌های سدکنندهٔ گاز است. اگر خود رس خاصیت شکل‌پذیری فیلم داشته باشد، به‌این معنی است که بدون افزودن مقدار زیادی پیوندهٔ آلی، فیلم می‌تواند ایجاد شود. براساس مدل مارپیچی نیلسن برای سدکننده‌های گاز در مواد چندسازه‌ای پلاستیک و بلورهای صفحه‌ای، انتظار می‌رود که میزان بالای بارگذاری رس منجر به ایجاد فیلم‌هایی با خاصیت سدکنندگی بالا شود. از منظر مقاومت نسبت به گرما نیز نسبت بالای رس یک مزیت است. به‌همین دلایل به‌سادگی استنباط می‌شود، رسی که خود فیلم تشکیل می‌دهد برای تهیه فیلم‌های با عملکرد بالا مزیت دارد.

کاهش جرم در اثر سوختن، مشخصهٔ مهمی در ساخت فیلم‌های سدکننده است. محصولات رسی می‌توانند حاوی افزودنی و مادهٔ سطح‌فعال باشند، اما این بلورهای رس هستند که در خاصیت سدکنندگی گاز نقش دارند. کاهش جرم در اثر سوختن نسبت بلورهای رس موجود در محصولات رسی را نشان می‌دهد.

شکل ب-۱ رابطهٔ بین مشخصه‌های محصولات نانوصفحه‌ای رس و خواص سدکنندگی گاز فیلم‌هایی که این محصولات در آن‌ها به‌کاررفته را نشان می‌دهد.



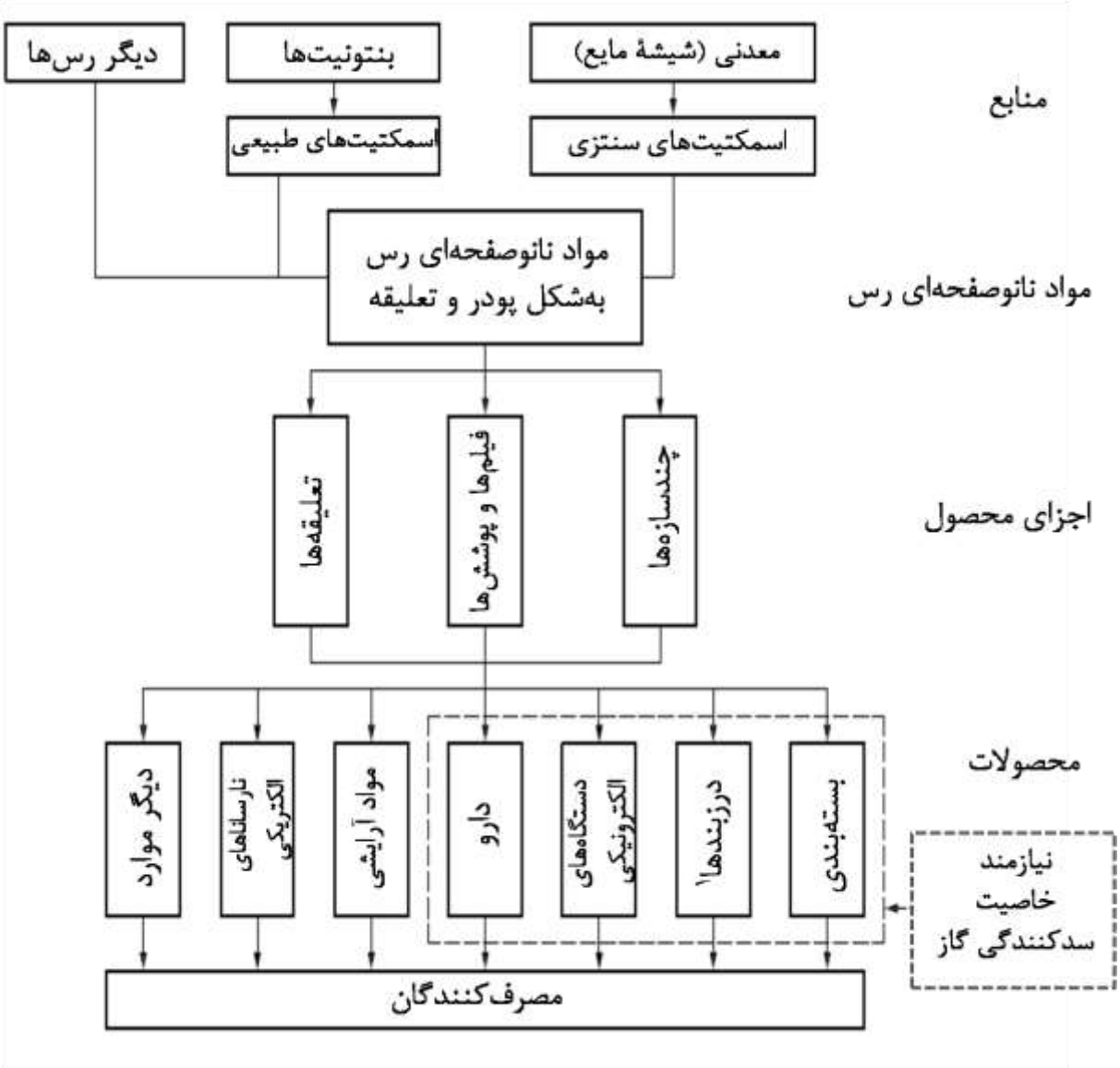

**شکل ب-۱- رابطهٔ بین مشخصه‌ها و خواص سدکنندگی گاز**

## پیوست پ

## (آگاهی‌دهنده)

## زنجیره‌های ارزش مواد نانوصفحه‌ای رس

زنجیرهٔ ارزش یک مادهٔ نانوصفحه‌ای رس در شکل پ-۱ نشان داده شده‌است. در این استاندارد مدلی از گزارش نتایج آزمون و همچنین مدلی از برگهٔ مشخصات خرید بین سازندگان و کاربران مواد نانوصفحه‌ای رس در زنجیره‌های ارزش ارائه شده‌است.




**شکل پ-۱- زنجیره‌های ارزش مواد نانوصفحه‌ای رس**

# پیوست ت

# (آگاهی‌دهنده)

## مثالی از برگهٔ گزارش‌دهی

مثال‌هایی از برگه‌های گزارش‌دهی در جدول‌های ت-۱ و ت-۲ نشان داده شده‌اند. این برگه‌ها را می‌توان به‌عنوان گزارش آزمونی از محصول نانوصفحه‌ای رس که فروشنده به خریدار ارائه می‌کند و همچنین به‌عنوان برگهٔ مشخصات خرید بین خریدار و فروشنده به‌کار برد.

**جدول ت-۱- اطلاعات عمومی در مورد مادهٔ نانوصفحه‌ای رس**

| | |
|---|---|
| نام نمونه | |
| نام سازنده | |
| شمارهٔ بهر | |
| منبع نمونه | |
| شرایط انبارش پیش از آزمون | |
| نام مایع تعلیقه | |
| میزان مادهٔ خشک | |
| میزان رطوبت | |
| نام و میزان افزودنی‌ها | |
| ریخت‌شناسی<br>(تصاویر، جداگانه پیوست شده‌اند.) | |
| مقدار pH | |

**جدول ت-۲- نتایج آزمون یا مشخصات خرید مادهٔ نانوصفحه‌ای رس**

| مشخصه | روش اندازه‌گیری | نتیجهٔ اندازه‌گیری | عدم‌قطعیت نتیجهٔ اندازه‌گیری | اطلاعات تکمیلی | تاریخ اندازه‌گیری/ نام آزمایشگاه آزمونگر |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

موارد انحراف:

## کتاب‌نامه


[1] ISO 638, Paper, board and pulps – Determination of dry matter content – Oven-drying method

[2] ISO 1519, Paints and varnishes – Bend test (cylindrical mandrel)

[3] ISO 11465, Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis – Gravimetric method

**یادآوری**- استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۷۸۳۵: سال ۱۳۸۳، خاک- تعیین ماده خشک و آب همراه بر مبنای جرم پایه روش وزن‌سنجی، با استفاده از استاندارد ISO 11465: 1993 تدوین شده‌است.

[4] ISO 13320, Particle size analysis – Laser diffraction methods

[5] ISO 15512, Plastics – Determination of water content

[6] ISO/TS 21236-1, Nanotechnologies – Clay nanomaterials – Part 1: Specification of characteristics and measurement methods for layered clay nanomaterials

**یادآوری**- استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۱-۲۲۷۷۹: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو- نانومواد رس- قسمت۱: تعیین مشخصات و روش‌های اندازه‌گیری برای نانومواد رس لایه‌ای، با استفاده از استاندارد ISO/TS 21236-1: 2019 تدوین شده‌است.

[7] ISO 22412, Particle size analysis – Dynamic light scattering (DLS)

**یادآوری**- استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۱۶۲۴۷: سال ۱۳۹۶، آنالیز اندازهٔ ذره- پراکندگی نور دینامیک (DLS)، با استفاده از استاندارد ISO 22412: 2017 تدوین شده‌است.

[۸] استاندارد ملی ایران- ایزو شمارهٔ ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۲: نانواشیاء

[۹] استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۴-۱۸۳۹۲: سال ۱۳۹۳، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۴: مواد نانوساختاریافته

[10] Ebina T. *The Chemical Records*, 18, 1020 (2018)

[11] Zhou X. et al., *Solid earth Sciences*, 3, 16-29 (2018)

[12] Schollenberger C. J., Simon R. H. *Soil Science*, 59 (1), 13-24 (1945)

[13] Dohrmann R. et al., *Clays Clay Miner.*, 60 (2), 176-185 (2012)

[14] Ferse B., Richter S., Arndt K-F., Richter A. *Macromol. Symp.*, 254, 378 (2007)

[15] Ishii R., Teshima N., Ebina T., Mizukami F. *J. of Coll. Int. Sci.*, 348, 313 (2010)

[16] Miyoshi Y., Tsukimura K., Morimoto K., Suzuki M., Takagi T. *Appl. Clay Sci.*, 140-147, 151 (2018)

[17] Stoter M. et al. *Langmuir*, 29, 1280-1285 (2013)

[18] Aizawa T. et al. *Clay Science*, 20, 63-66 (2017)

[19] Tsurko E. S. et al. *J. Membrane Sci*., 540, 212-218 (2017)

[20] Veghte D. P., Freedman M. A. *Aerosol Sci. Tec.*, 48, 715-724 (2014)

[21] Nam H. –J., ebina T., Mizukami F. *Colloids and Surfaces* A, 346, 158 (2009)

[22] Nam H. –J., Ebina T., Ishii R., Mizukami F. *Mater. Lett.*, **63**, 54 (2009)

[23] Nevins M. J., Weintritt D. J. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 46(6), 587-592 (1967)

[24] Yoshida H., aria K., Suzuki A., Aizawa T., Ishii R., Ebina T. *Clay Science*, 22, 95 (2018)

[25] Neilsen L. E. *J. Macromol Sci. (chem.)*, A1, 929 (1967)

[26] Ebina T., Mizukami F. *Adv. Mat*., 19, 2450 (2007)

[27] Nam H. –J., Ebina T., Ishii R., Yokota H., Mizukami F. *Appl. Clay Sci.*, 46, 209 (2009)

[28] Nam H. –J., Ebina T., Ishii R., Mizukami F. Clay Sci., 13, 159 (2007)

[29] Kaneko H., Ishii R., Suzuki A., Nakamura T., Ebina T., Nge T. T., Yamada T. *Appl.Clay Sci.*, 132-133, 425 (2016)