



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۴۷۴۳

چاپ اول

آبان ۱۳۹۱

INSO

14743

1st. Edition

Nov.2012

فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله‌های  
کربنی تک جداره با استفاده از طیف سنجی  
جذبی فرابنفش- مرئی- فرو سرخ نزدیک

**Nanotechnologies- Characterization of  
single- wall carbon nanotubes using  
ultraviolet – visible- near infrared (UV-Vis-  
NIR) absorption spectroscopy**

ICS:07.030

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (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 Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

# "فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک جداره با استفاده از طیف سنجی جذبی

فرابنفش- مرئی- فرو سرخ نزدیک "

## رئیس:

خانلری، محمدرضا  
(دکترای فیزیک)

## سمت و / یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه بین‌المللی امام  
خمینی (ره)

## دبیر:

نوربخش، رویا  
(کارشناس ارشد سم شناسی)

پژوهشگاه استاندارد

## اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی پور، الهه  
(کارشناس ارشد زیست شناسی)

کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

پوی پوی، حسن  
(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

سیفی، مهوش  
(کارشناس ارشد مدیریت)

کارشناس استاندارد

قاسم پور، علیرضا  
(دکترای شیمی)

عضو هیئت علمی دانشگاه شهید بهشتی

مسروری، حسن  
(دکترای شیمی)

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد

میرکازمی، سیدمحمد  
(دکترای مهندسی مواد)

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی
پ	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ت	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات ، تعاریف و اختصارات
۳	۴ اصول آزمون
۸	۵ طیف‌سنجی نوری
۹	۶ روش آماده سازی نمونه ها
۱۲	۷ روش اندازه‌گیری نوری
۱۲	۸ تجزیه و تحلیل داده‌ها و تفسیر نتایج آن
۱۳	۹ عدم قطعیت
۱۴	۱۰ گزارش آزمون
۱۵	پیوست الف (اطلاعاتی)
۲۰	پیوست ب (اطلاعاتی)
۲۴	پیوست پ (اطلاعاتی)

## پیش‌گفتار

استاندارد " فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک جداره با استفاده از طیف سنجی جذبی فرابنفش- مرئی- فرو سرخ نزدیک " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط ستاد توسعه فناوری نانو مستقر در دفتر همکاری‌های فناوری ریاست جمهوری تهیه و تدوین شده و در نهصد و چهل و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۱/۶/۲۵ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع 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 استفاده کرد.

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO/TS 10868: 2011, Nano Technology- Characterization of single- wall carbon nanotubes using ultraviolet – visible- near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy

## فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک جداره با استفاده از طیف سنجی جذبی فرابنفش- مرئی- فرو سرخ نزدیک

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری برای قطر، خلوص نوری و نسبت نانولوله‌های کربنی تک جداره فلزی به کل نانولوله‌های کربنی تک دیواره<sup>۱</sup> (تک جداره) در نمونه می‌باشد.

این استاندارد، برای تعیین مشخصات ترکیبات حاوی نانولوله تک دیواره کربنی با استفاده از طیف سنجی جذبی کاربرد دارد.

آزمون مربوط به قطر در محدوده ۱ nm تا ۲ nm کاربرد دارد.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست، معه‌ذا بهتر است، در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن، مورد نظر قرار گیرد.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۹۰۸، فناوری نانو- واژه‌ها، اصطلاحات و تعاریف اصلی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۵۶۴، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک جداره به روش آنالیز جرم سنجی حرارتی

### ۳ اصطلاحات، تعاریف و اختصارات

در این استاندارد اصطلاحات، تعاریف و اختصارات زیر به کار می‌رود:

### ۱-۳ اصطلاحات، تعاریف

---

1- Single- wall carbon nanotube ( SWCNTs)

۱-۱-۳

### شاخص خلوص نوری

به شاخص نوری تعریف شده از نسبت جرمی نانولوله‌های کربنی تک دیواره به کل محتوی کربنی در یک نمونه، گفته می‌شود.

یاد آوری - شاخص خلوص نوری به معنی "خلوص" ( درصد وزنی SWCNTs به جرم کل نمونه) نمی باشد. بر اساس این استاندارد نمی‌توان این "خلوص" را ارزیابی کرد. زیرا، طیف سنجی جذبی نمی‌تواند ناخالصی‌های فلزی را که معمولاً در هر نمونه SWCNT وجود دارد، تشخیص دهد. به منظور تعیین ویژگی محتوی ناخالصی فلزی به استاندارد ملی شماره ۱۴۵۶۴ که در آن از روش آزمون وزن سنجی حرارتی استفاده می‌شود، مراجعه کنید.

۲-۱-۳

### نسبت نانولوله‌های کربنی تک جداره فلزی

عبارت از نسبت ترکیبی نانولوله‌های کربنی تک جداره فلزی که به روش نوری تعیین شده است به کل محتوی نانولوله‌های کربنی تک جداره در یک نمونه، می‌باشد.

۲-۳ مخفف‌ها (سرنام‌ها)

سدیم کربوکسی متیل سلولز (CMC<sup>۱</sup>)

دی متیل فرمالدئید (DMF<sup>۲</sup>)

چگالی حالت‌ها (DOS<sup>۳</sup>)

فرو سرخ نزدیک (NIR<sup>۴</sup>)

کولات سدیم (SC<sup>۵</sup>)

سدیم دودسیل سولفات (SDS<sup>۶</sup>)

سدیم دودسیل بنزوات سولفونات (SDBS<sup>۷</sup>)

نانولوله‌های کربنی تک جداره (SWCNT)

- 
- 1- Sodium carboxymethylcellulose
  - 2- Dimethylformamide
  - 3- Density of states
  - 4- Near infrared
  - 5- Sodium cholate
  - 6- Sodium dodecyl sulfate
  - 7- Sodium dodecylbenzene sulfonate

میکروسکوپ الکترونی عبوری<sup>۱</sup> (TEM)

فرابنفش (UV<sup>۲</sup>)

یکتایی وان هوف (VHS<sup>۳</sup>)

مرئی (Vis<sup>۴</sup>)

## ۴ اصول آزمون

### ۱-۴ کلیات

این استاندارد روشی را برای آزمون همه نمونه‌های SWCNT نیمه‌رسانا و فلزی دارای ناخالصی کربن و سایر عناصر به جز مواردی که پس از تولید تغییر یافته باشند، ارائه می‌دهد. طیف سنجی جذبی UV-Vis-NIR می‌تواند برای اندازه‌گیری انتقالات نوری بین نواری مختص نمونه‌های SWCNT به کار رود. تجزیه و تحلیل این انتقالات نوری اطلاعات کیفی و نیمه کمی مهمی را برای تعیین ویژگی‌های نمونه‌های SWCNT مانند قطر میانگین، خلوص نوری و نسبت نانولوله‌های کربنی تک‌جداره فلزی به کل محتوی نانولوله‌های تک‌دیواره کربنی فراهم می‌کند.

### ۲-۴ طیف سنجی جذبی UV-Vis-NIR

شدت نور ( $I$ ) عبور کرده با یک طول موج معین ( $\lambda$ ) از میان یک نمونه اندازه‌گیری شده و با شدت نور پیش از عبور از نمونه ( $I_0$ ) مقایسه می‌شوند. نسبت ( $I/I_0$ ) نسبت عبور نامیده می‌شود. مقدار جذب ( $A$ ) با عبارت  $(-\log I/I_0)$  بیان می‌شود. ترسیم مقدار جذب در برابر طول موج برای یک ترکیب مشخص، طیف جذب نامیده می‌شود.

یاد آوری-ارتباط بین مقدار جذب و مقدار عبور فقط وقتی بازتاب ناچیز باشد، کاملاً صحیح است.

### ۳-۴ پیک های جذب نوری SWCNT در محدوده UV-Vis-NIR

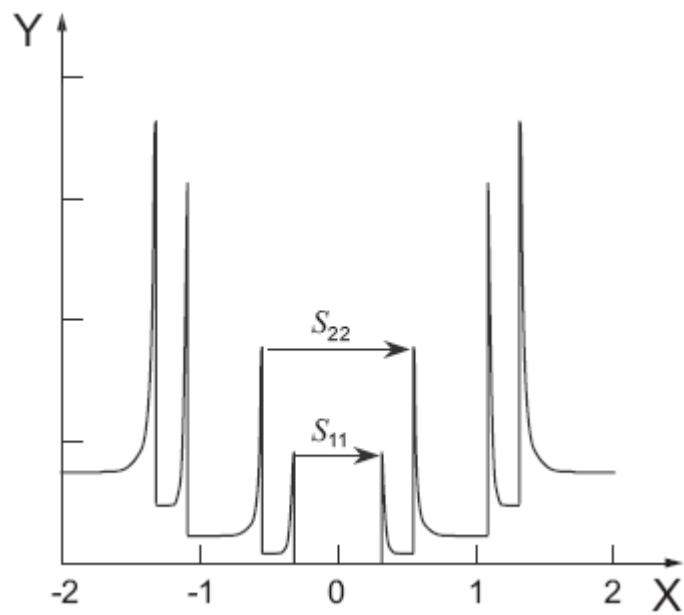
چگالی حالت‌های الکترونی SWCNTs فلزی و نیمه رساناها نشان داده شده در شکل ۱ مربوط به مجموعه‌ای از پیک‌ها می‌باشد که بیانگر VHS می‌باشد. پیک SWCNTs در طیف جذب نوری ناشی از انتقال الکترونی بین این VHSs می‌باشد که در شکل ۱ با پیکان نشان داده شده است. نمادهای  $S_{11}$  و  $S_{22}$  به ترتیب به عنوان نمادی از جذب مربوط به اولین و دومین انتقال بین نواری SWCNTs نیمه رسانا به کار رفته‌اند (به

---

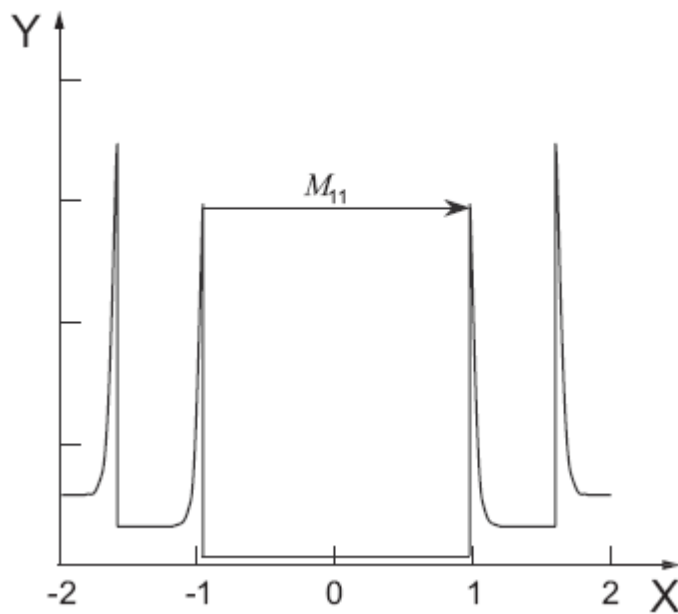
1- Transmission electron microscope  
2-Ultraviolet  
3-Van Hove singularity  
4- Visible



شکل ۱- الف مراجعه کنید). نماد  $M_{11}$  جذب ناشی از اولین جذب انتقال بین نواری SWCNT فلزی را نشان را می‌دهد (به شکل ۱- ب مراجعه کنید).



شکل ۱- الف چگالی حالت‌های الکترونی SWCNTs نیمه رسانا



شکل ۱- ب چگالی حالت‌های الکترونی SWCNTs فلزی

راهنما :

X، انرژی برحسب الکترون ولت

Y، چگالی حالت‌های الکترونی ( واحد اختیاری است)

S<sub>11</sub>، اولین انتقال نوری بین نواری مربوط به SWCNTs نیمه رسانا

S<sub>22</sub>، دومین انتقال نوری بین نواری مربوط به SWCNTs نیمه رسانا

M<sub>11</sub>، اولین انتقال نوری بین نواری مربوط به SWCNTs فلزی

شکل ۱- نمودار چگالی حالت‌های الکترونی SWCNTs نزدیک سطح فرمی<sup>۱</sup>

برای تفسیر طیف جذبی SWCNTs، معمولاً ساختارهای نواری محاسبه شده به روش تاخوردگی منطقه-ای<sup>۲</sup> به کار می‌رود. معمولاً ساختار الکترونی داده شده SWCNTs بوسیله یک صفحه گرافیتی دو بعدی با تقریب تنگ بست<sup>۳</sup> بر اساس معادله ۱ نشان داده می‌شود.

$$E_{2D} = \pm \gamma \left[ 1 \pm 4 \cos \left( \frac{\sqrt{3} k_x a}{2} \right) \cos \left( \frac{k_y a}{2} \right) + 4 \cos^2 \left( \frac{k_y a}{2} \right) \gamma \right]^{1/2} \quad \text{معادله ۱}$$

که در آن:

E<sub>2D</sub> رابطه پخش شدگی انرژی دو بعدی برای یک صفحه واحد گرافن است؛

a پارامتر شبکه است؛

k<sub>x</sub> و k<sub>y</sub> اجزای واحد بردار شبکه وارون<sup>۴</sup> است؛

γ انتگرال هم پوشانی است.

۴-۴ رابطه بین قطر SWCNT و پیک های جذب نوری

در یک نظریه ساده تنگ بست که در آن فرض می‌شود ساختار نواری الکترونی از یک اریبتال p خالص در هر اتم کربن مزدوج<sup>۵</sup> ناشی شده باشد، انتقال کم انرژی گاف نواری<sup>۶</sup>، یک شکل تحلیلی ساده می‌گیرد. گاف‌های انرژی مربوط به انتقالات الکترونی با معادله‌های زیر به دست می‌آید:

---

<sup>۱</sup>- واحد طول در اندازه گیری فواصل هسته‌ای

2-Zone folding  
3- Tight binding  
4-Reciprocal unit vector  
5-Conjugated  
6-Energy gaps

$$E_{g(S_{11})} = \frac{2a\gamma}{d} \quad \text{معادله ۲}$$

$$E_{g(S_{22})} = \frac{4a\gamma}{d} \quad \text{معادله ۳}$$

$$E_{g(M_{11})} = \frac{6a\gamma}{d}$$

معادله ۴

که در آن:

$E_{g(S_{11})}$ ,  $E_{g(S_{22})}$  و  $E_{g(M_{11})}$  به ترتیب گاف های انرژی مربوط به انتقالات  $S_{11}$ ,  $S_{22}$  و  $M_{11}$  و  $d$  قطر SWCNTs است.

معادله ۲ تا ۴ رابطه ساده بین قطر و انتقال نوری (و در نهایت طول موج پیکها) را نشان می دهد. این موارد امکان تخمین قطر میانگین نمونه های SWCNT را از تجزیه و تحلیل طیف های جذبی منتج از انتقال نوری بین VHS ها را میسر می کند.

اطلاعات مربوط به قطر حاصل از معادلات ۲ تا ۴ دارای محدودیت های بیست است. یکی از این محدودیت ها این است که پیک های آنالیز شده باید کاملاً تفکیک شده باشند.

#### ۴-۵ به دست آوردن شاخص خلوص نوری از مساحت پیک های جذب نوری

مطابق بند ۴-۳ این استاندارد، جذب نوری خاصی از SWCNTs وجود دارد که از انتقال بین نواری بین VHS منشأ می گیرد. این پیک های جذبی، نوعاً در ناحیه Vis-NIR مشاهده می شود. از سوی دیگر، در ناحیه UV بیشتر نمونه های SWCNT پیک جذب نوری در طول موج ۲۰۰ نانومتر تا ۳۰۰ نانومتر دارند. این جذب می تواند به همراه برانگیختگی های جمعی سامانه های الکترونی ( $\pi$ -پلاسمون ها) در بیشتر ترکیبات گرافیتی دیده شود. بنابراین جذب مشاهده شده  $\pi$ -پلاسمون ها در بیشتر نمونه های SWCNT مربوط به SWCNTs و ناخالصی های کربنی به طور تـوأم است. نوار جذب  $\pi$ -پلاسمون ها اغلب بسیار پهن است و به صورت یک زمینه ثابت در ناحیه VIS-NIR و IR همراه با جذب ویژه SWCNTs مشاهده می شود. طیف جذبی نمونه های SWCNT در ناحیه VIS-NIR از انتقال های بین نواری 00 نیمه رسانا و فلزی و همچنین جذب  $\pi$ -پلاسمون ها تشکیل شده است (به شکل ۲ مراجعه شود). در شکل ۲ جذب  $S_{nn}$  و  $M_{11}$  از مساحت پیک جذب  $AA(S_{nn})$  و  $AA(M_{11})$  جذب  $\pi$ -پلاسمون ها ناشی شده است.

علاوه بر این جذب کل (AA<sub>t</sub>) به صورت

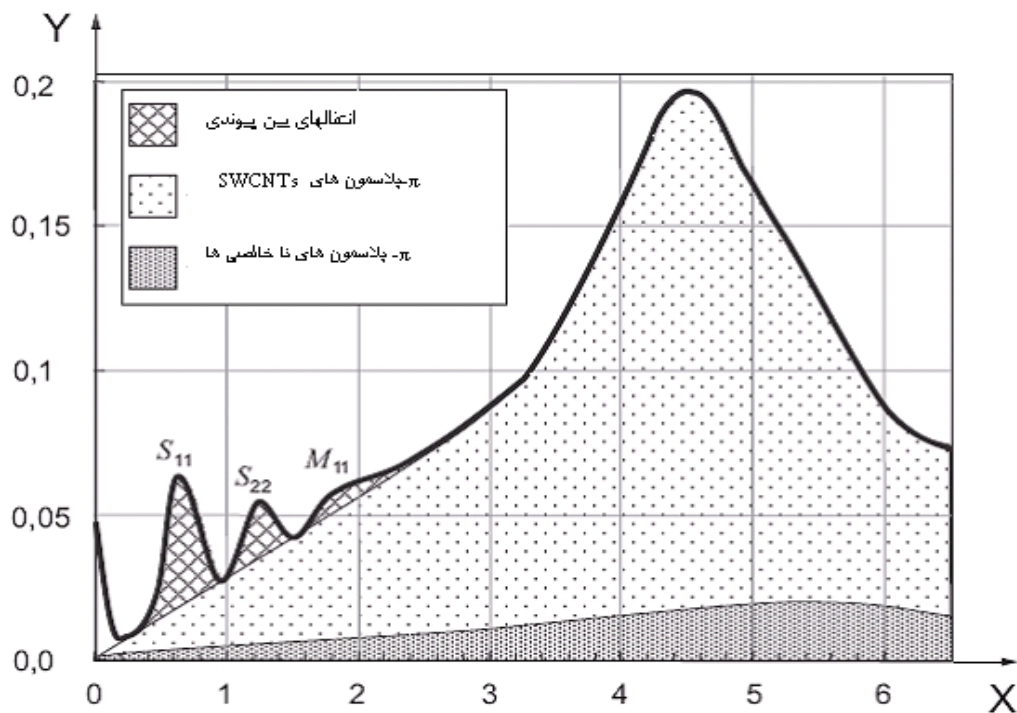
$$[AA(S_{nn}) + AA(\pi) \text{ یا } AA(M_{11}) + AA(\pi)]$$

شناخته شده است (به پیوست بمراجعه شود). تا زمانی که نمونه‌های مورد نظر قطر میانگین و توزیع قطر مشابه داشته باشند، بزرگی نسبی  $AA(S_{nn})$  یا  $AA(M_{11})$  تا  $Aat$  می‌تواند به عنوان شاخص خلوص نوری  $Pi(S_{nn})$  یا  $Pi(M_{11})$  به کار رود، که از معادله ۵ بدست می‌آید:

$$Pi(S_{nn}) \text{ or } Pi(M_{11}) = AA(S_{nn} \text{ یا } M_{11}) / Aat \quad \text{معادله ۵}$$

از معادله ۵ با محدودیت‌هایی اطلاعات مربوط به خلوص نوری به دست می‌آید. یکی از این محدودیت‌ها این است که پیک‌های آنالیز شده نیاز به تفکیک واضح دارند. محدودیت دیگر این است که نمونه‌ها باید دارای قطر متوسط و توزیع مشابهی باشند به گونه‌ای که به وسیله موقعیت پیک‌ها تعیین می‌شوند.

یاد آوری-فعال کننده‌های سطحی و /یا پخش کننده‌ها می‌توانند بر پیچیدگی پیک‌ها بیفزایند.



راهنما:

X، انرژی فوتون (eV)؛

Y، جذب (واحد جذب)

یاد آوری- سهم نسبی هر جزء اختیاری است.

شکل ۲- طیف جذبی نمونه های SWCNTS

۴-۶ به دست آوردن نسبت SWCNTs فلزی از سطح زیر پیک‌های طیف جذبی مطابق بند ۴-۵، تجزیه و تحلیلی از سطح زیر پیک نیمه رسانا و فلزی شاخصی از نسبت SWCNTs فلزی به SWCNTs کل می‌دهد که از معادله ۶ به دست می‌آید:

$$R_{METAL} = \frac{AA(M_{11})}{AA(S_{11})+AA(M_{11})} \quad \text{معادله ۶}$$

علاوه بر این، معادله ۶ می‌تواند برای  $R_{Metal}$  به عنوان تابعی از  $AA(S_{22})$  و  $AA(M_{11})$  به معادله ۷ تبدیل شود:

$$R_{METAL} = \frac{AA(M_{11})}{1.2AA(S_{22})+AA(M_{11})} \quad \text{معادله ۷}$$

استفاده از معادله ۷ اغلب مطلوب تر از معادله ۶ است زیرا  $AA(S_{11})$  به انتقال بار حساس تر است. رابطه  $R_{Metal}$  نمی‌تواند مفهوم دقیق از نسبت SWCNTs فلزی را نشان دهد، زیرا ضریب خاموشی مولار انتگرال گیری شده در ناحیه  $M_{11}$  و  $S_{11}$  (یا مقادیر نسبی آنها) کاملاً واضح نیستند. در حالتی که نمونه‌های SWCNT توزیع قطری  $1/1$  nm تا  $1/3$  nm دارند، از معادلات ۶ و ۷ دقیقاً نسبت SWCNTs فلزی به دست می‌آید، زیرا این ضرایب به طور تجربی نیز تعیین شده‌اند. با این وجود  $R_{Metal}$  می‌تواند به عنوان شاخص SWCNTs فلزی در مقایسه با نمونه‌های مختلف همراه با برخی محدودیت‌ها به کار رود. یکی از این محدودیت‌ها این است که پیک‌های مشارکت داده شده نیاز به تفکیک واضح دارند.

**یاد آوری** - اغلب طیف‌های جذبی SWCNTs گروهی از پیک‌های جدا از هم را نشان می‌دهد که هر یک می‌تواند مربوط به انتقالات نوری اجزای نیمه رسانا و فلزی باشد. در چنین وضعیتی اگرچه نسبت اجزا به وسیله تجزیه و تحلیل طیف به دلیل مشکلات تجربی مانند در دست نبودن ضریب خاموشی و ابهام در تفریق پس زمینه، امکان پذیر نیست. یک مقایسه کیفی برای نسبت فراوانی اجزا هم چنان می‌تواند با نمونه‌های استاندارد انجام گیرد. برای مثال برخی از نمونه‌های SWCNT شناخته شده اند که دارای نسبت  $0/33$  پیش بینی شده نظری (بر اساس فرضیه احتمال سنتزی برابر) یا نسبت ۱ هستند (در نمونه‌هایی که با فرایند جداسازی خاصی آماده سازی شده‌اند) که می‌تواند به عنوان مرجع به کار رود.

## ۵ طیف سنج نوری UV-Vis-NIR

یک دستگاه طیف‌سنج نوری استاندارد کالیبره شده که محدود وسیعی از طول موج‌ها از فرا بنفش تا فرو سرخ نزدیک را پوشش دهد، به کار ببرید. حد طول موج‌های بلند باید  $3000$  نانومتر یا بیشتر باشد تا

بتواند قطر تا ۲/۵ نانومتر یک SWCNT را پوشش دهد. طیف سنج نوری باید یک ساعت<sup>۱</sup> پیش از اندازه گیری روشن شود تا خط زمینه به حالت پایداری برسد.

## ۶ روش آماده سازی نمونه

### ۶-۱ کلیات

به دلیل آنکه نمونه‌های SWCNT عموماً به صورت پودر یا نئوبه جامد تولید می‌شوند، باید به شکلی درآیند که اندازه‌گیری جذب نوری را امکان پذیر نماید. بهترین حالت برای این منظور SWCNTs همگن، غیر قابل پخش شدن<sup>۲</sup> و بانتشار پایدار در محیط مایع یا جامد است، این آماده سازی نیاز به حلال و پخش کننده دارد. از آنجا که این اجزا خود جذب نوری دارند که می‌تواند در اندازه‌گیری طیفی SWCNT مزاحمت ایجاد کند، حلال‌ها و پخش‌کننده‌ها باید دقیقاً به روش زیر انتخاب شوند:

برای اندازه‌گیری قطر میانگین و نسبت SWCNTs فلزی، روش پخش به کار رفته باید با استفاده از آب یا آب سنگین ( $D_2O$ ) و فعال کننده‌های سطحی محلول در آب، به دلیل قابلیت پخش بالای آن‌ها، باشد. علاوه بر این، برای اندازه‌گیری در ناحیه طول موج UV-Vis تا ۱۸۰۰ نانومتر، باید از پخش در  $D_2O$  به دلیل خاصیت شفافیت<sup>۳</sup> نوری آن، در این ناحیه استفاده کنید. به دلیل عدم دسترسی به چنین حلال‌هایی با ویژگی شفافیت نوری، در ناحیه بالاتر از ۱۸۰۰nm باید از فیلم‌های جامدی که SWCNTs در آن به صورت یکنواخت پخش شده‌اند، استفاده کنید. مکان پیک‌های جذبی طبق تعبیر به کار رفته در بند ۴-۴ این استاندارد بامفهوم قطر SWCNT در نظر گرفته می‌شود. به این معنی که اگر قطر کمتر از ۱/۴nm باشد، باید روش پخش در مایع را به کار ببرید. اگر قطر برابر یا بیشتر از ۱/۴nm و/یا قطر نامشخص داشته باشد، باید روش پخش در فیلم جامد را استفاده کنید. آماده‌سازی پخش SWCNT در  $D_2O$  را مطابق بند ۶-۲ این استاندارد و آماده‌سازی پخش SWCNT در فیلم جامد را مطابق بند ۶-۳ این استاندارد انجام دهید. برای اندازه‌گیری شاخص خلوص نوری، باید از انتشار در DMF به دلیل کارایی که هم برای ناخالصی کربنی و هم برای SWCNTs دارد به جای پخش آبی استفاده کنید. فرایند آماده‌سازی پخش در DMF برای هر کدام جداگانه در بند ۶-۴ این استاندارد توضیح داده شده است.

### ۶-۲ آماده سازی پخش در $D_2O$ برای اندازه‌گیری قطر میانگین و نسبت SWCNTs فلزی

برای آماده‌سازی پخش SWCNTs در  $D_2O$  برای اندازه‌گیری قطر میانگین و نسبت SWCNTs فلزی باید مطابق روش زیر عمل کنید:

الف- از  $D_2O$  به عنوان حلالی که خاصیت شفافیت در محدوده وسیعی از ناحیه UV-Vis تا ۱۸۰۰ نانومتر را دارد، استفاده کنید.

<sup>۱</sup>- این زمان به نوع دستگاه طیف سنج نوری و دستور العمل شرکت سازنده بستگی دارد.

2- Non scattering

3-Transparency

یاد آوری ۱- استفاده از  $H_2O$  در طول موج بالاتر از ۱۴۰۰ نانومتر به دلیل جذب بالای نور، مناسب نیست.

ب- از فعال کننده‌های سطحی محلول در آب مانند SDS، SDBS و SC به عنوان پخش کننده، استفاده کنید.

یاد آوری ۲- فعال کننده‌های سطحی بهتر است آنیونی باشند.

پ- محلول پخش کننده در  $D_2O$  را در غلظت های ۱٪ تا ۲٪ جرمی تهیه کنید.

ت- به ۲۰ میلی لیتر از مخلوط پخش کننده، بیش از یک میلی گرم از ترکیبی حاوی SWCNT بیفزایید.

ث- برای سهولت کار و به دست آوردن یک محلول همگن پخش شده SWCNT، مخلوط را با یک همگن کننده اولترا سونیک به مدت ۳۰ دقیقه به طور مداوم به گونه‌ای یکنواخت کنید که محلول به جوش نیاید.

یاد آوری ۳- حتی پس از همگن سازی اولتراسونیک، بعضی از SWCNTs هنوز به صورت دسته شده<sup>۱</sup> باقی می‌مانند که منجر به پهن شدن ذاتی پیک های جذبی SWCNTs جدا شده و مانع از تجزیه و تحلیل جزییات پیک می‌شوند.

ج- برای جلوگیری از چنین مزاحمتی، اولترا سانتریفوژ را با یک سرعت  $120000 \times g$  تا  $150000 \times g$  به مدت ۲ تا ۵ ساعت انجام دهید، تا SWCNTs توده شده بر اساس تفاوت جزئی در دانسیته ته نشین شوند. سرعت و زمان به خلوص نوری و پخش شدگی نمونه بستگی دارد و از این رو باید بر اساس تجربه انتخاب شود، به گونه‌ای که محلول رویی به دست آمده پیک‌های جذبی کاملاً تفکیک شده‌ای را نشان دهد. چ- محلول رویی را جمع آوری کنید و آن را برای اندازه گیری جذب در مرحله بعد نگه‌داری کنید.

۳-۶ روش آماده سازی پخش در فیلم جامد انتشار برای اندازه گیری قطر میانگین و نسبت SWCNTs فلزی

آماده سازی فیلم ژلاتینی پخش SWCNTs برای اندازه گیری قطر میانگین و نسبت SWCNTs فلزی را طبق روش زیر انجام دهید:

الف- از  $H_2O$  به عنوان حلال استفاده کنید. در غیر این صورت مطابق بند ۶-۲ این استاندارد که شامل سونیکیت و اولترا سانتریفوژ است عمل کنید و محلول رویی را بردارید.

ب- محلول رویی را با همان حجم از محلول  $H_2O$  از ژلاتین با غلظت اسمی ۱۰٪ جرمی مخلوط کنید. از ژلاتین به عنوان عامل شکل دهنده فیلم استفاده کنید.

پ- مخلوط را روی زیر پایه ای<sup>۲</sup> از جنس کوارتز پخش کنید و آنرا تا ۱۰ ساعت یا بیشتر بگذارید تا خشک شود.

---

1- Bundle  
2- Substrate

**یاد آوری ۱-** این کار به تشکیل یک فیلم یکنواخت که در آن SWCNTs به صورت یکنواخت پخش شده‌اند، منتج می‌شود. مزاحمت طیفی مربوط به جذب حلال در این حالت حذف شده است. برای خشک کردن فیلم می‌توان از خشک کن ۵۰ درجه سلسیوس در طول شب نیز استفاده کرد.

**ت -** از فیلم ژلاتینی برای اندازه‌گیری جذب بعدی استفاده کنید. به طور جایگزین از CMC نیز می‌توان برای تهیه فیلم ژلاتینی انتشار SWCNTs برای اندازه‌گیری قطر میانگین و نسبت SWCNTs فلزی بدون استفاده از فعال کننده‌های سطحی، استفاده کنید.

**یاد آوری ۲- CMC** به تنهایی نقش پخش‌کننده و شکل دهنده فیلم را با هم انجام می‌دهد و فرایند آماده سازی نمونه را ساده تر می‌کند.

برای آماده‌سازی فیلم CMC پخش SWCNTs، به جای بندهای الف تا ت طبق بندهای ت تا خ عمل کنید.  
**ث -** یک محلول آبی از CMC با غلظت ۱٪ جرمی تهیه کنید.  
**ج -** مقدار کمی (مثلاً ۱ میلی‌گرم) از ترکیب حاوی SWCNT را به ۲۰ میلی‌لیتر از محلول پخش‌کننده اضافه کنید.

**چ -** طبق بند ۶-۲ از اولترا سونیک و اولتراسانتریفوژ استفاده کنید.  
**ح -** محلول رویی را روی زیر پایه‌ای از جنس کوارتز بریزید و آن را بگذارید تا خشک شود، این کار منجر به تشکیل یک فیلم یکنواخت پخش شده SWCNT می‌شود.  
**خ -** از فیلم CMC برای اندازه‌گیری جذب بعدی استفاده کنید.

**یاد آوری ۳-** در بعضی موارد استفاده از مخلوط ژلاتین و فعال کننده سطحی طیف جذبی تفکیک شده بهتری در مقایسه با استفاده از CMC به تنهایی می‌دهد.

**۴-۶ آماده سازی پخش در DMF برای اندازه گیری شاخص خلوص نوری**  
به منظور آماده‌سازی نمونه‌های پخش شده برای اندازه‌گیری  $P_i$ ، مطابق روش زیر عمل کنید:  
**الف -** از دی‌متیل‌فرمامید (DMF) به تنهایی به عنوان حلالیکه می‌تواند SWCNT را به طور موثر بدون پخش‌کننده دیگری پخش کند، استفاده کنید.

**یاد آوری -** این روش قابلیت پخش‌کنندگی کافی برای جداسازی SWCNTs منفرد را نداشته و برای اطمینان از پایداری پخش‌کنندگی آن را با روش‌هایی که از مواد کمک پخش‌کننده استفاده می‌کنند، مقایسه کنید.

**ب -** برای ارزیابی صحیح نمونه‌هایی که با مقدار زیاد بیش از ۱۰ گرم SWCNT هستند باید مواد را به طور مکانیکی همگن کنید تا پودر خشکی به دست آید. برای نمونه‌های خالص شده SWCNT مقدار ماده به کار رفته برای آزمون ارزیابی خلوص نوری ممکن است کمتر از ۱ میلی‌گرم باشد.



پ - ۵۰ میلی گرم از مواد SWCNT همگن شده را در ۱۰۰ میلی لیتر DMF با استفاده از حمام اولتراسونیک به مدت ۱۰ الی ۲۰ دقیقه پخش کنید. همزدن مکانیکی در طول این مرحله همگن سازی را تسهیل می کند که باید منجر به تشکیل یک دوغاب غلیظ و همگن SWCNT در DMF شود.

ت - چند قطره از دوغاب غلیظ SWCNT را با پیپت از قسمت های مختلف نمونه بردارید و تا ۱۰ میلی لیتر با DMF تازه رقیق کنید و آن را برای ۱۰ دقیقه سونیکیت کنید. با استفاده از یک یا دو بار رقیق سازی در ۱۰ میلی لیتر و اولتراسونیک کردن، غلظت را تا ۰/۱ میلی گرم بر میلی لیتر کاهش دهید تا یک نمونه پایدار با پخش نوری غیرقابل پراکنده شدن با یک دانسیته نوری تقریباً نزدیک به ۰/۲ در ناحیه  $833\text{nm}$  (۱۲۰۰۰<sup>۱</sup>) در سلی به طول ۱۰ میلی متر به دست آید.

ث - از این پخش برای اندازه گیری جذب بعدی استفاده کنید. این پخش باید پیش از اندازه گیری طیفی برای اطمینان از کیفیت بالای پخش سونیکیت شود.

## ۷ روش اندازه گیری نوری و شرایط آن

طیف جذبی را با استفاده از یک طیف سنج نوری UV-Vis-NIR اندازه بگیرید. از سل های کوارتزی برای نمونه های محلول استفاده کنید. برای نمونه های فیلم، آن ها را به طور مکانیکی در بخش نمونه قرار دهید. به طور کلی طیف جذبی نمونه های SWCNT در برابر نمونه های شاهد مناسب تعریف می شوند. برای یک محلول نمونه از یک محلول پخش کننده با همان غلظت بدون SWCNT به عنوان شاهد استفاده کنید. برای یک نمونه فیلم از فیلمی با همان ضخامت بدون SWCNT به عنوان شاهد استفاده کنید. اندازه گیری را در دمای اتاق و در شرایط اتمسفر انجام دهید.

## ۸ تجزیه و تحلیل داده ها و تفسیر نتایج

### ۱-۸ تجزیه و تحلیل برای تعیین قطر SWCNT

روش تعیین قطر میانگین نمونه های SWCNT به شرح زیر می باشد:

الف - بیشینه طول موج پیک جذبی  $S_{11}$ ,  $S_{22}$  یا  $M_{11}$  را انتخاب کنید.

ب - این طول موج ها را به انرژی های فوتون (eV) تبدیل کنید و آن را در معادله ۸ قرار دهید

پ - مقدار  $d$  را به عنوان قطر میانگین از معادله ۸ محاسبه کنید.

$$E_{g(S_{11})} = \frac{0.96}{d} \quad \text{معادله ۸}$$

$$E_{g(S_{22})} = \frac{1.7}{d}$$

$$E_{g(M_{11})} = \frac{2.6}{d}$$

یاد آوری - حاصل این رابطه ها در پیوست الف ارائه شده است.

### ۲-۸ تجزیه و تحلیل داده ها برای تعیین شاخص خلوص نوری

روش تعیین شاخص خلوص نوری نمونه‌های SWCNT به شرح زیر می‌باشد:

الف - اگر داده‌های طیفی به صورت تابعی از طول موج هستند (nm)، آن‌ها را به تابعی از انرژی فوتون (eV) یا عدد موج ( $\text{cm}^{-1}$ ) تبدیل کنید.

ب - با کمک انتگرال‌گیری سطح زیر طیف جذبی ( $AA_t$ ) را به دست آورید.

پ - خط مماس بر کمینه منحنی جذب در کمترین و بیشترین سطح انرژی انتقال  $S_{nn}$  یا  $M_{11}$  را رسم کنید و مساحت بین منحنی جذب و خط راست ( $AA(S_{nn})$  یا  $AA(M_{11})$ ) را محاسبه کنید. (به شکل ۲ مراجعه شود).

ت - شاخص خلوص نوری،  $Pi$  را با استفاده از معادله ۵ محاسبه کنید.

### ۳-۸ تجزیه و تحلیل داده‌ها برای تعیین نسبت SWCNTs فلزی

روش تعیین نسبت SWCNTs فلزی به محتوی کل SWCNT در نمونه به شرح زیر می‌باشد:

الف - داده‌های طیفی را به تابعی از انرژی (eV) یا عدد موج ( $\text{cm}^{-1}$ ) فوتون تبدیل کنید.

ب - خط مماس بر کمینه منحنی جذب در کمترین و بیشترین سطح انرژی انتقال  $S_{nn}$  یا  $M_{11}$  را رسم کنید و مساحت بین منحنی جذب و خط راست ( $AA(S_{nn})$  یا  $AA(M_{11})$ ) را محاسبه کنید.

پ - شاخص نسبت SWCNTs فلزی به محتوی کل SWCNT در نمونه ( $R_{Metal}$ )، را با استفاده از معادله ۶ یا ۷ محاسبه کنید.

### ۹ عدم قطعیت

عدم قطعیت در ویژگی‌های جذب نوری برای SWCNTs باید از منابع مختلفی که در فهرست زیر آورده شده است تخمین زده شود:

الف - اثر پهن‌شدگی ناشی از دسته‌ای شدن SWCNT در نمونه

ب - جذب نوری ناخالصی‌هایی مثل CNTs چند دیواره موجود در نمونه

پ - عدم قطعیت آماری مربوط به توزیع قطری SWCNTs در نمونه

ت - عدم قطعیت سیستماتیک و آماری مربوط به بدست آوردن معادلات ۵ تا ۸

ث - عدم قطعیت ناشی از وابستگی طول نانولوله‌ها به خواص نوری

ج - جذب اضافی در ناحیه NIR مربوط به مقدار جزئی آب در حلال

چ - عدم قطعیت مربوط به تغییر آشکار ساز از NIR به UV-Vis که در طیف سنج‌های جذب نوری تجاری رخ می‌دهد و عدم قطعیت‌هایی در طیف به دست آمده و تصحیح خط زمینه را موجب می‌شود.

### ۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید در برگیرنده اطلاعات زیر باشد:

الف - نتایج مربوط به:

- قطر میانگین

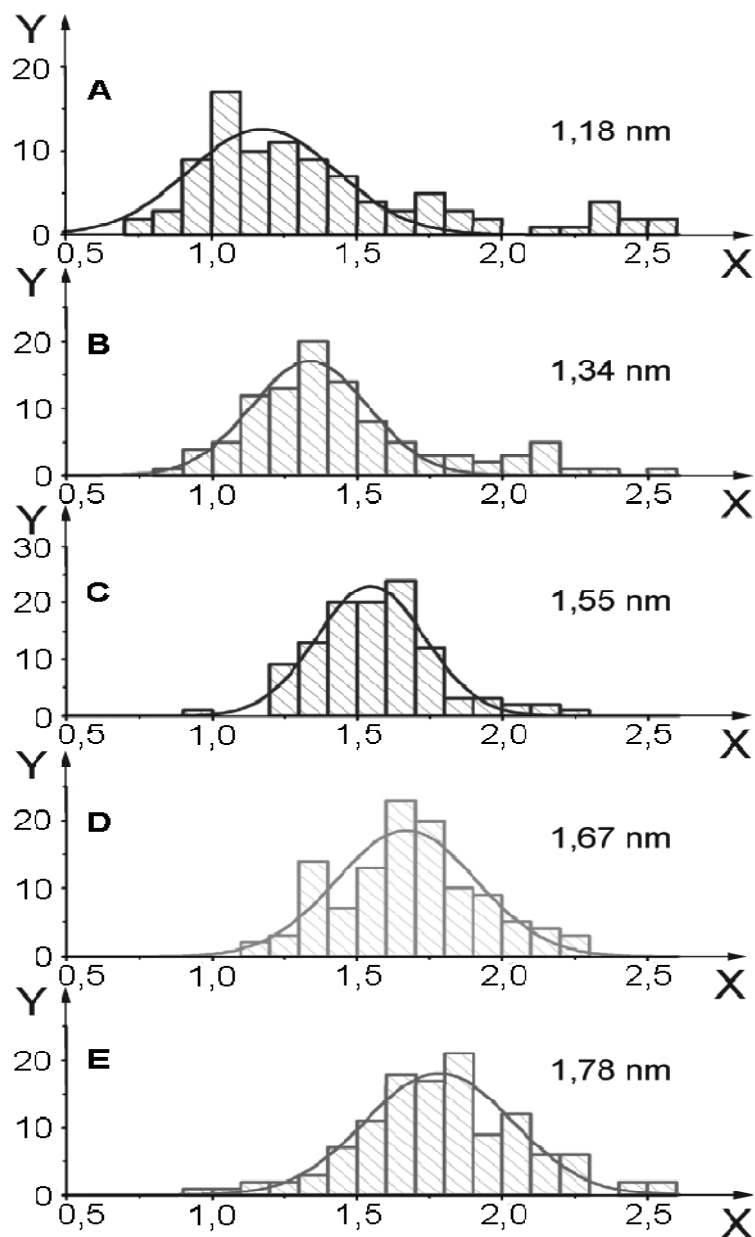
- شاخص خلوص نوری،  $Pi(S_{nn})$  یا  $Pi(M_{11})$
- تعیین نسبت SWCNTs فلزی،  $R_{Metal}$
- ب- همه اطلاعات لازم برای معرفی نمونه مورد آزمون:  
نام نمونه  
شماره بهر
- پ- همه اطلاعات لازم برای آماده‌سازی نمونه:  
- پخش‌کننده به کار رفته  
- حلال به کار رفته  
- قدرت سونیکیت کردن  
- زمان سونیکیت کردن  
- قدرت سانتریفوژ  
- زمان سانتریفوژ  
- نوع سونیکیتور ها (tip, horn, bath) و مانند آن
- ت- نوع وسایل به کار رفته
- ث- جزئیات مربوط به روش آزمون
- \_\_ نوع انتقال بین نواری ( $S_{11}$ ,  $S_{22}$  یا  $M_{11}$ ) به کار رفته در هر آزمون
- \_\_ محدوده انرژی محاسبه شده طیف برای به دست آوردن  $Pi$  و  $R_{Metal}$

پیوست الف  
(اطلاعاتی)

مثالی از به دست آوردن رابطه بین پیک‌های جذب نوری SWCNTs و قطر میانگین آنها

الف-۱- نمونه‌های SWCNT

با اجرای روش شرح داده شده در این استاندارد، ۵ نمونه الفتات SWCNT با قطرهای میانگین متفاوت  $1/2\text{nm}$ ،  $1/3\text{nm}$ ،  $1/6\text{nm}$ ،  $1/7\text{nm}$  و  $1/8\text{nm}$  مورد آزمون قرار گرفته است. هر نمونه قبلاً با TEM مشاهده شده و هیستوگرام‌ها و قطرهای میانگین طبق شکل الف - ۱ به دست آمده است:



راهنما :

X، قطر لوله بر حسب نانومتر

Y، تعداد

شکل الف-۱ هیستو گرام و قطر میانگین هر نمونه مشاهده شده با TEM

#### الف - ۲ آماده سازی نمونه

نمونه SWCNTs پخش شده، مطابق روش زیر آماده شده است:

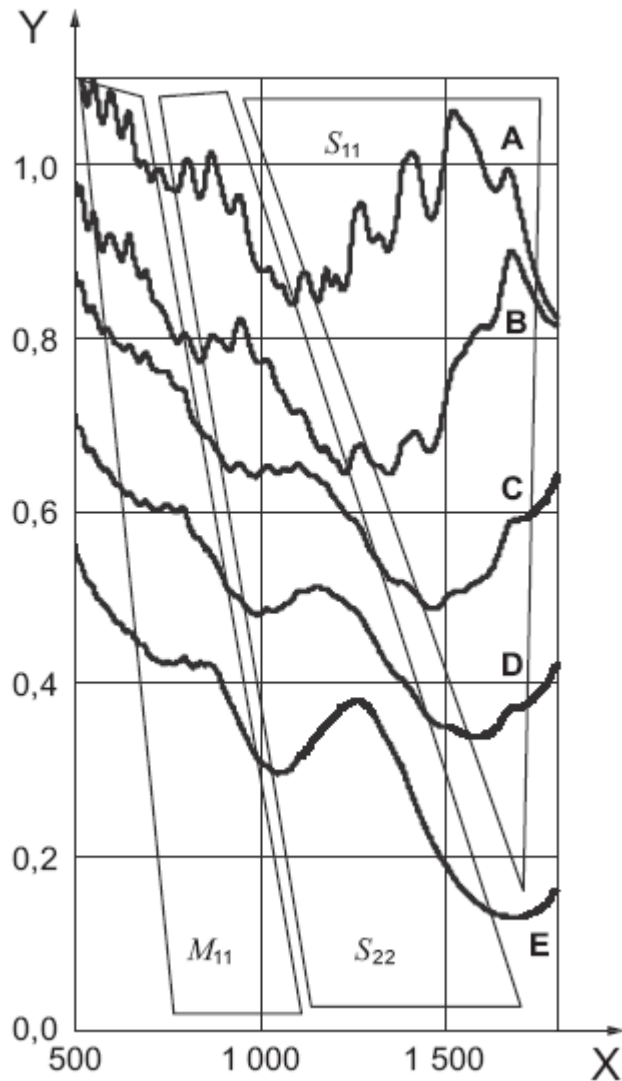
الف- تقریباً یک میلی گرم SWCNT را در ۲۰ گرم  $D_2O$  شامل ۱٪ (کسر جرمی) SC یا CMCl با استفاده از همگن کننده اولتراسونیک مجهز به tip از جنس آلیاژ تیتانیوم پخش شده است. سونیکیت کردن تپی ( یک ثانیه روشن، دو ثانیه خاموش) با قدرت ۲۰۰W به مدت ۳۰ دقیقه انجام شده است.  
ب- سپس هر نمونه پخش شده در  $127600g$  به مدت ۲ ساعت و نیم سانتریفوژ شده و تقریباً دو سوم محلول رویی جمع آوری و برای اندازه گیری جذب با UV-Vis-NIR به کار رفته است.  
پ- محلول رویی آماده شده با استفاده از CMC به عنوان پخش کننده روی یک زیرپایه شیشه ای ریخته و خشک شده است، تا نمونه فیلم برای اندازه گیری با UV-Vis-NIR به دست آید.

#### الف-۳ وسایل و پارامترهای اندازه گیری

جذب با یک طیف سنج نوری استاندارد که محدوده وسیعی از طول موج فرابنفش تا فروسرخ نزدیک (ناحیه ۱۹۰ نانومتر تا ۳۲۰۰ نانومتر) را پوشش می دهد، اندازه گرفته شده است. طیف سنج نوری یک ساعت پیش از اندازه گیری برای رسیدن خط زمینه به حالت پایدار روشن شده است.

#### الف - ۴ نتایج

طیف جذبی نمونه های پخش شده در ۱٪ (کسر جرمی) محلول SC- $D_2O$  در شکل الف - ۲ نشان داده شده است. پیک های تفکیک شده  $S_{11}$ ,  $S_{22}$  و  $M_{11}$  همانگونه که در شکل الف-۲ نشان داده شده است به وضوح با قطر میانگین آن ها همبستگی دارد، یعنی جابجایی پیک ها معمولاً با قطر میانگین سنجیده می شوند. معمولاً سه نوار جذبی  $S_2$ ,  $S_{11}$  و  $M_{11}$  برای SWCNTs مشاهده می شود. به هر حال برای SWCNTs با قطر نسبی بزرگتر (بیش از ۱/۶ نانومتر) به دلیل جذب قوی  $D_2O$  نوار  $S_{11}$  مشاهده نمی شود. در این مورد بهتر است از فیلم برای تعیین ویژگی ها استفاده شود.



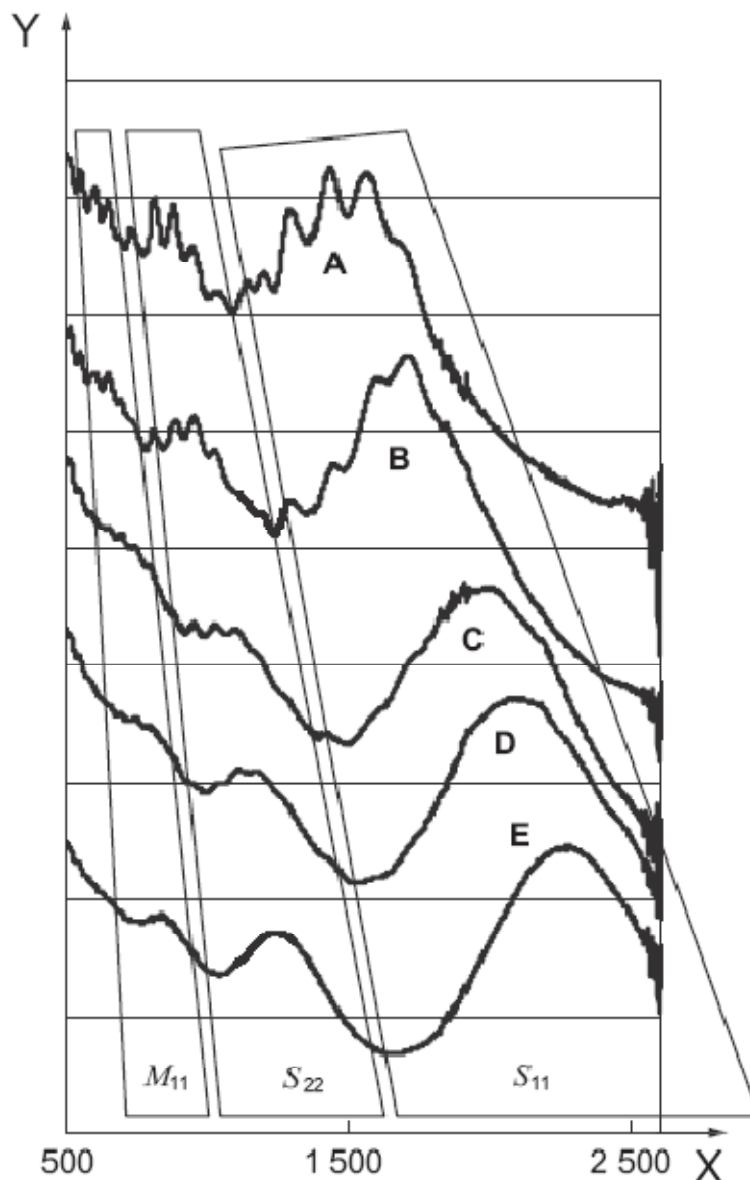
راهنما :

$X$ , طول موج برحسب نانومتر؛

$Y$ , جذب ( برحسب واحد جذب)

شکل الف ۲- طیف جذبی نمونه‌های SWCNT پخش شده در ۱٪ (کسر جرمی) محلول SC-D<sub>2</sub>O

طیف جذبی نمونه‌های پخش شده در فیلم CMC در شکل الف-۳ نشان داده شده است. پیک‌های  $S_{11}$  به دلیل شفافیت CMC برای همه نمونه‌ها مشاهده شده است، بنابراین توانایی تعیین ویژگی SWCNTs با محدوده وسیعی از قطر را دارد.



راهنما :

$X$ ، طول موج بر حسب نانومتر

$Y$ ، جذب ( بر حسب واحد جذب)

شکل الف- ۳ طیف جذبی نمونه های SWCNT پخش شده در فیلم CMC

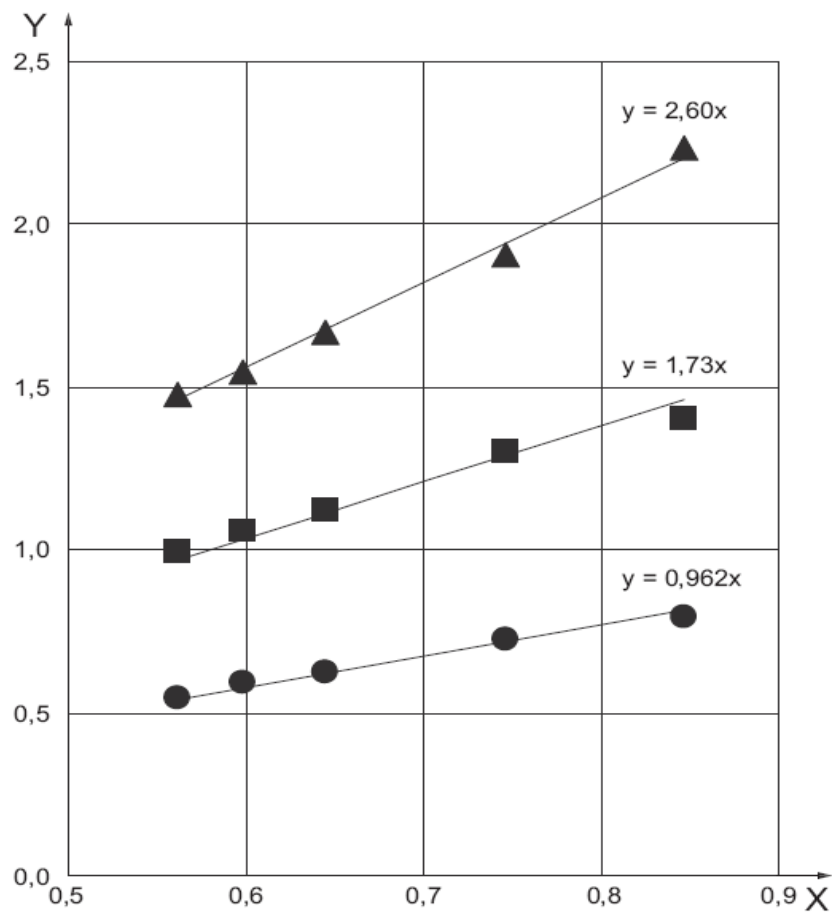
برای تجزیه و تحلیل همبستگی بین قطر و طیف جذبی، گاف های انرژی ارزیابی شده از مکان پیک های  $S_{11}$ ،  $S_{22}$  و  $M_{11}$  بر حسب قطر میانگین شبکه وارون رسم شده و در شکل الف- ۴ نشان داده شده است. گاف های انرژی تقریباً مقیاس خطی با قطر میانگین شبکه وارون برای  $1 \approx dm < 2$  دارند، به دست آمده است.

روابط تقریبی بین گاف‌های انرژی (Y) و قطر میانگین شبکه وارون (X) به شرح زیر می‌باشد:

$$S_{11}: y = 0,962x$$

$$S_{22}: y = 1,73x$$

$$M_{11}: y = 2,60x$$



راهنما:

$X, 1/d_m$  بر حسب  $\text{nm}^{-1}$

$Y$ , انرژی بر حسب eV

شکل الف - ۴ گاف‌های انرژی ترسیم شده بر حسب قطر میانگین شبکه وارون



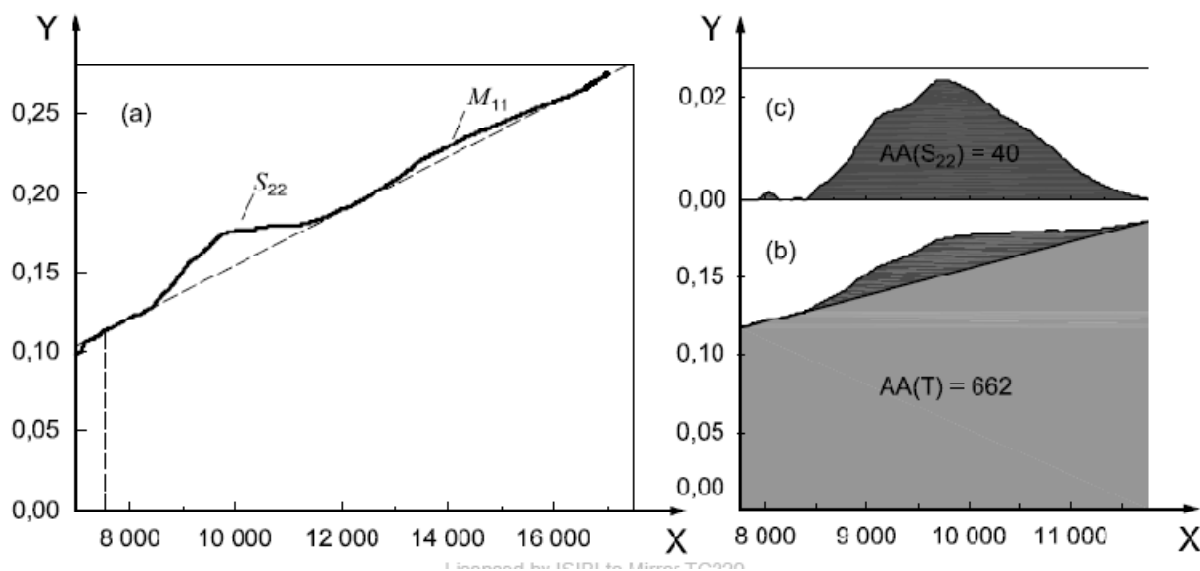
## پیوست ب

(اطلاعاتی)

### مثالی از تعیین شاخص خلوص نوری

#### ب- ۱- مثالی از تجزیه و تحلیل شاخص خلوص نوری

با اجرای روش شرح داده شده در این استاندارد، نمونه‌ای که با روش قوس الکتریکی تولید شده برای تعیین شاخص خلوص نوری، مورد آزمون قرار گرفته است. طیف در ناحیه  $7000\text{ cm}^{-1}$  تا  $17000\text{ cm}^{-1}$  برای مشاهده هر دو انتقال بین نواری  $S_{22}$  و  $M_{11}$  برای این ماده، گرفته شده است. داده‌ها در محدوده فرکانس (انرژی) بر حسب محدوده طول موج پردازش شده و در شکل ب- ۱ نشان داده شده‌اند. به دلیل این که طیف جذبی تابعی از طول موج (نسبت معکوس با انرژی) خمیدگی بیشتری را نشان داده، تحلیل داده‌ها را دشوار ساخته است



راهنما:

$X$ , عدد موج بر حسب  $\text{cm}^{-1}$ ،  
 $Y$ , جذب ( بر حسب واحد جذب)

شکل ب- ۱- طیف جذبی نمونه های SWCNT پخش شده در DMF

برای ارزیابی خلوص نوری به دلایل زیر هنگامی که انتقال  $S_{11}$  مهم تر باشد، انتقال دوم نیمه رسانش  $S_{22}$  انتخاب می شود:

الف - دامنه آن.

ب - پذیرفتاری پایین آن به ناخالصی‌های اتفاقی.

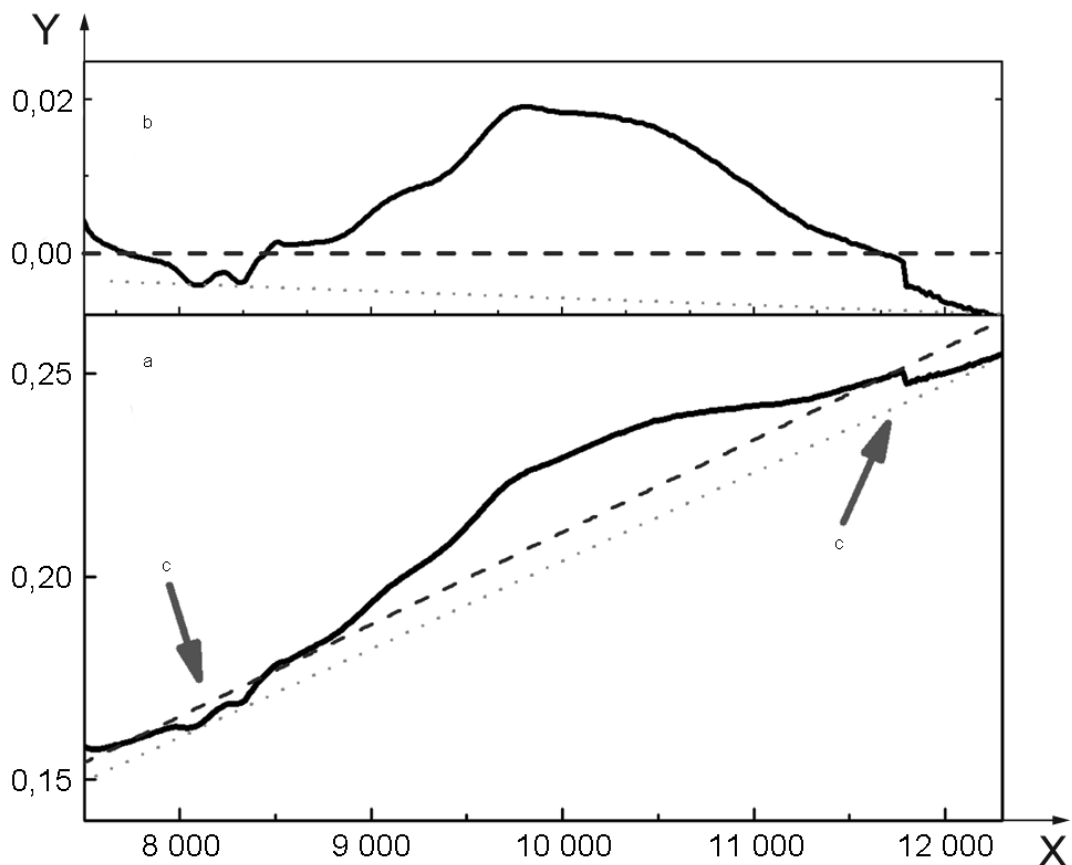
پ - هم‌خوانی با پنجره انتقال دی‌متیل‌فرمامید DMF که به عنوان حلال پخش‌کننده در فاز فرسرخ نزدیک به کار رفته است.

به منظور تثبیت خط زمینه، خط مماس از کمینه منحنی جذب در دو سوی پایین و بالای انرژی انتقال  $S_{22}$  رسم شده است. در عمل بهترین حالت برای خطی بودن معمول و مناسب استفاده از ۵ نقطه داده در هر طرف پنجره طیفی انتخابی  $S_{22}$  ( $7750 \text{ cm}^{-1}$  تا  $11750$ ) می‌باشد. طیف جذبی که در آن مقطع‌ها به طور جداگانه در شکل ب-۱ نشان داده شده است، با مساحت کل  $A_{At}=662$  محاسبه شده است. شکل ۱- پ- (b) طیف جذبی  $S_{22}$  را پس از تصحیح خطی بودن خط زمینه با مساحت انتگرال‌گیری شده ۴۰  $AA(S_{22})=$  به دست آمده، مقدار شاخص خلوص نوری  $Pi=0.060$  را نشان می‌دهد. مقدار  $Pi$  مربوط به سایر نمونه‌ها را می‌توان به طور مستقیم با آن مقایسه کرد.

یاد آوری - مقدار  $Pi$  برای نمونه‌های با ناخالصی غیرکربنی شناخته نشده است. اگر نمونه خالص SWCNT (یا نمونه SWCNT با خلوص نوری معین) در دسترس باشد، شاخص خلوص نوری  $Pi(S_{nn})$  یا  $Pi(M_{11})$  یک نمونه می‌تواند خلوص نوری نسبی نمونه بدون (یا با مقدار مشخص) ناخالصی کربنی را اندازه‌گیری کند.

ب - ۲ منبع عمومی عدم قطعیت تجربی - خط زمینه واپیچیده

شکل ب- ۲ طیف SWCNT پخش شده در DMF در ناحیه NIR که با دو واپیچیدگی عمومی طیف که در نزدیکی ناحیه  $8000 \text{ cm}^{-1}$  تا  $12000 \text{ cm}^{-1}$  رخ می‌دهد، (مشخص شده به وسیله پیکان در شکل ب-۲) را نشان می‌دهد. واپیچیدگی در ناحیه بالاتر از  $8000 \text{ cm}^{-1}$  ناشی از حضور مقادیر جزئی آب در حلال است که جذب شدیدی دارد و در بعضی موارد به خوبی قابل تفریق از خط زمینه با حلال خالص در کانال مرجع نیست.



راهنما :

X، طول موج برحسب نانومتر؛

Y، جذب ( برحسب واحد جذب)

a طیف کامل؛

b طیف S<sub>22</sub> بعد از تصحیح خط زمینه؛

c واپیچیدگی در طیف NIR؛

شکل ب- ۲ طیف جذبی نمونه‌های SWCNT بخش شده در DMF

در مثال ارائه شده در شکل ب- ۲ این واپیچیدگی، سهم منفی سطح انتگرال گیری شده را ایجاد می‌کند، بنابراین کاهش شاخص خلوص نوری به دلیل عدم قطعیت در موقعیت خط زمینه در سطح پایین انرژی قطع طیفی می‌باشد. استفاده از حلال خشک و جلوگیری از ورود مقادیر جزئی آب در حلال در حین آماده سازی نمونه بسیار اهمیت دارد.

در شکل ب- ۲ پله C برای مقادیر کم در نزدیکی ناحیه  $12000 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به تغییر آشکار ساز NIR به UV-Vis در طیف سنج جذب نوری می باشد و عدم قطعیت هایی در طیف و تصحیح خطی بودن خط زمینه

نزدیک قطع طیفی پر انرژی را سبب می‌شود. گزینه های خط زمینه ممکن به صورت خط و نقطه چین نشان داده شده است و این عدم قطعیت برای معرفی عدم قطعیت  $Pi$  محاسبه شده به کار می‌رود. جهش هادر طیف ناشی از تغییر عناصر نوریدر داخل طیف سنج می‌باشد. آن را می‌توان باروش های زیر به حد اقل رساند:

- چیدمان دقیق اجزاء دستگاه طیف سنج جذب نوری توسط کارخانه سازنده
  - چیدمان بهینه هاز موقعیت نمونه هادر هر دو کانال های نوری
  - تصحیح نسبی قدرت جداکنندگی طیفی در ناحیه های طیفی NIR و UV-Vis
  - رساندن دستگاه طیف سنج جذب نوری به حالت پایدار با زمان دادن کافی برای گرم شدن سیستم.
- در عمل، اجتناب از چنین مراحل در نمونه های پراکنده مانند نمونه های SWCNTs که به طور ضعیف پخش شده اند یا فیلم های ناهمگن، غیر ممکن است.

پیوست پ  
(اطلاعاتی)  
کتاب نامہ

ISO/TS 11308, Nanotechnologies — Use of thermo-gravimetric analysis (TGA) in the purity evaluation of single-walled carbon nanotubes (SWCNT)1

SAITO, R. , DRESSELHAUS, G. , DRESSELHAUS, M. S. , Physical Properties of Carbon Nanotubes, Imperial College Press (1998)

ICHIDA, M. , MIZUNO, S. , TANI, Y. , SAITO, Y. and NAKAMURA, A. , J. Phys.Soc.Jpn. 68 (1999) 3131

HAMON, M. A. , ITKIS, M. E. , NIYOGI, S. , ALVARAEZ, T. , KUPER, C. , MENON, M. and HADDON, R. C. , J. Am.Chem.Soc.123 (2001) 11292.

KATAURA, H. , KUMAZAWA, Y. , MANIWA, Y. , UMEZU, I. , SUZUKI, S. OHTSUKA, Y. and ACHIBA, Y. , Synth. Metals 103 (1999) 2555

NIST Recommended Practice Guide on Measurement Issues in Single Wall Carbon Nanotubes, 2008, <http://www.nist.gov/practiceguides>

ITKIS, M. E. , PEREA, D. E. , JUNG, R. , NIYOGI, S. , HADDON, R. C. , J. Am.Chem.Soc. 127 (2005) 3439

KAZAOUI, S. , MINAMI, N. , JACQUEMIN, R. , KATAURA, H. and ACHIBA, Y. , Phys. Rev. B, 60 (1999) 13339

MIYATA, Y. , YANAGI, K. , MANIWA, Y. and KATAURA, H. , J. Phys.Chem. C 112 (2008) 13187

WILDÖER, J. W. G. , VENEMA, L. C. , RINZLER, A. G. , SMALLEY R. E. and DEKKER, C. , Nature, 391 (1998) 59

IAKOUBOVSKII, K. , MINAMI, N. , KAZAOUI, S. , UENO, T. MIYATA, Y. YANAGI, K. , KATAURA, H. , OHSHIMA, S. and SAITO, T. , J. Phys.Chem. B, 110 (2006) 17420

MINAMI, N. , KIM, Y. , MIYASHITA, K. , KAZAOUI, S. and NALINI, B. , Appl. Phys.Lett., 88 (2006) 093123

SAITO, T. , OHMORI, S. , SHUKLA, B. , YUMURA, M. and IJIMA, S. , Appl. Phys. Express, 2 (2009) 095006

O'CONNELL, M. J. , BACHILO, S. M. , HUFFMAN, C. B. , MOORE, V. C. ,STRANO, M. S. , HAROZ, E. H. , RIALON, K. L. , BOUL, P. J. , NOON, W. H. , KITTREL, C. , MA, J. , HAUGE, R. H. , WEIMAN, R. B. , SMALLEY R. E. , Science, 297 (2002) 593