



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۱۴۹

چاپ اول

اسفند ۱۳۹۲

INSO

17149

1st.Edition

Mar.2014

نانومواد - تعیین کمی رهائش نانوشیء از
پودرهای ناشی از تولید هواسلها

**Nanomaterials- Quantification of nano-
object release from powders by generation
of aerosols**

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 پیشنهادهای 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)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

"نانومواد – تعیین کمی رهایش نانوشیء از پودرهای ناشی از تولید هواسل ها"

رئیس:

حسینی، حمید

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

دبیر:

یزدانی، ژیلا

(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بذرافکن، سروه

(کارشناس مهندسی شیمی پلیمر)

بطی، فرید

(کارشناس شیمی محض)

پوی پوی، حسن

(کارشناس ارشد شیمی آلی)

جوهری، هومن

(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

چوخاچی زاده مقدم، امین

(کارشناس ارشد نانو مواد)

حسن زاده، شهناز

(کارشناس میکروبیولوژی)

خانلری، محمدرضا

(دکترای فیزیک ماده چگال)

سیفی، مهوش

(کارشناس ارشد مدیریت)

کارشناس استاندارد

رئیس اداره تایید صلاحیت اداره کل استاندارد استان کردستان

راه‌هدایت، فیروزه
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

رئیس اداره آموزش اداره کل استاندارد استان کردستان

روشن، رنگین
(کارشناس مهندسی برق- الکترونیک)

کارشناس اداره کل استاندارد استان کردستان

محمدی، حمید
(کارشناس ارشد صنایع غذایی)

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد

مسروری، حسن
(دکترای شیمی آلی)

کارشناس مهندسی مشاور هرم پی

یزدانی، نیما
(کارشناسی ارشد مدیریت پروژه)

عضو هیئت علمی دانشگاه تهران

یزدانی، نوید
(دکترای مهندسی کشاورزی- باغبانی)

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| و | پیش‌گفتار |
| ز | مقدمه |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۲ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۷ | ۴ نشانه‌ها |
| ۷ | ۵ عوامل موثر بر نتایج رهایش نانوشیء از پودرها |
| ۱۰ | ۶ الزامات آزمون |
| ۲۰ | ۷ الزامات انجام آزمون و پروتکل‌های آن |
| ۲۰ | ۸ گزارش داده‌ها |
| ۲۲ | پیوست الف (اطلاعاتی) نکات لازم برای انتخاب روش عمل‌آوری |
| ۲۴ | پیوست ب (اطلاعاتی) روش‌های استوانه چرخنده و قطره پیوسته |
| ۲۶ | پیوست پ (اطلاعاتی) روش لرزاننده گردابی |
| ۲۸ | پیوست ت (اطلاعاتی) روش دینامیکی |
| ۳۱ | پیوست ث (اطلاعاتی) اصول کلوخه‌زدایی |
| ۳۲ | پیوست ج (اطلاعاتی) انتخاب روش اندازه‌گیری نانوشیء |
| ۳۵ | پیوست چ (اطلاعاتی) کتابنامه |

پیش‌گفتار

استاندارد "نانومواد - تعیین کمی رهایش نانوشیء از پودرهای ناشی از تولید هواسل‌ها" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۹۲/۱۱/۲۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوّب 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 تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر 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 12025:2012, Nanomaterials- Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols

مقدمه

نشر یا رهایش نانوشیء به درون هوای اطراف به دلیل دستکاری^۱ پودرهای نانوساختار از موضوعات مهم در طراحی و اجرای بسیاری از فرایندهای صنعتی به شمار می‌رود. نانوشیء رهاشده بسته به ماهیت و مقدار نانومواد می‌تواند بر سلامتی انسان و محیط زیست اثرگذار باشد. از این رو به دست آوردن داده‌های مربوط به میزان تمایل نانومواد به رهایش نانوشیء از اهمیت خاصی برخوردار است. بدین ترتیب میزان مواجهه مجاز، ارزیابی، کنترل و محدود می‌شود.

سه گروه اصلی از متخصصین مورد نظر برای ارزیابی رهایش نانومواد از مواد پودری نانوساختار عبارتند از:

- مهندسين و دانشمندان مواد، که نانومواد ایمن و نیز فرآیندهای دستکاری ایمن نانومواد را طراحی می‌کنند؛

- متخصصین کار، بهداشت و ایمنی؛

- متخصصین زیست محیطی، که به هر دوی داده‌های مواجهه و سمیت نیاز دارند تا بتوانند خطر نانومواد تولیدشده را ارزیابی نمایند (به بند الف-۲ پیوست الف مراجعه شود). آن‌ها همچنین داده‌های غبارزایی را جمع‌آوری می‌نمایند (داده‌های وزن سنجی مانند اطلاعات مربوط به تراکم و اندازه ذره).

تمایل نانومواد به رهایش نانوشیء در هوا به کمک روش‌های آزمون القای انرژی به نمونه برای اعمال فشار بر پیوند میان ذرات تعیین می‌شود. این فشار باعث سایش، فرسایش و برخورد ذرات شده و موجب پراکنده شدن ذرات به درون هوا و تبدیل شدن آن به گاز می‌شود. به عبارت دیگر باعث تولید هواسل‌ها و امکان تعیین خاصیت با ابزار هواسل می‌شود.

روش‌های اندازه‌گیری آزاد شدن نانوشیء از نانومواد عبارتند از روش‌های آزمون غبارزایی که البته تفاوت‌های آن با روش‌های متداول غبارزایی باید لحاظ گردد. تغییرات شدید خصوصیات جریان پودرها نیز تحت تأثیر شرایط آزمون باید مورد نظر قرار گیرد. در روش‌های متداول غبارزایی برای ذرات با مقیاس میکرومتر، مقدار غبار تولیدشده از نظر کسر جرمی غبار یا شاخص‌های غبارزایی اندازه‌گیری می‌شود. ثابت شده است که در روش‌های مختلف تولید هواسل برای تعیین غبارزایی پودرهای حاوی ذرات اولیه با قطر کمتر از ۱۰ میکرومتر نتایج غیرمشابهی به دست می‌آید.

ترکیبات فراوانی متشکل از تکنیک‌های مختلف برای طراحی روش‌های غبارزایی وجود دارد (به بند ۱ کتابنامه مراجعه شود). در استاندارد EN15051:2006 دو روش، استوانه چرخنده و روش قطره پیوسته انتخاب شده‌اند. مقادیر اندازه‌گیری شده به صورت کسر جرمی قابل استنشاق، قابل نفوذ به ریه یا قابل تنفس بر حسب mg/kg بیان می‌شود (به بند ۲ کتابنامه مراجعه شود).

هر کدام از اصطلاحات درصد قابل استنشاق، قابل تنفس و قابل نفوذ به ریه را می‌توان در استاندارد EN 481 مشاهده کرد (به بند ۳ کتابنامه مراجعه شود). قطرهای ایرودینامیک^۱ $100\mu\text{m}$ ، $10\mu\text{m}$ و $4\mu\text{m}$ به ترتیب حدود بالایی از اندازه را در کسرهای جرمی تشکیل می‌دهند. این کسرهای جرمی را که با استنشاق در ارتباط هستند می‌توان به عنوان یک کمیت در اندازه‌گیری نانوآشیا هواسلی لحاظ نمود تا روند آزادسازی ذرات به طور کامل شناسایی شود.

اشنایدر و جانسون (به بند ۴ کتابنامه مراجعه شود) تکنیک‌هایی که در آن‌ها توزیع اندازه ذره مورد استفاده قرار گرفته بود را با عدد توصیف می‌کردند تا بدین ترتیب میزان مواجهه با نانوشیء در فضای داخلی را با قدرت منبع حاصل از رهائش نانوشیء، در حین دستکاری پودرهای نانوآشیا، ربط دهند. آن‌ها به این نتیجه رسیدند که آزمون غبارزایی در ترکیب با مقادیر به دست آمده از اندازه‌گیری پیوسته^۲ توزیع اندازه، موجب مشاهده تجمع ذرات رهائیده از توده مواد در حین دستکاری می‌گردد.

علاوه بر ارزیابی رهائش نانوآشیا از مواد نانوآشیا پودری، برای مقایسه انطباق روش‌های اندازه‌گیری غبارزایی نیاز به روش‌ها و کمیت‌های دیگری نیز می‌باشد. تراکم عددی ذرات و توزیع اندازه از دیگر کمیت‌هایی هستند که برای اندازه‌گیری رهائش نانوشیء لازم می‌باشند.

هواسل‌های نانوشیء در مقایسه با اندازه ذرات میکرومتری، به دلیل حساسیت بیشتری که نسبت به اثرات فیزیکی مانند نفوذ براونی^۳ دارند، پویاتر هستند. تخلخل و چسبندگی در این پودر نسبت به پودرهایی که از ذرات بزرگتری تشکیل یافته و مقاومت بیشتری در برابر جریان دارند و از مقدار مساحت سطح ویژه کمتری برخوردارند، بسیار بیشتر است. نانوشیء موجود در مواد پودری می‌تواند بر خصوصیات توده مواد به طور کامل تأثیر بگذارد. این کار با ایجاد برهم‌کنش‌های بین ذرات و تشکیل انبوهه‌های توده مانند، ممکن می‌شود. هنوز خصوصیات ذرات نانوآشیا ثانویه که شامل نانوآشیا اولیه هستند، ناشناخته مانده‌اند. به عنوان مثال نشان داده شده است که در سیلیکای متخلخل^۴ توزیع اندازه ذره هواسلی به شدت به شرایط روش‌های مختلف اندازه‌گیری بستگی دارد (به بند ۵ و ۶ کتابنامه مراجعه شود).

پودرها و هواسل‌ها با آزمایشات سایش و اصطکاک^۵ (به بند ۷ کتابنامه مراجعه شود) بر نانوچندسازه^۶ و رنگ‌های حاوی نانوذرات نیز بوجود می‌آیند (به بند ۸ و ۹ کتابنامه مراجعه شود). چنین آزمایشاتی مدنظر این استاندارد نمی‌باشد. اما علم اصول اندازه‌گیری موجود در این استاندارد برای تعیین کمی رهائش نانوشیء از پودرها با تولید هواسل به اثبات رسیده است.

1- Aerodynamic
2- Online
3- Brownian
4- Fumed silica
5- Tribological abrasive tests
6- Nano-composite

نانومواد – تعیین کمی رهایش نانوشیء از پودرهای ناشی از تولید هواسل ها

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین کمی رهایش نانوشیء با اندازه‌گیری هواسل‌های آزادشده بعد از روش‌های هواسل‌شدن^۱ می‌باشد که از پودرهای حاصل از اعمال دستکاری یا پراکندگی با انرژی زیاد بدست می‌آید. علاوه بر اطلاعات مربوط به جرم، هواسل از نظر تراکم ذرات موجود و توزیع اندازه توصیف می‌شود. این استاندارد اطلاعات مربوط به فاکتورهای مورد نظر در انتخاب روش نمونه‌برداری پودر و نحوه عمل‌آوری روش‌ها و حداقل ملزومات آماده‌سازی آزمونه، توسعه پروتکل آزمون، اندازه‌گیری رهایش ذره و گزارش داده‌ها را مشخص می‌نماید. در این استاندارد برای مشخص نمودن محدوده کامل اندازه ذرات تولید شده توصیه می‌شود، نانوشیا و همچنین کلوخه‌ها و انبوهه‌ها اندازه‌گیری شوند.

این استاندارد برای مشخص کردن اندازه ذرات درون پودر کاربرد ندارد. در صورتی که از روش اصطکاک مکانیکی به طور مستقیم برای خراشیدن و خرد کردن ماده استفاده شود، از روش‌های سایشی چشم پوشی می‌شود.

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 شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۰۹۸، فناوری نانو- واژه‌ها، اصطلاحات و تعاریف اصلی

2-2 ISO/TS 27687:2008, Nanotechnologies - Terminology and definitions for nano-objects - nanoparticle, nanofibre and nanoplate

2-3 ISO/TS80004-1, Nanotechnologies – Vocabulary – Part 1: Core terms

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استانداردهای بند ۱-۲ و ۲-۲، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می رود:

۱-۳ اصطلاحات کلی

۱-۱-۳

رهايش از پودر^۱

جابجایی ماده از پودر به محیط مایع یا گاز است که به دلیل آشفتگی رخ می دهد.

۲-۱-۳

تعداد رهايش نانوشیء^۲ (n)

تعداد کل نانوشیءهایی که به دلیل آشفتگی از یک نمونه رها می شود.

۳-۱-۳

نرخ رهايش نانوشیء^۳ (n_t)

تعداد کل نانوشیءهایی که به دلیل آشفتگی در واحد ثانیه منتشر می شود.

۴-۱-۳

تعداد رهايش ویژه جرمی نانوشیء^۴ (n_m)

تعداد رهايش نانوشیء تقسیم بر جرم نمونه قبل از آشفتگی می باشد.

۵-۱-۳

تعداد رهايش ویژه اتلاف جرمی نانوشیء^۵ (n_{Am})

تعداد رهايش نانوشیء تقسیم بر اختلاف جرم نمونه قبل و بعد از آشفتگی می باشد.

۶-۱-۳

تراکم عددی هواسل نانوشیء^۶ (c_n)

تعداد نانوشیء در واحد حجم هواسل در ناحیه عمل آوری نمونه می باشد.

-
- 1- Release from powder
 - 2- Nano-object number release
 - 3- Nano-object release rate
 - 4- Mass-specific nano-object number release
 - 5- Mass loss-specific nano-object number release
 - 6- Nano-object aerosol number concentration

۷-۱-۳

نرخ جریان حجمی هواسل^۱ (V_t)

نرخ جریان حجمی از ناحیه عمل آوری نمونه می باشد.

۲-۳ اصطلاحات مربوط به خواص و اندازه گیری ذره

۱-۲-۳

هواسل^۲

[استاندارد ISO 15900:2009]

سامانه ذرات جامد یا مایع معلق در هوا می باشد.

۲-۲-۳

تخلخل درون ذره ای^۳

[استاندارد ISO 15900:2009]

معادل نسبت حجم روزنه های باز درون ذره به کل حجم اشغال شده توسط ماده جامد می باشد.

۳-۲-۳

تخلخل بین ذرات^۴

[استاندارد ISO 15900:2009]

معادل نسبت حجم فضای میان ذرات پودر به حجم ظاهری ذرات یا پودر می باشد.

۴-۲-۳

قطر کروی معادل^۵

قطر کره ای که از پاسخ بدست آمده از ابزار اندازه گیری ذره حاصل می شود و نشان دهنده اندازه ذرات در حال اندازه گیری می باشد.

یادآوری ۱- خواص فیزیکی که قطر معادل به آن اشاره می کند به صورت زیرنویس نشان داده می شود. (طبق استاندارد ISO9276-1:1998)

یادآوری ۲- در دستگاه شمارش گسسته ذره و دستگاه تابش نور، از قطر نوری معادل استفاده می گردد.

-
- 1- Aerosol volume flow rate
 - 2- Aerosol
 - 3- Intraparticle porosity
 - 4- Interparticle porosity
 - 5- Equivalent spherical diameter

یادآوری ۳- در دستگاه‌های اینرسی از قطر ایرودینامیکی استفاده می‌شود. قطر ایرودینامیکی، قطر کره‌ای با چگالی 1000 kgm^{-3} می‌باشد که سرعت ته‌نشینی آن برابر سرعت ته‌نشینی ذره نامنظم می‌باشد.

یادآوری ۴- به تعریف A.3.3 از استاندارد ISO/TS 27687:2008 مراجعه شود.

۵-۲-۳

توزیع اندازه ذره^۱ (PSD)

توزیع تراکمی یا چگالی توزیع، مقداری از اندازه ذره است که با قطرهای کروی معادل و یا ابعاد خطی دیگر بیان می‌شود.

یادآوری- مقادیر اندازه‌گیری‌ها و انواع توزیع در استاندارد ISO 9276-1:1998 تعریف شده است.

۶-۲-۳

ماده‌ای دارای ذرات ریزتر از $2.5/5$ میکرومتر^۲ (PM 2.5)

غلظت جرمی ماده دارای ذرات ریز که قطر ایرودینامیکی آن کمتر یا مساوی $2.5/5$ میکرومتر باشد (PM 2.5).

یادآوری- به بند ۱۰ کتابنامه مراجعه شود.

۷-۲-۳

ماده‌ای دارای ذرات ریزتر از 10 میکرومتر^۳ (PM 10)

غلظت جرمی ماده دارای ذرات ریز که قطر ایرودینامیکی آن کمتر یا مساوی 10 میکرومتر باشد. (PM 10)

یادآوری ۱- به بند ۱۱ کتابنامه مراجعه شود.

یادآوری ۲- همان‌طور که در استاندارد EN 481:1993 توضیح داده شده است، PM 10 برای کسر قابل استنشاق استفاده می‌شود.

۸-۲-۳

شمارشگر تراکمی ذره^۴ (CPC)

دستگاهی است که تراکم عددی ذرات موجود در هواسل را اندازه‌گیری و با عمل تراکم، اندازه ذرات هواسل شده را افزایش می‌دهد.

یادآوری ۱- اندازه ذرات اندازه‌گیری شده معمولاً کمتر از چندصد نانومتر و بیشتر از چندنانومتر است.

-
- 1- Particle size distribution
 - 2- Particulate matter smaller $2.5 \mu\text{m}$
 - 3- Particulate matter smaller $10 \mu\text{m}$
 - 4- Condensation particle counter

یادآوری ۲- دستگاه CPC آشکارسازی است که همراه با DEMC (طبق بند ۳-۲-۹) از آن استفاده می‌شود.

یادآوری ۳- در بعضی از موارد شمارشگر تراکمی ذره را شمارشگر تراکمی هسته‌ای (CNC) نیز می‌نامند.

یادآوری ۴- به تعریف ۲-۵ استاندارد ISO 15900:2009 رجوع کنید.

۹-۲-۳

دسته‌بندی‌کننده تحرک الکتریکی افتراقی^۱ (DEMC)

دسته‌بندی‌کننده‌ای که ذرات هواسل را بر اساس تحرک الکتریکی آن‌ها انتخاب و سپس به سمت خروجی خود ارسال می‌کند.

یادآوری- دستگاه DEMC ذرات هواسل را با ایجاد توازن میان نیروی الکتریکی وارد بر هر ذره و نیروی کششی ایروودینامیکی آن در میدان الکتریکی دسته‌بندی می‌کند. ذرات دسته‌بندی در محدوده کمی از تحرک الکتریکی، در شرایط عمل و ابعاد فیزیکی DEMC تعیین می‌شوند، این در حالی است که به دلیل تفاوت در تعداد بارهایشان ممکن است اندازه‌های مختلفی داشته باشند.

۱۰-۲-۳

سامانه آنالیز تحرک افتراقی^۲ (DMAS)

[استاندارد ISO 15900:2009]

سامانه اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات هواسل کوچکتر از یک میکرومتر که شامل DEMC، جریان سنج، آشکارساز ذره، شبکه‌ای از لوله‌های مرتبط با هم، رایانه و نرم افزار مناسب می‌باشد.

۱۱-۲-۳

نانوشیء^۳

[استاندارد ملی ۱۲۰۹۸]

ماده‌ای که یک، دو یا سه بعد خارجی آن نانومقیاس است.

یادآوری ۱- این یک اصطلاح عمومی برای اشیای نانومقیاس مجزا است.

۱۲-۲-۳

نانومقیاس^۴

[استاندارد ملی ۱۲۰۹۸]

1- Differential electrical mobility classifier

2- Differential mobility analyzing system

3- Nano-object

4- Nanoscale

محدوده‌ی اندازه از تقریباً ۱ nm تا ۱۰۰ nm است.

یادآوری ۱- خواصی را که لزوماً از اندازه بزرگ‌تر به کوچک‌تر نمی‌توان برون‌یابی کرد و برای چنین خواصی این حدود اندازه، تقریبی است.

یادآوری ۲- مقصود حد پایین در این تعریف (تقریباً ۱ nm) است تا تک اتم‌ها و گروه‌های کوچک اتم به عنوان نانوشیء و یا عنصر نانو ساختار قلمداد نگردد اگر چه در فقدان حد پایین ممکن است به آن دلالت شود.

۱۳-۲-۳

کلوخه^۱

[استاندارد ملی ۱۲۰۹۸]

مجموعه‌ای از ذرات با اتصال سست یا انبوهه‌ها یا مخلوط‌های دوتایی که مساحت سطح خارجی منتهی آن مشابه مجموع مساحت‌های سطح تک تک اجزا است.

یادآوری ۱- نیروهایی که کلوخه را یکپارچه نگه‌می‌دارد، نیروهای ضعیف‌اند، مانند نیروهای واندروالس و همین‌طور گره‌خوردگی فیزیکی ساده.

یادآوری ۲- کلوخه‌ها را ذرات ثانویه و ذرات منشا اصلی را ذرات اولیه نیز می‌نامند.

۱۴-۲-۳

انبوهه^۲

[استاندارد ملی ۱۲۰۹۸]

ذره‌ای است شامل ذرات جوش‌خورده یا با پیوند قوی که مساحت سطح خارجی حاصل آن می‌تواند به طور چشمگیری از مجموع مساحت‌های محاسبه شده برای تک تک اجزا کوچکتر باشد.

یادآوری ۱- نیروهایی که یک انبوهه را یکپارچه نگه‌می‌دارد، نیروهایی قوی هستند، مانند پیوندهای اشتراکی، یا نیروهای ناشی از تف‌جوشی^۳ یا گره‌خوردگی فیزیکی پیچیده.

یادآوری ۲- انبوهه را ذرات ثانویه و ذرات منشا اصلی را ذرات اولیه نیز می‌نامند.

۱۵-۲-۳

غبارزایی^۴

[استاندارد ISO 15051:2006]

1- agglomerate
2- aggregate
3- Sintering
4- dustiness

تمایل مواد به تولید غبار معلق در هوا در هنگام دستکاری گفته می‌شود.

یادآوری ۱- در این استاندارد میزان غبارزایی، ناشی از مقدار غبار منتشر شده طی روش آزمون مرجع است.

۴ نمادها

در این استاندارد از نمادهای زیر استفاده می‌شود:

جدول ۱- نمادها

| واحد SI | کمیت مربوطه | نماد |
|-----------------|---|----------------|
| بدون بعد | تعداد رهایش نانوشیء | n |
| s^{-1} | نرخ رهایش نانوشیء | n_t |
| m^{-3} | تراکم عددی نانوشیء هواسل | c_n |
| kg^{-1} | تعداد رهایش ویژه جرمی نانوشیء | n_m |
| kg^{-1} | تعداد رهایش ویژه اتلاف جرمی نانوشیء از عمل‌آوری نمونه با اتلاف جرم Δm | $n_{\Delta m}$ |
| $m^{-3} s^{-1}$ | نرخ جریان حجم هواسل | V_t |

۵ عوامل موثر بر نتایج رهایش نانوشیء از پودرها

۱-۵ انتخاب روش آزمون

در طول انتخاب روش باید هدف از آزمون طرح‌ریزی شده یا برنامه آزمایشی به دقت تعریف شود.

انتخاب روش آزمون به موارد زیر بستگی دارد:

الف- خواص پودر که در جدول ۱ درج شده است؛

ب- قابلیت اجرای روش‌های آزمون استاندارد شده غبارزایی (به بند ۲ کتابنامه مراجعه شود) و یا دیگر روش‌های نحوه عمل‌آوری پودر تا فرآیند دستکاری پودر در آزمایش و نیز انتخاب نحوه عمل‌آوری پارامترهای مناسب یکسان باشد.

خروجی آزمون طرح‌ریزی شده به شرایط انتخاب شده آزمایشگاهی بستگی دارد.

مثال ۱: تعیین رهایش نانوشیء و نیز غبارزایی پودر برای پیش‌بینی رهایش ذرات در طول دستکاری در فرآیندهای صنعتی معمول.

مثال ۲: تخمین رهایش نانوشیء و کلوخه/انبوهه از پودر در طول آزمون با انرژی بسیار زیاد.

۲-۵ خواص موثر بر رهائش نانوشیء از پودر

خواصی که بر تولید و اندازه‌گیری پودرهای هواسل‌شده حاوی نانوشیء اثر می‌گذارند در جدول ۲ به طور خلاصه آمده است. هم اکنون بسیاری از این خواص به آسانی قابل اندازه‌گیری نمی‌باشند، اما باید همواره مدنظر قرار گیرند.

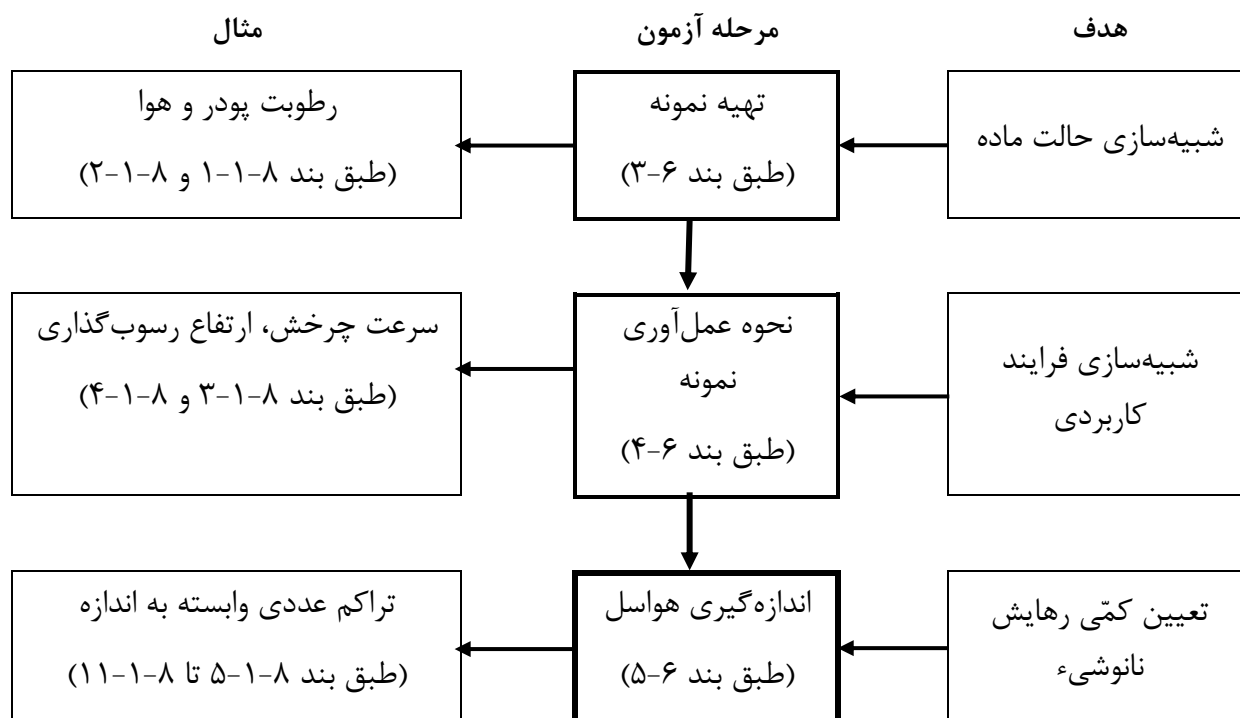
جدول ۲- خواص موثر بر رهائش نانوشیء از پودر

| شرح | خاصیت |
|---|-------------------|
| <p>خاصیتی پایه‌ای است. اندازه ذره به روش اندازه‌گیری آن و قطر معادل مربوط به آن بستگی دارد (مثلاً قطر ایرودینامیکی، قطر تحرک الکتریکی، قطر مساحت معادل).</p> <p>اندازه ذره‌ی ذرات اولیه و/ یا انبوهه‌ها در طول دستکاری پودرهای نانو ساختار تغییر نمی‌کند. اندازه ذره در کلوخه‌ها تحت فرآیندهای ویژه و شرایط دستکاری تغییر می‌کنند. از اینرو ممکن است مانند یک پارامتر فرآیند، رفتار کند.</p> <p>میزان توزیع اندازه ذرات به نوع ابزار اندازه‌گیری بستگی دارد. ابزار ممکن است قطره‌های ایرودینامیکی یا تحرکی، مساحت سطح ویژه و دیگر پارامترها را اندازه‌گیری کند. شکل دقیق ذرات اولیه به فرآیند ساخت بستگی دارد. نانوشیء ممکن است تنها بخش کوچکی از کل جرم را در برخی مواد تشکیل دهد.</p> | اندازه ذره |
| <p>بسته به ماده و فرآیند، شکل ذره در محدوده وسیعی از اشکال مختلف قابل مشاهده است. کلوخه‌ها و انبوهه‌های نانو اشیا ممکن است شکل شکسته داشته باشند. نیروهای چسبنده به دلیل هندسه تماس، به شکل ذره بستگی دارند.</p> | شکل ذره |
| <p>برخی از مواد پودر شده به حالت‌های مختلف بلوری یا بی‌شکل وجود دارند. کسر فاز بلوری ممکن است خیلی به اندازه بلور وابسته باشد.</p> | بلورینگی |
| <p>برهمکنش میان ذره و رطوبت موجود در هوا با رطوبت نسبی که بر چسبندگی ذرات اثر می‌گذارد، مشخص می‌شود. بنابراین گزارش رطوبت نسبی شرایط زیست‌محیطی استفاده شده در انبارش پودر مهم می‌باشد.</p> <p>خصوصیات آب‌گریزی در مقابل آبدوستی بر غبارزایی اثر می‌گذارند زیرا به مرور زمان نانوماده آبدوست مانند اکسید منیزیم با جذب آب از هوا خاصیت غباری خود را از دست می‌دهد. از سوی دیگر برخی سیلیکاهای بی‌شکل سنتزی به آسانی به شیوه الکتروستاتیک باردار شده و هواسل‌شده می‌شوند.</p> | جذب رطوبت |
| <p>مانند اعمال نیرو به درون سامانه، بزرگی نیروی چسبیدگی میان ذرات نیز بر روی از هم گسیختگی ذرات اثر می‌گذارد. چسبندگی بر تخلخل میان ذرات و قابلیت جریان پودر تأثیرگذار است. تمایل نانو پودرها به فشرده شدن یا کلوخه شدن نیز حائز اهمیت می‌باشد.</p> | چسبندگی |
| <p>چگالی ماده بر هواسل شدن تأثیر می‌گذارد. برای مثال نوعی اکسید تنگستن وجود دارد که از چگالی بالایی برخوردار است و خاصیت غباری زیادی ندارد.</p> | چگالی ماده |
| <p>تخلخل همان مقدار فضاهای خالی موجود در ماده می‌باشد و شامل تخلخل نانو اشیا اولیه، کلوخه‌ها و به طور کلی چگالی فشرده‌گی توده پودر می‌باشد.</p> | تخلخل |
| <p>مقاومت الکتریکی پودر بر توانایی سامانه در پراکندگی بار الکتریکی تأثیر می‌گذارد.</p> | مقاومت الکتریکی |
| <p>توانایی ماده در تولید الکتروسیسته ساکن بر نیروهای درون پودر اثر می‌گذارد.</p> | الکتروسیسته سایشی |

این خواص ویژه پودر در بند ۶ طراحی آزمون و/یا بند ۸ گزارش داده مد نظر قرار داده شده است.

۳-۵ مراحل آزمون

شمای کلی مراحل آزمون لازم برای تعیین کمی رهایش نانوشیء از پودر در شکل ۱ نشان داده شده است. بر اساس تعداد فاکتورهایی که بر آماده سازی و نحوه عمل آوری نمونه اثر می گذارند و نیز عدم درک کافی از نحوه عمل آوری نمونه، این استاندارد دستورالعملی اصولی برای شرایط اساسی مرحله اندازه گیری هواسل لحاظ می کند.



شکل ۱- شمای کلی مراحل آزمون تعیین کمی رهایش نانوشیء از پودرها

در حال حاضر برای نحوه عمل آوری نمونه هیچ روش کلی را نمی توان استانداردسازی کرد. اخیراً در تمامی تحقیقاتی که بر روی پودر صورت گرفته است، انرژی ورودی در طول نحوه عمل آوری نمونه به طور کامل تعیین نشده است (به بند ۱۲ کتابنامه مراجعه شود). برای تکرارپذیری نحوه عمل آوری پودر، دو دستگاه برای اندازه گیری غبارزایی، استانداردسازی شده است (به پیوست ب مراجعه شود). و دستگاه های دیگر نیز مورد آزمایش قرار گرفته که در مقالات پیشنهاد شده است (به پیوست پ و ت مراجعه شود). در پیوست ث روش عمل آوری پیوسته با اصول فنی کلوخه زدایی بیان شده است.

۶ الزامات آزمون

۱-۶ کلیات

۱-۱-۶ پارامترهای فرایند روش نمونه‌برداری و روش اندازه‌گیری با توجه به هدف آزمون و نیز خواص مربوط به ماده در جدول ۱ انتخاب می‌شود.

۲-۱-۶ پروتکل آزمون باید شامل این موارد باشد: هدف، پارامترهای روش و خواص مربوط به ماده.

۳-۱-۶ توافق میان خریدار و فروشنده باید با در نظر گرفتن شرایط شبیه‌سازی شده فرآیند، توانایی بازگو کردن روش‌های استاندارد و اهداف مطالعه باشد.

۲-۶ ارزیابی ایمنی

۱-۲-۶ ارزیابی ایمنی مواد باید قبل از انجام آزمون صورت گیرد. اطلاعات بیشتر در ISO/TR13121 و ISO/TR 27628 آمده است (به بند ۱۳ و ۴۷ کتابنامه مراجعه شود).

یادآوری ۱- بعضی از نانومواد ممکن است سمی باشند. شدت سمیت آن‌ها ممکن است به ترکیب ذره، اندازه ذره، ساختار ذره و دیگر خواص فیزیکی و شیمیایی ماده بستگی داشته باشد.

یادآوری ۲- نانوماده‌ای که خاصیت انفجاری، آتش‌زایی و یا حساسیت به آتش داشته باشد، ممکن است تولید آتش یا انفجار نماید.

۲-۲-۶ اتصال الکتریکی به زمین باید مدنظر قرار گیرد تا از تجمع بار الکتریکی ساکن پیشگیری شود.

۳-۲-۶ آزمون‌ها باید بر اساس خطرات موجود تنظیم شود. مثال‌های زیر با اینکه جامع نیستند ولی تا حدی گویای مقصود می‌باشند:

مثال ۱: از محیط بی اثر ممکن است برای برخی مواد و دیگر معیارهای کنترلی استفاده شود (مثلاً اتصال دستگاه‌ها به زمین، استفاده از موکت‌ها و کفش‌های ضد الکتریسیته ساکن).

مثال ۲: مواد سمی باید تحت شرایط کنترل شده مناسبی مورد آزمایش قرار گیرند (مثلاً جعبه دستکش یا محفظه ایمنی) و/یا اینکه با ماده‌ای غیرسمی یا کمترسمی جایگزین شود. ماده جایگزین شده باید خصوصیات اصلی مواد مورد نظر را داشته باشند. چنانچه ماده جایگزین شده آزمایش شود، باید مشخص شود چگونه می‌توان توازن آن را با ماده سمی برقرار نمود.

۴-۲-۶ آنالیز تحرک الکتریکی افتراقی بر روی ذرات هواسل نیازمند منابع رادیواکتیو به همراه ابزار اندازه‌گیری می‌باشد. نقش تنظیم کننده بار ذره بر اساس شناخت توزیع بار وابسته به اندازه بر روی نمونه هواسل قبل از فرایند دسته‌بندی اندازه ذرات می‌باشد. چنین غلظت یونی دوقطبی را می‌توان با عمل یونش رادیواکتیو هوا از منابع رادیواکتیو و یا با یونش تخلیه گرونا^۱ ایجاد نمود. استاندارد ISO 15900 بیان می‌کند که استفاده، حمل و نقل و دفع رادیوایزوتوپ‌ها باید تحت نظارت دولت انجام گیرد. استانداردها و راهنماهای

پایه بین‌المللی در این مورد وجود دارند که به عنوان مثال توسط کمیسیون‌های سازمان ملل متحد نظیر IAEA, JCRP, ADR و غیره، وضع شده‌اند. قوانین نظارت، حمل و نقل دریایی و دفع منابع رادیواکتیو در هر کشور متفاوت است. این استاندارد تنها به تمامی استفاده‌کنندگان مواد رادیواکتیو توصیه می‌کند که قوانین محلی، ملی و بین‌المللی باید مورد توجه قرار گرفته و رعایت شود.

۳-۶ آماده‌سازی نمونه

روش آماده‌سازی نمونه، مثلاً شرایط رطوبت نمونه و وسایل آزمون، تقسیم نمونه، القای بار ساکن و غربال‌گری برای محدود کردن حداکثر اندازه کلوخه ذرات، باید گزارش شود.

اطلاعات بیشتر در مورد نمونه‌برداری پودر، تقسیم نمونه و حداقل اندازه نمونه در استاندارد ISO 14488 ارائه شده است. برای رعایت احتیاط‌های بیشتر در رابطه با نانومواد لازم است عملیات نمونه‌برداری و تقسیم نمونه در فضاهای بسته یا در محفظه ایمنی انجام گیرد.

۴-۶ نحوه عمل‌آوری نمونه

۱-۴-۶ روش‌های غبارزایی

۱-۱-۴-۶ انتخاب روش‌ها

روش‌هایی با سطوح کنترل شده از انرژی اعمال شده انتخابی برای تخمین غبارزایی مربوط به نانومواد در یک فضای صنعتی یا هر فضای دیگری باید بر اساس روال ثابت منطبق با بند ۱-۴-۶ باشد. برخی از معیارهای انتخابی برای اندازه‌گیری غبارزایی پودرهای دارای اندازه میکرومتری منتشر شده است (به پیوست الف مراجعه شود).

۲-۱-۴-۶ روش‌های آزمون مرجع

روش استوانه چرخنده (به پیوست ب مراجعه شود) یکی از دو روش آزمون مرجع است که برای تعیین شاخص غبارزایی ذکر شده در استاندارد EN 15051:2006 از آن استفاده می‌شود. غبار طی فرآیند قطره پیوسته چندگانه پودر در سرعت کم تولید و برای شبیه‌سازی فرآیندهای دستکاری کلی که فرایندهای قطره پیوسته را هم در برمی‌گیرد در نظر گرفته می‌شود.

روش مرجع قطره پیوسته (به پیوست ب مراجعه شود) با شبیه‌سازی فرایند تولید غبار معنی می‌دهد، که در آن عملیات مربوط به ریزش پیوسته (مانند جابجایی، تخلیه، پر کردن) انجام می‌گیرد و غبار در اثر برخورد با باد در حین ریزش آزاد می‌شود. این روش با روش استوانه چرخنده که در آن توده مواد فقط یک بار و به صورت پیوسته چکیده می‌شود، متفاوت است.

۳-۱-۴-۶ روش لرزاننده گردابی

در روش لرزاننده گردابی (به پیوست پ مراجعه شود) پودر در یک لوله آزمایش شیشه‌ای قرار داده می‌شود و سپس به کمک دستگاه لرزاننده گردابی آزمایشگاهی جریان پیوسته گاز (معمولاً هوا) وارد لوله می‌شود.

ذراتی که از پودر رها می‌شوند توسط جریان هوا از لوله خارج و به دستگاه‌های اندازه‌گیری منتقل می‌شوند تا اندازه و/یا تراکم ذرات رها شده را اندازه‌گیری نمایند. در این روش مقدار زیادی نمونه برای آزمون لازم نمی‌باشد. معمولاً مقدار نمونه در حد چند میلی‌گرم تا چندصد میلی‌گرم می‌باشد. لازم است که روش برای پایداری یک پودر ویژه، کنترل شود.

۴-۱-۴-۶ روش دینامیکی

در این روش تنها از چند میلی‌گرم ماده پودری در هر آزمون استفاده می‌شود و کاملاً سربسته می‌باشد. هردوی این ویژگی‌ها برای ارزیابی مواد نانومقیاس مفید هستند. ابزار آزمون شامل یک اتاقک شیشه‌ای با یک سوراخ ورودی است که از آنجا پودر آزمون در حد میلی‌گرم وارد اتاقک می‌شود و نیز دو نمونه‌گیر در درون این اتاقک، غبار پخش شده را به دام می‌اندازند. جریان هوا و دفعات نمونه‌گیری به وسیله آزمون‌کننده کنترل می‌شود که به منبع خلاء متصل شده است. غبار در اثر مکش به درون اتاقک شیشه‌ای و ایجاد خلاءهای کوتاه و سریع پراکنده می‌شود (به پیوست ت مراجعه شود).

۲-۴-۶ روش‌های پراکندگی

روش‌های پراکندگی پودر برای کاربردهای مختلفی از جمله تولید غبار برای مطالعات مربوط به استنشاق ذرات، آزمایش پالاینده‌ها و اتمسفر زیست‌محیطی طراحی شده‌اند. روش‌هایی نیز به طور خاص برای غبار و کاربردهایش به کار برده می‌شود.

دید کلی اصول حاکم بر کلوخه‌زدایی در پیوست ث نشان داده شده است. یک روش به تنهایی نمی‌تواند گستره وسیعی از کاربردهای صنعتی مختلف پودرهای حاوی نانوآشیا را مانند پودرهای نانو ساختار پوشش دهد و تفاوت‌های زیادی میان خواص رایج پودرها وجود دارد.

۳-۴-۶ اجرا و گزارش نحوه عمل‌آوری نمونه

۱-۳-۴-۶ شرح روش آزمون باید شامل مشخصات مربوط به هواسل شدن نمونه و ویژگی‌های کلوخه‌زدایی باشد:

۱-۱-۳-۴-۶ مدت زمان آزمون و تعداد آن؛

یادآوری ۱- در استوانه چرخنده یا لرزاننده گردابی، کلوخه شدن پودرهای شکسته شده به دلیل آشفتگی مکرر پودر اتفاق می‌افتد.

۲-۱-۳-۴-۶ نوع و شرح نحوه عمل‌آوری پودر؛

یادآوری ۲- در آزمون ریزش قطره، هر گونه تراکم موجود در کف، چه از پودر پوشیده شده باشد و/یا نباشد، بر نتایج تأثیرگذار خواهد بود.

۳-۱-۳-۴-۶ طراحی سوراخ ورودی روش آزمون.

یادآوری ۳- در روش دینامیکی قطر سوراخ ورودی می‌تواند بر سرعت و کاهش سرعت کلوخه‌شدن در درون اتافک نمونه‌گیری تأثیر بگذارد.

۲-۳-۴-۶ پارامترهای نحوه عمل‌آوری نمونه که در زیر آمده بر رهایش ذرات تأثیرگذار هستند. برای تکرارپذیری نتایج این پارامترها باید در طول آزمون‌ها و نیز مابین آزمون‌ها ثابت نگه داشته شوند. برای مقایسه آزمون‌های مختلف با همدیگر این پارامترها باید تعیین شوند.

۱-۲-۳-۴-۶ حجم نمونه، مدت زمان رسوب‌گذاری نمونه در منطقه عمل‌آوری است. هر دوی حجم نمونه و جرم نمونه باید یادداشت شود. جهت اطمینان از تکرارپذیری، حجم مورد استفاده باید به جای حجم ریزشی، حجم جاری باشد. راهنمایی در مورد نحوه تهیه یک حجم ثابت نمونه در بند C.3 استاندارد EN15051:2006 آمده است.

۲-۲-۳-۴-۶ مقدار انرژی مکانیکی که بر منطقه عمل‌آوری وارد می‌شود (افت فشار جریان هوا و یا هر نوع انرژی ورودی دیگر).

یادآوری ۱- تحقیقات بیشتر در زمینه اندازه‌گیری نیرو یا انرژی مستقیم وارد بر نمونه یا کلوخه لازم است؛ مانند فشار برشی موضعی که ناشی از تغییرات سرعت یا اثر دینامیکی می‌باشد.

۳-۲-۳-۴-۶ رطوبت، دما و غلظت یونی

یادآوری ۲- تمامی مواد تحت کنترل رطوبت محیطی یکسان مورد آزمایش قرار گیرند. میزان غبارزایی پودر آزمون شده در اتمسفری با رطوبت ۵۰٪ با میزان غبارزایی همان پودر در اتمسفری با رطوبت ۳۰٪ یا ۸۰٪ متفاوت است. رطوبت موجود در دستگاه‌های آزمون باید به میزان $10\% \pm 50\%$ باشد.

یادآوری ۳- دما نیز باید به میزان $3^{\circ}\text{C} \pm 21^{\circ}\text{C}$ ثابت نگه داشته شود.

۴-۲-۳-۴-۶ حجم جریان هوای عبوری از منطقه عمل‌آوری.

۵-۲-۳-۴-۶ تراکم ذرات موجود در هوا در طول عمل‌آوری (فاصله بین ذرات، نسبت کلوخه‌زدایی بر کلوخه‌سازی را تعیین می‌کند).

۳-۳-۴-۶ دستگاه‌های آزمون باید اتصال الکتریکی با زمین داشته باشند.

۴-۳-۴-۶ تکرارپذیری فرایند هواسل‌شدن و کلوخه‌زدایی باید با انجام ۳ تا ۱۰ آزمون بر روی نمونه پودرهای تازه تعیین شود و به صورت مقادیر کمینه و بیشینه به همراه میانگین تعداد رهایش ذرات گزارش شود. تکرارپذیری اندازه‌گیری نیز باید مطابق با بند ۶-۶-۶ گزارش شود.

۵-۶ اندازه‌گیری نانوآشیا هواسل‌شده

۱-۵-۶ پارامترهای حمل و نقل و نمونه‌برداری

پارامترهای فرایند حمل و نقل و نمونه‌برداری عبارتند از:

۶-۵-۱-۱ جنس، طول و قطر لوله‌های نمونه برداری؛

یادآوری ۱- توصیه می‌شود از لوله‌هایی استفاده شود که از جنس مواد رسانای الکتریکی هستند تا میزان افت ذرات به دلیل رسوب ناشی از الکتریسیته ساکن به حداقل ممکن برسد. همچنین می‌تواند باعث کاهش نفوذ، کشش و اینرسی در لوله‌ها شود، که باید تا حد امکان کم باشند. اما ابزارها با نرخ های جریان مختلف عمل می‌کنند و حتی اگر طول و اندازه لوله‌ها یکسان باشد مقادیر افت متفاوت خواهد بود.

۶-۵-۱-۲ جریان هوای نمونه برداری، نسبت رقت؛

۶-۵-۱-۳ فشار برشی حاصل از پیش‌دسته‌بندی ایرودینامیکی (در محل دریچه ورودی ابزار اندازه‌گیری)؛

۶-۵-۱-۴ فشار برشی درون ابزار اندازه‌گیری (مانند فشار برشی مربوط به کانونی کردن ایرودینامیکی نمونه).

۶-۵-۱-۵ برای محدود کردن میزان انعقاد (کلوخه شدن)، تراکم عددی ذرات درون لوله‌ها نباید بیشتر از $1,000,000 \text{ cm}^{-3}$ باشد.

۶-۵-۲ نتایج اندازه‌گیری اندازه و تراکم

۶-۵-۲-۱ تعداد رهایش نانوشیء

مقدار کسر اندازه ذره به توان سوم اندازه آن ذره بستگی دارد؛ یعنی اگر اندازه ذره ۱۰ برابر کاهش یابد جرم ذره به میزان ۱۰۰۰ برابر کاهش می‌یابد. بنابراین غلظت جرمی نانوشیء ممکن است برای اندازه‌گیری آن با ابزارهای موجود در بازار خیلی کم باشد. روش‌های مبتنی بر تعداد، حساس‌ترین روش‌ها برای اندازه‌های بسیار کوچک در توزیع‌های گسترده اندازه ذره به شمار می‌روند.

کمیت عمومی اندازه‌گیری شده که همان تعداد رهایش نانوشیء (n) است طبق فرمول ۱ بدست می‌آید. در صورت لزوم نسبت رقت نیز باید در محاسبه لحاظ گردد.

(۱)

$$n = n_t \cdot t = c_n \cdot V_t \cdot t$$

که در آن:

n_t نرخ رهایش نانوشیء؛

c_n تراکم عددی نانوشیء اندازه‌گیری شده؛

t مدت زمان اندازه‌گیری؛

V_t نرخ جریان حجم هوا در ناحیه عمل‌آوری است.

در تراکم‌های انتشار متغیر، طرف دوم فرمول ۱ به صورت زیر می‌باشد:

$$(۲) \quad n = V_t \cdot \sum_i c_{n,i} \cdot \Delta t_i$$

که در آن:

$c_{n,i}$ میزان نانواشیا اندازه‌گیری شده در یک تصاعد زمانی؛

Δt_i تصاعد زمانی است.

۶-۵-۲-۲ تعداد رهایش ویژه نانوشیء

با توجه به نمونه، تعداد رهایشویژه نانوشیء به دو صورت بیان می‌گردد:

الف-رهایش ویژه جرمی n_m که در فرمول ۳ آمده است و برحسب تعداد بر کیلوگرم بیان می‌شود.

$$(۳) \quad n_m = \frac{n}{m}$$

که در آن:

m جرم نمونه آزمایش می‌باشد.

یا

ب-رهایش ویژه اتلاف جرم $n_{\Delta m}$ که در فرمول ۴ آمده است و بر حسب تعداد بر کیلوگرم بیان می‌شود.

$$(۴) \quad n_{\Delta m} = \frac{n}{\Delta m}$$

که در آن:

n تعداد رهایش نانوشیء؛

Δm اختلاف جرمی نمونه قبل و بعد از آزمون می‌باشد.

حدود دامنه اندازه ذره و مشخصات رهایش ذرات بزرگتر باید گزارش شود.

۶-۵-۲-۳ حدود دامنه اندازه

نانومقیاس در این استاندارد باید در محدوده مابین ۱nm تا ۱۰۰nm باشد. مشخص شده که تفکیک حدپایینی در حال حاضر از نظر فنی امکان پذیر نمی‌باشد. همچنین در مورد حد بالایی از روش‌های اندازه‌گیری مختلف نتایج مختلفی بدست می‌آید. جزئیات آزمایشات باید مطابق بند ۸ مشخص گردد.

۱-۳-۲-۵-۶ حد پایینی اندازه

در نانوآشیا (به مفهوم دقیق‌تر، نانوذرات) با اندازه کمتر از حدوداً 10 nm ، به دلیل کاهش میزان پراکندگی در لوله‌ها و یا مجرای ورودی ابزارها، الگوی نمونه‌برداری و ابزار اندازه‌گیری خاصی نیاز است. بسته به توزیع اندازه ذرات مبتنی بر تعداد، میزان تراکم عددی ذره ممکن است در حد بسیار پایینی باشد که در این حالت شمارنده‌های ذرات با حدود پایین‌تر اندازه مختلف، ممکن است مقادیر مختلف تراکم عددی ذرات را به ما بدهند.

اندازه‌گیری اندازه ذرات هواسل به کمک آنالیز تحرک الکتریکی افتراقی برای اندازه‌های ذرات مابین حدوداً 1 nm تا $1\text{ }\mu\text{m}$ امکان‌پذیر است (ISO 15900). حدود پایین‌تر اندازه با توجه به قطری که در آن ابزار قادر به شمارش 50% ذرات است، تعریف می‌شود.

۲-۳-۲-۵-۶ حدود بالایی اندازه

آنالیز تحرک الکتریکی افتراقی، ذرات هواسل را در محدوده اندازه بین 3 nm تا $1\text{ }\mu\text{m}$ پوشش می‌دهد. توزیع برشی اندازه ذره مبتنی بر تعداد در قطر 100 nm معادل جنبش و جمع بندی مقدار رهائش نانوذرات در دسته با اندازه کوچکتر با محاسبه تراکم ذرات و نرخ جریان هواسل به دست می‌آید.

با توجه به تعریف شکل هندسی نانوشیء در استاندارد ISO/TS27687 به عنوان مناسب‌ترین دستورالعمل موجود، اندازه قطر معادل باید همراه با معادله تبدیل آن به شکل هندسی با ابعاد 100 nm (ضخامت نانوصفحات یا عرض نانوالیاف) و نیز فرضیات لازم در مورد شکل، ساختار و چگالی نانوشیء واقعی جهت محاسبه در گزارش قید گردد.

تحلیل قطرهای معادل از روی نتایج اندازه‌گیری مربوط به نانوآشیا دیگر (نانوصفحات و نانوالیاف) عملاً نیازمند آن است که بررسی‌های بیشتری انجام گیرد تا اثرات شکل و ساختار، بر اندازه ذرات مشخص گردد. یکی از راه‌های تخمین این خصوصیات استفاده از میکروسکوپ الکترونیکی تفکیکی برای اندازه، شکل و تخلخل ذرات موجود در پودر است تا ابعاد و ریخت‌شناسی فراوان‌ترین نانوشیء مشخص گردد. از این اطلاعات به همراه برخی فرضیات مربوط به اصول فیزیکی تشخیص، می‌توان برای یافتن ارتباط میان سیگنال‌های ابزار (ابزارهای) اندازه‌گیری و اندازه نانوشیء کشف شده استفاده کرد.

ارتباط دادن آزمون‌های رهائش نانوشیء با آزمون‌های غبارزایی و یا دیگر آزمون‌های مربوط به رهائش ذره در دامنه اندازه‌های بزرگتر برای تفسیر بهتر نتایج، به ویژه تفسیر عمل کلوخه‌زدایی و فشار اعمال‌شده بسیار مفید می‌باشد. بنابراین اندازه‌گیری هم‌زمان اندازه ذرات بزرگتر با اندازه‌های میکرومتر یا کمتر از میکرومتر توصیه می‌شود.

اصول حاکم بر ابزارهای اندازه ذرات، دامنه اندازه ذراتی را که می‌توان اندازه‌گیری کرد را محدود می‌سازد. بنابراین غالباً از بیش از یک نوع ابزار اندازه‌گیری که دامنه‌های آن‌ها بر هم همپوشانی دارند، استفاده می‌شود.

بسته به نوع ماده، توزیع‌های اندازه ممکن است دقیقاً با هم تطابق نداشته باشند زیرا اصول اندازه‌گیری مختلف باعث بدست آمدن قطرهای معادل متفاوت می‌شود.

برای بدست آوردن یک قطر از روی قطری دیگر، برخی خواص ماده باید مشخص شود. فرضیات مربوط به خواص ماده که با این محاسبه مرتبط هستند، مانند چگالی ذره، شکلو ضریب شکست باید گزارش گردد.

همچنین اثرات مربوط به ابزار اندازه‌گیری مانند خطای تطابق و بازده شمارش می‌تواند باعث کاهش میزان تراکم ذرات در مرزهای دامنه اندازه‌گیری شود.

طیف‌سنج‌های نوری ذرات و شمارنده‌های نوری ذرات که تنها بخش بالاتر از دامنه اندازه ۱۰۰nm را پوشش می‌دهند در ISO 21501-1 و نیز ISO 21501-4 استانداردسازی شده‌اند (به بند ۱۴ و ۱۵ کتابنامه مراجعه شود).

از روش پراش لیزر همراه با روش پراکندگی نوری لیزر استاتیک برای اندازه‌گیری توزیع اندازه ذره (نه تراکم آن) از نانومقیاس (بسته به خصوصیات نور و غیاب مقادیر زیاد ذرات بزرگتر) تا صدها میکرومتر می‌توان استفاده نمود. در این روش امکان مشاهده کلوخه‌زدایی نیز وجود دارد که در ISO 13320 استانداردسازی شده است (به بند ۱۶ کتابنامه مراجعه شود).

۳-۵-۶ توزیع اندازه ذره و دیگر پارامترهای اندازه‌گیری مشخص‌کننده

برای تبدیل تعداد ذره رهاشده به حجم یا جرم ذره، توزیع اندازه ذره و شکل ذره، تخلخل و چگالی ذره باید مشخص باشد. محاسبه چگالی دقیق ذرات درون کلوخه بسیار مشکل است زیرا پارامترهای ساختاری مانند ابعاد دانه برقی منجر به تخلخل می‌شود باید تعیین گردد. یکی از روش‌های تعیین پارامترهای ساختاری لازم، انجام آنالیز تصویری SEM/TEM بر روی ذرات بدون پوشش (کند و پاش نشده) می‌باشد که به موازات عمل اندازه‌گیری هواسل نمونه‌گیری می‌شود. به کمک چگالی ظاهری متراکم می‌توان مقدار تقریبی آن را پیش از محاسبه بدست آورد.

بر اساس میزان توزیع اندازه ذره بدست آمده، حجم کل ذرات رهاشده V_n را می‌توان از روی تعداد ذرات n_i درون دسته‌های اندازه i با استفاده از فرمول ۵ تعیین کرد تا با حد بالایی اندازه نانوذره جمع بسته شود:

$$(۵) \quad V_n = c_{shape} \cdot \sum_0^j n_i \cdot v_{particle,i} = c_{shape} \cdot \sum_0^j n_i \cdot x_i^3$$

که در آن:

V_n حجم کل ذرات رهاشده؛

c_{shape} فاکتور شکل ذره؛

$V_{particle,i}$ حجم ذرات در هر اندازه‌ای که رشد کرده؛

x_i قطر ذره در هر اندازه‌ای که رشد کرده است.

به دلیل دستکاری توده پودر، جرم ذرات رهاشده M_n را می‌توان به کمک فرمول ۶ محاسبه نمود تا چگالی ذرات را از تخلخل ذره ε و چگالی ماده جامد تخمین زد:

(۶)

$$M_n = \varepsilon \cdot \rho_s \cdot V_n$$

که در آن:

ρ_s چگالی ماده جامد ذرات؛

ε تخلخل ذره که تابع اندازه بوده و مقدار آن ثابت در نظر گرفته می‌شود.

برخی از پارامترهای مهم اندازه‌گیری مورد نظر عبارتند از:

۶-۵-۳-۱ در فرمول (۶) جرم نانوذرات رهاشده مطابق با جرم توده پودر دستکاری شده m بدست می‌آید. گرچه هنگام تبدیل داده‌های اندازه‌گیری بر پایه تعداد، به حجم یا جرم خطاهایی بوجود می‌آیند و با به توان سوم رساندن قطر ذرات در فرمول (۵) تقویت می‌شوند، اما مقدار آن در مقایسه با مقدار اختلاف جرم ذره Δm ناچیز می‌باشد. خطاهای نامشخص باقیمانده باید در مقایسه با عدم حساسیت روش‌های تعیین کننده جرم ذره اولیه مانند دستگاه متراکم کننده آبخاری ذرات مدنظر قرار گرفته شوند.

۶-۵-۳-۲ داده‌های اندازه‌گیری شده غیر از تعداد ذرات رهاشده (مانند مساحت سطح رهاشده) می‌توانند برای شناخت برخی آثار ذرات مانند مکانیزم‌های سلامتی مورد استفاده قرار گیرند.

دیگر پارامترهای مشخصات اندازه‌گیری مهم مورد نظر عبارتند از:

- تغییرات تراکم عددی ذره تولید شده و اندازه ذره در مقیاس زمانی کوتاه. در روش‌های اندازه‌گیری اسکنی مانند DMAS، ثابت ماندن تراکم هواسل در طول مدت زمان روبش (۰٫۵ دقیقه تا ۳ دقیقه) و این که حداکثر تراکم عددی ذره اندازه‌گیری شده از میزان $100,000 \text{ cm}^{-3}$ تجاوز نکند بسیار مهم می‌باشد. معمولاً هر سه دقیقه یکبار توزیع اندازه مطلوب را از یک نمونه با غلظت تقریباً $10,000 \text{ cm}^{-3}$ می‌توان بدست آورد. به طور متوسط می‌توان از ۵ تا ۱۰ روبش جهت بدست آوردن اطلاعات در نمونه‌های نسبتاً ناپایدار یا دارای غلظت کم استفاده کرد.

- توزیع تراکم تفکیک شده اندازه ذره. (در اصل می‌توان از توزیع اندازه برای بدست آوردن تراکم کل انتگرال گرفت. اما تطابق این مقدار با مقدار حاصل از اندازه‌گیری مستقیم به کمک CPC و دیگر ابزارهای DMAS غالباً ضعیف می‌باشد. بنابراین اندازه‌گیری موازی برای تصحیح انتگرال تعداد ذرات در DMAS با استفاده از نتایج CPC در اینجا توصیه می‌شود.)

- غلظت ذرات میکرومتری و کوچکتر از میکرومتر، 100nm تا $1\mu\text{m}$ یا $2,5\mu\text{m}$ یا $10\mu\text{m}$ یا $30\mu\text{m}$ (مثلاً) مقدار PM_{10} را می‌توان با کسر قابل استنشاق حاصل از آزمون غبارزایی یا اندازه‌گیری‌های محل کار مقایسه نمود).

- اندازه‌گیری‌هایی غیر از تراکم عددی ذره مانند تراکم کل مساحت سطح ذره. (این اندازه‌گیری‌ها برای سم‌شناسان جهت شناخت آثار سوء نانوآشیا بر سلامت انسان می‌تواند مفید باشد. تراکم کل مساحت سطح ذره را می‌توان از روی توزیع اندازه ذره بر پایه تعداد و یا تراکم عددی ذره و یا مستقیماً با روش‌های الکتريسته ساکن محاسبه نمود. در هر دو حالت، شکل یا ریخت ذره را باید با یک ضریب تصحیح مناسب مدنظر قرار داد).

- غلظت زمینه. (به منظور افزایش حساسیت تشخیص نانوآشیا و ذرات نانساختار حاصل از آزمون، مقدار غلظت زمینه باید به حداقل ممکن برسد. بنابراین وسایل آزمون را باید قبل از اندازه‌گیری با عبور هوای عاری از ذرات در داخل دستگاه طی مدت زمان مشخصی، کاملاً آن را از ذرات ته نشین شده پاک‌سازی نمود).

۴-۵-۶ انتخاب روش اندازه‌گیری

پارامترهای کارایی زیر که مربوط به ابزارهای اندازه‌گیری هواسل می‌باشد اعتبار و حدود آزمایشات رهایش نانوشیء را مشخص می‌نماید: دامنه اندازه ذره، دامنه تراکم ذره، نوع عملکرد، نرخ جریان و فشار مکانیکی وارد بر ذرات اندازه‌گیری شده، قبل و درون ناحیه اندازه‌گیری. فشار مکانیکی زمانی روی می‌دهد که در ابزار اندازه‌گیری نواحی وجود داشته باشد که نرخ جریان در آن زیاد باشد و باعث کلوخه‌زدایی ذرات از همدیگر شود.

نکات دیگر در رابطه با انتخاب روش اندازه‌گیری مانند دقت زمانی در حد یک ثانیه در فرآیندهای رهایش غیرساکن و دیگر پارامترهای عملی ابزارهای اندازه‌گیری هواسل در پیوست ج فهرست شده است. این نکات نیازمند استفاده از طیف‌سنج‌های الکترومتری به جای سامانه آنالیز تحرک افتراقی می‌باشد تا دقت زمانی لازم تضمین شود.

در پیوست ج در قالب دو جدول تفاوت‌های میان ابزارهای اندازه‌گیری مبتنی بر تعداد هواسل نانوشیء و دیگر ابزارهای اندازه‌گیری هواسل که نقش مکمل اجرایی را دارند، بیان شده است.

۵-۵-۶ تکرار پذیری و عدم قطعیت

تکرارپذیری اندازه‌گیری هواسل باید نخست با اندازه‌گیری هواسل‌های آزمایشی و قرار دادن آن‌ها در ناحیه عمل‌آوری نشان داده شود. این هواسل‌های آزمون را می‌توان برای مثال با افشاندن و خشک کردن محلول‌های انواع نمک‌های مختلف و سپس دسته‌بندی آن‌ها با DEMC ایجاد کرد. بکارگیری دستگاه‌های اندازه‌گیری هواسل در اندازه‌گیری میدانی توسط افراد مجرب معمولاً دارای عدم قطعیت‌های نانومقیاس به میزان تقریباً ۵٪ برای اندازه ذره و تقریباً ۲۰٪ برای اندازه‌گیری تراکم عددی ذره می‌باشد.

تکرارپذیری را می‌توان به صورت ضریب تغییرات دسته‌های اندازه گزارش کرد. تعداد تکرارها نیز باید گزارش شود. به دلیل تغییرات موجود در اندازه‌ها در مقیاس‌های کوچکتر، عدم قطعیت‌ها باید برای ذراتی با این اندازه‌های کمتر از ۱۰nm؛ ۱۰nm تا ۲۵nm؛ ۲۵nm تا ۵۰nm؛ ۵۰nm تا ۷۵nm و ۷۵nm تا ۱۰۰nm، ۱۰۰nm تا ۳۰۰nm، ۳۰۰nm تا ۱۰۰۰nm گزارش شود. از مقیاس لگاریتمی برای ۵ گروه از ۱۰nm تا ۱۰۰nm نیز می‌توان استفاده کرد. به ویژه که اختلاف نفوذ شدید نیازمند طراحی خاص در ابزارهای اندازه‌گیری و نمونه‌گیری در محدوده اندازه کمتر از ۱۰nm می‌باشد.

۷ الزامات انجام آزمون و پروتکل‌های آن

موارد زیر در انجام آزمون و پروتکل‌های آن باید مدنظر قرار گیرد:

- ۱-۷ طراحی آزمایش باید مطابق روش شناسی معتبر باشد (به استاندارد ISO/TR 22971 رجوع شود).
- ۲-۷ نکات ایمنی و احتیاط لازم در دامنه نانومواد مورد نظر باید اتخاذ گردد.
- ۳-۷ از روش‌های معتبر تقسیم نمونه مانند روش‌های موجود در استاندارد ISO 144888 باید استفاده شود.
- ۴-۷ انجام آزمون باید با هدف مطالعات مطابقت داشته باشد.
- ۵-۷ پروتکل‌ها به عنوان گزارش‌ها یا دستورالعمل‌های مکتوب، شامل موارد زیر می‌باشند:
 - ۱-۵-۷ مشخصات خاصی که از آزمون انتظار می‌رود؛
 - ۲-۵-۷ طرح تعیین عدم قطعیت اندازه‌گیری؛
 - ۳-۵-۷ کاهش داده‌های مستند شده.

۸ گزارش داده‌ها

- ۱-۸ برای تعیین کمی کامل رهایش نانوشیء شامل کل وضعیت رهایش ذرات هواسل، موارد زیر باید در گزارش قید گردد:
 - ۱-۱-۸ شناسایی نمونه آزمون، منبع و ترکیب پودر؛
 - ۲-۱-۸ روش انبارش پودر و رطوبت موجود در پودر و هوا؛
 - ۳-۱-۸ جزئیات روش آزمون؛
 - ۴-۱-۸ هرگونه وضعیت غیرعادی هنگام آزمون؛
 - ۵-۱-۸ داده‌های خام به صورت یک پیوست؛

- ۶-۱-۸ قطر معادل حد پایینی ذره مربوط به اندازه‌گیری هواسل با توجه به اختلاف نفوذ در طول انجام آزمون و نیز قطر حد بالایی با توجه به ته‌نشینی و رسوب‌دهی ساکن؛
- ۷-۱-۸ میزان تراکم عددی نانوآشیا (کوچکتر از قطر معادل مربوط به قطر یا بعد هندسی مساوی ۱۰۰nm همانطور که در بند ۶-۶-۳-۱ از استاندارد ISO/TS 27687:2008 تعریف شده است) و نیز مدت زمان اندازه‌گیری نرخ جریان حجم هوا از ناحیه عمل‌آوری و در صورت لزوم، نسبت رقت برای محاسبه تعداد نانوشیء رهاشده مطابق با فرمول (۱).
- ۸-۱-۸ میزان تراکم عددی کل در تمام دامنه اندازه ذره مربوط به ابزار اندازه‌گیری (مثلاً کوچک‌تر از ۱µm) برای محاسبه تعداد ذرات رهاشده کوچک‌تر از میکرومتر مشابه بند ۷-۱-۸؛
- ۹-۱-۸ میزان تراکم عددی کل در انجام عملیات موازی CPC برای محاسبه تعداد کل ذره رهاشده مشابه بند ۷-۱-۸؛
- ۱۰-۱-۸ جرم نمونه مورد آزمون در ناحیه عمل‌آوری که تعداد نانوشیء رهاشده حاصل از بند ۷-۱-۸ را می‌توان به آن نسبت داد (به بند ۶-۵-۲ مراجعه شود.) و نیز در صورت لزوم اختلاف جرم نمونه؛
- ۱۱-۱-۸ ارجاع به شماره این استاندارد ملی.
- ۲-۸ داده‌های اضافی زیر نیز باید گزارش شوند:
- ۱-۲-۸ توزیع اندازه با یک روش دوم بر روی ذرات بزرگ‌تر از حد ۱۰µm و در صورت وجود، داده‌های توزیع قطر معادل مبتنی بر جرم مثلاً داده‌هایی که از دستگاه متراکم کننده آبخاری ذرات بدست می‌آید.
- ۲-۲-۸ در صورت امکان، محاسبه حجم و جرم نانوآشیا رهاشده مطابق با فرمول (۵) و (۶).
- ۳-۲-۸ تمامی فرضیات مرتبط با خواص ماده مانند چگالی ذره، شکل و ضریب شکست استفاده شده برای محاسبه قطراز روی قطری دیگر مطابق بند ۷-۱-۸ و یا برای محاسبه حجم یا جرم از روی قطر مطابق بند ۱۰-۱-۸؛
- ۴-۲-۸ برای مطالعات کار، سلامت و ایمنی: کسرهای جرم قابل تنفس، قابل نفوذ به ریه و قابل استنشاق مطابق با استاندارد EN 481؛ برای مطالعات زیست‌محیطی: PM_{2.5} یا PM₁₀ مطابق بندهای ۳-۲-۶ و ۳-۲-۷ تعریف شده‌اند؛
- ۵-۲-۸ حداقل داده‌هایی که باید در این لیست گزارش شوند عبارتند از بندهای ۷-۱-۸ الی ۱۰-۱-۸ که بر اساس سه آزمایش تکراری در یک محدوده اندازه معین می‌باشند؛
- ۶-۲-۸ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۲-۸ نام و نام‌خانوادگی و امضا آزمون کننده.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

نکات لازم برای انتخاب روش عمل آوری

الف-۱ کلیات

تولید هواسل‌ها با روش‌های صنعتی می‌تواند حاصل دامنه وسیعی از فرآیندهای مختلف باشد و صرفاً یک روش آزمایشگاهی نمی‌تواند تمامی این فرایندها را شبیه‌سازی کند. بسته به هدف آزمون، انتخاب روش تولیدی که بتواند به بهترین شکل ممکن فرآیند مورد نظر را شبیه‌سازی کند ضروری می‌باشد.

ارزیابی روش آزمون غبارزایی در شبیه‌سازی عملیات واقعی توسط فردی به نام هیگمن مطرح شد، همانطور که پتاراتزی و همکارانش بیان کرده‌اند (به بند ۱۷ کتابنامه مراجعه شود) و در جدول الف-۱ آمده است. همچنین جیل و همکارانش (به بند ۱۸ کتابنامه مراجعه شود) به شرح مجموعه کاملی از روش‌های آزمون می‌پردازند.

جدول الف-۱- شایستگی روش آزمون داده شده در شبیه‌سازی عملیات واقعی (به بند ۱۷ کتابنامه مراجعه شود)

| بستر سیال ^a | استوانه چرخنده | قطره پیوسته | |
|---|----------------|-------------|----------------------------------|
| G | G | G | درجه غبارزایی |
| G | G | R | قدرت غبارزایی |
| R | R | U | اثر ساییدگی |
| | | | تولید غبار در: |
| G | R | R | غربال‌گری - دسته بندی |
| R | G | U | مخلوط سازی، دانه بندی، پوشش دادن |
| G | G | U | خشک سازی با هوای فشرده، جابجایی |
| R | R | G | بارگذاری، تخلیه بار |
| R | G | R | جابجایی مکانیکی - بالا بردن |
| G | R | G | بسته بندی |
| G | G | G | انتقال با وسیله نقلیه |
| G | R | R | اتلاف ذخایر |
| G نتایج مطلوب قابل انتظار است. | | | |
| U نتایج غیرقابل قبول است. | | | |
| R نتایج قابل قبول حاصل می‌گردد چنانچه دقت کافی صورت گیرد. | | | |
| a می‌توان از روش لرزاننده گردابی استفاده کرد. | | | |

در پودرهای نانو ساختار به دلیل خاصیت‌های ویژه‌ی پودر مانند حجم زیادی از مساحت سطح ویژه و همچنین فیزیک هواسل نانو سی، لازم است نکات دیگری نیز رعایت گردد. برخی معیارهای لازم انتخاب و ارزیابی روش‌های تولید هواسل به شرح زیر می‌باشد:

- جریان حجمی قابل تنظیم هوا؛

- تراکم قابل تنظیم ذره از طریق تنظیم مقدار نمونه‌ای که مورد آزمون قرار می‌گیرد؛

- انرژی ورودی قابل تنظیم برای کلوخه‌زدایی از طریق تنظیم مثلاً سرعت هواسل در دریچه؛

- عدم وابستگی تنظیم انرژی ورودی به جریان حجمی و تراکم ذره؛

- هم زدن مکرر پودر و جریان در مقابل تبدیل یک به یک بخش‌های پودر به هواسل؛

- بزرگی بار الکتریکی مالشی.

چنانچه تمامی نمونه هواسل شده و به ناحیه کلوخه‌زدایی تزریق گردد در آن صورت تعداد رهایش نانوشیء را می‌توان مستقیماً به جرم نمونه نسبت داد. این چنین روش‌هایی در مراحل توسعه می‌باشند (به بند ۱۹ و ۲۰ کتابنامه مراجعه شود).

الف-۲ کاربرد روش‌ها

پروتکل‌های ارزیابی حضور نانوشیء در محل کار و خلاصه داده‌ها به صورت مختصر در بند ۱۲ کتابنامه آمده است. اخیراً در تمامی مطالعات بر روی پودر که به صورت خلاصه در بند ۲۲ کتابنامه آمده است تعیین انرژی ورودی عمل‌آوری نمونه ناقص می‌باشد (به بند ۲۳ الی ۲۹ کتابنامه مراجعه شود). برخی از آزمون‌های قطره پودر، خود تحت تأثیر خواص ماده مانند جریان‌پذیری می‌باشد. همچنین با تکرار نحوه عمل‌آوری پودرها در استوانه چرخنده یا بستر سیال می‌تواند کلوخه‌های ثانوی تولید کند. در چنین حالتی تعداد ذرات رهاشده هنگام آزمون به سرعت کاهش می‌یابد (به بند ۲۸ و ۲۹ کتابنامه مراجعه شود). بکارگیری ابزارهای اندازه‌گیری پرسرعت برای رفع این مشکل می‌تواند مفید باشد (به بند ۲۳ کتابنامه مراجعه شود).

بخش تک قطره و استوانه چرخنده در آزمون غبارزایی با استفاده از ۶ گرم ماده آزمایشی باعث می‌شود که نتایج تکرارپذیری هم از نظر مقدار و هم توزیع اندازه ذرات تولید شده بدست آید (به بند ۲۱ کتابنامه مراجعه شود). در تک قطره ۶ گرمی از پودر، تعداد کل ذرات رهاشده بین ۱۰nm و ۱۰µm از سیلیکای متخلخل به میزان $۱,۳ \times ۱۰^۷$ و از تیتانیای فوق ریز به میزان $۲۰,۶ \times ۱۰^۷$ می‌باشد.

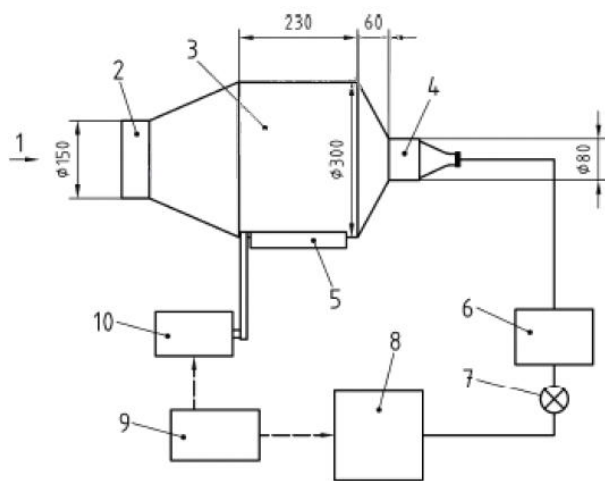
پیوست ب

(اطلاعاتی)

روش‌های استوانه چرخنده و قطره پیوسته

در استاندارد EN15051، این روش به این صورت تعریف شده است: "روش استوانه چرخنده، قطره‌سازی چندگانه پیوسته نمونه‌ای از یک ماده در جریانی افقی و آهسته از هوا می‌باشد. غبار رها شده از قطرات ماده توسط جریان هوا وارد قسمت نمونه‌گیری شده و به صورت ایرودینامیک به سه کسر جرمی مرتبط با سلامت (قابل تنفس، قابل استنشاق و قابل نفوذ به ریه برحسب mg/kg)، طی فرایند صاف کردن افقی و تراکم‌سازی ساکن در دو مرحله بر روی اسفنج فلزی متخلخل جداسازی می‌شود." مقدار نمونه مورد نیاز برای آزمون حدود 35cm^3 می‌باشد که باید وزن آن با دقت 0.1 گرم اندازه‌گیری شود.

در پیوست D با عنوان توده مواد مرجع در استاندارد EN 15051:2006 هفت نوع ماده که دامنه موردنظر غبارزایی را پوشش می‌دهند برای آزمون همسان انتخاب شده است. این مواد بوسیله هر دو روش‌های آزمون مرجع که به ترتیب در شکل‌های ب-1 و ب-2 نشان داده شده، مشخص شده است. دسته بندی‌های غبارزایی نیز به کمک روش‌های آزمون استاندارد مرجع در استاندارد EN 15051:2006 که در جداول ت-1 و ت-2 نشان داده شده، بدست آمده است.



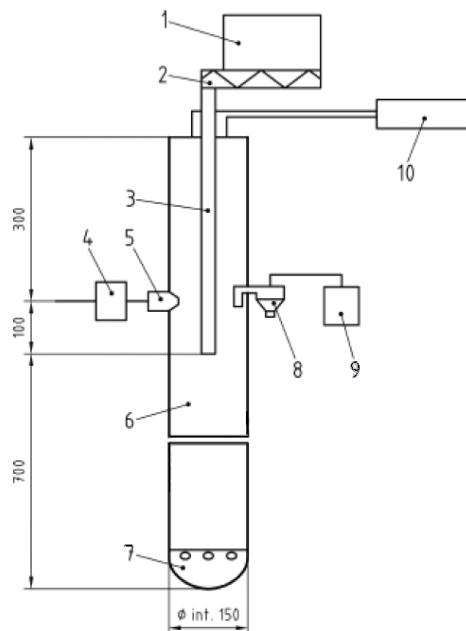
ابعاد برحسب میلی‌متر

راهنما:

- ۱ جریان هوا
- ۲ مرحله ورودی (فیلتر محافظ)
- ۳ بخش تولید غبار (استوانه چرخنده)
- ۴ مرحله جمع‌آوری غبار (مراحل اسفنجی برای اندازه‌های مشخص به همراه فیلتر)
- ۵ غلطک‌ها
- ۶ دستگاه سنجش جریان جرم
- ۷ دریچه کنترل
- ۸ پمپ
- ۹ زمان سنج
- ۱۰ موتور راه‌انداز

شکل ب-۱- روش استوانه چرخنده، برگرفته از EN 15051

در نتیجه عمل پیش استانداردسازی توسط بوردت و همکارانش (به بند ۳۰ کتابنامه مراجعه شود) چنین استنباط شد که مزیت روش استوانه چرخنده این است که می‌توان آن را برای دامنه وسیعی از مواد مختلف مانند دانه‌ها و تکه‌ها به کار گرفت و نیز می‌تواند عملیات کارگاهی مختلفی را شبیه‌سازی کند.



ابعاد برحسب میلی‌متر

راه‌نما:

- ۱ مخزن حاوی نمونه
- ۲ ابزار سنجش
- ۳ لوله قطره‌سازی
- ۴ پمپ نمونه گیر غبار قابل استنشاق
- ۵ نمونه گیر غبار قابل استنشاق
- ۶ لوله
- ۷ مخزن جمع آوری
- ۸ نمونه گیر غبار قابل تنفس
- ۹ پمپ نمونه گیر غبار قابل تنفس
- ۱۰ پمپ جریان اصلی

شکل ب-۲- روش قطره پیوسته، برگرفته از EN 15051

تعیین خصوصیت دوگانه غبارزایی با آزمون‌های چرخش و آزمون‌های قطره تکی یا پیوسته، باید دامنه داده‌های بسیار وسیع‌تری از عملیات را نسبت به داده‌های هر یک از این روش‌ها ارائه دهد (به بند ۱۷ و ۳۱ کتابنامه مراجعه شود).

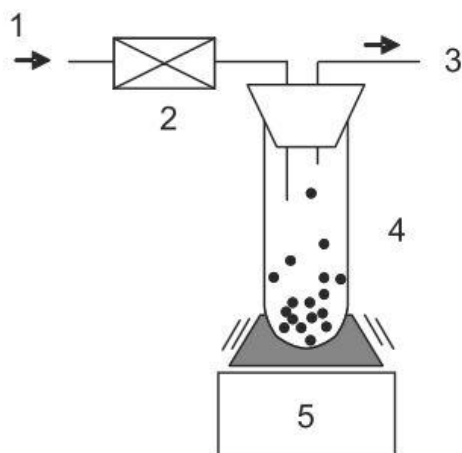
اشنایدر و جانسن با آزمایش کردن نانومواد تولیدشده، مواد بسیار ریز و مواد متداول با روش دوگانه تک قطره/استوانه چرخنده، نشان دادند که نرخ تولید غبار از لحظه شروع چرخش (هم‌زدن) در طول زمان تغییر می‌کند. برخی مواد در لحظات اول غبار زیادی رها می‌کنند، در برخی دیگر نرخ رهایش کاهش می‌یابد و در برخی دیگر ثابت باقی می‌ماند و حتی در بعضی دیگر به تدریج از لحظه شروع چرخش میزان آن افزایش می‌یابد (به بند ۱۷ و ۲۱ کتابنامه مراجعه شود). حالت‌های مختلف نرخ رهایش ذرات وابسته به زمان تا حدی می‌تواند گویای این باشد که در روش استوانه چرخنده و قطره پیوسته/تک، نتایج مشابهی برای تمامی مواد بدست نمی‌آید (مطابق با استاندارد EN15051).

پیوست پ

(اطلاعاتی)

روش لرزاننده گردابی

در این پیوست روشی شرح داده می‌شود که در آن از یک لرزاننده گردابی (به بند ۳۲ و ۳۳ کتابنامه مراجعه شود) استفاده می‌شود تا به نمونه پودر، انرژی وارد کند. در یک سامانه معمول، تقریباً 1 cm^3 (و/یا کمتر) پودر نمونه در یک لوله آزمایش قرار داده می‌شود (مثلاً لوله‌ای با قطر بیرونی ۲۵ mm و طول ۲۰ cm) (به بند ۳۳ کتابنامه مراجعه شود) و سپس با استفاده از یک لرزاننده گردابی آزمایشگاهی همزده می‌شود و جریان هوا (مثلاً 5 L/min) نیز از داخل لوله عبور داده می‌شود (به شکل پ-۱ مراجعه شود). پودر را می‌توان همراه و/یا بدون دانه‌ها هم زد. ذرات هواسل که به صورت پیوسته هنگام همزدن رها می‌شوند، بوسیله ابزارهای اندازه‌گیری هواسل اندازه‌گیری می‌شوند (مانند سامانه آنالیز تحرک افتراقی، DMAS، طیف سنج ایرودینامیکی و شمارشگر نوری ذرات) و/یا بوسیله نمونه‌گیرهای هواسل (مانند نمونه‌گیر مبتنی بر فیلتر و دستگاه متراکم کننده آبشاری) جمع‌آوری می‌شوند.



راهنما:

۱ ورودی هوا

۲ فیلتر HEPA^۱

۳ مسیر خروج هواسل به سمت ابزارهای اندازه‌گیری

۴ لوله آزمایش

۵ لرزاننده گردابی

شکل پ-۱- طرح کلی سامانه معمول روش لرزاننده گردابی.

به دلیل حرکت همزن، پودر نمونه در امتداد جداره بالا می‌رود و سپس پایین می‌افتد و تشکیل یک گرداب یکنواخت در لوله آزمایش می‌دهد. در این حالت برخورد میان ذرات پودر با همدیگر و نیز میان ذرات پودر با سطح داخلی لوله آزمایش روی می‌دهد و بدین ترتیب یک فرآیند ساختگی شامل ریزش و برخورد ایجاد می‌شود. علاوه بر این با ورود جریان هوا می‌توان انتظار داشت که تاحدی سبب عمل هواسل شدن شود.

از جمله مزایای این روش می‌توان به آسانی، سادگی، جمع و جور بودن، ساخته شدن آن از وسایل معمول آزمایشگاه و قابلیت تولید ذرات به صورت پیوسته (چند ده دقیقه یا بیشتر) با مقدار کمی نمونه پودر (حدوداً

1- High Efficiency Particulate AirFilter

1 cm^3 و یا کمتر) اشاره نمود. همچنین از مزیت‌های دیگر آن است که بعد از آزمون، نمونه‌های مورد آزمون به آسانی با نمونه بعدی که در لوله آزمایش دیگری است جابجا شده و به همان صورت در لوله آزمایش نگهداری می‌شود. این کار در دستکاری مواد سمی یا گران‌قیمت بسیار مفید می‌باشد.

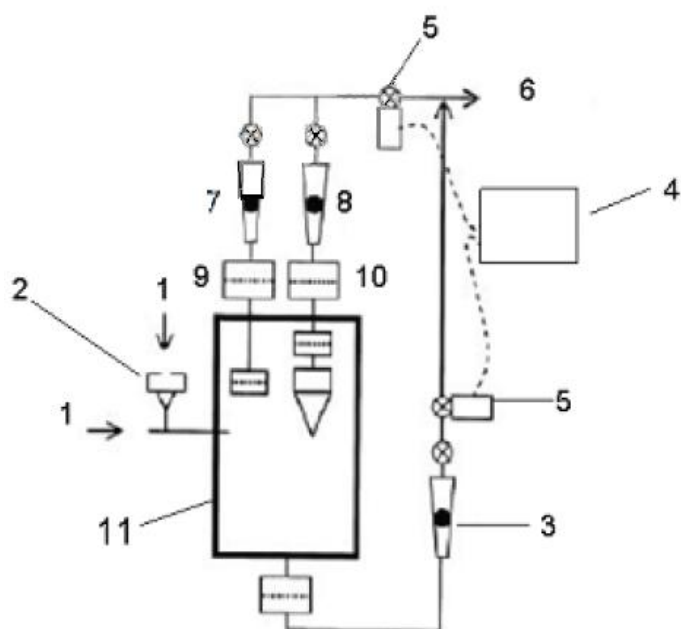
انواع دیگری از لرزاننده‌ها وجود دارد که در آن‌ها از یک مخلوط کن به جای لرزاننده استفاده می‌شود (به بند ۳۱ و ۳۴ کتابنامه مراجعه شود). نوع دیگر این دستگاه می‌تواند شدت کلوخه‌زدایی، تراکم و نرخ جریان را تنظیم نماید که دارای مزایای زیادی است. بدین معنی که یک پخش‌کننده می‌تواند فرایندهای مختلف کلوخه‌زدایی/سایش را در شدت‌های کلوخه‌زدایی مختلف شبیه‌سازی کند. چنین ابزار مخلوط‌کننده پودر با اعمال فشار بر پودر می‌توانند کلوخه‌های بزرگی را در پودرهای دارای تخلخل بالا مانند کربن سیاه، تیتانیا، آلومینا یا سیلیکای متخلخل ایجاد نمایند و مشابه استوانه چرخنده عمل می‌کند.

پیوست ت
(اطلاعاتی)
روش دینامیکی

ت-۱ کلیات

این پیوست توضیح مختصری از روشی است که توسط باندیری، لیس و پولتون ارائه گردیده است (به بند ۱۹ کتابنامه مراجعه شود). روش آزمون از دو مرحله فرآیند تشکیل شده است: ۱- پودر بوسیله یک پاشنده بادی به درون اتاقک تزریق می‌شود و ۲- از این اتاقک بوسیله ابزارهای تفکیک‌کننده اندازه ذره نمونه‌گیری می‌شود. برای کنترل زمان‌ها و نرخ جریان، این دو مرحله بوسیله زمان سنج‌ها و دریچه‌های سلنوییدی^۱ کنترل می‌شود. نسخه اصلی آن برای اندازه‌گیری کسر قابل تنفس غبار توسعه یافته است. هم اکنون اقدامات لازم جهت سازگار نمودن این روش با خصوصیات نانوشیء در حال انجام می‌باشد.

ت-۲ دستگاه



- راهنما:
- ۱ ورود هوا
 - ۲ نیروی تزریق کننده
 - ۳ جریان سنج، 53.8 l/min در 1.5 s نخست
 - ۴ زمان سنج
 - ۵ دریچه‌های سلنوییدی
 - ۶ منبع خلاء
 - ۷ جریان سنج، 2.0 l/min
 - ۸ جریان سنج، 4.2 l/min
 - ۹ جرم کل هواسل
 - ۱۰ ذرات قابل تنفس
 - ۱۱ اتاقک، ظرف شیشه‌ای 5.7 لیتری

شکل ت-۱- شمای کلی ابزار دینامیکی برای تهیه نمونه‌های هواسل قابل تنفس

ابزار مذکور در بند ۱۹ کتابنامه را می‌توان به صورت یک روش معرف توصیف نمود. در عمل می‌توان ابزار را تا زمانی که عملکرد یکسانی نشان می‌دهند، اصلاح کرد. همچنین می‌توان ابزارهای اندازه‌گیری نانوشیا معلق در هوا را اضافه و یا آن‌ها را با ابزارهای موجود در دستگاه فعلی جایگزین نمود.

1- Solenoid

اتاقک، ظرف شیشه‌ای ۵/۷ لیتری است که شفاف، دارای ساختاری با الکتريسته ساکن کم و ارزان قیمت می‌باشد. یک ظرف آلومینیومی مسطح بر روی دهانه شیشه نصب می‌شود تا به عنوان درپوش و نیز نگهدارنده ابزارهای نمونه‌گیری هواسل عمل کند. سوراخی در کناره شیشه برای نصب تزریق‌کننده پودر ایجاد می‌شود.

دستگاه تزریق پودر دارای لوله فولادی زنگ‌نزن به طول ۱۰ cm و قطر داخلی ۰/۴۴ cm می‌باشد که با زاویه ۹۰ درجه خم شده است. همچنین دارای یک قیف با درپوش جداشونده و یک لوله کوچکتر ثانویه می‌باشد. طول قیف ۱/۰ cm، قطر آن ۱/۴ cm و انتهای آن ۰/۴۴ cm است و به یک سر لوله اولیه متصل شده است. در بیرون از بدنه قیف یک حلقه O-شکل^۱ قرار دارد تا درپوش دارای سوراخ مرکزی ۰/۱۱ cm محتویات درون قیف را محکم نگه دارد. لوله ثانویه با طول ۳ cm و قطر بیرونی ۰/۱۹ cm با زاویه قائمه به پایه لوله اولیه متصل است. انتهای لوله تزریق‌کننده از داخل حلقه O-شکل عبور و وارد مرکز سوراخ ۵/۰ mm می‌شود که در طرف دیگر سوراخ ظرف شیشه‌ای قرار دارد. ابزارهای نمونه‌گیری نیز به ظرف آلومینیومی متصل می‌شوند.

در مثال موجود در بند ۱۹ کتابنامه، یک گردباد متشکل از توده قابل تنفس و سپس یک محفظه فیلتری برای جمع‌آوری غبار قابل تنفس و همچنین یک محفظه فیلتری روباز یا روبسته برای جمع‌آوری کل غبار معلق نشان داده شده است. دو مسیر خروجی وجود دارد. یک مسیر که در ابتدا با جریان ۵۳/۸ L/min به مدت ۱/۵ s و دیگری با جریان کمتر برای نمونه‌گیری از ظرف شیشه‌ای به کار گرفته می‌شود. جریان بوسیله زمان سنج (مطابق شماره ۴ در شکل ت-۱) تعویض و بوسیله دو عدد دریچه سلنوییدی (مطابق شماره ۵ در شکل ت-۱) کنترل می‌شود.

ت-۳ روش آزمون

مراحل زیر باید دنبال شوند:

- ت-۳-۱ با تمیز کردن و قرار دادن فیلترهای توزین شده در جایگاه‌های فیلتر ابزار آماده شود؛
- ت-۳-۲ پودر خشک (0.1 ± 0.05 mg) در قیف ریخته شده و درپوش آن بسته شود؛
- ت-۳-۳ زمان سنج فعال شده و غبار به مدت ۱/۵ s به درون ظرف مکیده شود. سپس به مدت ۴ دقیقه از ظرف، نمونه‌گیری شود؛
- ت-۳-۴ فیلترها باز یافت و مجدداً توزین شوند؛
- ت-۳-۵ درصد غبار قابل تنفس به صورت نسبت غلظت غبار قابل تنفس تقسیم بر مقدار کل غلظت غبار معلق تعیین شود.

یادآوری- چنانچه دستگاه با سامانه اندازه‌گیری نانوشیء اصلاح شود، مقدار نانوشیء باید محاسبه گردد.

1- O-ring

ت-۴ بحث

در بند ۳۵ کتابنامه از این روش به عنوان روشی نام برده می‌شود که از تکرارپذیری آزمایشگاهی مطلوبی در آزمون‌های تکراری بر روی غبارهای مجزا و تکرارپذیری خوب میان دستگاه‌های تشخیصی برخوردار است. اما برای بکارگیری آن در آزمون‌های نانوشیء لازم است که ابزارهای مختلف با روش توضیح داده شده در این پیوست تنظیم شوند. این ابزارها شامل دستگاه متراکم کننده آبشاری در فشار کم، آنالیز تحرک افتراقی دارای حسگر الکتریکی یا هسته تراکمی دریافت ذره می‌باشد.

حدود ۲۵ ماده بسیار ریز و نانومقیاس بر اساس جرم (باتکرار کردن) مورد آزمایش قرار گرفت. نتایج آزمون‌ها در محدوده دو درجه بزرگی برای هر دوی جرم کل و جرم قابل تنفس بدست آمد (به بند ۳۶ کتابنامه مراجعه شود).

مزایای این روش عبارتند از:

ت-۴-۱ مقدار ماده کمی نیاز است، معمولاً ۵ میلی‌گرم؛

یادآوری- از روش‌های معتبر برای تقسیم نمونه باید استفاده شود (به استاندارد ISO 14488 مراجعه شود).

ت-۴-۲ آزمون به سرعت انجام می‌گیرد و در چند دقیقه پایان می‌یابد.

ت-۴-۳ حجم وسایل کم است و می‌توان آن‌ها را برای مواد سمی ایزوله کرد.

ت-۴-۴ این روش از توان بالایی برخوردار است و می‌تواند بدون خرد کردن ماده آن را به طور کامل پراکنده سازد.

از محدودیت‌های این روش می‌توان به موارد زیر اشاره کرد:

- در نانومواد که دامنه توزیع اندازه در آن‌ها خیلی زیاد است ممکن است ذرات درشتی وجود داشته باشد که سامانه تزریق غبار را مسدود کند.

یادآوری- چنین اتفاقی تاکنون در هیچ یک از آزمون‌های حاوی غبار ریز و درشت مشاهده نشده است. با این وجود نانومواد که حاوی ذرات بسیار درشت هستند باید قبل از آزمایش از صافی توری با اندازه شبکه ۲۰۰ عبور داده شوند.

- در اندازه‌گیری نانوشیء، باید از ابزارهای با پاسخ سریع استفاده شود که موجب افت غلظت می‌شود. روش دیگر، استفاده از نمونه‌گیر هواسل مانند متراکم کننده در فشار کم می‌باشد که همه پالس‌ها را جمع‌آوری خواهد کرد.

- تنظیم کردن دستگاه‌ها برای شبیه‌سازی مستقیم دستکاری غبار صنعتی مشکل می‌باشد. در این روش ممکن است نتیجه‌ای کمتر از حد واقعی ارائه شود مثلاً یک ضریب اطمینان لحاظ می‌شود. بنابراین از غبار مرجع برای مقایسه با روش‌های دیگر استفاده می‌شود. تا کنون اشاره‌ای به چنین غباری در مطالب نشده است.

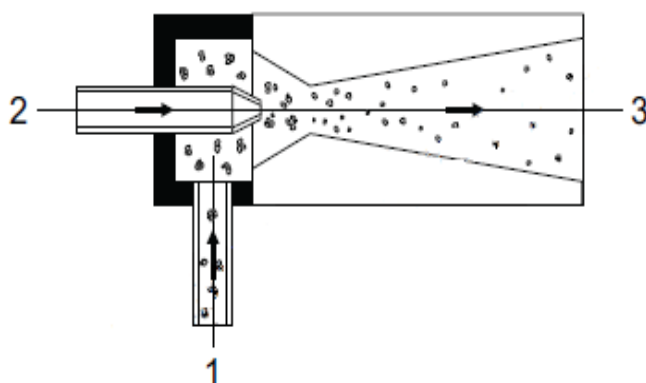
پیوست ث

(اطلاعاتی)

اصول کلوخه‌زدایی

تولید هواسل‌ها باعث وارد آمدن فشار پراکنشی ویژه‌ای بر روی ذرات می‌شود. به عنوان مثال می‌توان به فشار کلوخه‌های درشت در یک لوله عمودی و یا استوانه چرخنده اشاره کرد (به پیوست ب مراجعه شود). اصول مربوط به دیگر روش‌های پخشی دارای انرژی ورودی قابل تنظیم و وابستگی شدید با میزان شدت، تراکم و نرخ جریان در بند ۳۱ و ۳۴ کتابنامه شرح داده شده است.

در شکل ث-۱ شمای کلی یک دهانه پاشنده را نشان می‌دهد که با چندین اصلاح در تعداد زیادی پخش استفاده می‌شود. این دهانه‌ها قادر به تحمل فشار مخالف نیستند و استفاده از گردباد سایشی و یا عامل برخورد مشکل می‌باشد. اما اثر ونتوری^۱ باعث ایجاد منبع خلاء می‌شود که برای وارد کردن ذرات استفاده می‌شود. ابزار نشان داده شده در شکل ث-۱ با اعمال انرژی به درون سامانه توسط جریان هوا و ایجاد نیروی برشی کار می‌کند.



راهنما:

- ۱ جریان هوای ورودی حامل ذره
- ۲ جریان هوای ورودی پاک
- ۳ جریان حاوی ذرات کلوخه‌زدایی شده

شکل ث-۱- شمای کلی دهانه نازل^۲

روش دیگر کلوخه‌زدایی پودر اعمال انرژی به صورت صوت می‌باشد (به بند ۳۷ الی ۳۹ کتابنامه مراجعه شود). میزان انرژی صوتی را می‌توان بنا به خصوصیات مورد نظر برای هواسل تنظیم نمود.

برای همسو کردن نشتی که در تولید تحت فشار نانوذرات و یا خط حمل و نقل مشاهده می‌شود، می‌توان از یک روزنه ریز استفاده نمود (به بند ۴۰ کتابنامه مراجعه شود).

1- Venturi
2- Nozzle

پیوست ج

(اطلاعاتی)

انتخاب روش اندازه‌گیری نانوشیء

ج-۱ روش‌ها و پارامترهای عملکرد واقعی ابزارهای اندازه‌گیری هواسل

روش‌های اندازه‌گیری هواسل برای اندازه‌گیری نانوشیء و نیز ذرات بزرگتر همراه آن در بند ۳-۵-۶ شرح داده شده است. انتخاب روش اندازه‌گیری به پارامترهای عملکرد بستگی دارد که در جداول ج-۱ و ج-۲ برای ابزارهای اندازه‌گیری واقعی هواسل نشان داده شده است. به عنوان مثال فشار برشی در نواحی دسته‌بندی ایرودینامیکی یا ناحیه کانونی روی می‌دهد و می‌تواند اندازه کلوخه مورد آزمایش را به شدت تغییر دهد.

ابزارهای اندازه‌گیری هواسل برای اندازه‌گیری نانوشیء و ذرات بزرگتر را می‌توان به زیر مجموعه‌های، شمارشگر تراکمی ذره، سامانه آنالیز تحرک افتراقی، طیف‌سنج تحرک ذره بر اساس الکترومتری، طیف‌سنج پراکندگی نوری هواسل، شمارشگر نوری ذره، طیف‌سنج ایرودینامیکی و ابزارهای اندازه‌گیری غلظت جرمی قطره‌های ایرودینامیکی بزرگتر (مانند $PM_{2.5}$ و PM_{10}) تقسیم بندی کرد.

این روش‌های اندازه‌گیری با جزئیات آن در بند ۴۱ و ۴۲ کتابنامه توصیف شده‌اند.

جدول‌های ج-۱ و ج-۲ پارامترهای عملکرد را ارائه می‌دهد که در ستون انتهایی شرایط وارد آمدن فشار بر روی ذرات به هنگام اندازه‌گیری بیان شده است.

جدول ج-۱- پارامترهای عملکرد ابزارهای اندازه‌گیری هواسل نانوشیء

| ابزار اندازه‌گیری | نتیجه | اندازه ذره | تراکم ذره | نوع عملکرد | نرخ جریان | فشار |
|---|------------|------------|---------------------------------|----------------------|-----------|----------------------------------|
| [-] | [-] | [nm] | [cm^{-3}] | [-] | [l/min] | [-] |
| شمارشگر تراکمی ذره CPC | تراکم عددی | ۳-۳۰۰۰ | $0-1 \times 10^7$ | پیوسته (۱S) | ۰٫۳-۳ | انحراف هواسل، جریان مویبی |
| سامانه آنالیز تحرک افتراقی DMAS | PSD | ۳-۱۰۰۰ | $1 \times 10^3 - 1 \times 10^7$ | متناوب (۳۰S-۶۰۰S) | ۰٫۳ | برخورد در ورودی، انحراف هواسل |
| طیف‌سنج تحرک ذره بر پایه الکترومتری | PSD | ۶-۱۰۰۰ | $1 \times 10^4 - 1 \times 10^8$ | پیوسته (۱S) | ۱۰ | گردباد |

جدول ج-۲- پارامترهای مربوط به دیگر ابزارهای اندازه گیری هواسل

| ابزار اندازه گیری | نتیجه | اندازه ذره | تراکم ذره | نوع عملکرد | نرخ جریان | فشار |
|--|---|--------------------|--|-----------------|-------------------------|-------------------------------|
| [-] | [-] | [nm] | [cm ⁻³] | [-] | [l/min] | [-] |
| طیف سنج پراکندگی نور هواسل (حساسیت بالا) | PSD | ۹۰-۲۰۰۰۰ (۶۰-۱۰۰۰) | ۰.۱ - ۱×۱۰ ^۵ (۰ - ۱.۸×۱۰ ^۴) | پیوسته | ۰.۱-۰.۱ | کانونی سازی ایرودینامیکی |
| شمارشگر نوری ذرات | تراکم عددی تنها در بعضی از دسته‌ها | ۵۰-۱۰۰۰۰ | ۰-۱×۱۰ ^۵ | پیوسته | ۰.۳-۳ | کانونی سازی ایرودینامیکی |
| طیف سنج ایرودینامیکی | PSD | ۳۷۰-۲۰۰۰۰ | ۰.۰۰۱ - ۱×۱۰ ^۴ | پیوسته (۱S-۱۸S) | ۱۰-۵۱۰ | شتاب ایرودینامیکی |
| متراکم کننده آبشاری کم فشار بر پایه الکترومتری | PSD، غلظت بار | ۷-۱۰۰۰۰ | غیر قابل اندازه گیری | پیوسته (۵S) | ۱۰.۳۰ | جهش ایرودینامیکی، تخلیه |
| ابزار جمع آوری بر پایه فیلتری | غلظت جرم کمتر از قطرهای ایرودینامیکی مشخص (مانند PM ₁₀ ، PM _{2.5}) | <۳۰۰۰۰ | غیر قابل اندازه گیری | غیر پیوسته | ۱۰ - ۱×۱۰ ^{-۳} | انحراف هواسل |

اجزای اصلی DMAS موضوع اصلی عمل استانداردسازی را در ISO/TC24، SC4، ISO15900 و ISO27891 تشکیل می‌دهد. شرط اولیه لازم برای اندازه‌گیری دقیق در DMAS، داشتن مدت زمانی برابر ۳۰S با تراکم و توزیع اندازه ذره ثابت برای توزیع پخش‌شدگی چندگانه اندازه است (۳ دقیقه برای تک پخشی).

در روش‌های دینامیکی می‌توان به کمک یک طیف سنج الکترومتری تحرکی تا ۱ ثانیه دقت زمانی فراهم نمود که شامل دسته‌بندی تحرک الکتریکی و اندازه‌گیری همزمان غلظت به کمک چندین الکترومتر می‌باشد. نرخ جریان حجمی، حداقل به میزان ۱۰ l/min در ورودی لازم است که باعث کلوخه‌زدایی ذرات نانساختار پس از عمل هواسل شدن با انرژی کم و قبل از فرآیند کلوخه‌زدایی می‌گردد.

دستگاه الکترومتری کم فشار متراکم کننده آبشاری ذرات یا دستگاه روزنه‌ای متراکم کننده آبشاری ذرات باعث اعمال بیشترین مقدار فشار برشی از طریق دسته‌بندی ایرودینامیکی در درون روزنه‌های کوچک می‌شود. مورد دیگر هنگام استفاده از متراکم کننده آبشاری برای اندازه‌گیری کلوخه غیرثابت، حالت جهش و فشار تخلیه در قسمت جمع‌آوری است. با چسب کاری یا روغن کاری سطوح مراحل تراکمی می‌توان اثر تخلیه را کاهش داد.

چنانچه بخواهیم فشار نامشخص درون ابزار اندازه‌گیری را که باعث اختلال در نتیجه آزمایش می‌شود بررسی نماییم باید فشار مربوط به هواسل شدن و فرآیند کلوخه‌زدایی را به مقادیر کم تغییر دهیم. اگر با تغییر دادن

فشار، اندازه و تراکم ذرات نیز تغییر کند، می‌توان فرض کرد که فشار درون ابزار اندازه‌گیری تنها عامل اصلی ایجاد اختلال در نتایج اندازه‌گیری توزیع نمی‌باشد.

ج-۲ تأثیر اصول حاکم بر اندازه‌گیری دستگاه بر روی قطر معادل

میزان اندازه ذره در روش‌های اندازه‌گیری مختلف با همدیگر متفاوت است. قطر ایرودینامیکی، بیشترین وابستگی را با قطر معادل ذره برای استنشاق ذرات در محدوده اندازه بیش از ۱۰۰nm دارد. بنابراین توصیه می‌شود که اندازه ذرات به کمک روش‌های ایرودینامیکی اندازه‌گیری شوند و/ یا هنگامی که به حالت‌های دیگری مانند قطرهای معادل تحرک یا نوری بدست آمده باشند، به قطر ایرودینامیکی تبدیل شوند.

یادآوری- قطر ایرودینامیکی، قطر کره‌ای با چگالی 1000 kg/m^3 می‌باشد که سرعت ته نشین شدن آن برابر ذره بی‌شکل است. قطر معادل تحرک الکتریکی از روی سرعت مهاجرت تحت تأثیر شدت میدان الکتریکی، جابجایی مکانیکی و تعداد بار به ازای هر ذره، محاسبه می‌گردد. قطر معادل نوری نیز از روی شدت پراکندگی نور دستگاه و کالیبره کردن آن مثلاً با دانه‌های کروی پلی‌استیرینی تعیین می‌شود.

به عنوان مثال دانه پلی‌استیرینی با قطر ۱۰۰nm و چگالی تقریباً 1000 kg/m^3 نشان دهنده حد بالایی برای تعریف نانوذره و نیز برای تعریف ذره فوق‌ریز است که قطرهای معادل ایرودینامیکی یا تحرکی را نشان می‌دهد. ذرات متخلخل قطرهای معادل ایرودینامیکی و نوری کمتری نسبت به ذرات نامتخلخل دارند. ذرات نامتخلخلی که از چگالی بیشتری نسبت به پلی‌استیرین برخوردارند، قطرهای معادل ایرودینامیکی بزرگتری دارند.

اما سنجش اندازه به کمک قطر ایرودینامیکی و/ یا تبدیل اندازه به این قطر به دلیل محدودیت‌های مربوط به ابزارهای موجود و یا نبود اطلاعات کافی راجع به عمل تبدیل، به ویژه در اندازه‌های زیر ۱۰۰nm همیشه امکان پذیر نمی‌باشد. همچنین قطر معادل تحرک، وابستگی بیشتری در دامنه اندازه کمتر از حدوداً ۱۰۰nm دارد، زیرا رسوب گرمایی ناشی از حرکت براونی ذرات به عنوان مهمترین الگوی رسوب در سامانه تنفسی برای این محدوده اندازه محسوب می‌شود. بنابراین اندازه‌ای که در گزارش ذکر می‌شود نباید الزاماً ایرودینامیکی باشد. استنباط قطرهای معادل از روی نتایج اندازه‌گیری نانوصفحات و نانوالیاف عملاً نیازمند مطالعات بیشتری است تا عوامل اصلی موثر بر شکل و ساختار بررسی شود.

پیوست چ

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [1] Hamelmann F., & Schmidt E. Methods of estimating the dustiness of industrial powders – A review. KONA. 2003, 21 pp. 7–18
- [2] EN 15051: 2006, Workplace atmospheres — measurement of the dustiness of bulk materials - requirements and test methods 1)
- [3] EN 481: 1993, Workplace atmospheres — size fraction definitions for measurement of airborne particles
- [4] Schneider T., & Jensen K.A. Relevance of aerosol dynamics and dustiness for personal exposure to manufactured nanoparticles. J. Nanopart. Res. 2009, 11 (7) pp. 1637–1650
- [5] Barthel H., Heinemann M., Stintz M., Wessely B. Particle sizes of fumed silica. Chem. Eng. Technol. 1998, 21 (9) pp. 745–752
- [6] Stintz M., Wessely B., Barthel H., Heinemann M. Particle sizes of fumed silica. Part. Part. Syst. Charact. 1999, 16 (4) pp. 169–176
- [7] Vorbau M., Hillemann L., Stintz M. Method for the characterization of the abrasion induced nanoparticle release into air from surface coatings. J. Aerosol Sci. 2009, 40 (3) pp. 209–217
- [8] Göhler D., Stintz M., Hillemann L., Vorbau M. Characterization of nanoparticle release from surface coatings by the simulation of a sanding process. Ann. Occup. Hyg. 2010, 54 (6) pp. 615–624
- [9] Koponen I.K., Jensen K.A., Schneider T. Comparison of dust released from sanding conventional and nanoparticle-doped wall and wood coatings. J. Expo. Sci. Environ. Epidemiol. 2011, 21 (4) pp. 408–418
- [10] United States of America, Code of Federal Regulations, Title 40: Protection of Environment, PART 50—NATIONAL PRIMARY AND SECONDARY AMBIENT AIR QUALITY STANDARDS, Appendix L to Part 50—Reference Method for the Determination of Fine Particulate Matter as PM_{2.5} in the Atmosphere (see <http://ecfr.gpoaccess.gov/cgi/t/text/text-idx?c=ecfr&sid=a09c2fd1f95e21df94310369e398f827&rgn=div9&view=text&node=40:2.0.1.1.0.1.18.13&idno=40>)
- [11] United States of America, Code of Federal Regulations, Title 40: Protection of Environment, PART 50—NATIONAL PRIMARY AND SECONDARY AMBIENT AIR QUALITY STANDARDS, Appendix J to Part 50—Reference Method for the Determination of Particulate Matter as PM₁₀ in the Atmosphere (see <http://ecfr.gpoaccess.gov/cgi/t/text/text-idx?c=ecfr&sid=a09c2fd1f95e21df94310369e398f827&rgn=div9&view=text&node=40:2.0.1.1.0.1.18.11&idno=40>)
- [12] Kuhlbusch T.A.J., Asbach C., Fissan H., Göhler D., Stintz M. Nanoparticle exposure at nanotechnology workplaces: A review. Part. Fibre Toxicol. 2011, 8 p. 22

- [13] ISO/TR 27628: 2007, Workplace atmospheres — Ultrafine, nanoparticle and nano-structured aerosols - Inhalation exposure characterization and assessment
- [14] ISO 21501-1: 2009, Determination of particle size distribution — Single particle light interaction methods — Part 1: Light scattering aerosol spectrometer
- [15] ISO 21501-4: 2007, Determination of particle size distribution — Single particle light interaction methods — Part 4: Light scattering airborne particle counter for clean spaces
- [16] ISO 13320: 2009, Particle size analysis - Laser diffraction methods
- [17] Petavratzi E., Kingman S.W., Lowndes I.S. Assessment of the dustiness and the dust liberation mechanisms of limestone quarry operations. *Chem. Eng. Prog.* 2008, 46 (12) pp. 1412–1423
- [18] Gill T.E., Zobeck T.M., Stout J.E. Technologies for laboratory generation of dust from geological materials. *J. Hazard. Mater.* 2006, 132 (1) pp. 1–13
- [19] Boundy M., Leith D., Polton T. Method to evaluate the dustiness of pharmaceutical powders. *Ann. Occup. Hyg.* 2006, 50 (5) pp. 253–258
- [20] Göhler D., Hillemann L., Vorbau M., Stintz M., Barthel H. Adjustable dosing and independent dispersing of very small quantities of fine powders at defined conditions. World Congress on Particle Technology, Nuremberg 2010
- [21] Jensen K.A., Koponen I.K., Clausen P.A., Schneider T. Dustiness behaviour of loose and compacted Bentonite and organoclay powders: What is the difference in exposure risk? *J. Nanopart. Res.* 2009, 11 pp. 133–146
- [22] Nanomaterials in Workplace Operations: Exposure Measurement and Assessment of Nanoscale Aerosols. presented by: Air Quality and Sustainable Nanotechnology, Institute of Energy and Environmental Technology e.V. (IUTA) Federal Institute for Occupational Safety and Health (BAuA) German Social Accident Insurance Institution for the Raw Materials and Chemical Industry (BG RCI) German Chemical Industry Association (VCI), Institute for Occupational Safety and Health of the DGUV (IFA) Research Group Mechanical Process Engineering, Institute of Process Engineering and Environmental Technology, Technical University Dresden (TUD), Germany, August 2011, <https://www.vci.de/Services/Leitfaeden/Seiten/Aerosols-Releasedfrom-Engineered-Nanomaterials-in-Workplace-Operations.aspx>, <http://www.nanowerk.com/news/newsid=23015.php>
- [23] Schneider T., & Jensen K.A. Combined single-drop and rotating drum dustiness test of fine tonanosize powders using a small drum. *Ann. Occup. Hyg.* 2008, 52(1) pp. 23-34
- [24] Tsai C.J., Wu C.H., Leu M.L., Chen S.C., Huang C.Y., Tsai P.J. et al. Dustiness test of nanopowders using a standard rotating drum with a modified sampling train. *J. Nanopart. Res.* 2009, 11 (1) pp. 121–131
- [25] Plitzko S., Gierke E., Dziurawitz N., Brossell D. Generation of CNT/CNF dusts by a shaker aerosol generator in combination with a thermal precipitator as the collection system for characterization of the fibre morphology. *Gefahrstoffe – Reinhalt. Luft.* 2010, 70 (1-2) pp. 31–35
- [26] Isbasetta N., & Biscans B. Ultrafine aerosol emission from free fall of TiO₂ and SiO₂ nanopowders. *Kona.* 2007, 25 pp. 190–204

- [27] Maynard A.D. Experimental determination of ultrafine TiO₂ deagglomeration in a surrogate pulmonary surfactant: preliminary results. *Ann. Occup. Hyg.* 2002, 46 (S1) pp. 197–202
- [28] Baron P. A., Maynard A. D., Foley M. Evaluation of aerosol release during the handling of unrefined single walled carbon nanotube material. NIOSH DART-02-191, 2003
- [29] Lee S. B., Lee J. H., Bae G. N. Size response of an SMPS–APS system to commercial multi-walled carbon nanotubes. *J. Nanopart. Res.* 2010, 12 (2) pp. 501–512
- [30] Burdett G. J., Chung K. Y. K., Mark D., Armstrong L. A., Breum N. O. Development of a method for dustiness testing. EU contract SMT4-CT96-2074. HSE REPORT IR/L/MF/00/11, 1-96. 2000. Sheffield, UK, Health and Safety Laboratory
- [31] Calvert G., Ghadiri M., Tweedie R. Aerodynamic dispersion of cohesive powders: A review of understanding and technology. *Adv. Powder Technol.* 2009, 20 (1) pp. 4–16
- [32] Maynard A. D., Baron P. A., Foley M., Shvedova A. A., Kisin E. R., Castranova V. Exposure to carbon nanotube material: Aerosol release during the handling of unrefined single-walled carbon nanotube material. *J. Toxicol. Environ. Health A.* 2004, 67 pp. 87–107
- [33] Ogura I., Sakurai H., Gamo M. Dustiness testing of engineered nanomaterials. *J. Phys.: Conf. Ser.* 2009, 170 (1) p. 012003
- [34] Masuda H. Dry dispersion of fine particles in gaseous phase. *Adv. Powder Technol.* 2009, 20 (2) pp. 113–122
- [35] Plinke M. A. E., Leith D., Boudny M. G., Löffler F. Dust generation from handling powders in industry. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.* 1995, 56 (3) pp. 251–257
- [36] Evans D. E., Turkevich L. A., Roettgers C., Deye G. J., Baron P. A. Dustiness of nanomaterials. AAAR 30th Annual Conference, 2011, proceedings, paper 586
- [37] Nurkiewicz T. R., Porter D. W., Hubbs A. F., Cumpston J., Chen B. T., Frazer D. and Castranova, V. Nanoparticle inhalation augments particle-dependent systemic microvascular dysfunction. *Part. Fibre Toxicol.* 2008, 5 p. 1
- [38] McKinney W., Chen B. T., Frazer D. Computer controlled multi-walled carbon nanotube inhalation exposure system. *Inhal. Toxicol.* 2009, 21 (12) pp. 1053–1061
- [39] Chen B. T., Frazer D. G., Stone S., Schwegler-Berry D., Cumpston J., McKinney W. et al. Development of a small inhalation system for rodent exposure to fine and ultrafine titanium dioxide aerosols. *Proceedings of the 7th International Aerosol Conference 2006*, pp. 858-859
- [40] Stahlmecke B., Wagener S., Asbach C., Kaminski H., Fissan H., Kuhlbusch T. A. J. Investigation of airborne nanopowder agglomerate stability in an orifice under various differential pressure conditions. *J. Nanopart. Res.* 2009, 11 pp. 1625–1635
- [41] Kulkarni P., Baron P. A., Willeke K. *Aerosol measurement*. John Wiley, Hoboken, New Jersey, 2011
- [42] Oberdörster G., Maynard, A., Donaldson, K., Castranova, V., Fitzpatrick, J., Ausman, K., Carter, J., Karn, B., Kreyling, W., Lai, D., Olin, S., Monteiro-Riviere, N., Warheit, D., Yang, H. and a report from the ILSI Research Foundation/Risk Science Institute Nanomaterial Toxicity Screening Working Group. Principles for characterizing the

potential human health effects from exposure to nanomaterials: elements of a screening strategy. Part. *Fibre Toxicol.* 2005, 2 p. 8

- [43] ISO 27891, Aerosol particle number concentration — Calibration of condensation particle number counters²⁾
- [44] ISO 15900: 2009, Determination of particle size distribution — Differential electrical mobility analysis for aerosol particles
- [45] ISO 15901-1:2005, Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption — Part 1: Mercury porosimetry
- [46] ISO/TS 80004-4: 2011, Nanotechnologies — Vocabulary — Part 4: Nanostructured materials
- [47] ISO/TR 13121: 2011, Nanotechnologies — Nanomaterial risk evaluation
- [48] ISO/TR 22971: 2005, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results— Practical guidance for the use of ISO 5725-2:1994 in designing, implementing and statistically analysing interlaboratory repeatability and reproducibility results
- [49] ISO 14488: 2007, Particulate materials — Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties