INSO
23439
1st Edition
2024

Identical with
ISO/TS 23690:
2023

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

استاندارد ملی ایران
۲۳۴۳۹
چاپ اول
۱۴۰۲

دارای محتوای رنگی

فناوری نانو - نانولوله‌های کربنی چنددیواره - تعیین میزان ناخالصی کربن با آنالیز گرماوزن‌سنجی

Nanotechnologies — Multiwall carbon nanotubes — Determination of carbon impurity content by thermogravimetric analysis

ICS: 07.120

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۴۳۹ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

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 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 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 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 (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
4- Contact point
5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو - نانولوله‌های کربنی چنددیواره - تعیین میزان ناخالصی کربن با روش گرماوزن‌سنجی»

رئیس:	**سمت و/یا محل اشتغال:**
صادق حسنی، صدیقه (دکتری شیمی تجزیه)	مدیر تحقیق و توسعه- شرکت آرال تجهیز آزما
دبیر:	
نوربخش، رویا (دکتری سم شناسی)	پژوهشگاه استاندارد– مدیریت ارزیابی ریسک
اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
اسلامی پور، الهه (کارشناسی ارشد زیست شناسی)	کارشناس مسئول- گروه استاندارد و ایمنی ستاد فناوری‌های نانو و میکرو
دارایی، عادله (دکتری فیزیک حالت جامد)	عضو مستقل
رشیدی، لادن (دکتری بیوتکنولوژی)	عضو هیئت علمی–پژوهشکده صنایع غذایی و فراورده‌های کشاورزی- پژوهشگاه استاندارد
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	مشاور- گروه استاندارد و ایمنی ستاد توسعه فناوری‌های نانو و میکرو
شاکری، روشنک (کارشناسی ارشد فیزیک اتمی و مولکولی)	کارشناس- سازمان ملی استاندارد ایران
قلی پور، نوشین (دکتری مهندسی شیمی)	مدیر گروه- پژوهشگاه استاندارد – پژوهشکده شیمی و پتروشیمی
یزدیان کاشانی، سپیده (دکتری مهندسی شیمی)	پژوهشگر پسا دکتری- پژوهشکده علوم و فناوری‌های همگرا دانشگاه صنعتی شریف
ویراستار	
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	مشاور- گروه استاندارد و ایمنی ستاد فناوری‌های نانو و میکرو

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

پیش‌گفتار و
مقدمه ز
۱ هدف و دامنه کاربرد ۱
۲ مراجع الزامی ۱
۳ اصطلاحات، تعاریف، نمادها و کوته‌نوشت‌ها ۱
۴ اصول ۳
۵ آماده‌سازی نمونه ۳
۶ اندازه‌گیری ۴
۷ تحلیل داده‌ها و تفسیر نتایج ۵
۸ عدم قطعیت اندازه‌گیری ۷
۹ گزارش نتایج آزمون ۸
پیوست الف (آگاهی‌دهنده) آزمون تکرارپذیری: مطالعه موردی ۹
پیوست ب (آگاهی‌دهنده) آزمون تجدیدپذیری: مطالعه موردی ۲۱
پیوست پ (آگاهی‌دهنده) روش‌های اجرایی تفضیلی برای تحلیل منحنیTG ۲۸
کتاب‌نامه ۳۰

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو - نانولوله‌های کربنی چند دیواره - تعیین میزان ناخالصی کربن با آنالیز گرماوزن‌سنجی» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد پ، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تهیه و تدوین شده، در یکصدوسی‌و ششمین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۲/۱۱/۰۳ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم وخدمات، استانداردهای ملی ایران درصورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر 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:

ISO/TS 23690: 2023, Nanotechnologies — Multiwall carbon nanotubes — Determination of carbon impurity content by thermogravimetric analysis

مقدمه

نانولوله‌های کربنی چنددیواره (MWCNTs)[1] نانومواد کربنی لوله‌ای شبه‌یک‌بعدی هستند که با سه یا چند ورقه گرافن به‌صورت تودرتو و هم محور یا به هم پیچیده‌اند. تولید نانولوله‌های کربنی(CNT)[2] عموماً منجر به مقادیر قابل توجهی از ناخالصی‌های کربنی می‌شود (محتوای مواد کربنی که به فرم CNT نیستند از جمله کربن بی‌شکل[3] و مقادیر کمی از سایر انواع کربن ساختاریافته) که بر خواص فیزیکی و شیمیایی نانومواد تأثیر می‌گذارد. بنابراین، اندازه‌گیری محتوای ناخالصی کربن در نمونه‌های MWCNT برای تعیین خلوص آن‌ها بسیار مطلوب است.

چندین روش، از جمله روش میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)[4]، اکسایش برنامه‌ریزی‌شده دمایی (TPO)[5] و آنالیز گرماوزن‌سنجی(TGA)[6] و مانند آن برای مشخصه‌یابی ناخالصی‌های کربن در نمونه‌های MWCNT گزارش شده که در میان آن‌ها TGA می‌تواند نتایج کمّی ارائه دهد [1][2][3][4][5][6]. این روش از این واقعیت استفاده می‌کند که MWCNTs از اکثر ناخالصی‌های کربن پایدارتر هستند، بنابراین ابتدا ناخالصی‌های کربن ناپایدار نسبت به MWCNT، با کربن‌دی‌اکسید موجود در اتمسفر کربن‌دی‌اکسید واکنش می‌دهند. اکسایش ناخالصی‌های کربن با کربن‌دی‌اکسید یک فرایند گرماگیر[7] است که از گرم شدن بیش از حد در مناطق خاص جلوگیری می‌کند و همزمان واکنش MWCNTs را مهار می‌کند. بنابراین، جدایی بین اکسایش ناخالصی‌های کربن و ناخالصی‌های MWCNT افزایش می‌یابد [7][8][9][10] و این امکان را فراهم می‌کند که مقدار ناخالصی‌های کربن ناپایدارتر از MWCNTs از افت جرم در آنالیز گرماوزن‌سنجی محاسبه شود.

1- Multiwall carbon nanotubes
2- Carbon nanotubes
3- Amorph
4- Transmission electron microscope
5- Temperature programmed oxidation
6 -Thermogravimetric analysis
7- Endothermal

فناوری نانو - نانولوله‌های کربنی چنددیواره - تعیین میزان ناخالصی کربن با آنالیز گرماوزن‌سنجی

۱ هدف و دامنهٔ کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه یک روش اکسایش ملایم برای تعیین محتوای ناخالصی‌های کربن (محتوای مواد کربنی که به شکل CNT نیستند از جمله کربن بی‌شکل و مقدار کمی از دیگر انواع کربن ساختاریافته) ناپایدارتر از نانولوله‌های کربنی چنددیواره (MWCNTs) با آنالیز گرماوزن‌سنجی (TGA) تحت اتمسفر کربن دی‌اکسید است.

این استاندارد، برای مشخصه‌یابی محتوای ناخالصی‌های کربن در نمونه‌های MWCNT تهیه شده از طریق نهشت شیمیایی بخار (CVD)[1] کاربرد دارد. برای اندازه‌گیری ناخالصی‌های کربن در نمونه‌های MWCNT آماده‌شده با روش‌های دیگر می‌توان از این استاندارد استفاده کرد. این روش برای نمونه‌های MWCNT عامل‌دارشده یا نمونه‌های MWCNT با گونه‌های کپسوله کاربرد ندارد.

یادآوری- این روش برای منحنی‌های TG تک‌مرحله‌ای کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

در این استاندارد مرجع الزامی وجود ندارد.

۳ اصطلاحات، تعاریف، نمادها و کوته‌نوشت‌ها

۳-۱ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به‌کار می‌رود[2]:

۳-۱-۱

نانولوله‌های کربنی چنددیواره

multiwall carbon nanotube
MWCNT
multi-walled carbon nanotube

1- Chemical Vapour Deposition (CVD)

۲ - اصطلاحات و تعاریف به‌کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های http://www.iso.org/obp و http://www.electropedia.org/ قابل دسترس است.

نانولوله کربنی که از ورقه‌های گرافنی تودرتوی هم‌مرکز یا تقریبا هم‌مرکز با فواصل بین لایه‌ای مشابه با گرافیت تشکیل شده است.

یادآوری- ساختار نانولوله کربنی چند دیواره معمولا به‌صورت تعداد زیادی نانولوله‌های کربنی تک‌دیواره که درون هم قرار گرفته‌اند، درنظر گرفته می‌شود. این ساختار برای قطرهای کوچک، استوانه‌ای شکل است، اما با افزایش قطر، سطح مقطعی چندگوشه پیدا خواهد کرد

[منبع: زیر بند ۳-۳-۶، استاندارد ملی ایران-ایزو شماره ۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۲] [11]

۳-۱-۲

کربن بی‌شکل

amorphous carbon

مواد کربنی بدون نظم بلند بُرد[1] بلورین است.

[منبع: اتحادیه بین‌المللی شیمی محض و کاربردی (IUPAC)[2]، فرهنگ جامع اصطلاح‌شناسی شیمی[3]]

۳-۲ نمادها

عنوان فارسی	نماد
دمای پیک در منحنی DTG برحسب °C	T_0
درصد جرمی (٪) نمونه در دمای ۳۰۰°C	W_{300}
درصد جرمی (٪) نمونه در دمای T_e	W_e
تغییرات آنتالپی	$\triangle H$

۳-۳ کوته‌نوشت‌ها

عنوان فارسی	عنوان اصلی	کوته‌نوشت
کربن دی‌اکسید	Carbon dioxide	**CO_2**
نهشت شیمیایی بخار	Chemical vapor deposition	**CVD**
مشتق گرماوزن‌سنجی	Derivative thermogravimetry	**DTG**
نانولوله کربنی چنددیواره	Multi-walled carbon nanotubes	**MWCNTs**
گرماوزن‌سنجی	Thermogravimetry	**TG**
آنالیز گرماوزن‌سنجی	Thermogravimetry analysis	**TGA**

1- Long range
2- International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)
3- Compendium of chemical terminology

۴ اصول

آنالیز گرماوزن‌سنجی، تغییر جرم یک ماده را به‌عنوان تابعی از دما اندازه‌گیری می‌کند. برای انجام این کار، TGA به اندازه‌گیری دقیق جرم، دما و تغییرات دما نیاز دارد. تغییر در جرم یک ماده به تغییر در ترکیب‌بندی و ساختار ماده مربوط می‌شود. تغییرات جرم مشاهده‌شده با افزایش دما ممکن است در نتیجه حذف رطوبت جذب‌شده، باقیمانده حلال، اجزای جرمی با اتصال شیمیایی و/یا تجزیه گرمایی یا اکسایشی محصول باشد [13]. آزمایش‌ها در یک اتمسفر بی‌اثر یا اکسیدکننده انجام می‌شود. تغییر جرم ثبت‌شده به‌عنوان تابعی از دما، یک منحنی گرماوزن‌سنجی (TG) است. تغییرات جرم و وسعت این تغییرات برای یک ماده در منحنی TG نشانگر پایداری گرمایی ماده است [14]. منحنی مشتق گرماوزن‌سنجی (DTG) بیانگر مشتق اول داده‌های گرماوزن‌سنجی نسبت به دما یا زمان است [15].

روش ارائه‌شده در این استاندارد براساس واکنش‌پذیری متفاوت MWCNTs و ناخالصی‌های کربنی تحت اتمسفر کربن دی‌اکسید (CO_2) در طول گرمایش است. کربن‌دی‌اکسید به‌عنوان یک اکسیدکننده ملایم ابتدا ناخالصی‌های کربن با پایداری کمتر نسبت به MWCNTs را اکسید می‌کند. علاوه‌براین، واکنش بین ناخالصی‌های کربن و CO_2 از محیط گرما جذب می‌کند [9][8][7] که از گرمایش موضعی بیش از حد جلوگیری می‌کند و در نتیجه جداسازی ناخالصی‌های کربن و MWCNTs را افزایش می‌دهد. مقدار ناخالصی‌های کربن در نمونه‌های MWCNT را می‌توان از افت جرم در دستگاه گرماوزن‌سنجی محاسبه کرد. فرمول واکنش به‌شرح زیر است:

$$\mathbf{C_{(s)} + C0_2(_g) \rightarrow 2\ CO(_g);\ \triangle H > 0}$$

که در آن:

$C_{(s)}$ ناخالصی‌های کربن در حالت جامد؛

$CO_{2(g)}$ کربن‌دی‌اکسید در حالت گازی؛

$CO_{(g)}$ کربن مونوکسید در حالت گازی و

$\triangle H$ تغییر آنتالپی است.

۵ آماده سازی نمونه

نمونه MWCNT باید دارای کیفیت مطلوبی باشد. نمونه MWCNT را ابتدا به مدت دو ساعت در دمای ۱۵۰°C در کوره گرماایستا[1] تحت خلاء قرار دهید تا اجزای مزاحم فرار آن حذف شوند [16]. سپس نمونه را به خشکانه[2] منتقل کنید تا در حد دمای محیط خنک شود و تا زمان استفاده در آن نگهداری کنید.

1- Thermostatic
2- Desicator

۶ اندازه‌گیری

۶-۱ وسایل

۶-۱-۱ دستگاه گرماوزن‌سنجی

دستگاه گرماوزن‌سنجی از یک کوره تشکیل شده که قادر به گرم کردن از دمای اتاق تا ۱۰۰۰ °C یا بالاتر باشد. نرخ گرمایش در طول آزمون باید با برنامه دمایی تنظیم‌شده در نرم‌افزار کنترل شود [14].

نرخ گرمایش خطی باید در محدوده ۱ °C/min تا ۵۰ °C/min قابل کنترل باشد. حساسیت ترازو باید حداقل ۱ µg و حساسیت کنترل‌کننده دما کمتر یا مساوی ۰٫۰۱ °C باشد.

از یک بوته به‌عنوان ظرف نمونه استفاده کنید. جنس بوته معمولاً از آلومینا، پلاتین، کوارتز یا مواد دیگر ساخته شده است که در شرایط اندازه‌گیری تغییر نمی‌کند یا واکنش نشان نمی‌دهد.

۶-۱-۲ کوره خشک کن

از یک کوره خشک کن با قابلیت گرمایش کنترل‌شده تا حداقل ۱۵۰ °C استفاده کنید.

۶-۱-۳ ترازوی آزمایشگاهی

از ترازوی آزمایشگاهی با دقت حداقل ۰٫۱ mg استفاده می‌شود.

۶-۱-۴ خشکانه

از خشکانه حاوی ماده خشک‌کننده مانند سیلیکاژل خشک آغشته به کبالت کلرید استفاده کنید. دقت کنید که ماده خشک‌کننده نباید با نمونه‌های MWCNT واکنش‌پذیر باشد.

۶-۲ مواد و/یا واکنشگرها

۶-۲-۱ گاز بی اثر

از گاز خشک و بی‌اثر مانند نیتروژن یا آرگون با کسر حجمی حداقل ٪ ۹۹٫۹۹۹ که به‌صورت تجاری موجود است، استفاده کنید.

۶-۲-۲ کربن دی‌اکسید

از گاز خشک کربن دی‌اکسید با کسر حجمی حداقل ٪ ۹۹٫۹۹۹ که به‌صورت تجارتی موجود است، استفاده کنید.

۶-۳ روش اجرایی اندازه‌گیری

برای حصول اطمینان از اندازه‌گیری مناسب دما و جرم، کالیبراسیون دستگاه گرماوزن‌سنجی باید مطابق با دستورالعمل شرکت سازنده انجام شود.

الف- دستگاه گرماوزن‌سنجی را روشن کنید و اجازه دهید تا به تعادل برسد. سپس گاز بی اثر و گاز کربن دی‌اکسید را وارد کنید.

ب- با استفاده از بوته‌های خالی در همان شرایط آزمایش نمونهٔ MWCNT، فایل تصحیحی خط پایه را به‌دست آورید. به‌طور ویژه نرخ دبی گاز به کوره را براساس نوع دستگاه تنظیم کنید. دبی گاز بی اثر را ۱۰ ml/min تا ۲۰ ml/min و دبی گاز کربن دی‌اکسید ۲۰ ml/min تا ۴۰ ml/min با نرخ ۱۰ °C/min افزایش دما درمحدوده دمای اتاق تا ۱۰۰۰ °C تنظیم کنید.

پ- مقدار مناسبی (۳ mg تا ۵ mg) از نمونه MWCNT را با استفاده از ترازوی آزمایشگاهی (طبق زیربند ۶-۱-۳) وزن کرده و نمونه را به بوته انتقال دهید.

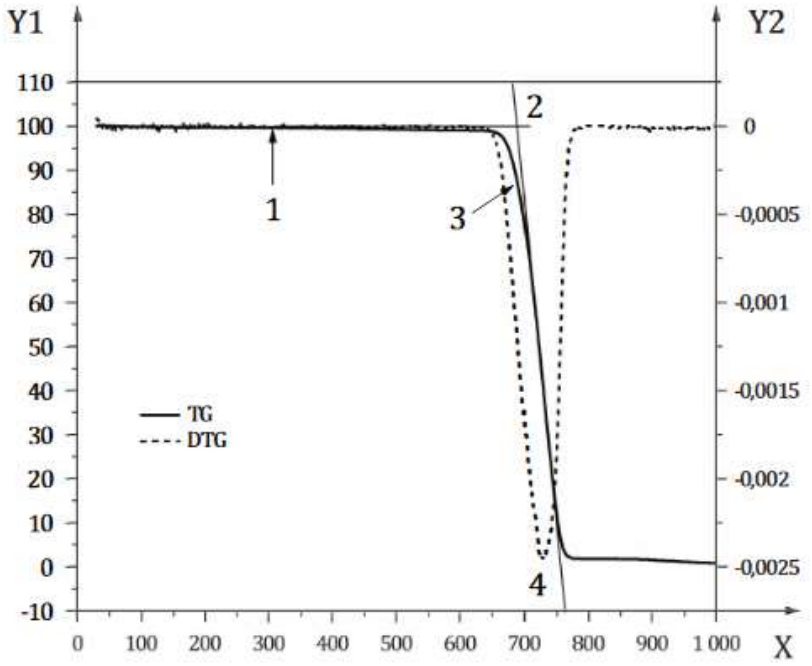
ت- قبل از شروع اندازه‌گیری، نمونه MWCNT را حداقل به مدت ۱۵ min در دستگاه گرماوزن‌سنجی بسته، تحت جریان گاز قرار دهید و اجازه دهید تا سیگنال (جرم، دما و دبی گاز) پایدار شود.

ث- نمونه را تحت شرایط ذکرشده در زیربند **ب** آزمون کنید. دستگاه گرماوزن‌سنجی به‌طور خودکار تغییر جرم نمونه MWCNT را برحسب دما ثبت می‌کند.

برای هر نمونه MWCNT اندازه‌گیری را حداقل سه بار تکرار کنید.

۷ تحلیل داده‌ها و تفسیر نتایج

منحنی‌های TG و DTG یک نمونه MWCNT در شکل ۱ نشان داده شده است.



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

1 درصد جرمی نمونه MWCNT در ۳۰۰°C، w_{300} (٪)

2 دمای اولیه برون‌یابی‌شده اکسایش اجزای MWCNT در یک نمونهMWCNT، **(T_e (°C)**

3 درصد جرمی نمونه در Te، we (%)

4 دمای پیک روی منحنیDTG، (T_0 (°C)

شکل ۱- منحنی TG و DTG یک نمونه MWCNT

کاهش جرم زیر ۳۰۰ °C، مربوط به ازدست رفتن اجزای فرار می‌باشد. [16]

T_e نقطه تقاطع بین خط پایه و خط مماس در نقطه، حداکثر نرخ کاهش جرم است که نقطه نرخ حداکثر کاهش جرم در منحنی DTG ارائه شده و خط مماس نیز با یک نرم افزار معمولی آنالیز به‌دست می‌آید.

مقدار ناخالصی‌های کربن در نمونه MWCNT را با فرمول (۱) محاسبه کنید.

$$W = W_{300} - W_e \qquad (۱)$$

که در آن:

W درصد جرمی (٪) ناخالصی کربن در MWCNT است.

سه اندازه‌گیری TGA مستقل را برای یک نمونه MWCNT انجام دهید. نتایج سه اندازه‌گیری به ترتیب W_2 W_1,و W_3 نامیده می‌شوند. مقدار میانگین سه بار اندازه‌گیری را طبق فرمول (۲) محاسبه کنید.

$$\overline{w} = \frac{w_1 + w_2 + w_3}{3} \qquad (۲)$$

که در آن:

$\overline{w}$ میانگین درصد جرمی (٪) ناخالصی کربن در یک نمونه MWCNT است.

پیوست **الف** و پیوست **ب** به‌ترتیب مطالعات موردی تکرارپذیری و تجدیدپذیری را ارائه می‌دهند. پیوست **ث** روش‌های دقیق را برای تحلیل منحنی TG ارائه می‌دهد.

یادآوری- این روش برای منحنی‌های TG تک‌مرحله‌ای کاربرد دارد.

همگنی نمونه باید درنظر گرفته شود. همگنی نمونه‌های MWCNT را می‌توان براساس ترکیب‌بندی، پایداری گرمایی و پراکندگی در دمای اکسایش و محتوای مواد باقی‌مانده را در چندین اجرای TGA جداگانه ارزشیابی کرد [13]. اگر نمونه غیرهمگن باشد، می‌تواند موجب خطا در محاسبه نتیجه شود.

۸ عدم قطعیت اندازه‌گیری

۸-۱ عدم قطعیت نوع A

۸-۱-۱ عدم قطعیتی که معرف پارامترهای روش اندازه‌گیری مانند دقت اندازه‌گیری و اریبی[1] روش است. عدم قطعیت با اندازه‌گیری انحراف استاندارد تکرارپذیری ماده مرجع مورد استفاده برای کالیبراسیون دستگاه، محاسبه می‌شود.

۸-۱-۲ عدم قطعیتی که معرف جنبه‌های اندازه‌گیری نمونه، مانند یکنواختی نمونه‌ها، توزین، خشک‌کردن و شبکه‌بندی است. با اندازه‌گیری انحراف استاندارد، تکرارپذیری نمونه محاسبه می‌شود.

۸-۲ عدم قطعیت نوع B

عدم قطعیتی که معرف کالیبراسیون تجهیزات، مانند کالیبراسیون جرم و کالیبراسیون دما است [15].

1- Bias

۹ گزارش نتایج آزمون

گزارش آزمون باید دارای اطلاعات زیر باشد:

الف- ارجاع به این استاندارد، یعنی آزمون مطابق با این استاندارد انجام شده‌است؛

ب- نام و نوع نمونه؛

پ- نام و نام خانوادگی آزمونگر؛

ت- نام سازمان، آدرس تماس و شماره تلفن؛

ث- نوع و مدل دستگاه گرماوزن‌سنجی؛

ج- شرایط آزمون از جمله نوع بوته، اتمسفر، دبی گاز، جرم نمونه، محدوده دما و نرخ گرمایش؛

چ- نتایج آزمون، از جمله منحنی‌های TG وDTG ، داده‌ها و محتوای محاسبه‌شده ناخالصی‌های کربن در نمونهMWCNT؛

ح- هرگونه انحراف از روش اجرایی؛

د- هرگونه شاخصه غیرمعمول مشاهده‌شده؛

ذ- تاریخ انجام آزمون

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

آزمون تکرارپذیری: مطالعه موردی

الف-۱ کلیات

این پیوست سه مورد برای تعیین ناخالصی‌های کربنی ناپایدارتر از محتوای MWCNTs با آنالیز گرماوزن‌سنجی در اتمسفر CO_2 را ارائه می‌کند.

الف-۲ آماده سازی نمونه

ابتدا نمونه‌های MWCNT در یک کوره گرماایستا تحت خلاء به مدت ۲ h در دمای ۱۵۰ °C قرار گرفتند. سپس نمونه‌ها به خشکانه منتقل شدند تا به دمای اتاق برسند و تا زمان استفاده در آن نگهداری شدند.

الف-۳ شرایط اندازه‌گیری

شرایط اندازه‌گیری به شرح زیر بود:

الف- نرخ گرمایش ۱۰ $^{o}C/min$بود؛

ب- محدوده دما از دمای اتاق تا ۱۰۰۰ °C تنظیم شده بود؛

پ- گاز بی‌اثر N_2، با نرخ جریان ۲۰ ml/min تنظیم شده بود؛

ت- سرعت جریان گاز CO_2 برابر با ۳۰ ml/min تنظیم شده بود.

الف- ۴ روش اجرایی اندازه‌گیری

الف-۴-۱ اصلاح خط مبنا را با استفاده از بوته خالی در شرایط آزمون یکسان با نمونه انجام دهید؛

الف-۴-۲ جرم مناسبی از نمونه MWCNT را به بوته اضافه کنید.

الف-۴-۳ بوته را در نگهدارنده نمونه دستگاه گرماوزن‌سنج قرار دهید.

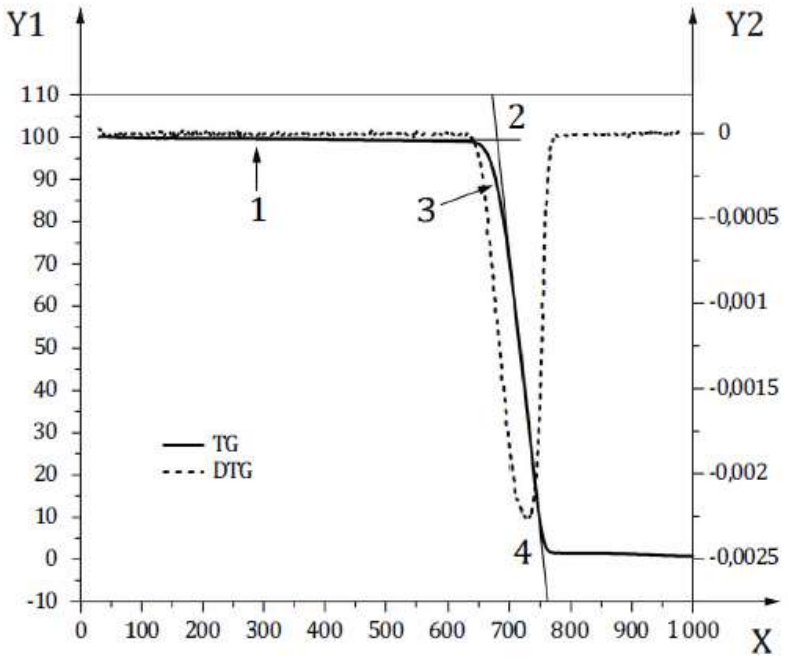
الف-۴-۴ پارامترهای اندازه‌گیری را مطابق با بند الف-۳ تنظیم کنید و اندازه‌گیری را شروع کنید.

الف-۴-۵ اندازه‌گیری را سه بار برای هر نمونه MWCNT تکرار کنید و از نتایج برای محاسبه میانگین مقدار ناخالصی کربن استفاده کنید.

الف-۵ تحلیل داده‌ها و تفسیر نتایج

الف-۵-۱ نمونه A

منحنی‌های TG و DTG مربوط به نمونه A در شکل‌های الف-۱ تا الف-۳ نشان داده شده‌اند.



راهنما:

X دما (°C)

$\mathbf{Y_1}$ درصد جرمی (٪)

$\mathbf{Y_2}$ مشتق درصد جرمی (٪/°C)

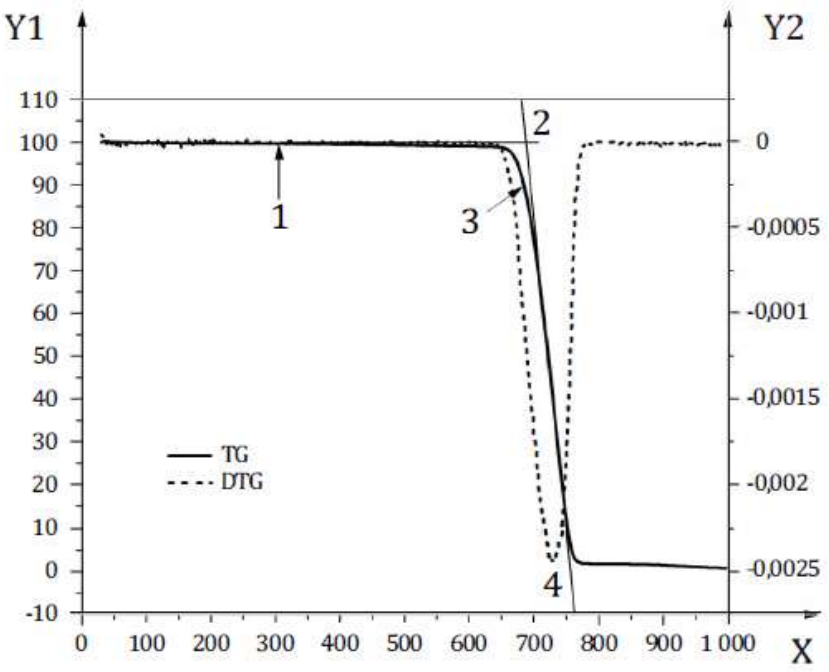
1 w_{300} = ۹۹٫۷۰ ٪

2 T_e = ۶۸۸٫۹ °C

3 w_e = ۸۷٫۳۰ ٪

4 T_0 = ۷۲۷٫۷ °C

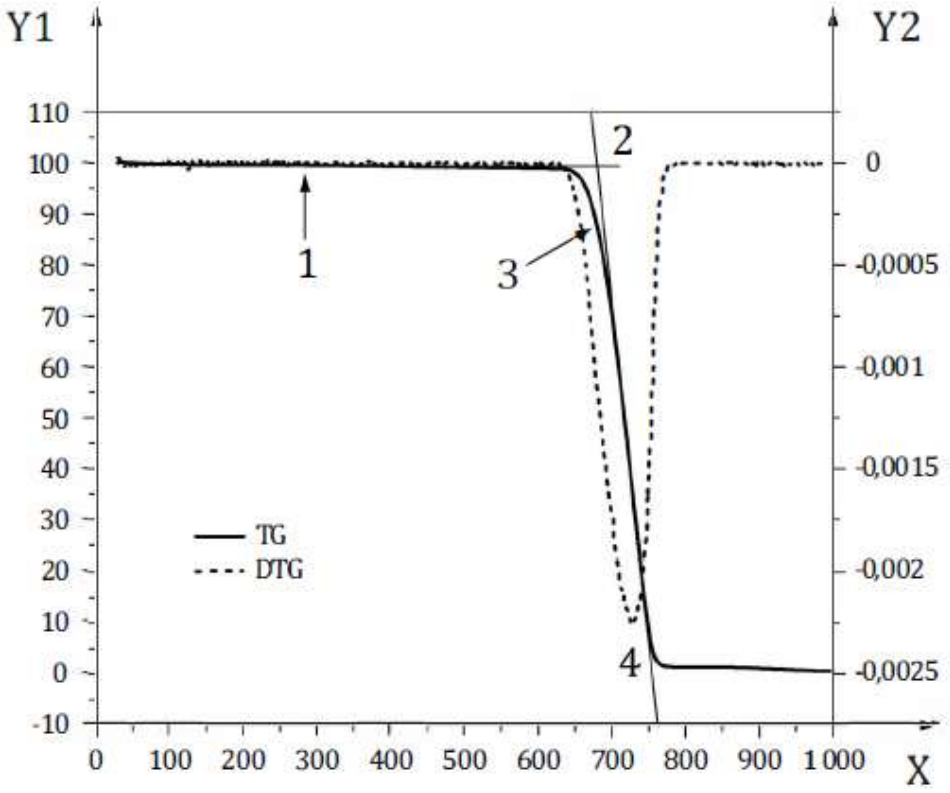
شکل الف- ۱- منحنی‌های TG و DTG نمونه A در تکرار اول اندازه‌گیری



راهنما:

X	دما (°C)	**2**	T_e= ۶۸۱٫۲ °C
Y_1	درصد جرمی (٪)	**3**	w_e =۸۷٫۷۰ ٪
Y_2	مشتق درصد جرمی (٪/°C)	**4**	T_0 =۷۲۵٫۲ °C
1	w_{300} = ۹۹٫۷۰ ٪		

شکل الف- ۲- منحنی‌های TG و DTG نمونه A در تکرار دوم اندازه‌گیری



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

1 w_{300} = ۹۹٫۵۰ ٪

2 T_e= ۶۸۱٫۰ °C

3 w_e =۸۶٫۸۰ ٪

4 T_0 =۷۲۵٫۲ °C

شکل الف-۳- منحنی‌های TG و DTG نمونه A در تکرار سوم اندازه‌گیری

محتوای ناخالصی‌های کربن در نمونه MWCNT طبق فرمول‌های (۱) و (۲) در بند ۷ محاسبه شده است.

$w_1 = w_{300\text{-}1} - w_{e\text{-}1}$= ۹۹٫۷ % - ۸۷٫۳ % = ۱۲٫۴ %

$w_2 = w_{300\text{-}2} - w_{e\text{-}2}$= ۹۹٫۷ % - ۸۷٫۷ % = ۱۲٫۰ %

$w_3 = w_{300\text{-}3} - w_{e\text{-}3}$= ۹۹٫۵ % - ۸۶٫۸ % = ۱۲٫۷ %

$$\overline{w} = \frac{w_1+w_2+w_3}{3} = \frac{12{,}4\%+12{,}0\%+12{,}7\%}{3} = 12.4\%$$

که در آن:

w_1، درصد جرمی (٪) ناخالصی‌های کربن نمونه A در اولین تکرار اندازه‌گیری است؛

$w_{300\text{-}1}$، درصد جرمی (٪) نمونه A در اولین تکرار اندازه‌گیری در دمای ۳۰۰ °C است؛

w_{e-1}، درصد جرمی (٪) نمونه A در اولین تکرار اندازه‌گیری در دمای T_e است؛
w_2، درصد جرمی (٪) ناخالصی-های کربن نمونه A در دومین تکرار اندازه‌گیری است؛
w_{300-2}، درصد جرمی (٪) نمونه A در دومین تکرار اندازه‌گیری در دمای ۳۰۰ °C است؛
w_{e-2}، درصد جرمی (٪) نمونه A در اولین تکرار اندازه‌گیری در دمای T_e است؛
w_3، درصد جرمی (٪) ناخالصی‌های کربن نمونه A در سومین تکرار اندازه‌گیری است؛
w_{300-3}، درصد جرمی (٪) نمونه A در سومین تکرار اندازه‌گیری در دمای ۳۰۰ °C است؛
w_{e-3}، درصد جرمی (٪) نمونه A در سومین تکرار اندازه‌گیری در دمای T_e است؛
$\overline{w}$ ، میانگین درصد جرمی (٪) ناخالصی‌های کربن در نمونه MWCNT اندازه‌گیری شده‌است.

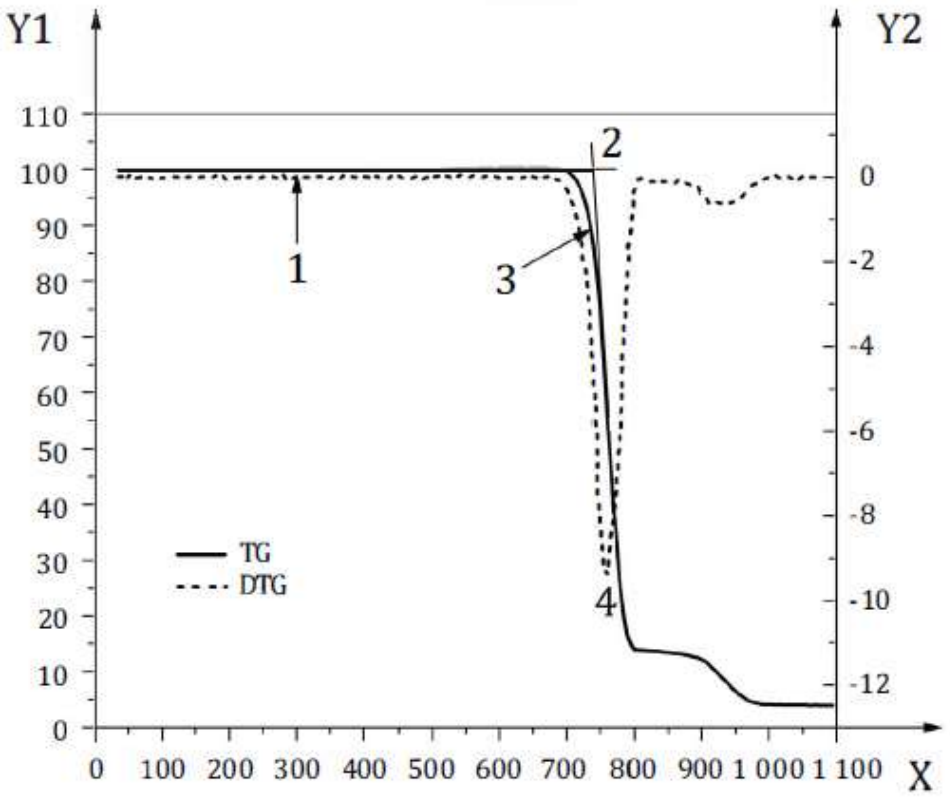
مقدار میانگین w و انحراف استاندارد محاسبه‌شده از سری‌های تکرار آزمون نمونه A در جدول الف-۱نشان داده شده است. مقدار انحراف استاندارد درصد جرمی (٪) ناخالصی‌های کربن باید کمتر یا مساوی ٪ ۱٫۵ باشد که تکرارپذیری سری تکرار اندازه‌گیری TG را نشان می‌دهد.

جدول الف-۱- محاسبات میانگین *w* و *Te* و انحرافات استاندارد از سه بار تکرار نمونه A

پارامتر	نماد	تکرار اول آزمون	تکرار دوم آزمون	تکرار سوم آزمون	میانگین	انحراف استاندارد
دمای اولیه برون یابی‌شده (°C)	T_e	۶۸۸٫۹	۶۸۳٫۲	۶۸۱٫۰	۶۸۳٫۷	۴٫۵۰
درصد جرمی (٪) نمونه در دمای ۳۰۰ °C	w_{300}	۹۹٫۷۰	۹۹٫۷۰	۹۹٫۵۰	۹۹٫۶۳	۰٫۱۲
درصد جرمی (٪) نمونه در دمای T_e	w_e	۸۷٫۳۰	۸۷٫۷۰	۸۷٫۸۰	۸۷٫۲۷۰	۰٫۴۵
درصد جرمی (٪) ناخالصی کربن، $w_{300} - w_e$	$w_{300} - w_e$	۱۲٫۴۰	۱۲٫۰۰	۱۲٫۷۰	۱۲٫۳۷	۰٫۳۵

الف- ۵-۲ نمونه B

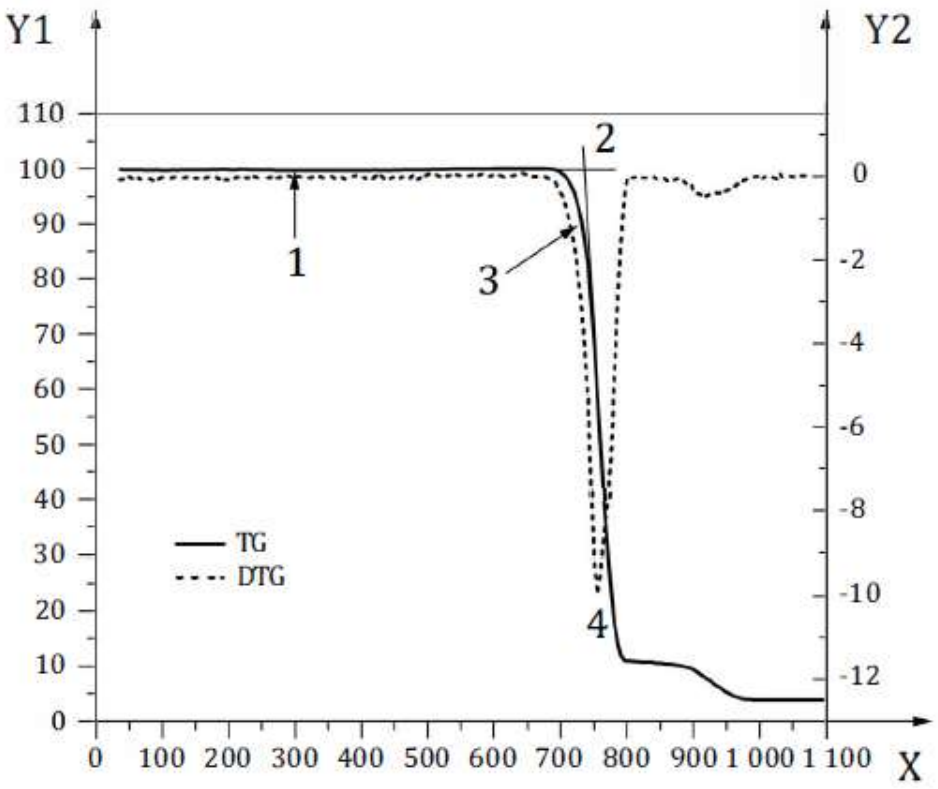
منحنی‌های TG و DTG مربوط به نمونه B در شکل‌های الف-۴ تا الف-۶ نشان داده شده‌اند.



راهنما:

X	دما (°C)	**2**	T_e= ۷۳۶٫۵°C
Y_1	درصد جرمی (٪)	**3**	w_e = ۸۹٫۲۴ ٪
Y_2	مشتق درصد جرمی (٪/°C)	**4**	T_0 = ۷۵۹٫۲ °C
1	w_{300} = ۹۹٫۹۴ ٪		

شکل الف-۴- منحنی‌های TG و DTG نمونه B در تکرار اول اندازه‌گیری



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

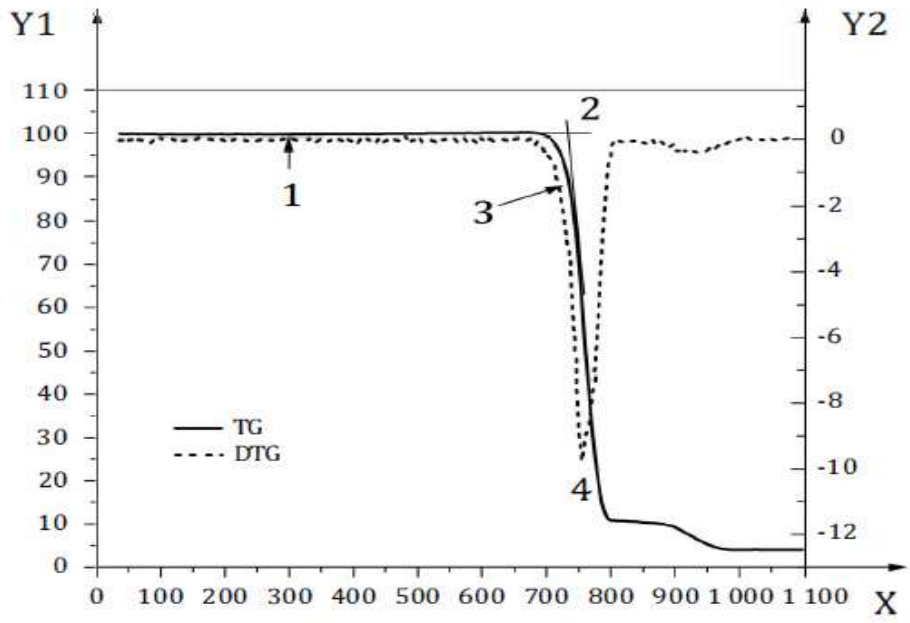
1 w_{300} = ۹۹٫۷۳ ٪

2 T_e= ۷۳۴٫۲°C

3 w_e = ۸۸٫۴۲ ٪

4 T_0 = ۷۵۶٫۱ °C

شکل الف-۵- منحنی‌های TG و DTG نمونه B در تکرار دوم اندازه‌گیری



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

1 w_{300}= ۹۹٫۷۵ ٪

2 T_e= ۷۳۴٫۱°C

3 w_e = ۸۸٫۸۷ ٪

4 T_0 = ۷۵۵٫۸ °C

شکل الف-۶ منحنی‌های TG و DTG نمونه B درتکرار سوم اندازه‌گیری

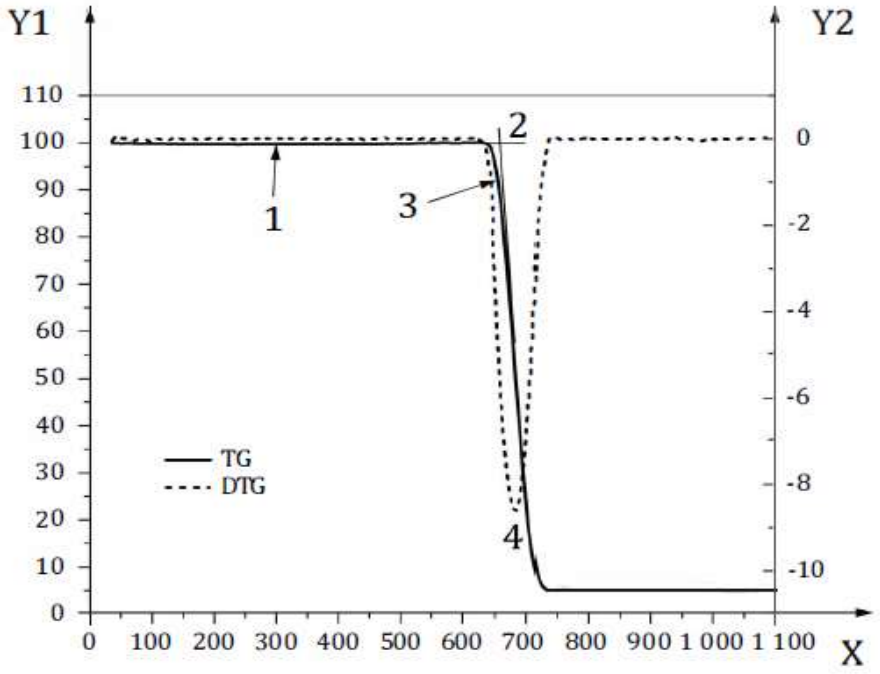
مقدار میانگین w و انحراف استاندارد محاسبه شده از تکرارهای آزمون نمونه B در جدول الف-۲ نشـان داده شده است.

جدول الف-۲- محاسبات میانگین *w* و *Te* و انحرافات استاندارد از سه بار تکرار نمونه B

پارامتر	نماد	تکرار اول آزمون	تکرار دوم آزمون	تکرار سوم آزمون	میانگین	انحراف استاندارد
دمای اولیه برون‌یابی‌شده (°C)	T_e	۷۳۶٫۵	۷۳۴٫۲	۷۳۴٫۱	۷۳۴٫۹	۱٫۳۶
درصد جرمی (٪) نمونه در دمای ۳۰۰ °C	w_{300}	۹۹٫۹۴	۹۹٫۷۳	۹۹٫۷۵	۹۹٫۸۱	۰٫۱۲
درصد جرمی (٪) نمونه در دمای T_e	w_e	۸۹٫۲۴	۸۸٫۴۲	۸۸٫۸۷	۸۸٫۸۴	۰٫۴۱
درصد جرمی (٪) ناخالصی کربن، $w_{300} - w_e$	$w_{300} - w_e$	۱۰٫۷۰	۱۱٫۳۱	۱۰٫۸۸	۱۰٫۹۶	۰٫۳۱

الف-۵-۳ نمونه C

منحنی‌های TG و DTG مربوط به نمونه C در شکل‌های الف-۷ تاالف-۹ نشان داده شده‌اند.



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

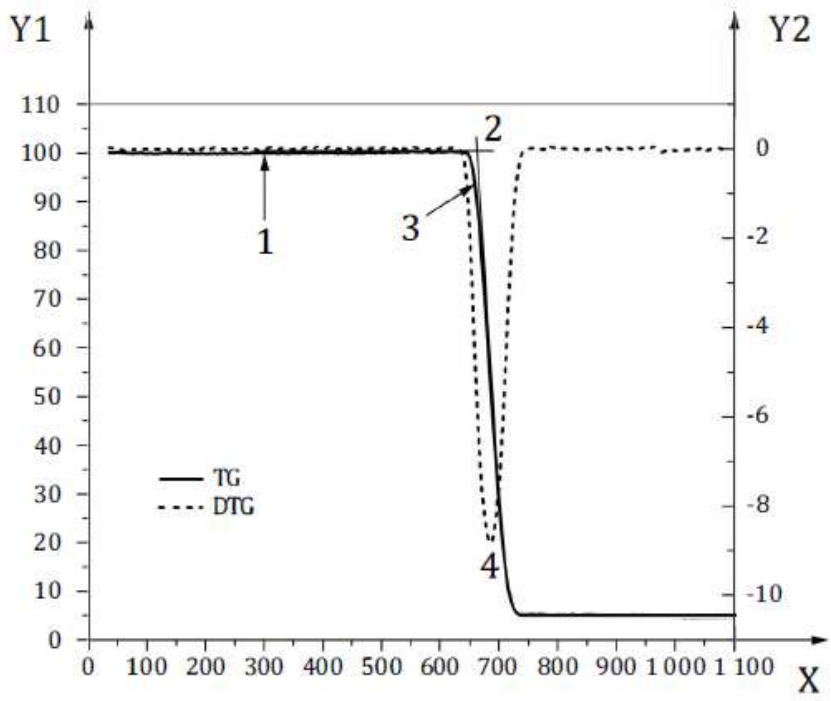
1 w_{300} = ۹۹٫۷۱ ٪

2 T_e= ۶۵۶٫۵°C

3 w_e = ۹۲٫۷۸ ٪

4 T_0 = ۶۸۶٫۲ °C

شکل الف- ۷- منحنی‌های TG و DTG نمونه C در تکرار اول اندازه‌گیری



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

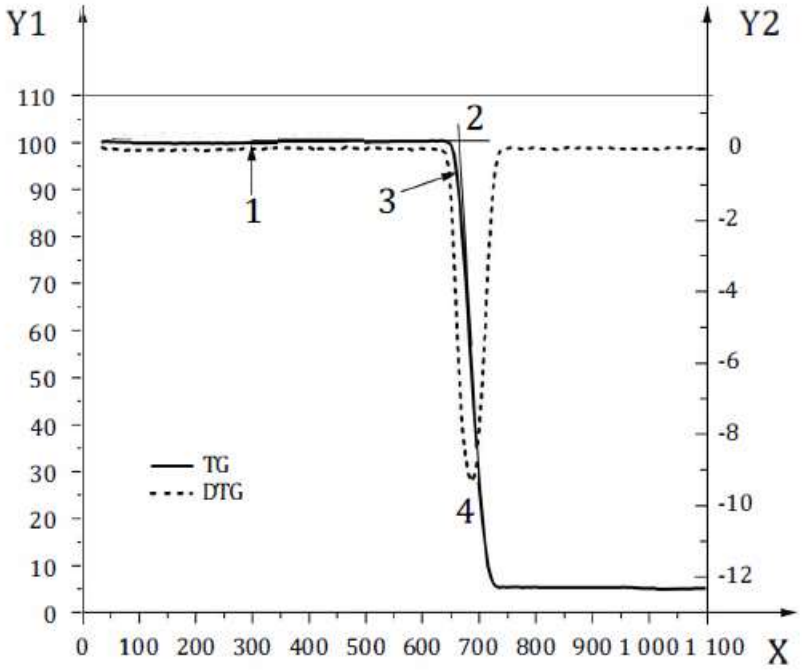
1 w_{300} = ۱۰۰٫۰۱ ٪

2 T_e= ۶۵۸٫۵°C

3 w_e = ۹۳٫۶۸ ٪

4 T_0 = ۶۸۴٫۹ °C

شکل الف-۸- منحنی‌های TG و DTG نمونه C در تکرار دوم اندازه‌گیری



راهنما:

X	دما (°C)	**2**	T_e= ۶۶۰٫۰ °C
Y_1	درصد جرمی (٪)	**3**	w_e = ۹۳٫۲۰٪
Y_2	درصد جرم مشتق (٪/°C)	**4**	T_0 = ۶۸۵٫۵ °C
1	w_{300}= ۹۹٫۹۵ ٪		

شکل الف-۹- منحنی‌های TG و DTG نمونه C در تکرار سوم اندازه‌گیری

مقدار میانگین w و انحراف استاندارد محاسبه‌شده از تکرارهای آزمون نمونه C در جدول الف-۳ نشان داده شده است.

جدول الف-۳- محاسبات میانگین w و Te و انحرافات استاندارد از سه بار تکرار نمونه C

پارامتر	نماد	تکرار اول آزمون	تکرار دوم آزمون	تکرار سوم آزمون	میانگین	انحراف استاندارد
دمای اولیه برون‌یابی‌شده (°C)	T_e	۶۵۶٫۵	۶۵۸٫۵	۶۶۰٫۰	۶۵۸٫۳	۱٫۷۶
درصد جرمی (٪) نمونه در دمای ۳۰۰ °C	$w300$	۹۹٫۷۱	۱۰۰٫۰۱	۹۹٫۹۵	۹۹٫۸۹	۰٫۱۶
درصد جرمی (٪) نمونه در دمای T_e	we	۹۲٫۷۸	۹۳٫۶۸	۹۳٫۲۰	۹۳٫۲۲	۰٫۴۵
درصد جرمی (٪) ناخالصی کربن، $w_{300} - w_e$	$w300 - we$	۶٫۹۳	۶٫۳۳	۶٫۷۵	۶٫۶۷	۰٫۳۱

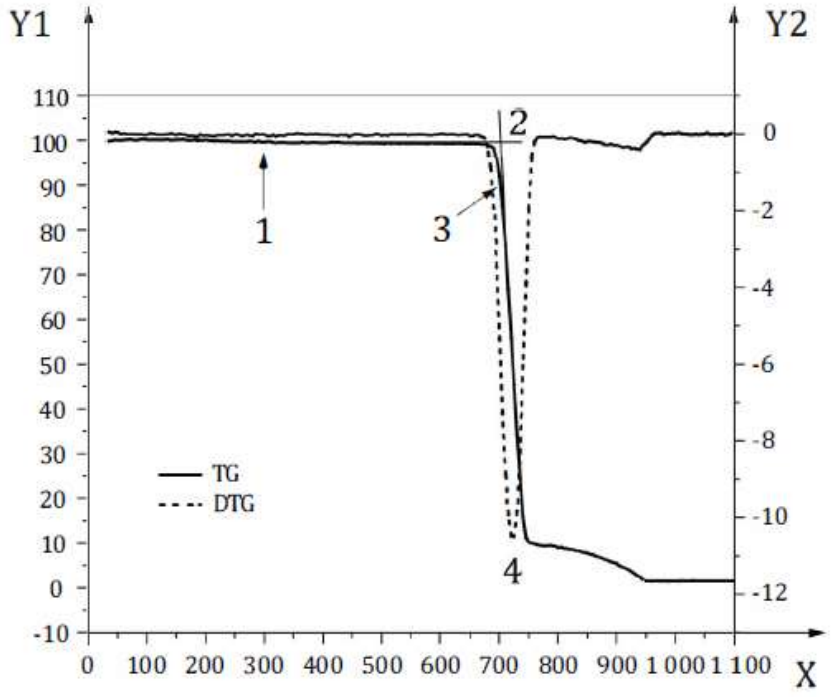
پیوست ب

(آگاهی دهنده)

آزمون تجدیدپذیری: مطالعه موردی

ب-۱ تحلیل داده‌های بین‌آزمایشگاهی

منحنی‌های TG و DTG نمونه D بین آزمایشگاه ۱ و آزمایشگاه ۲ در شکل‌های ب-۱ تا ب-۶ نشان داده شده است.



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

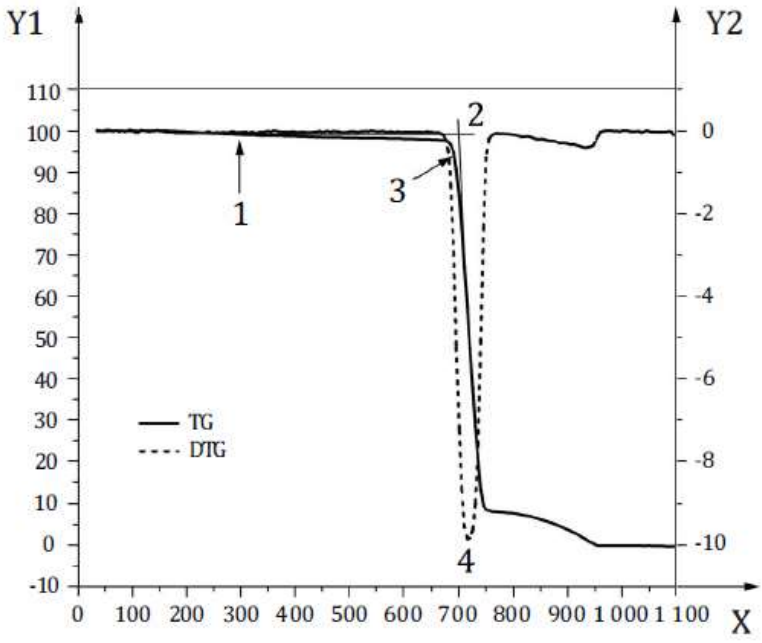
1 w_{300} = ۹۹٫۱۷ ٪

2 T_e= ۶۹۴٫۹°C

3 w_e = ۹۱٫۲۷ ٪

4 T_0 = ۷۲۴٫۰ °C

شکل ب-۱- منحنی‌های TG و DTG نمونه D در تکرار اول اندازه‌گیری در آزمایشگاه ۱



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 درصد جرم مشتق (٪/°C)

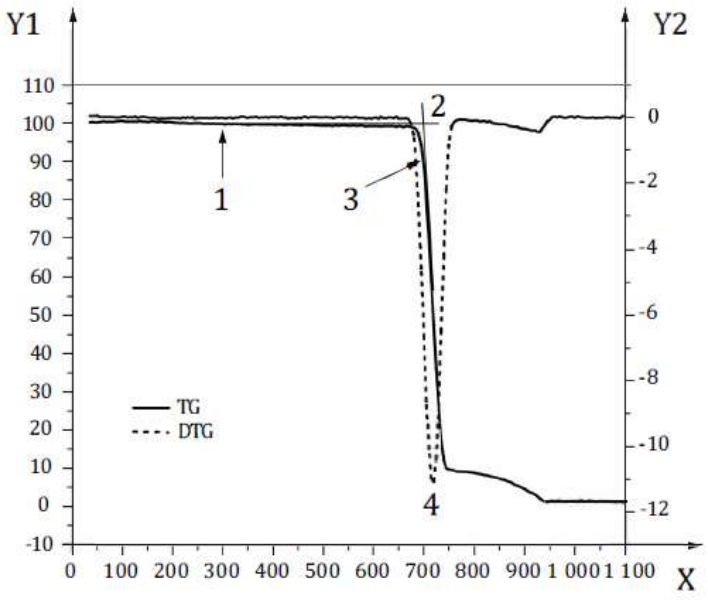
1 w_{300} = ۹۹٫۸۷ ٪

2 T_e= ۶۹۹٫۷°C

3 w_e = ۹۲٫۵۶ ٪

4 T_0 = ۷۱۹٫۰ °C

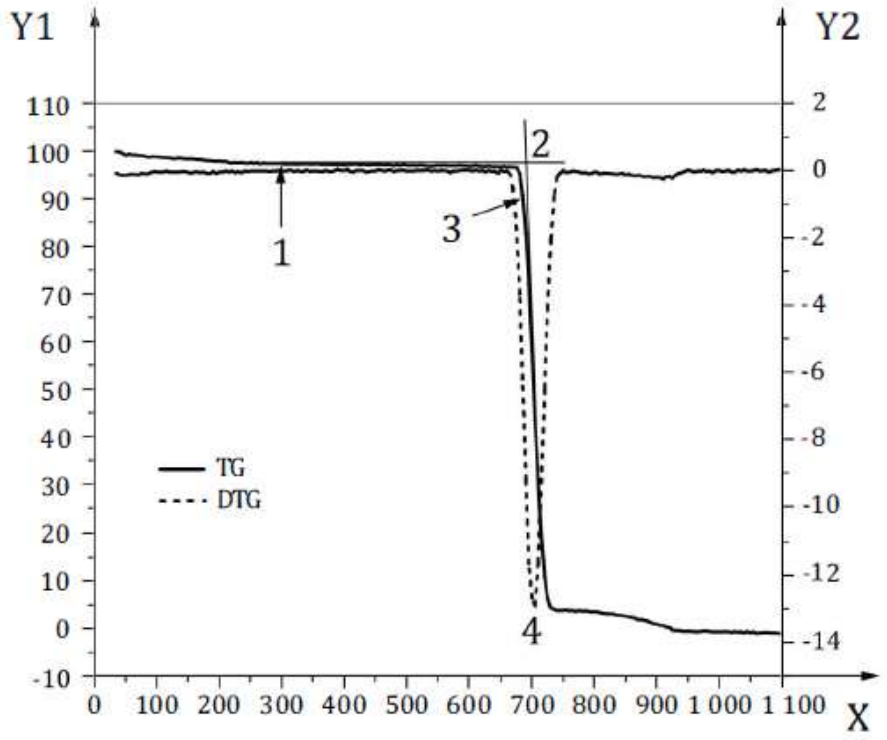
شکل ب-۲ - منحنی‌های TG و DTG نمونه D در تکرار دوم اندازه‌گیری در آزمایشگاه ۱



راهنما:

X	دما (°C)	**2**	T_e= ۶۹۸٫۰°C
Y_1	درصد جرمی (٪)	**3**	w_e = ۹۱٫۰۶ ٪
Y_2	مشتق درصد جرمی (٪/°C)	**4**	T_0 = ۷۱۸٫۰ °C
1	w_{300} = ۹۹٫۷۱ ٪		

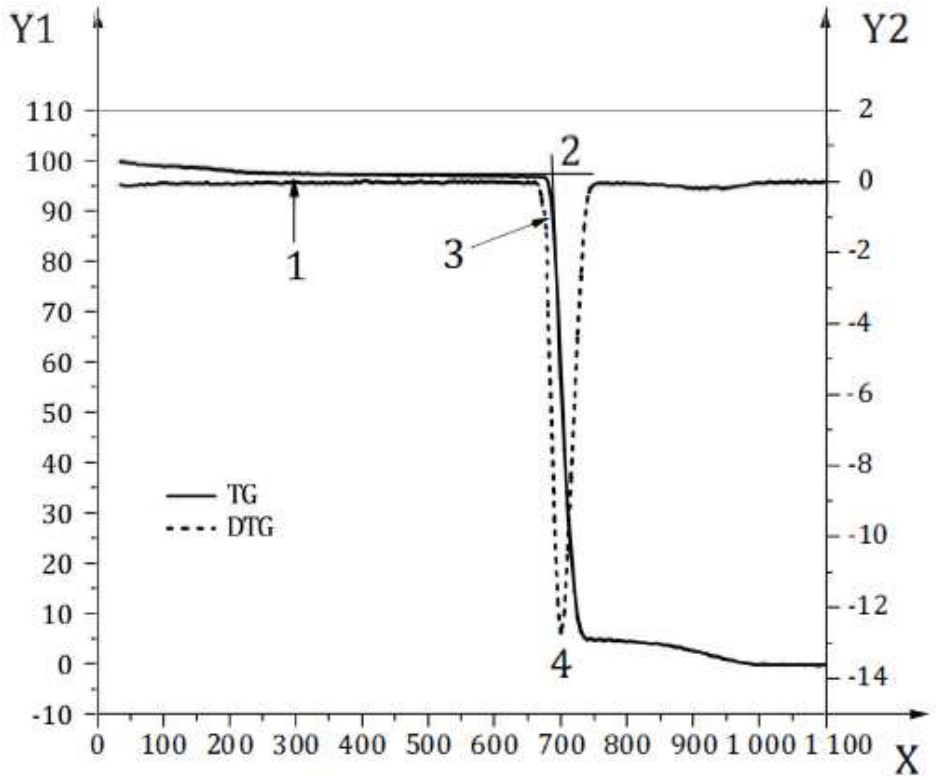
شکل ب-۳ – منحنی‌های TG و DTG نمونه D در تکرار سوم اندازه‌گیری در آزمایشگاه ۱



راهنما:

X دما (°C)	**2** T_e= ۶۸۶٫۷°C
Y_1 درصد جرمی (٪)	**3** w_e = ۹۰٫۵۴ ٪
Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)	**4** T_0 = ۷۰۳٫۰ °C
1 w_{300}= ۹۷٫۴۹ ٪	

شکل ب-۴- منحنی‌های TG و DTG نمونه D در تکرار اول اندازه‌گیری در آزمایشگاه ۲



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

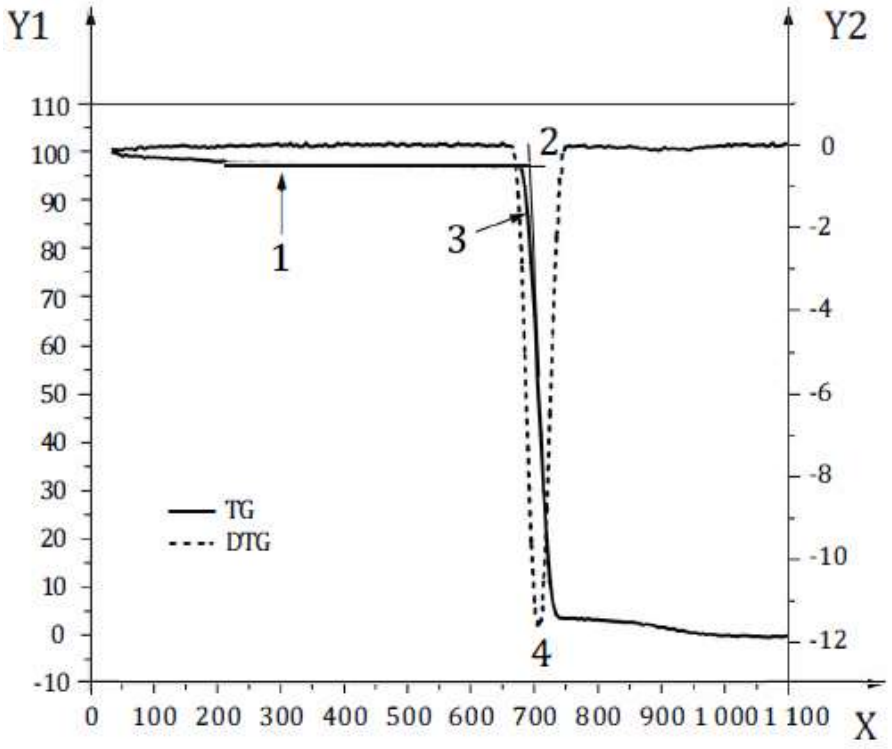
1 $w_{300} = ۹۷/۲۱$ ٪

2 $T_e = ۶۸۶/۸$ °C

3 $w_e = ۸۸/۵۲$ ٪

4 $T_0 = ۷۰۰/۰$ °C

شکل ب-۵ - منحنی‌های TG و DTG نمونه D در تکرار دوم اندازه‌گیری در آزمایشگاه ۲



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 درصد جرم مشتق (٪/°C)

1 w_{300} = ۹۷٫۳۸ ٪

2 T_e= ۶۸۸٫۰°C

3 w_e = ۸۹٫۷۰ ٪

4 T_0 = ۷۰۸٫۰ °C

شکل ب-۶- منحنی‌های TG و DTG نمونه D در تکرار سوم اندازه‌گیری در آزمایشگاه ۲

نتایج آزمون آزمایشگاه ۱ و آزمایشگاه ۲ در جدول ب-۱ نشان داده شده است.

جدول ب-۱- تحلیل آزمون تجدیدپذیری در آزمایشگاه ۱ و آزمایشگاه ۲

ردیف	نمونه	آزمایشگاه	T_e °C	w_{300} %	w_e %	محتوی ناخالصی کربن ٪	میانگین هر آزمایشگاه ٪	میانگین آزمایشگاه‌های مختلف ٪	انحراف استاندارد
۱	نمونه D	آزمایشگاه ۱	۶۹۴٫۹	۹۹٫۱۷	۹۱٫۲۷	۷٫۹۰	۷٫۹۵	۷٫۸۶	۰٫۱۳
۲			۶۹۹٫۷	۹۹٫۸۷	۹۲٫۵۶	۷٫۳۱			
۳			۶۹۸٫۰	۹۹٫۷۱	۹۱٫۰۶	۸٫۶۵			
۴		آزمایشگاه ۲	۶۸۶٫۷	۹۷٫۴۹	۹۰٫۵۴	۶٫۹۵	۷٫۷۷		
۵			۶۸۶٫۸	۹۷٫۲۱	۸۸٫۵۲	۸٫۶۹			
۶			۶۸۸٫۰	۹۷٫۳۸	۸۹٫۷۰	۷٫۶۸			

پیوست پ

(آگاهی‌دهنده)

روش‌های اجرایی تفضیلی برای تحلیل منحنیTG

پ-۱ کلیات

روش اجرایی تفضیلی برای تحلیل منحنی TG به‌شرح زیر است (به شکل پ-۱ مراجعه شود):

الف- منحنی TG را با روش اندازه‌گیری مطابق با زیربند ۶-۳ به‌دست آورید.

ب- با استفاده از نرم افزار تحلیل داده‌های TG ، خط مماس (خط قرمز) را در w_{300} روی منحنی TG به‌دست آمده رسم کنید.

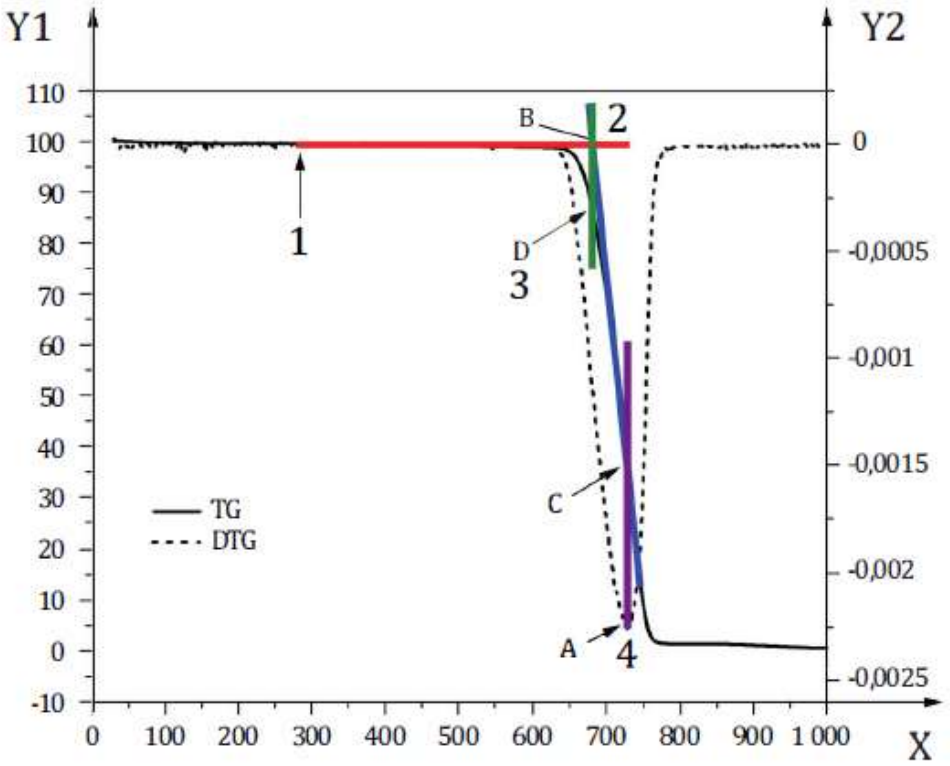
پ- از نرم افزار تحلیل داده‌های TG برای به‌دست آوردن منحنی DTG از یک منحنی TG استفاده کنید.

ت- قله منحنی DTG را به‌عنوان نقطه A علامت‌گذاری کنید، یک خط عمودی (خط بنفش) از نقطه A ایجاد کنید تا منحنی TG در نقطه C را قطع کند. نقطه تقاطع C بیشینه نرخ از دست دادن جرم در منحنی TG است.

ث- از نرم‌افزار تحلیل داده‌های TG برای رسم خط مماس (خط آبی) نقط C که در نقطه B خط مبنا (خط قرمز) را قطع می‌کند، استفاده کنید. دما (°C) در نقطه B، T_e است.

ج- خط عمودی (خط سبز) نقطه B را رسم کنید تا منحنی TG را در نقطه D قطع کند و درصد جرم (٪) نقطه D برابر با w_e است.

چ- محتوای ناخالصی‌های کربن در نمونه MWCNT را با استفاده از w_{300} و w_e براساس فرمول (۱) طبق بند ۷ محاسبه کنید. w_{300} درصد جرمی (٪) نمونه MWCNT در دمای ۳۰۰ °C است.



راهنما:

X دما (°C)

Y_1 درصد جرمی (٪)

Y_2 مشتق درصد جرمی (٪/°C)

1 درصد جرمی نمونه در ۳۰۰°C، w_{300} (٪)

2 دمای اولیه برون‌یابی‌شده اکسایش اجزای MWCNT در یک نمونهMWCNT، T_e (°C)

3 درصد جرمی در Te، w_e (%)

4 دمای قله روی منحنیDTG، T_0 (°C)

شکل پ-۱- روش اجرایی تحلیل منحنی TG

کتاب‌نامه

[1] LI. H, ZHAO, N, H E, C, S H I, C, DU, X, and LI, J, Thermogravimetric analysis and TEM characterization of the oxidation and defect sites of carbon nanotubes synthesized CVD of methane, Materials Science and Engineering A. 2008, 473, pp. 355-359

[2] HOU. P.X., BAI, S, YANG, Q.H., LIU, C., CHENG, H . M, Multi-step purification of carbon nanotubes, Carbon. 2002, 40, pp.81-85

[3] ALINE. A.M . F. , MUSUMECI, A.W., LIU, H .W., WACLAWIK, E.R., SILVA, G. G., Purity evaluation and influence of carbon nanotube on carbon nanotube/graphite thermal stability. J Therm. Anal. Calorim. 2009, 9 7, pp.257-263

[4] DESFORGES. A.,M ERCI ER, G., H EROLD, C., GLE I Z E , J., NORMAND, F.L., VIGOLO, B., Improvement of carbon nanotube stability by high temperature oxygen/chlorine gas treatment, Carbon. 2014, 76, pp.275-284

[5] MERCIER. G, GLEIZE, J., GHANBAJA, J., MARECH E, J.F., VIGOLO, B, Soft oxidation of singlewalled carbon nanotube samples, J. Phys. Chem. C. 201 3, 1 17, pp.8522-8529

[6] ISO/TR 10929, Nanotechnologies - Characterization of multiwall carbon nanotube (MWCNT) samples

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۹۹۱: سال ۱۳۹۲، فناوری نانو- تعیین مشخصات نمونه‌های نانولوله کربنی چندجداره (MWCNT)، با استفاده از استاندارد ISO/TR 10929 : 2012 تدوین شده است.

[7] CHERNYAK. S.A., IVANOV, A.S., STROKOVA, N.E., MASLAKOV, K.I.,Mechanism of thermal defunctionalization of oxidized carbon nanotubes, J. Phys. Chem. C. 2016, 120, pp.17465-17474

[8] TSANG. S.C., HARRIS, P.J.F., GREEN, M . L.H . , Thinning and opening of carbon nanotubes by oxidation using carbon dioxide, Nature. 1993, 362, pp.520 -522

[9] S M ITH. JR. M.R., HEDGES. S.W., LACOUNT, R., KERN, D., SHAH, N., HUFFMAN, G., BOCKRATH, B, Selective oxidation of single walled carbon nanotubes using carbon dioxide, Carbon. 2003, 41, pp.1221-1230

[10] WEPASN ICK. K.A., S MITH, B.A., S CH ROTE. K.E., WILSON, H. K., DIEGELMANN, S. R., FAIRBROTHER, D.H., Surface and structural characterization of multi-walled carbon nanotubes following different oxidative treatments, Carbon. 2011, 49, pp.24-36

[11] ISO/TS 80004-3 :2020, Nanotechnologies - Vocabulary - Part 3: Carbon nano-objects

یادآوری- استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۲، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۳: نانواشیاء کربنی با استفاده از استاندارد ISO/TS 80004-3 : 2020 تدوین شده است.

[12] IUPAC. Compendium of Chemical Terminology, 2nd ed.

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

[14] ISO 11358-1, Plastics - Thermogravimetry (TG) of polymers - Part 1: General principles

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره۱-۱۰۶۷۶: سال ۱۳۹۳، پلاستیک‌ها، وزن‌سنجی گرمایی (TG) پلیمرها- قسمت ۱: اصول کلی با استفاده از استاندارد ISO 11358-1:2014 تدوین شد ه است.

[15] ASTM E2550 -17, Standard Test Method for Thermal Stability by Thermogravimetry

[16] ISO/TS 11888, Nanotechnologies - Characterization of multiwall carbon nanotubes – Mesoscopic shape factors

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۴۶۳: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو- مشخصه‌یابی نانولوله‌های کربنی چند دیواره – فاکتورهای شکل مزوسکوپی با استفاده از استاندارد ISO 11888: 2017 تدوین شده است.

[17] ASTM E537-12, Standard Test Method for the Thermal Stability of Chemicals by Differential Scanning Calorimetry