



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸-۶-۱۹۷۵۸

چاپ اول

۱۴۰۲



دارای محتوای رنگی

INSO

19758-6-18

1st Edition

2023

Identical with
IEC TS 62607-6-
18:2022

فناوری نانو - نانوساخت - مشخصه‌های
کلیدی کنترلی - قسمت ۶-۱۸: مواد پایه
گرافنی - گروه‌های عاملی: TGA-FTIR

**Nanotechnology- Nanomanufacturing –
Key control characteristics – Part 6-18:
Graphene-based material – Functional
groups: TGA-FTIR**

ICS: 07.120

استاندارد ملی ایران شماره ۱۸-۶-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

Iran National Standards Organization (INSO)

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

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

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

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

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

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

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی را به 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 مشاروپوش آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

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

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

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و 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، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« فناوری نانو- نانوساخت - مشخصه‌های کلیدی کنترلی - قسمت ۶-۱۸: مواد پایه گرافنی -

گروه‌های عاملی: TGA-FTIR»

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی بازنشسته - پژوهشگاه صنعت نفت

رئیس:

آقابزرگ، حمیدرضا

(دکتری شیمی)

دبیر:

برخی، محمد

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

سرپرست معاونت آزمایشگاه‌ها - مرکز پژوهش‌های کاربردی علوم

زمین البرز

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی‌پور، الهه

(کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)

کارشناس - گروه استاندارد و ایمنی ستاد ویژه توسعه فناوری‌های

نانو و میکرو

خوشنویسان، کامیار

(دکتری نانوپزشکی)

عضو هیئت علمی - مرکز تحقیقات مهندسی بافت و نانوفناوری

پزشکی، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی

سیفی، مهوش

(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

مشاور - گروه استاندارد و ایمنی ستاد توسعه فناوری‌های نانو و

میکرو

شاکری، روشنگر

(کارشناسی ارشد فیزیک)

کارشناس - سازمان ملی استاندارد ایران

نجفی اصلی پاشاکی، شبنم

(دکتری شیمی تجزیه)

مدیر فنی - آزمایشگاه‌های مرکز پژوهش‌های کاربردی علوم زمین

البرز

نوربخش، رویا

(دکتری سم شناسی)

مدیر ارزیابی ریسک - پژوهشگاه استاندارد

ویراستار:

سیفی، مهوش

(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

مشاور - گروه استاندارد و ایمنی ستاد توسعه فناوری‌های نانو و

میکرو

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۶	۴ کلیات
۶	۴-۱ اصول اندازه‌گیری
۶	۴-۲ روش آماده‌سازی نمونه
۷	۴-۳ سامانه اندازه‌گیری
۷	۴-۴ توصیف تجهیز اندازه‌گیری
۷	۴-۵ مواد پشتیبان
۸	۴-۶ شرایط محیطی حین اندازه‌گیری
۸	۵ روش اجرایی اندازه‌گیری
۸	۵-۱ کالیبراسیون تجهیزات اندازه‌گیری
۸	۵-۲ پروتکل دقیق روش اجرایی اندازه‌گیری
۹	۶ تحلیل داده
۱۰	۷ نتایجی که باید گزارش شود
۱۰	۷-۱ کلیات
۱۰	۷-۲ شناسایی نمونه یا محصول
۱۱	۷-۳ شرایط آزمون
۱۱	۷-۴ اطلاعات ویژه اندازه‌گیری
۱۱	۷-۵ نتایج آزمون
۱۲	پیوست الف (آگاهی دهنده) الگوی گزارش آزمون
۱۵	پیوست ب (آگاهی دهنده) مطالعه موردی: تحلیل داده
۲۰	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۱۸: مواد پایه گرافنی- گروه‌های عاملی: TGA-FTIR» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/ منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در یکصدوسی و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۲/۱۰/۰۳ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. 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:

IEC TS 62607-6-18: 2022, Nanotechnology- Nanomanufacturing – Key control characteristics – Part 6-18: Graphene-based material – Functional groups: TGA-FTIR

مقدمه

یکی از شناخته شده ترین راه های تهیه گرافن، فرایند اکسایش و کاهش است. مقرون به صرفه ترین فرایند برای تهیه گرافن، لایه برداری^۱ از لایه های گرافیت طبیعی پس از اکسایش برای به دست آوردن لایه های اکسید شده مجزا و سپس اکسیژن زدایی (کاهش) این لایه های مجزا است [1] و [2]. طی فرایند اکسایش، گروه های عاملی مختلف (OH، -O، -COOH، -C=O) وارد اسکلت گرافن می شوند و پیوند π ساختار گرافن را می شکنند [3]. اتصال اکسیژن به گرافن در هر شکل شیمیایی (گروه های عاملی از نوع اپوکسید، هیدروکسیل، کربوکسیل و کتون) حالت های الکترونیکی را هم در صفحه پایه^۲ و هم در لبه ها در سطح فرمی^۳ کاهش می دهد [4]، [5] و [6]. نوع و محتوای گروه های عاملی بر خواص فیزیکوشیمیایی گرافن تأثیر می گذارد. بنابراین، اعتقاد بر این است که شناسایی و تعیین کمیت گروه های عاملی بر پودر گرافن، یک مشخصه کلیدی کنترلی برای تولید و کاربرد آن است.

جفت کردن آنالیزهای گرموزن سنجی (TGA)^۴ و طیف سنجی فروسرخ تبدیل فوریه (FTIR)^۵ یک راه حل عالی برای شناسایی و تعیین کمیت گروه های عاملی بر پودر گرافن است. در TGA-FTIR، در حالی که تغییرات جرمی مانند تف کافت^۶ نمونه و تبخیر که با تغییرات دما همراه است، به صورت کمی با TGA اندازه گیری می شود، آنالیز کیفی اجزای گازی را می توان به طور همزمان با طیف های FTIR به دست آمده، انجام داد. این استاندارد بر تعیین نوع و محتوای گروه های عاملی (به عنوان مثال گروه هیدروکسیل، آمینو، کربوکسیل، آلکیل، کربونیل، سولفونیک اسید) بر پودر گرافن با جفت کردن TGA و FTIR تمرکز دارد.

این استاندارد یک قسمت از مجموعه استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۷۵۸ است. سایر قسمت های این مجموعه به شرح زیر است:

- قسمت ۱-۲: مواد نانو لوله کربنی - مقاومت الکتریکی فیلم
- قسمت ۱-۳: نانو مواد نورتاب - کارائی کوانتومی
- قسمت ۲-۳: نانو ذرات نورتاب - تعیین جرم پراکنه نقطه کوانتومی
- قسمت ۱-۴: نانومواد کاتدی برای ذخیره سازی نانوپدید انرژی الکتریکی - مشخصه یابی الکتروشیمیایی، روش پیل دو-الکترودی
- قسمت ۲-۴: ذخیره سازی نانوپدید انرژی الکتریکی - مشخصه یابی فیزیکی نانومواد کاتدی - اندازه گیری چگالی

1- Exfoliation
 2 - Basal plane
 3 - Fermi level
 4 - Thermal gravimetric
 5 - Fourier transform infrared spectroscopy
 6 - Pyrolysis

- قسمت ۳-۴: ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- اندازه گیری های مقاومت تماسی و پوششی برای نانومواد
- قسمت ۴-۴: ذخیره سازی نانوپدید انرژی الکتریکی مشخصه یابی حرارتی نانومواد-روش سوراخ کاری با سنبه
- قسمت ۴-۵: نانومواد کاتدی برای ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید-مشخصات الکتروشیمیایی، روش سلول ۳- الکترودی
- قسمت ۴-۶: ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- تعیین محتوای کربن برای مواد الکتروود نانوپدید، روش جذب فروسرخ
- قسمت ۴-۷: ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- تعیین ناخالصی های مغناطیسی در نانومواد آند، روش ICP-OES
- قسمت ۴-۸: ذخیره سازی انرژی الکتریکی نانوپدید- تعیین مقدار آب در نانومواد الکتروود، روش کارل فیشر
- قسمت ۵-۱: قطعات الکترونیکی دارای فیلم نازک آلی-نانو-اندازه گیری های مربوط به انتقال حامل
- قسمت ۵-۳: افزاره های الکترونیکی فیلم نازک نانومواد/ مواد آلی-اندازه گیری غلظت حامل بار
- قسمت ۶-۱: مواد پایه گرافنی-مقاومت ویژه حجمی: روش چهارپروب
- قسمت ۶-۴: گرافن-اندازه گیری هدایت سطحی با استفاده از کاواک تشدیدی
- قسمت ۶-۶: گرافن-یکنواختی کرنش: طیفسنجی رامان
- قسمت ۶-۱۴: مواد پایه گرافنی- سطح نقص: طیفسنجی رامان

فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۱۸: مواد پایه گرافنی- گروه‌های عاملی: TGA-FTIR

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ایجاد یک روش استاندارد شده برای تعیین مشخصه کلیدی کنترلی شیمیایی موارد زیر است:

• گروه‌های عاملی

برای مواد عامل‌دار بر پایه گرافن و گرافن اکسید با

• آنالیز گرماوزن‌سنجی (TGA) جفت‌شده با طیف‌سنجی فرسرخ تبدیل فوریه (FTIR) است که به عنوان TGA-FTIR نامیده می‌شود.

محتوای گروه‌های عاملی با تغییرات جرم نمونه به‌عنوان تابعی از دما با استفاده از TGA به‌دست می‌آید. سپس مواد پدیدآمده طی این تغییرات جرمی با استفاده از FTIR جفت‌شده برای شناسایی گروه‌های عاملی آنالیز می‌شوند.

- گروه‌های عاملی تعیین‌شده براساس این استاندارد به‌عنوان یک مشخصه کلیدی کنترلی در ویژگی تفصیلی شاهد برای گرافن در استاندارد IEC 62565-3-1 برای پودر گرافن فهرست خواهند شد.
- این روش برای پودر گرافن عامل‌دارشده و گرافن اکسید که می‌توانند با دمای بالا در طول TGA، تف‌کافت و گازی شوند، قابل استفاده است.
- حوزه‌های کاربرد معمولی شامل کنترل کیفیت برای تولیدکنندگان گرافن و انتخاب محصول برای کاربران پایین‌دستی است.

۲ مراجع الزامی

این استاندارد مراجع الزامی ندارد.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد تعاریف و اصطلاحات زیر به کار می‌رود^۱.

۱ - اصطلاحات و تعاریف به‌کاررفته در این استاندارد در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org قابل‌دسترس است.

۱-۳ اصطلاحات عمومی

۱-۱-۳

گرافن

لایه گرافن

گرافن تک لایه

گرافن یک لایه

graphene

graphene layer

single layer graphene

monolayer graphene

تک لایه‌ای از اتم‌های کربن که در آن هر اتم به سه اتم همسایه در یک ساختار لانه زنبوری متصل شده است.

یادآوری ۱- گرافن، واحد سازنده مهم، در بسیاری از نانو اشیاء کربنی است.

یادآوری ۲- از آنجا که گرافن تک لایه است، گاهی برای متمایز شدن از گرافن دولایه (2LC) و گرافن چندلایه (FLG)^۱، گرافن تک لایه یا یک لایه به اختصار 1LG نامیده می‌شود.

یادآوری ۳- گرافن لبه‌هایی دارد و می‌تواند نقص‌ها و مرزهای دانه‌ای داشته باشد که در آن‌جا پیوندها از هم گسیخته می‌شود.

[منبع: زیربند ۱-۳-۱-۲-۱ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۲-۱-۳

گرافن اکسید

graphene oxide

GO

گرافن شیمیایی اصلاح شده، تهیه شده به وسیله اکسایش و لایه برداری از گرافیت^۲ که باعث اصلاح اکسایشی گسترده سطوح پایه می‌شود.

یادآوری - گرافن اکسید یک ماده تک لایه با محتوای اکسیژن بالا است که بسته به روش سنتز به طور معمول با نسبت اتمی C/O تقریبی ۲/۰ شناخته می‌شود.

[منبع: زیربند ۱-۳-۲-۱ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

1- Few-layer graphene

2- Graphite

۳-۱-۳

مواد پایه گرافنی

graphene-based material

GBM

graphene material

مواد گرافنی

گروه‌بندی مواد دوبعدی بر پایه کربن که شامل یک یا چند گرافن، گرافن دولایه، گرافن کم‌لایه، نانوصفحه گرافن^۱ و تغییرات عامل دارشده آنها مانند گرافن اکسید و گرافن اکسید کاهش‌یافته است.

یادآوری - «مواد گرافنی» نام کوتاه‌شده برای مواد پایه گرافنی است.

۴-۱-۳

ویژگی تفصیلی شاهد

blank detail specification

BDS

ویژگی عمومی ساختاریافته مجموعه‌ای از مشخصه‌های کلیدی کنترلی که برای توصیف یک محصول نانوپدید^۲ خاص بدون تخصیص مقادیر و/یا شاخصه‌های خاص، مورد نیاز است.

یادآوری ۱- قالب‌های تعریف‌شده در ویژگی تفصیلی شاهد، مشخصه‌های کلیدی کنترلی را برای مواد یا محصول نانوپدید بدون تخصیص مقادیر خاص به آن، فهرست می‌کنند.

یادآوری ۲- مثال‌هایی از محصولات نانوپدید عبارتند از: نانومواد، نانوچندسازه‌ها و زیرمجموعه‌های نانویی^۳.

یادآوری ۳- ویژگی‌های تفصیلی شاهد برای تهیه ویژگی تفصیلی مورد استفاده در قراردادهای تدارکات دوجانبه توسط کاربران صنعتی در نظر گرفته شده‌اند. ویژگی تفصیلی شاهد، مقایسه و محک‌زنی^۴ مواد مختلف را تسهیل می‌کند. علاوه‌براین، یک قالب استاندارد شده، تدارکات را موثرتر و در برابر خطاها قوی‌تر می‌کند.

۵-۱-۳

ویژگی تفصیلی شاهد چندبخشی

sectional blank detail specification

SBDS

ویژگی برپایه ویژگی تفصیلی شاهد، سازگار شده برای یک زیرگروه از محصول نانوپدید است.

1- Graphene nanoplate

2- Nano-enabled

3- Nano-subassemblies

4- Benchmarking

یادآوری ۱- به‌طور کلی، ویژگی تفصیلی شاهد چندبخشی شامل زیرمجموعه‌ای از مشخصه‌های کلیدی کنترلی است که در ویژگی تفصیلی شاهد فهرست شده‌اند. به‌علاوه، اگر مشخصه‌های کلیدی کنترلی چندبخشی خاص در ویژگی تفصیلی شاهد فهرست نشده باشند، می‌توان آنها را اضافه کرد.

یادآوری ۲- الگوهای تعریف شده در ویژگی تفصیلی شاهد چندبخشی، می‌توانند شامل مشخصه‌های کلیدی کنترلی با مقادیر و ویژگی‌های اختصاص داده‌شده یا بدون آنها باشد.

یادآوری ۳- بخش مورد نظر را می‌توان با کاربرد، روش ساخت یا خواص کلی مواد تعریف کرد.

۶-۱-۳

ویژگی تفصیلی

detail specification

DS

ویژگی برپایه ویژگی تفصیلی شاهد، با مقادیر و خصیصه‌های تعیین شده است.

یادآوری ۱- خواص فهرست شده در ویژگی تفصیلی، معمولاً زیرمجموعه‌ای از مشخصه‌های کلیدی کنترلی فهرست شده در ویژگی تفصیلی شاهد مرتبط است. شرکای صنعتی فقط آن دسته از خواصی را تعریف می‌کنند که برای کاربرد در نظر گرفته شده، مورد نیاز باشند.

یادآوری ۲- ویژگی‌های تفصیلی توسط شرکای صنعتی تعریف شده‌اند. سازمان‌های توسعه‌دهنده استاندارد (SDO)^۱ فقط در صورتی دخیل خواهند شد که نیاز کلی به ویژگی تفصیلی در یک بخش صنعتی وجود داشته باشد.

یادآوری ۳- شرکای صنعتی می‌توانند مشخصه‌های کلیدی کنترلی افزوده را در صورتی که در ویژگی تفصیلی شاهد فهرست نشده باشند، تعریف کنند.

۷-۱-۳

مشخصه کلیدی کنترلی

شاخص کلیدی عملکرد

key control characteristic

KCC

key performance indicator

خاصیت ماده یا مشخصه محصول میانی که می‌تواند بر ایمنی یا انطباق با مقررات، برازش، کارکرد، عملکرد، کیفیت، اطمینان‌پذیری^۲ یا فرآوری بعدی محصول نهایی تاثیر بگذارد.

یادآوری ۱- اندازه‌گیری یک مشخصه کلیدی کنترلی در یک روش اجرایی اندازه‌گیری استاندارد شده، با درستی و دقت شناخته شده توصیف شده است.

1 - Standards Developing Organizations

2 - Reliability

یادآوری ۲- در صورتی که همبستگی نتایج به خوبی شناخته شده و مشخص باشد، می توان بیش از یک روش اندازه گیری را برای یک مشخصه کلیدی کنترلی تعریف کرد.

۲-۳ مشخصه های کلیدی کنترلی اندازه گیری شده مطابق با این استاندارد

۱-۲-۳

گروه عاملی

functional group

اتم یا گروهی از اتم ها که خواص شیمیایی مشابهی دارند و هرگاه در ترکیبات مختلف وجود داشته باشند ویژگی های خواص فیزیکی و شیمیایی خانواده های ترکیبات آلی را مشخص می کنند.

۳-۳ اصطلاحات مربوط به روش اندازه گیری

۱-۳-۳

آنالیز گرموزن سنجی

thermogravimetry analysis

TGA

روشی است که در آن تغییر در جرم نمونه، در حالی که با یک برنامه ی دمایی تحت کنترل قرار دارد، به عنوان تابعی از دما اندازه گیری می شود.

[منبع: زیربند ۶-۱-۲ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱، تغییر یافته- اصطلاح «گرموزن سنجی» به «آنالیز گرموزن سنجی» تغییر یافته است.]

۲-۳-۳

طیف سنجی فروسرخ تبدیل فوریه

Fourier transform infrared spectroscopy

FTIR

یک فن تجزیه شیمیایی براساس جذب تابش فروسرخ به وسیله گونه های شیمیایی آزمونه^۱ در نمونه است که برای شناسایی و تعیین مقدار جذب گونه های شیمیایی استفاده می شود.

[منبع: برگرفته از زیربند ۳-۱-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۳۲۸: سال ۱۳۹۵]

۳-۳-۳

حالت بازتابش کلی ضعیف شده

attenuated total reflection mode

ATR

حالت کاربری دستگاهی است که در آن زاویه تابش نور IR روی بلور، بالاتر از زاویه بحرانی تنظیم شده است. یادآوری - نور به طور کامل توسط سطح بالایی بلور بازتابیده می شود و شدت نور از طریق جذب توسط مواد پوشاننده سطح بالایی بلور کاهش می یابد. بسامد نور IR جذب شده برای شناسایی گونه عملکردی شیمیایی جذب شده استفاده می شود و کسری از نور جذب شده برای تعیین مقدار گونه عملکردی حاضر استفاده می شود.

[منبع: برگرفته از زیربند ۳-۱-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۳۲۸: سال ۱۳۹۵]

۴-۳-۳

آنالیز گاز برون داده شده

evolved-gas analysis

روشی است که در آن ماهیت و/یا مقدار محصول (محصولات) فرار آزاد شده به وسیله یک ماده، به عنوان تابعی از دما، درحالی که ماده تحت یک برنامه دمایی کنترل شده قرار دارد، اندازه گیری می شود (می شوند).

[منبع: زیربند ۵-۲۶ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

۴ کلیات

۴-۱ اصول اندازه گیری

در TGA، TGA-FTIR از طریق خط انتقال حرارت داده شده و کنترل شده دمایی متصل می شود. نمونه ها در یک گاز بی اثر مانند نیتروژن یا هلیوم فوق خالص با نرخ حرارت معین از دمای اتاق تا دمای مورد نظر گرم می شوند. درحالی که تغییرات جرمی مانند تف کافت نمونه و تبخیر که با تغییرات دما همراه است، به طور کمی با TGA اندازه گیری می شود، تحلیل کیفی گازهای پدید آمده از مواد تف کافت شده را می توان به طور همزمان با اندازه گیری طیف های FTIR به دست آمده، بررسی کرد.

۴-۲ روش آماده سازی نمونه

برای اندازه گیری های TGA، حداقل با ۵ mg پودر گرافن به مدت یک دقیقه با فشار ۳ MPa تا ۴ MPa قرص بسازید. اندازه قرص نمونه کنترل می شود تا برای کفه TGA مناسب باشد.

برای اندازه‌گیری‌های ATR، پودر گرافن را با یک لام شیشه‌ای به آرامی فشار دهید تا اطمینان حاصل شود که نمونه در تماس با پایه ATR تا حد ممکن صاف باشد، به طوری که سیگنال‌های طیفی رضایت‌بخشی از آزمون‌های ATR تولید شود.

۳-۴ سامانه اندازه‌گیری

سل گاز گرم‌شده برای آشکارسازی محصولات تجزیه در محفظه نمونه FTIR قرار می‌گیرد. یک سر خط انتقال، به درگاه ورودی سل گاز و انتهای دیگر به TGA متصل است. TGA کاهش وزن ناشی از تبخیر و تفکافت نمونه را اغلب به‌عنوان تابعی از افزایش دما با استفاده از ترازو و کوره با دقت بالا، پایش می‌کند. گازهای پدیدآمده از نمونه با منشاء TGA از میان خط انتقال گرم‌شده به سل گاز گرم‌شده در محفظه نمونه FTIR عبور می‌کنند. درحالی‌که این گازهای پدیدآمده از داخل سل گاز حرکت می‌کنند، طیف‌های FTIR برای پردازش بیشتر و به‌دست آوردن اطلاعات کمی و کیفی، جمع‌آوری و ذخیره می‌شوند.

۴-۴ توصیف تجهیزات اندازه‌گیری

لازم است خط انتقال از TGA به سل گاز، نسبت به گاز پدید آمده بی‌اثر و دارای سطح غیرمتخلخل باشد. خطوط انتقال گاز پدیدآمده باید تا دمای کافی برای جلوگیری از تراکم گونه‌های پدیدآمده گرم شوند. دمای خط انتقال معمولاً در طول آزمایش در سطحی که برای جلوگیری از تراکم و تخریب گازهای پدیدآمده انتخاب شده است ثابت نگه داشته می‌شود. دمای کاری معمولی گستره‌ای از 150°C تا 300°C دارد.

سل گاز معمولاً تا دمای ثابت یا کمی بالاتر از دمای خط انتقال، تقریباً 10°C بالاتر، گرم می‌شود تا از تراکم گاز پدیدآمده جلوگیری شود. با این حال از بیشینه دمای توصیه‌شده توسط سازنده نباید بیشتر شود.

انتهای سل گاز با پنجره‌های فرستنده فروسرخ یا ترکیب پنجره و آینه، درزبندی شده است.

۴-۵ مواد پشتیبان

در طول آنالیز، مواد و واکنشگرهایی مورد نیاز است. تنها از واکنشگرهایی با درجه خلوص تجزیه‌ای شناخته‌شده استفاده کنید، مگر اینکه خلاف آن ذکر شده باشد.

۴-۵-۱ گاز هلیوم یا گاز نیتروژن، خلوص بسیار بالا، محتوای ناخالصی کل (m/m) 0.0005%

۴-۵-۲ حلال تمیزکننده، مناسب برای تمیز کردن ظرف بارگیری نمونه، به‌عنوان مثال اتانول مطلق یا استون.

۴-۵-۳ مواد مرجع گواهی‌شده، مورد استفاده برای آزمودن پاسخ دستگاه و کالیبراسیون تجهیزات اندازه‌گیری.

۴-۶ شرایط محیطی حین اندازه‌گیری

اندازه‌گیری‌های TGA-FTIR باید در دمای اتاق و رطوبت نسبی زیر ۶۰٪ انجام شود. دما و رطوبت نسبی خاصی مورد نیاز نیست.

۵ روش اجرایی اندازه‌گیری

۵-۱ کالیبراسیون تجهیزات اندازه‌گیری

توصیه می‌شود یک نمونه مورد آزمون استاندارد به‌طور منظم برای آزمون پاسبخ دستگاه استفاده شود تا زمانی که مشکلاتی در FTIR، TGA یا رابط نوری رخ داد، آنها را نمایان کند. همچنین این آزمون تعیین می‌کند که آیا خط انتقال مسدود شده یا اینکه جریان گاز از جای دیگری قطع شده است. برای کالیبراسیون FTIR می‌توان از فیلم پلی‌استایرن به شماره GBW (E) 130181 استفاده کرد. فلز خالص (استاندارد اولیه Sn، Zn، Pb، Ni) می‌تواند برای کالیبراسیون TGA استفاده شود.

۵-۲ پروتکل دقیق روش اجرایی اندازه‌گیری

قرص نمونه با جرم m (حداقل ۵ mg) برای اندازه‌گیری TGA-FTIR استفاده می‌شود. ابتدا دمای تجهیزات جانبی فروسرخ را تنظیم کنید، برای تخلیه هوا و بخار موجود در لوازم جانبی فروسرخ، شیر گاز پاکسازی‌کننده^۱ نیتروژن یا هلیوم را باز کنید. بعد از آماده‌سازی، پس‌زمینه فروسرخ را با FTIR روبش کنید. کفه را از کوره TGA بردارید و با حلال‌های مناسب تمیز کنید و سپس نمونه را بارگذاری کنید. دمای TGA را از ۲۵ °C تا ۱۲۰۰ °C با نرخ گرمایش ۵ °C/min و نیتروژن یا هلیوم خالص شده (۹۹٫۹۹۹٪) را با سرعت جریان ۵۰ mL/min تنظیم کنید تا جو، بی‌اثر بماند. دمای سل گاز و خط انتقال به ترتیب ۳۰۰ °C و ۲۸۰ °C است. هنگامی که اندازه‌گیری شروع می‌شود، کاهش وزن نمونه ناشی از تبخیر و تف‌کافت به‌عنوان تابعی از دما به‌صورت کمی با TGA پایش می‌شود. جریان گاز پاکسازی‌کننده، گاز برون‌داده‌شده از TGA را با خط انتقال به سل گازی نصب‌شده در محفظه نمونه FTIR می‌برد و همزمان طیف FTIR سنجیده می‌شود. دامنه طیف، گستره 400 cm^{-1} تا 4000 cm^{-1} با ضریب تفکیک‌پذیری 8 cm^{-1} است. پس از پایان اندازه‌گیری TGA-FTIR، منحنی TGA و طیف FTIR سه‌بعدی (شدت در برابر عدد موج در برابر زمان یا دما) را می‌توان به‌دست آورد. دماهای کاهش وزن مشخصه T_i ($i=1, 2, \dots, n$) را می‌توان از منحنی TGA تعیین کرد.

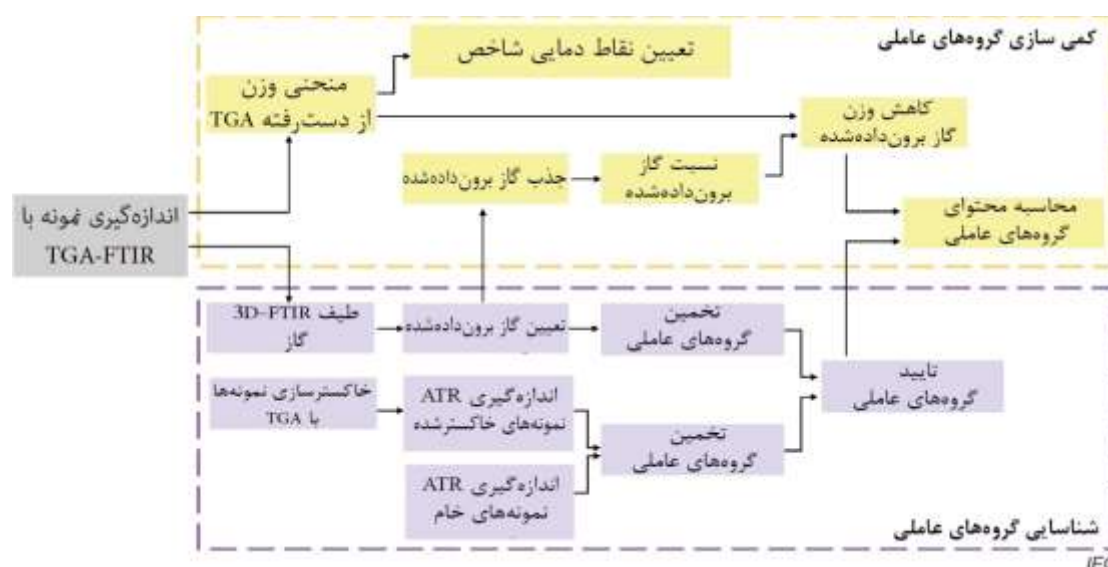
پودر گرافن را بر پایه ATR نهشت کنید و به آرامی با یک لام شیشه‌ای فشار دهید. طیف FTIR را می‌توان با انجام اندازه‌گیری ATR برای نمونه گرافن تازه ساخته‌شده به‌دست آورد.

1- Purge gas

یک قرص نمونه با جرم m برای اندازه‌گیری TGA بردارید. دمای TGA را از 25°C تا دمای مشخصه کاهش وزن T_1 تنظیم کنید و نمونه را با نرخ گرمایش $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا دمای T_1 گرم کنید. سپس نمونه را برای اندازه‌گیری ATR خارج کنید و یک طیف FTIR برای نمونه گرافن گرم‌شده تا T_1 به‌دست آورید. یک قرص نمونه با جرم m برای اندازه‌گیری TGA بردارید. دمای TGA را از 25°C تا دمای مشخصه کاهش وزن T_2 تنظیم کنید و نمونه را با نرخ گرمایش $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا دمای T_2 گرم کنید. سپس نمونه را برای اندازه‌گیری ATR خارج کنید و یک طیف FTIR برای نمونه گرافن گرم‌شده تا T_2 به‌دست آورید. این مراحل را تکرار کنید تا نمونه به اندازه دمای T_n گرم شود. پس از اتمام این اندازه‌گیری‌ها، می‌توان طیف FTIR را برای نمونه‌های گرافن که در دماهای کاهش وزن مشخصه T_i ($i=1, 2, \dots, n$) گرم شده‌اند، به‌دست آورد.

۶ تحلیل داده

روندنمای تحلیل داده‌ها، شامل شناسایی گروه‌های عاملی و کمی‌سنجی آنها در شکل ۱ نشان داده شده است.



شکل ۱- روندنمای تحلیل داده‌ها

ابتدا، داده‌های TGA را از یک اندازه‌گیری TGA-FTIR نمونه با جرم m تجزیه و تحلیل کنید. از روی منحنی TGA، می‌توان نقاط دمای کاهش وزن مشخصه T_i ($i=1, 2, \dots, n$) را که در آن کاهش وزن قابل توجهی از نمونه رخ می‌دهد و نیز اختلاف جرم بین نقطه شروع و دمای مربوطه را که به‌صورت Δm_{Ti} ($i=1, 2, \dots, n$) نوشته می‌شود، تعیین کرد.

در مرحله دوم، انواع گروه‌های عاملی نمونه را از اندازه‌گیری‌های ATR پیش‌بینی کنید. طیف FTIR نمونه‌های گرافن تازه ساخته‌شده و نمونه‌های گرافن را که تا T_i ($i=1, 2, \dots, n$) مختلف گرم می‌شوند، با همان روش‌ها، شامل حذف پس‌زمینه، حذف نوفه و بهنجارسازی خط پایه، پردازش کنید. تفاوت بین طیف

FTIR نمونه گرافن تازه ساخته شده و طیف FTIR نمونه‌های گرافن خاکستر شده که تا T_i ($i=1, 2, \dots, n$) حرارت داده شده است را تجزیه و تحلیل کنید. براساس پایگاه داده طیف فروسرخ جامد، می‌توان انواع گروه عاملی مربوط به T_i ($i=1, 2, \dots, n$) را که به صورت مجموعه (۱) نوشته شده است، پیش‌بینی کرد. در این مرحله می‌توان از نوار ارتعاشی C=O به عنوان مرجع داخلی استفاده کرد.

در مرحله سوم، انواع گروه‌های عاملی نمونه را از اندازه‌گیری‌های TGA-FTIR پیش‌بینی کنید. یک طیف FTIR سه بعدی گاز را می‌توان با اندازه‌گیری به دست آورد. براساس پایگاه داده طیف فروسرخ گاز ناشی از سوختن، می‌توان انواع گروه‌های عاملی مربوط به T_i ($i=1, 2, \dots, n$) را براساس گازهای پدیدآمده که به صورت مجموعه (۲) نوشته شده است، پیش‌بینی کرد. در این مرحله می‌توان مقادیر مشخص CO_2 را در حین اندازه‌گیری وارد کرد. نوار ارتعاشی C=O در CO_2 را می‌توان به عنوان مرجع خارجی استفاده کرد.

در مرحله چهارم، انواع گروه‌های عاملی را در نمونه تعیین کنید. می‌توان با مقایسه مجموعه (۱) و مجموعه (۲) گروه‌های عاملی، انواع گروه عاملی مورد نظر را از تقاطع آنها تعیین کرد.

در نهایت محتوای گروه عاملی را در نمونه محاسبه کنید. نوارها را برای هر جزء گاز از طیف 3D FTIR پیدا کنید و نسبت قله‌ها را در شدتی که جزء اصلی هر گاز در بالاترین سطح است، محاسبه کنید. می‌توان برای انواع گازهای مختلف نسبت‌های G_{Ti} ($i=1, 2, \dots, n$) به Δm_{Ti} ($i=1, 2, \dots, n$) را به دست آورد. حاصل ضرب G_{Ti} ($i=1, 2, \dots, n$) و Δm_{Ti} ($i=1, 2, \dots, n$) را از ۱ تا n جمع کنید و بر جرم نمونه m تقسیم کنید، سپس می‌توان کسر جرمی محتوی گروه عاملی F (%) را از طریق $F(\%) = \frac{\sum_{i=1}^n G_{Ti} \times \Delta m_{Ti}}{m}$ به دست آورد.

مطالعه موردی در مورد تحلیل داده‌ها در پیوست ب ارائه شده است.

۷ نتایجی که باید گزارش شود

۷-۱ کلیات

نتایج اندازه‌گیری باید در گزارش اندازه‌گیری شامل تاریخ و زمان اندازه‌گیری و همچنین نام و امضای شخصی که مسئول صحت گزارش است، ثبت شود. رهنمودها در پیوست الف ارائه شده است.

۷-۲ شناسایی نمونه یا محصول

گزارش باید حاوی تمام اطلاعات برای شناسایی نمونه مورد آزمون و ردیابی تاریخیچه نمونه باشد:

- اطلاعات عمومی خرید، مطابق با ویژگی تفصیلی شاهد مربوط؛

- شرح کلی مواد مطابق با ویژگی تفصیلی شاهد مربوط.

یادآوری - ویژگی تفصیلی شاهد برای گرافن در دست تدوین است (IEC 62565-3-1).

۳-۷ شرایط آزمون

شرایط محیط آزمایشگاه در حین آزمون.

- گستره دما: $18^{\circ}\text{C} < T < 30^{\circ}\text{C}$ ؛
- گستره رطوبت نسبی: $40\% < RH < 65\%$.

۴-۷ اطلاعات ویژه اندازه‌گیری

- وضعیت کالیبراسیون تجهیزات.
- نام سازندگان و شماره مدل برای سامانه کامل TGA-FTIR و اجزای جداگانه.
- دمای سل گاز.
- مواد پنجره مورد استفاده در سل گاز.
- دمای خط انتقال.
- نوع آشکارساز.
- گاز دمش TGA و نرخ جریان.
- دمای TGA و نرخ افزایش.
- جرم نمونه.
- تفکیک پذیری طیفی.

۵-۷ نتایج آزمون

نتایج انواع و محتوای گروه‌های عاملی براساس این استاندارد اندازه‌گیری می‌شوند.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

الگوی گزارش آزمون

قالب گزارش بر پایه ویژگی مواد، ویژگی تفصیلی شاهد چندبخشی یا ویژگی تفصیلی مرتبط طراحی و تنظیم شده است. جدول الف-۱، جدول الف-۲، جدول الف-۳ و جدول الف-۴ دستورالعمل‌هایی برای نوشتن گزارش هستند و می‌توانند برای برآورده کردن الزامات طرفین دست اندرکار، سفارشی شوند.

جدول الف ۱- شناسایی محصول (مطابق با ویژگی تفصیلی شاهد مربوط)

شماره	مورد	اطلاعات
۱-۱	تامین کننده	
۲-۱	نام تجاری	
۳-۱	شماره شناسایی	
۴-۱	مقدار متداول دسته	جرم [g]
۵-۱	الزامات قابلیت رهگیری	<input type="checkbox"/> شماره دسته <input type="checkbox"/> شماره سری <input type="checkbox"/> سایر، مشخصه ----
		تاریخ ساخت
۶-۱	ویژگی	شماره
		سطح بازبینی
		تاریخ صدور
۷-۱	برگه اطلاعات ایمنی مواد (MSDS) در دسترس است	<input type="checkbox"/> خیر
		<input type="checkbox"/> بله مرجع

جدول الف ۲- شرح کلی مواد (مطابق با ویژگی تفصیلی شاهد مربوط)

شماره	مورد	اطلاعات
۱-۲	نوع ماده	
۲-۲	روش ساخت	
۳-۲	حالت فیزیکی	
۴-۲	عمر مفید	
۵-۲	اندازه متداول دسته	

جدول الف ۳- اطلاعات آزمون

شماره	مورد	اطلاعات
۱-۳	نام	دستگاه‌ها
	سازنده	
	مدل	
۲-۳	گستره دمای TGA	
۳-۳	نرخ بالارفتن دمای TGA	
۴-۳	جو گاز دمش	
۵-۳	جرم نمونه	
۶-۳	تعداد طیف‌ها یا اندازه‌گیری‌ها	
۷-۳	دمای خط انتقال	
۸-۳	دمای سل گاز	
۹-۳	مواد پنجره سل گاز	
۱۰-۳	نوع آشکارساز	
۱۱-۳	تفکیک پذیری طیفی	
۱۲-۳	دمای محیط	
۱۳-۳	رطوبت نسبی محیط	

جدول الف ۴- نتایج اندازه‌گیری

نوع گروه عاملی									مورد
									کسر جرمی (%) آزمون اول
									کسر جرمی (%) آزمون دوم
									کسر جرمی (%) آزمون سوم
									میانگین
									انحراف استاندارد

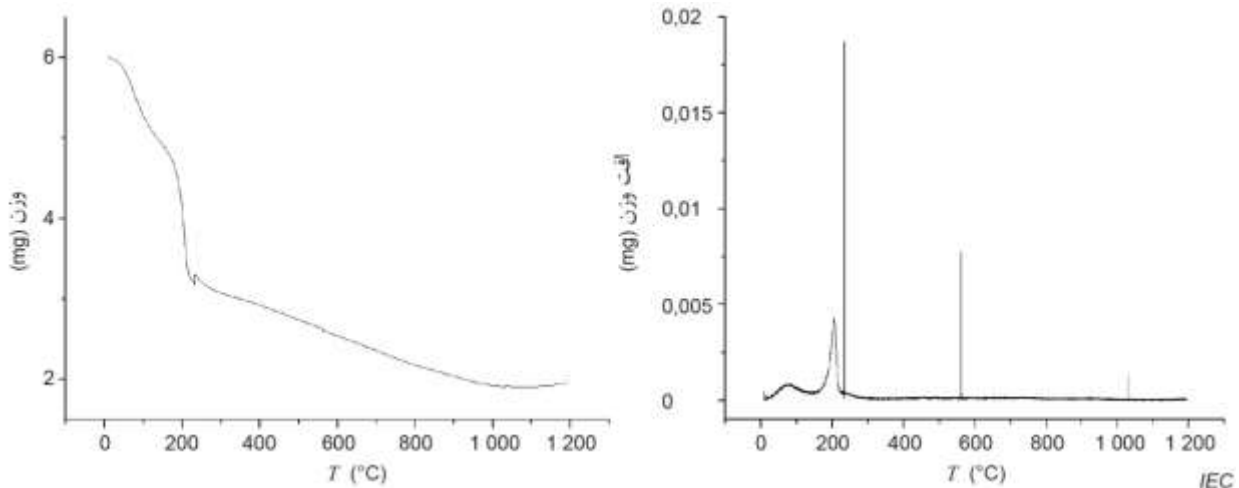
پیوست ب

(آگاهی‌دهنده)

مطالعه موردی: تحلیل داده‌ها

ب-۱ تایید نقاط دمای مشخصه از منحنی TGA

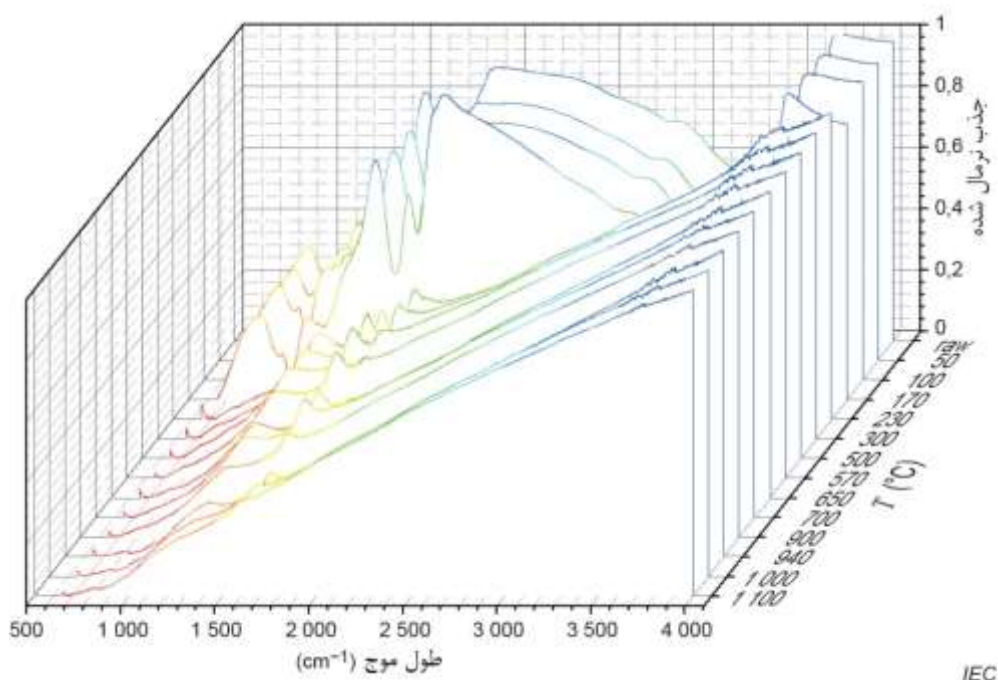
همانطور که در سمت چپ شکل ب-۱ نشان داده شده است، نمودار رسم‌شده وزن بر حسب دما را می‌توان از اندازه‌گیری‌های TGA-FTIR به‌دست آورد. سمت راست شکل ب-۱ منحنی تفاضلی مربوط به افت وزن را نشان می‌دهد که از آن می‌توان نقاط دمای کاهش وزن مشخص 75°C ، 200°C ، 230°C ، 570°C و 1000°C را تعیین کرد.



شکل ب-۱- منحنی افت وزن (چپ) به دست آمده از اندازه‌گیری TGA-FTIR و متناظر منحنی تفاضلی وزن از دست‌رفته (راست)

ب-۲ تحلیل طیف‌های FTIR به‌دست آمده از دماهای خاکسترسازی مختلف

اندازه‌گیری‌های ATR را برای نمونه‌های خاکسترشده در دماهای مختلف از جمله نقاط دمای ذکر شده در بالا انجام دهید. و سپس همانطور که در شکل ب-۲ نشان داده شده است تمام طیف‌های FTIR به‌دست آمده را با هم ترسیم کنید.

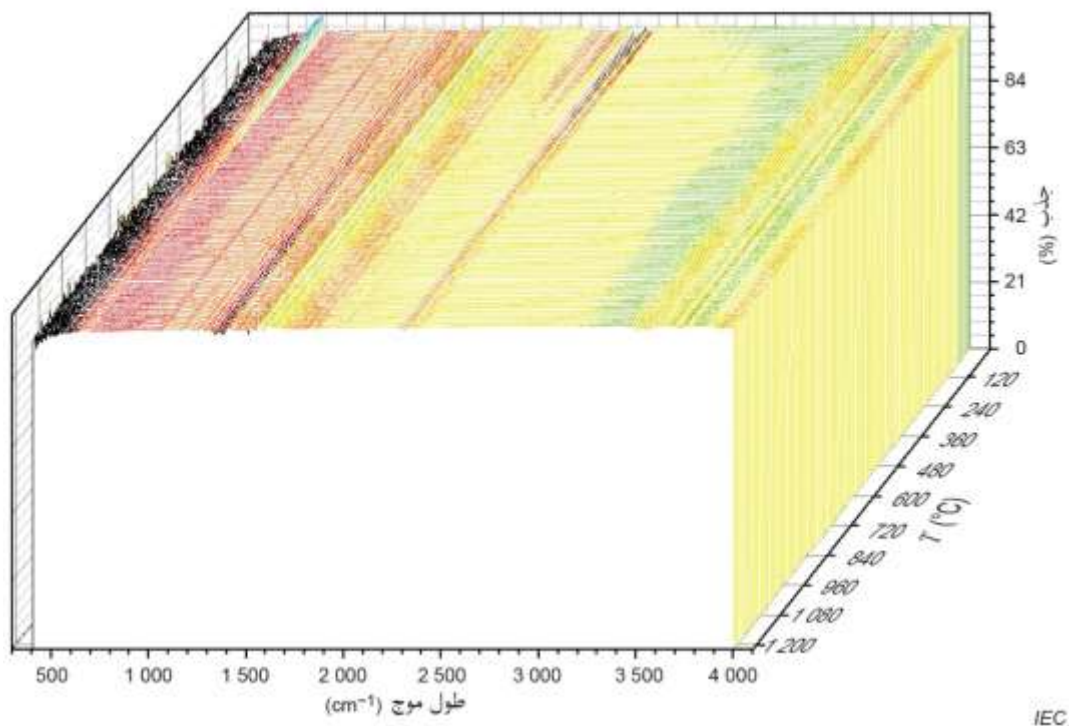


شکل ب-۲- طیف‌های FTIR متناظر با نمونه‌های خاکسترشده در دماهای مختلف

از شکل ب-۲، در گستره دمایی 25°C تا 170°C ، حضور گروه‌های عاملی $(-\text{OH})$ ، $(-\text{COOH})$ ، $(\text{C}-\text{O}-\text{C})$ و $(\text{C}=\text{O})$ را می‌توان پیش‌بینی کرد. در گستره دمایی 170°C تا 700°C ، می‌توان پیش‌بینی کرد که گروه‌های عاملی $(-\text{OH})$ و $(\text{C}=\text{O})$ حضور دارند. در گستره دمایی 700°C تا 1100°C ، می‌توان فرض کرد که گروه‌های عاملی آزاد شده $(-\text{OH})$ و $(\text{C}-\text{O}-\text{C})$ کناری هستند [۷].

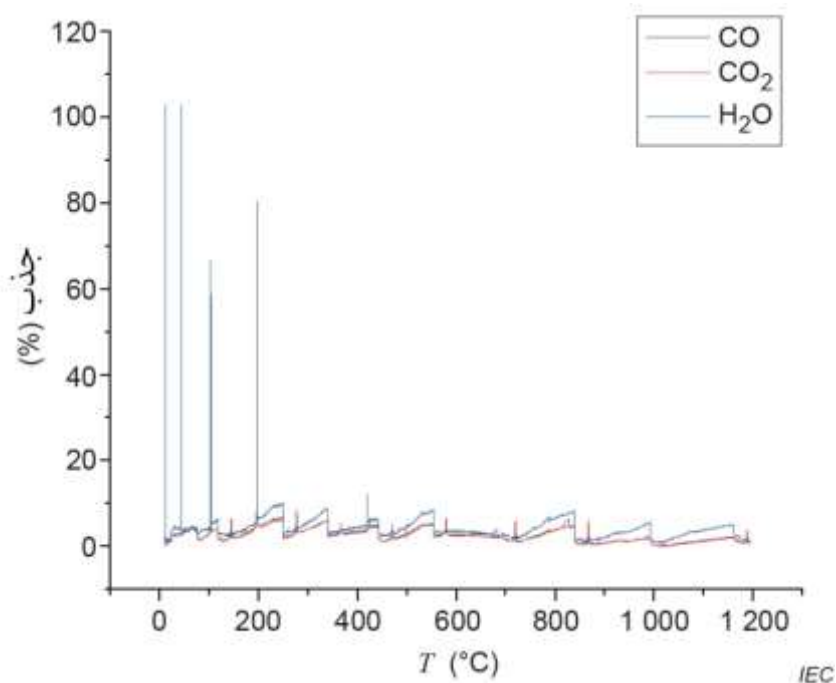
ب-۳ تحلیل طیف‌های FTIR گرفته‌شده با اندازه‌گیری‌های TGA-FTIR

طیف FTIR سه بعدی را می‌توان از اندازه‌گیری TGA-FTIR به‌دست آورد. با مقایسه آن با منبع طیف گاز استاندارد FTIR، می‌توان نتیجه گرفت که نزدیک به 2000 cm^{-1} ، 2500 cm^{-1} و 4000 cm^{-1} ، گازهای آزاد شده به ترتیب عمدتاً CO ، CO_2 و H_2O هستند. علاوه بر این، می‌توان فرض کرد که در گستره دمایی 25°C تا 170°C ، گروه‌های عاملی آزاد شده $(-\text{OH})$ ، $(-\text{COOH})$ و $(\text{C}=\text{O})$ هستند. در گستره دمایی 170°C تا 700°C ، می‌توان فرض کرد که گروه‌های عاملی $(-\text{OH})$ ، $(-\text{COOH})$ و $(\text{C}=\text{O})$ هستند. در گستره دمایی 700°C تا 1100°C ، می‌توان فرض کرد که گروه‌های عاملی آزاد شده $(-\text{OH})$ و $(\text{C}-\text{O}-\text{C})$ کناری هستند.



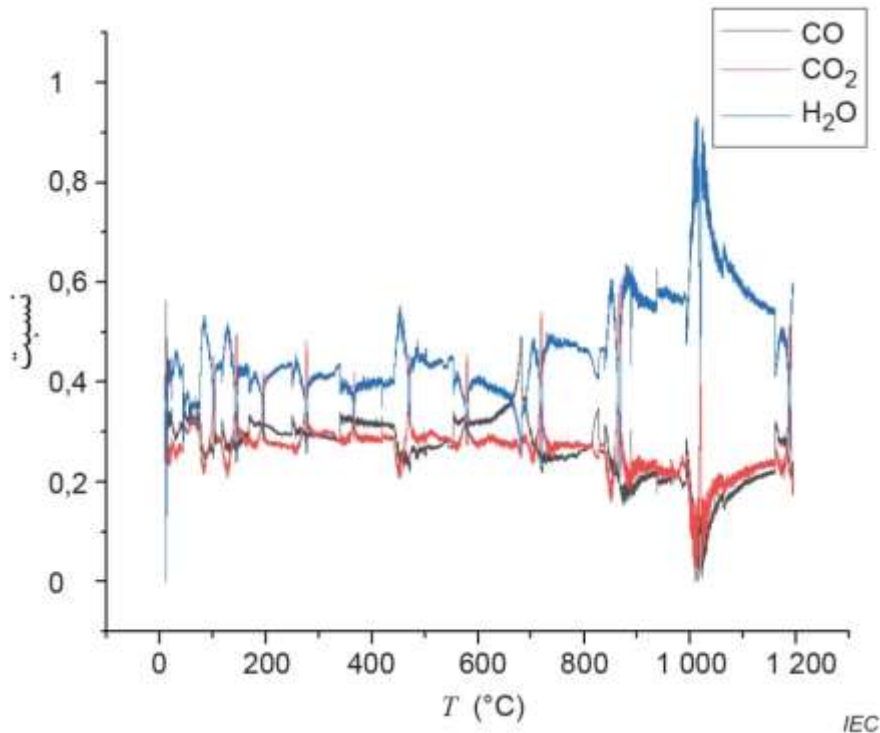
شکل ب-۳- یک طیف FTIR سه بعدی به دست آمده از اندازه گیری TGA-FTIR

از شکل ب-۳، می توان نوارهای جذبی را که در آن شدت برای هر جزء گاز (CO، CO₂ و H₂O) در دماهای مختلف در بالاترین میزان است، ردیابی کرد. منحنی های متناظر در شکل ب-۴ رسم شده است.



شکل ب-۴- پویایی جذب هر یک از اجزای گاز

سپس نسبت‌های قله هر جزء گاز را می‌توان محاسبه کرد و نتیجه را در شکل ب-۵ ترسیم کرد.

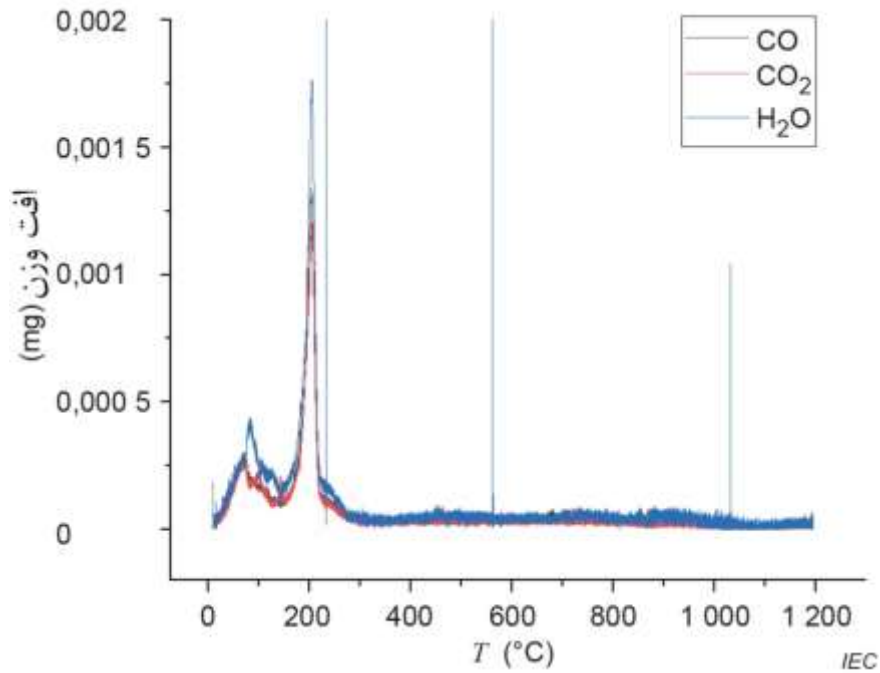


شکل ب-۵- پویایی جذب برای هر یک از اجزای گاز

ب-۴ تایید و کمی‌سنجی گروه‌های عاملی

گروه‌های عاملی را می‌توان با مطابقت فصل مشترک گروه‌های عاملی فرض شده در بندهای ب-۲ و ب-۳ تأیید کرد. بنابراین در گستره دمایی 25°C تا 170°C ، گروه‌های عاملی $(-\text{OH})$ ، $(-\text{COOH})$ و $(\text{C}=\text{O})$ حضور دارند. در گستره دمایی 170°C تا 700°C ، گروه‌های عاملی $(-\text{OH})$ و $(\text{C}=\text{O})$ حضور دارند. در گستره دمایی 700°C تا 1100°C ، گروه‌های عاملی $(-\text{OH})$ و $(\text{C}-\text{O}-\text{C})$ حضور دارند.

منحنی اُفت وزن ناشی از رهائش CO ، CO_2 و H_2O در شکل ب-۶ نشان داده شده است. این نتیجه از شکل ب-۱ و شکل ب-۵ به دست آمده است.



شکل ب- ۶- پویایی اُفت وزن برای هر یک از اجزای گاز

در این مثال، جرم اولیه نمونه برای اندازه‌گیری TGA-FTIR، ۶۱۰۰۵۳۶۲ mg است. محتوای (-OH) محاسبه‌شده از اُفت وزن CO در $T > ۸۰۰\text{ }^{\circ}\text{C}$ و H_2O ، برابر ۱،۹۴۸۹۰۴ mg است. محتوای (-COOH) محاسبه‌شده از اُفت وزن CO_2 ، برابر ۱،۲۵۸۸۸۰ mg است. محتوای (C=O) محاسبه‌شده از کاهش وزن CO در $T < ۴۰۰\text{ }^{\circ}\text{C}$ ، برابر با ۱،۰۱۰۷۷۳ mg است. محتوای (C-O-C) محاسبه‌شده از اُفت وزن CO در $۴۰۰\text{ }^{\circ}\text{C} < T < ۸۰۰\text{ }^{\circ}\text{C}$ ، برابر با ۰،۲۲۲۷۳۲ mg است.

کتابنامه

- [1] Larciprete, R. et al. Dual path mechanism in the thermal reduction of graphene oxide. *J. Am. Chem. Soc.* 133, 17315-17321 (2011)
- [2] Bagri, A. et al. Stability and formation mechanisms of carbonyl- and hydroxyl-decorated holes in graphene oxide. *J. Phys. Chem. C* 114, 12053-12061 (2010)
- [3] Mkhoyan, K. A. et al. Atomic and electronic structure of graphene-oxide. *Nano Lett.* 9, 1058-1063 (2009)
- [4] Cai, W. et al. Synthesis and solid-state NMR structural characterization of ¹³C-labelled graphite oxide. *Science* 321, 1815-1817 (2008)
- [5] Park, S. et al. Graphene oxide papers modified by divalent ions enhancing mechanical properties via chemical crosslinking. *ACS Nano* 2, 572-578 (2008)
- [6] Eda, G. et al. Insulator to semimetal transition in graphene oxide. *J. Phys. Chem. C* 113, 15768-15771 (2009)
- [7] Acik M, et al. Unusual infrared-absorption mechanism in thermally reduced graphene oxide, *Nat. Mater.* 9, 840-845 (2010) ISO/TR 13014:2012, Nanotechnologies — Guidance on physico-chemical characterization of engineered nanoscale materials for toxicologic assessment