INSO
19785
1st Revision
2023

Identical with
ISO 17200:
2020

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

استاندارد ملی ایران
۱۹۷۸۵
تجدیدنظر اول
۱۴۰۱

فناوری نانو- نانوذرات پودری‌شکل - مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌ها

Nanotechnologies-Nanoparticles in powder form – Characteristics and measurements

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 و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: http://www.inso.gov.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 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 صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و درصورت 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 (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
4- Contact point
5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- نانوذرات پودری‌شکل- مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌ها»

رئیس:	**سمت و/یا محل اشتغال:**
سهرابی جهرمی، ابوذر (دکتری فناوری نانو)	رئیس هیئت مدیره- شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته
دبیر:	
صادق‌حسنی، صدیقه (دکتری شیمی‌تجزیه-الکتروشیمی)	مدیر تحقیق و توسعه- شرکت آرال تجهیز آزما
اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
آقابزرگ، حمیدرضا (دکتری شیمی معدنی)	عضو هیئت علمی بازنشسته- پژوهشگاه صنعت نفت
اسلامی‌پور، الهه (کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)	کارشناس- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	مشاور- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
شاکری، روشنک (کارشناسی ارشد فیزیک اتمی- مولکولی)	کارشناس- سازمان ملی استاندارد ایران
طاهری، علیرضا (دکتری شیمی‌تجزیه)	مدیر کل پژوهش- دانشگاه آزاد اسلامی واحد ایلام
ویراستار:	
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	مشاور- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

پیش‌گفتار و
مقدمه ز
۱ هدف و دامنه کاربرد ۱
۲ مراجع الزامی ۱
۳ اصطلاحات و تعاریف ۲
۴ کوته‌نوشت‌ها ۵
۵ مشخصه‌هایی که باید اندازه‌گیری شوند و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها ۵
۵-۱ کلیات ۵
۵-۲ ترکیب شیمیایی ۶
۵-۳ مقدار اجزای بلورنگاشتی ۷
۵-۴ مساحت سطح ویژه ۷
۵-۵ قطر ذره اولیه ۷
۵-۶ اندازه بلورک ۸
۶ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه ۹
۷ گزارش آزمون ۹
پیوست الف (آگاهی‌دهنده) قابلیت کاربرد برای ترکیبات شیمیایی و فلزات ۱۰
کتاب‌نامه ۱۱

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- نانوذرات پودری‌شکل- مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌ها» که نخستین‌بار در سال ۱۳۹۴ تدوین و منتشر شد، براساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره‌شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارۀ ۵ برای نخستین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یکصدو بیست‌وششمین اجلاسیه کمیتۀ ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۱/۱۲/۱۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادۀ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شمارۀ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوۀ 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 خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شمارۀ ۱۹۷۸۵: سال ۱۳۹۴ می‌شود.

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 17200: 2020, Nanotechnology - Nanoparticles in powder form - Characteristics and measurements

مقدمه

همان‌طور که معمولا در هر فناوری مرتبط با توسعه مواد جدید و به‌ویژه در فناوری‌نانو موردتوجه است، ارتباط و درک متقابل مشخصه‌های مواد بین مصرف‌کنندگان، تنظیم‌کنندگان مقررات و صنایع از اهمیت زیادی برخوردار است. در مورد نانوذرات، تمایل اصلی ذی‌نفعان[1]، مشخصه‌های نانوذرات در ماده است، یعنی، چه نانوذراتی وجود دارند و توزیع اندازه نانوذرات چقدر است. شناسایی نانوذرات در ماده، با توسعه استانداردهایی برای مشخصه‌های نانوذرات و روش‌های اندازه‌گیری آنها تسهیل می‌شود.

این استاندارد، روش‌های استانداردشده‌ای را برای شناسایی و مشخصه‌یابی نانوذرات پودری‌شکل ارائه می‌دهد. استانداردهای دیگری برای مواد خاص یعنی استانداردهای ISO/TS 11931 و ISO/TS 11937 به‌ترتیب برای کلسیم کربنات و تیتانیم دی‌اکسید توسعه داده شده‌است. این استاندارد عمومی است و ممکن است برای نانوذراتی، عموما متشکل از فلز/ یون فلزی، یون مخالف و برای مواد کربنی (مانند فولرن‌ها و مشتقات فولرن) و بسپارها (مانند پلی‌استایرن) به‌کار برده‌شود. کاربردپذیری این استاندارد برای کلسیم کربنات و تیتانیم دی‌اکسید است. این استاندارد برای نانوذرات پوشش داده‌شده و بدون پوشش قابل‌کاربرد است.

این استاندارد ارتباط و درک متقابل را بین مصرف‌کنندگان، تنظیم‌کنندگان مقررات و صنایع در مورد مشخصه‌های نانوذرات تسهیل می‌کند. این استاندارد از مصرف‌کنندگان در خرید و استفاده از محصولات حاوی نانوذرات، تنظیم‌کنندگان مقررات در ایجاد چارچوب‌های قانونی و صنایع در راه‌اندازی سامانه‌های داوطلبانه کنترل ریسک پشتیبانی می‌کند.

1- Stakeholders

فناوری نانو- نانوذرات پودری‌شکل- مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌ها

۱ هدف و دامنهٔ کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مشخصه‌های اساسی نمونه‌ای از نانوذرات مهندسی‌شده پودری‌شکل است که برای مشخص کردن اندازه، محتوی شیمیایی و مساحت سطح باید اندازه‌گیری شوند. این استاندارد همچنین روش‌های اندازه‌گیری را برای تعیین هر یک از مشخصه‌ها، ارائه می‌دهد.

این استاندارد برای سهولت ارتباط بین مصرف‌کنندگان، تنظیم‌کنندگان مقررات و صنایع با مشخصه‌های ضروری درنظر گرفته می‌شود.

این استاندارد مشخصه‌های مربوط به کاربردهای صنعتی خاصِ نانوذرات پودری‌شکل و پروتکل‌های اندازه‌گیری با جزییات، همچنین مشخصه‌های مربوط به مسائل سلامت، ایمنی و محیط زیستی را مستثنی می‌کند.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده‌است. بدین ترتیب، 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 شده‌است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 9276-1, Representation of results of particle size analysis - Part 1: Graphical representation

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۸۲۰۱: سال ۱۳۸۴، ارائه نتایج دانه‌بندی قسمت اول: نمایش ترسیمی براساس استاندارد ISO 9276-1:2005 تدوین شده‌است.

2-2 ISO/TS 80004-1, Nanotechnologies - Vocabulary - Part 1: Core terms

یادآوری- استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۱: اصطلاحات اصلی براساس استاندارد ISO/TS 80004-1:2015 تدوین شده‌است.

2-3 ISO/TS 80004-2, Nanotechnologies - Vocabulary - Part 2: Nano-object

یادآوری- استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۲: نانواشیاء براساس استاندارد ISO/TS 80004-2:2015 تدوین شده‌است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه‌بر اصطلاحات و تعاریف ارائه‌شده در استانداردهای ISO/TS 80004-1 و ISO/TS 80004-2 ، تعاریف و اصطلاحات زیر نیز به‌کار می‌رود[۱].

۳-۱

قطر معادل مساحت

area equivalent diameter

قطر دایره‌ای است که سطح یکسانی به‌عنوان تصویر ذره پیش‌بینی‌شده دارد.

[منبع: زیربند ۳-۱-۱، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵، تغییریافته- یادآوری ۱ حذف شده‌است].

۳-۲

بلورک

crystallite

حوزه بلورین کوچک در ماده است.

۳-۳

نانوذره مهندسی‌شده

engineered nanoparticle

نانوذره طراحی‌شده به‌منظور هدف یا عملکرد خاص است.

یادآوری ۱- در این استاندارد، ماده پودری حاوی نانوذرات مهندسی‌شده و تهیه‌شده برای اندازه‌گیری، «نمونه نانوذرات» نامیده می‌شود و ممکن است به‌صورت «نمونه» کوته‌نوشت شود.

[منبع: زیربند ۲-۸، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، تغییریافته- در تعریف، «نانوذره» جایگزین «نانوماده» شده و یادآوری ۱ اضافه شده‌است]

۳-۴

نمونه نانوذرات مهندسی‌شده

engineered nanoparticles sample

نمونه پودری‌شکل که حاوی *نانوذرات مهندسی‌شده* (۳-۳) است.

---

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

۳-۵ قطر فِرِت

Feret diameter

فاصله بین دو خط مماس موازی رسم‌شده در دو طرف مقابل تصویر یک ذره است.

[منبع: زیربند ۳-۵، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵]

۳-۶

نانوذره

nanoparticle

نانوشیئی با تمام ابعاد خارجی در مقیاس نانو که در آن طول بلندترین و کوتاه‌ترین محورهای نانوشیء، به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای تفاوت نداشته باشد.

یادآوری- چناچه ابعاد به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای با یکدیگر تفاوت داشته باشد (معمولاً بیش از سه برابر)، ممکن است اصطلاحاتی مانند «نانولیف» یا «نانوصفحه» بر «نانوذره» ترجیح داده شوند.

[منبع: زیربند ۴-۴، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

۳-۷

توزیع اندازه ذره

particle size distribution

توزیع ذرات به‌صورت تابعی از اندازه ذرات است.

۳-۸

ذره اولیه

primary particle

ذره اصلی منشأ کلوخه‌ها یا انبوهه‌ها یا مخلوطی از هر دو است.

یادآوری- ذرات سازنده کلوخه‌ها یا انبوهه‌ها در برخی موارد واقعی ممکن است ذرات اولیه باشد، اما در بیشتر موارد اجزای سازنده انبوهه‌ها هستند.

[منبع: زیربند ۳-۲، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، تغییریافته- یادآوری ۲ حذف شده‌است]

۳-۹

میکروسکوپی الکترونی روبشی

scanning electron microscopy

روشی است که اطلاعات فیزیکی (مانند الکترون‌های ثانویه، برگشتی، جذب‌شده و نیز تابش پرتو ایکس) حاصل از تولید باریکه الکترونی را بررسی و تحلیل می‌کند و سطح نمونه را برای تعیین ساختار، ترکیب‌بندی و توپوگرافی نمونه روبش می‌کند.

[منبع: زیربند ۴-۵-۵، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

۳-۱۰

میکروسکوپی الکترونی عبوری روبشی

scanning transmission electron microscopy

STEM

روشی که تصاویر بزرگنمایی‌شده و یا الگوهای پراش نمونه را به‌وسیله یک باریکه الکترونی با فوکوس بسیار خوب تولید می‌کند که سطح نمونه را روبش، از میان آن عبور و با آن برهم‌کنش دارد.

یادآوری ۱ – در این روش معمولا از یک باریکه الکترونی با قطر کمتر از ۱ نانومتر استفاده می‌شود.

یادآوری ۲ – این روش امکان تصویربرداری با تفکیک‌پذیری بالا از ریزساختار داخلی و سطح یک نمونه نازک (یا ذرات کوچک) را مهیا می‌کند. همچنین امکان مشخصه‌یابی شیمیایی و ساختاری نواحی میکرومتری و کوچکتر از آن به‌واسطه طیف پرتو ایکس و الگوی پراش الکترونی را مهیا می‌سازد.

[منبع: زیربند ۴-۵-۷، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

۳-۱۱

مساحت سطح ویژه

specific surface area

نسبت مساحت سطح مطلق نمونه به جرم آن است.

یادآوری– در این استاندارد مساحت سطح مطلق، با اندازه‌گیری مقدار گاز جذب‌شده فیزیکی با استفاده از روش برونر-امت-تلر است.

[منبع: زیربند ۳-۱۱، استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۵۲۵: سال ۱۳۹۱، تغییریافته- یادآوری اضافه شده‌است.]

۳-۱۲

میکروسکوپی الکترونی عبوری

transmission electron microscopy

TEM

روشی که تصاویر بزرگنمایی‌شده و یا الگوهای پراش نمونه را با استفاده از یک باریکه الکترونی عبور از نمونه و برهم‌کنش با آن تولید می‌کند.

[منبع: زیربند ۴-۵-۶، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

۳-۱۳

پراش پرتو ایکس

X-ray diffraction

XRD

روشی برای به‌دست آوردن اطلاعات بلورشناختی یک نمونه، با مشاهده الگوی پراش حاصل از برخورد باریکه پرتو ایکس با آن است.

[منبع: زیربند ۶-۳-۱، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱، تغییریافته- یادآوری حذف شده‌است]

۴ کوته‌نوشت‌ها

برای اهداف این استاندارد، کوته‌نوشت‌های زیر به‌کار می‌رود:

معادل فارسی	معادل انگلیسی	کوته‌نوشت
روش BET (برونر-امت-تلر)	Brunauer–Emmett–Teller	BET
طیف‌سنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی	energy dispersive X-ray spectrometry	EDX
طیف‌سنجی نشر نوری پلاسمای جفت‌شده القایی	inductively coupled plasma optical emission spectrometry	ICP-OES
تشدید مغناطیسی هسته	nuclear magnetic resonance	NMR
میکروسکوپی الکترونی روبشی	scanning electron microscopy	SEM
طیف‌سنجی جرمی یون ثانویه	secondary ion mass spectrometry	SIMS
میکروسکوپی الکترونی عبوری روبشی	Scanning transmission electron microscopy	STEM
میکروسکوپی الکترونی عبوری	Transmission electron microscopy	TEM
گرماوزن‌سنجی	Thermogravimetry	TG
طیف‌نورسنجی جذبی فرابنفش، مرئی و فروسرخ نزدیک	ultraviolet, visible and near infrared absorption spectrophotometry	UV/Vis/NIR
طیف‌سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس	X-ray photoelectron spectroscopy	XPS
پراش پرتو ایکس	X-ray diffraction	XRD
طیف‌سنجی فلورسانس پرتو ایکس	X-ray fluorescence spectrometry	XRF

۵ مشخصه‌هایی که باید اندازه‌گیری شود و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

۵-۱ کلیات

مشخصه‌های نمونه نانوذرات که در جدول ۱ فهرست شده‌است، باید اندازه‌گیری شوند. روش‌های اندازه‌گیری فهرست‌شده در جدول ۱ باید برای تعیین مشخصه‌ها انتخاب شوند.

هنگام بیان نتایج اندازه‌گیری، توصیه می‌شود از یکاهای سیستم بین‌المللی یکاها (SI) یا مضرب‌ها یا کسرهایی از آنها مطابق با استاندارد ISO 80000-1 استفاده شود. نمادهای یکای "nm" و "g" ممکن است به‌جای «10^{-9} m» و «10^{-3} kg» استفاده شوند.

نانوذراتی که این استاندارد را می‌توان در مورد آنها به‌کار برد در پیوست **الف** فهرست شده‌است.

جدول ۱ - مشخصه‌ها و روش‌های اندازه‌گیری

مشخصه‌ها		روش‌های اندازه‌گیری
مقدار شیمیایی/بلورین	ترکیب شیمیایی	آنالیز شیمیایی (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود)
	مقدار اجزای بلورنگاشتی[1]	روش XRD (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود)
مساحت سطح	مساحت سطح ویژه	روش جذب سطحی گاز (به زیربند ۵-۴ مراجعه شود)
اندازه	قطر ذره اولیه	TEM، SEM یا STEM (به زیربند ۵-۵ مراجعه شود)
	اندازه بلورک	روش XRD (به زیربند ۵-۶ مراجعه شود)
1- Crystallographic		

۵-۲ ترکیب شیمیایی

نمونه ممکن است از ترکیبات شیمیایی خاصی تشکیل شده‌باشد. مقدار ترکیبات تشکیل‌دهنده، نسبت جرم ترکیب شیمیایی در نمونه پودری، به کل نمونه خشک‌شده است. مقدار ترکیب اصلی در نمونه باید اندازه‌گیری شود و نتایج معمولاً به‌صورت ٪ کسر جرمی بیان می‌شود.

یک روش اندازه‌گیری مناسب برای تعیین مقدار باید انتخاب شود. روش اندازه‌گیری را می‌توان از فهرست روش‌های اندازه‌گیری زیر انتخاب کرد. استانداردهای فهرست‌شده، پروتکل‌های مفید اندازه‌گیری را برای روش‌های اندازه‌گیری فراهم می‌کنند.

- تیترسنجی؛
- وزن‌سنجی؛
- XRF : استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱ و استاندارد ISO 9516-1:2003؛
- ICP-OES: استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱؛
- NMR: استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱؛
- XPS: استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱ و استاندارد ISO 10810:2019 ؛
- SIMS: استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱؛
- EDX : استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱؛
- UV/Vis/NIR: استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱ و استاندارد ISO/TS 10868:2017؛
- TG: استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱ و استاندارد ISO/TS 11308:2020.

استانداردهای بین‌المللی که پروتکل‌های اندازه‌گیری را برای ترکیب شیمیایی مواد مرتبط و روش اندازه‌گیری مربوط مشخص می‌کنند، در کتاب‌نامه فهرست شده‌است. موارد منتشرشده دیگری که روش‌های اندازه‌گیری را توصیف می‌کند نیز در کتاب‌نامه ارائه شده‌است.

مواد مرجع گواهی‌شده مرتبط، اگر در دسترس باشد، باید برای اندازه‌گیری‌ها استفاده شوند.

۵-۳ مقدار اجزای بلورنگاشتی

نمونه ممکن است از اجزای بلورنگاشتی مختلف یک ترکیب شیمیایی تشکیل شده‌باشد. مقادیر اجزای بلورنگاشتی یک ترکیب شیمیایی، نسبت‌های جرم اجزاء به کل ترکیب شیمیایی است. مقادیر اجزای بلورنگاشتی باید زمانی اندازه‌گیری شوند که نمونه از اجزای بلورنگاشتی مختلف تشکیل شده‌باشد و نتایج مقادیر اجزای مجزا در یکای یکسان یا kg/kg بیان شده‌باشد.

مقادیر اجزای بلورنگاشتی باید با XRD اندازه‌گیری شود. پروتکل‌های اندازه‌گیری برای تعیین ساختار بلوری در استاندارد ملی ایران شماره ۱-۲۲۹۳۸: سال ۱۳۹۹ و استاندارد JIS K 0131:1996 توصیف شده‌است. توصیه می‌شود برای طول موج مشخصه پرتو ایکس، به یک پایگاه داده قابل‌اطمینان ارجاع شود. توصیه می‌شود برای مقدار مرجع فواصل بین شبکه‌ای[1]، به یک پایگاه داده قابل‌اطمینان یا به گواهی‌های مواد مرجع پودری مورداستفاده ارجاع شود.

هنگامی که نمونه خط پراش واضحی نشان نمی‌دهد، به‌عنوان مثال، در موارد ساختار بی‌شکل[2] و چندبلوری، مقدار اجزای بلورنگاشتی، خارج از هدف مشخصه‌هایی است که باید اندازه‌گیری شود.

۵-۴ مساحت سطح ویژه

مساحت سطح نمونه، با اندازه ذرات تشکیل‌دهنده همبستگی دارد. مساحت سطح ویژه نمونه باید اندازه‌گیری شود و نتایج بر حسب یکای m^2/g یا معادل آن بیان شود.

مساحت سطح ویژه نمونه باید با روش جذب سطحی گاز و با روش BET اندازه‌گیری شود. برای کاربرد روش BET، باید مواد مرجع گواهی‌شده، درصورت در دسترس بودن، استفاده شود. استاندارد ISO 9277 برای اندازه‌گیری مساحت سطح ویژه کاربرد دارد. استاندارد ISO 18757 اطلاعات تفصیلی مفیدی برای مواد خاص ارائه می‌دهد.

۵-۵ قطر ذره اولیه

قطر ذره اولیه یا متوسط بلندترین و کوتاه‌ترین قطرهای فرت یا قطر معادل سطح یک ذره اولیه، براساس بیرونی‌ترین بعد شناسایی‌شده در یک تصویر دوبعدی است که با TEM، SEM یا STEM تهیه شده‌است. قطر به‌کار برده‌شده، باید گزارش شود.

1- Lattice spacing
2- Amorphous

ممکن است قطر ذره اولیه را با اندازه‌گیری ذرات گسسته منفرد غیرکلوخه یا ذراتی که ساختار درون کلوخه‌ها یا انبوهه‌ها را تشکیل می‌دهند، به‌دست آورد. روش اجرایی مورداستفاده باید مطابق بند ۷ مستند شود.

نتیجه اندازه‌گیری‌های توزیع اندازه ذره برای ذرات باید به‌صورت نمودار یا جدولی بیان شود که تعداد ذرات در یک فاصله قطری معین در محور عمودی و قطر ذرات در محور افقی است، به‌صورتی که در استاندارد ISO 9276-1 توصیف شده‌است. باید گزارش شود که قطر فرت یا قطر معادل مساحت، اندازه‌گیری شده‌است. همچنین متوسط قطر ذرات باید به‌عنوان میانه داده در نظر گرفته‌شود. قطر ذرات باید با یکای m یا nm بیان شود.

قطر ذره اولیه باید به‌وسیله TEM اندازه‌گیری شود. زمانی می‌توان از SEM یا STEM استفاده کرد که دقت اندازه‌گیری آن برای ذرات موردنظر اندازه‌گیری کافی باشد. استانداردهای ISO 14488، ISO 14887 و ISO 2859 (همه قسمت‌ها) برای آماده‌سازی نمونه یا نمونه‌برداری و استاندارد ISO 13322-1 برای پردازش تصویر به‌کار می‌روند. توصیه می‌شود که ذرات اولیه با پردازش تصویر شناسایی شوند. کالیبراسیون مقیاس تصاویر TEM و SEM باید با استفاده از مواد مرجع گواهی‌شده یا یک پایگاه داده حاوی ابعاد به‌خوبی شناخته‌شده، مانند فواصل بین‌شبکه‌ای یا مواد، در چشم‌انداز میکروسکوپی انجام شود. تعداد و اندازه ذره شمارش‌شده باید مستند شود. تعداد انتخاب‌شده به گستره اندازه ذره و دقت موردنظر بستگی دارد.

استانداردسازی برای کاربرد TEM، SEM و STEM در اندازه‌گیری‌های اندازه نانوذره و توزیع اندازه ذره در استانداردهای ISO 19749 و استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۸۹۳: سال ۱۳۹۹ ارائه شده‌است. این استانداردها را می‌توان برای پروتکل‌های اندازه‌گیری اندازه ذره اولیه و توزیع اندازه ذره به‌کاربرد.

تفسیر عملی تعریف ذره اولیه در زیربند ۳-۸ برای به‌کاربردن روش اندازه‌گیری می‌تواند به ترکیب شیمیایی و روش آماده‌سازی نمونه مربوط به فرآیند پراکندگی وابسته باشد. مستندسازی آماده‌سازی نمونه برای گزارش‌دهی ضروری است.

هنگامی‌که تصویر ذره اولیه یک ماده در میکروسکوپی دیده نمی‌شود، به‌عنوان مثال ذرات به‌شدت ذوب‌شده[1] در یک انبوهه، اندازه‌گیری انبوهه‌ها یا کلوخه‌ها باید به‌وسیله میکروسکوپی انجام شود.

۵-۶ اندازه بلورک

پهنای خط XRD برای ذرات بلورک به متوسط اندازه ذرات مطابق با فرمول شرر[2] بستگی دارد. متوسط قطر ذرات باید با XRD اندازه‌گیری شود و نتایج با یکای m یا nm بیان شود.

وقتی یک نمونه پودری، خط پراش واضحی نشان نمی‌دهد، برای مثال در مورد ساختار بی‌شکل یا چندبلورین، اندازه‌گیری اندازه بلورک غیرکاربردی است و می‌تواند از مشخصه‌هایی که باید اندازه‌گیری شوند، حذف شود. همچنین وقتی اندازه ذرات اولیه در سطح درستی قابل‌قبولی با نمونه پودری اندازه‌گیری

1- Fused
2- Scherrer

شده‌باشد، نیازی نیست که اندازه بلورک اندازه‌گیری شود. پروتکل‌های اندازه‌گیری به‌کار برده‌شده برای اندازه بلورک در استاندارد ملی ایران شماره ۱-۲۲۹۳۸: سال ۱۳۹۹ و استاندارد JIS K 0131:1996 توصیف شده‌است. معمولا آماده‌سازی نمونه و تنظیمات دستگاهی یکسان را می‌توان برای اندازه‌گیری‌های اندازه بلورک و مقدار اجزای بلورنگاشتی استفاده کرد.

۶ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه

توصیه می‌شود نمونه‌ای که تحت اندازه‌گیری قرار می‌گیرد، به‌عنوان نماینده جمعیت اصلی ذرات به شکل پودر انتخاب شود. استاندارد ISO 14488 برای نمونه‌برداری و روش اجرایی تقسیم نمونه به‌کار می‌رود. توصیه می‌شود هرگونه تاثیر فرایند نمونه‌برداری روی مشخصه‌های اندازه‌گیری‌شده نانوذرات تخمین زده شود. برای چنین تاثیراتی، اصلاحاتی به‌کار برده یا مولفه‌های مناسب عدم قطعیت درنظر گرفته می‌شود.

یادآوری- برای اطلاعات کلی بیشتر روش‌های اجرایی نمونه‌برداری به استاندارد ISO 28591 مراجعه شود.

توصیه می‌شود برای پراکنش، یک روش به‌خوبی تثبیت‌شده در فراوری نمونه به‌کاربرده‌شود، مانند استاندارد ISO 14887.

۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دربردارنده اطلاعات زیر باشد:

الف- اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه اندازه‌گیری‌شده (نام محصول، نام شیمیایی و نام سازنده و سایر موارد درصورت وجود)؛

ب- اطلاعات کیفی درباره وجود مواد پوشش روی سطح یک ماده اصلی؛

پ- یک مرجع برای این استاندارد، یعنی این استاندارد (۱۹۷۸۵: سال ۱۴۰۱)؛

ت- نتایج اندازه‌گیری‌ها؛

ث – مستندات روش‌های آماده‌سازی نمونه و روش‌های اندازه‌گیری مورداستفاده برای مشخصه‌های مجزا؛

ج - تاریخ اندازه‌گیری، نام آزمایشگاه انجام‌دهنده اندازه‌گیری و خط مشی سامانه کیفیت آزمایشگاه مربوط؛

چ - عدم قطعیت نتایج اندازه‌گیری؛

ح - هرگونه اطلاعات دیگر حمایت‌کننده از اطمینان‌پذیری نتایج اندازه‌گیری؛

خ- هرگونه انحراف از روش‌های اندازه‌گیری؛ درصورت وجود انحراف از این استاندارد، نام و اطلاعات تفصیلی روش‌های اندازه‌گیری استفاده‌شده و توجیه آن‌ها.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

قابلیت کاربرد در ترکیبات شیمیایی و فلزات

این استاندارد را می‌توان برای نانوذرات پودری‌شکل از ترکیبات شیمیایی و فلزات زیر به‌کار برد:

- اکسیدهای فلزی (Al_2O_3، Bi_2O_3، CeO_2، CoO، CuO، Fe_2O_3، Fe_3O_4، Ho_2O_3، InO، TiO_2، ZnO، ZrO_2، SnO_2، Mn_3O_4، Y_2O_3، SiO_2، Sm_2O_3، La_2O_3، Ta_2O_5، Tb_2O_3، Eu_2O_3، Nd_2O_3)؛
- کربنات‌ها ($CaCO_3$، Ag_2CO_3، $CoCO_3$، $ZrCO_3$، $SrCO_3$، $NiCO_3$، $BaCO_3$، $MgCO_3$)؛
- کاربیدها (SiC، TiC)؛
- نیتریدها (Si_3N_4، AlN، CrN، ZrN، TaN، TiN، NbN، VN، BN)؛
- مواد کربنی (فلورن‌ها و مشتقات فلورن)؛
- بسپارها (پلی‌استایرن)؛
- فلوئوریدها (MgF_2)؛
- نمک‌های اکسید فلزی ($BaTiO_3$)؛
- فلزات (Ni، Au، Ag، Al، Cu، Si).

کتاب‌نامه

[1] ISO 2859 (all parts), Sampling procedures for inspection by attributes

یادآوری- مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۶۶۶۵، رویه‌های نمونه‌گیری برای پذیرش بر اساس ویژگی‌های منسوب با استفاده از برخی قسمت‌های مجموعه استاندارد ISO 2859 تدوین شده است.

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

[3] ISO 9516-1:2003, Iron ores - Determination of various elements by X-ray fluorescence spectrometry - Part 1: Comprehensive procedure

[4] ISO 10810:2019, Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Guidelines for analysis

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۶۷۰: سال ۱۳۹۲، تجزیه شیمیایی سطح- طیف بینی فوتوالکترون با اشعه X- راهنمایی‌هایی برای تجزیه، با استفاده از استاندارد ISO 10810: 2010 تدوین‌شده‌است.

[5] ISO/TS 10868:2017, Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۷۴۳: سال ۱۳۹۱، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک-جداره با استفاده از طیف‌سنجی جذبی فرابنفش– مرئی- فروسرخ نزدیک، با استفاده از استاندارد ISO/TS 10868: 2011 تدوین‌شده‌است.

[6] ISO/TS 11931, Nanotechnologies - Nanoscale calcium carbonate in powder form - Characteristics and measurement

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۲۲: سال ۱۳۹۲، فناوری نانو- پودر تیتانیم دی‌اکسید- مشخصه‌ها و اندازه‌گیری، با استفاده از استاندارد ISO 11931: 2012 تدوین‌شده‌است.

[7] ISO/TS 11937, Nanotechnologies - Nanoscale titanium dioxide in powder form - Characteristics and measurement

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۹۹۰: سال ۱۳۹۲، فناوری نانو- نانوکلسیم کربنات- مشخصه‌ها و اندازه‌گیری، با استفاده از استاندارد ISO 11937: 2012 تدوین‌شده‌است.

[8] ISO/TS 11308:2020, Nanotechnologies - Characterization of carbon nanotube samples using thermogravimetric analysis

[۹] استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵، آنالیز اندازه ذرات- روش های آنالیز تصویری - قسمت ۱: روش های آنالیز تصویری ثابت

[10] ISO 14887, Sample preparation - Dispersing procedures for powders in liquids

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰: سال ۱۳۸۶، آماده‌سازی نمونه - روش‌های پراکنده کردن پودرها در مایعات، با استفاده از استاندارد ISO 14887: 2000 تدوین‌شده‌است.

[11] ISO 14488, Particulate materials - Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۹۲۲: سال ۱۳۸۸، مواد ذره‌ای- نمونه‌برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص، با استفاده از استاندارد ISO 14488: 2007 تدوین شده‌است

.

[12] ISO 18757, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) ó Determination of specific surface area of ceramic powders by gas adsorption using the BET method

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۵۸: سال ۱۳۸۸، سرامیک‌های ظریف (سرامیک‌های پیشرفته و سرامیک‌های صنعتی پیشرفته)- مساحت سطحی ویژه پودرهای سرامیکی به وسیله جذب گاز با استفاده از روش BET - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 18757: 2003 تدوین‌شده‌است.

[13] ISO 19749, Nanotechnologies - Measurements of particle size and shape distributions by scanning electron microscopy.

[14] ISO 21363, Nanotechnologies - Measurements of particle size and shape distributions by transmission electron microscopy

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۸۹۳: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو- اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه و شکل ذرات به‌وسیله میکروسکوپی الکترونی عبوری، با استفاده از استاندارد ISO 21363: 2020 تدوین‌شده‌است.

[15] ISO 28591, Sequential sampling plans for inspection by attributes

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۸۹۶: سال ۱۳۹۷، طرح‌های نمونه‌گیری دنباله‌ای برای بازرسی به روش وصفی‌ها، با استفاده از استاندارد ISO 28591: 2017 تدوین‌شده‌است.

[16] ISO 80000-1, Quantities and units - Part 1: General

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۹۸۱۹: سال ۱۳۹۰، کمیت ها و یکاها - قسمت ۱ : اصول کلی، با استفاده از استاندارد ISO 80000-1: 2009 تدوین‌شده‌است.

[۱۷] استاندارد ملی ایران شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۶- مشخصه یابی نانوشیء

[۱۸] استاندارد ملی ایران شماره ۱-۲۲۹۳۸: سال ۱۳۹۹، آزمون غیرمخرب- پراش پرتو ایکس (XRD) از مواد چندبلوری و بی‌شکل- قسمت ۱: اصول کلی

[19] JIS K 0131:1996, General rules for X-ray diffractometric analysis