



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۷۸۵

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

19785

1st.Edition

2015

فناوری نانو - نانوذرات
پودری شکل - مشخصه‌ها
و اندازه‌گیری‌ها

**Nanotechnology — Nanoparticles in
powder form — Characteristics and
measurements**

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 برای 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 سامانه 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
فناوری نانو – نانوذرات پودری شکل – مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌ها

رئیس:

میرکازمی، سید محمد
(دکترای تخصصی مهندسی مواد)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت

دبیر:

لسان، وحید
(دکترای تخصصی سم شناسی)

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی پور، الهه
(کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)

کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

افضل القوم، عالیه
(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

زایرزاده، احسان
(دکترای تخصصی سم شناسی)

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد

علوی، سید محمد امین
(دکترای تخصصی شیمی معدنی)

کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

مسروری، حسن
(دکترای تخصصی شیمی)

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد

نجم الدین، نجمه
(دکترای تخصصی مهندسی مواد)

کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

فهرست مندرجات

صفحه		عنوان
ب		آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج		کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه		پیش گفتار
و		مقدمه
۱	۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	۲	مراجع الزامی
۲	۳	اصطلاحات و تعاریف
۲	۱-۳	میکروسکوپی الکترونی عبوری (TEM)
۲	۲-۳	پراش پرتو ایکس (XRD)
۲	۳-۳	مساحت سطح ویژه
۳	۴-۳	قطر فرت
۳	۴	مشخصه‌های بنیادین با روش‌های اندازه‌گیری مربوطه
۴	۵	آماده‌سازی نمونه
۴	۶	روش‌های اندازه‌گیری
۵	۱-۶	ترکیب شیمیایی
۶	۲-۶	اندازه‌گیری مساحت سطح ویژه به روش BET
۷	۳-۶	اندازه‌گیری ساختار بلوری به روش XRD
۷	۴-۶	اندازه‌گیری میانگین اندازه بلورک به روش XRD (فرمول شرر)
۷	۵-۶	میانگین و انحراف معیار اندازه ذرات اولیه اندازه‌گیری شده به روش TEM
۷	۷	گزارش آزمون
۹		پیوست الف: کاربرد این استاندارد
۱۰		کتاب نامه

پیش‌گفتار

استاندارد "فناوی نانو - نانوذرات پودری شکل - مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌ها" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی ایران تهیه و تدوین شده و در بیست و دومین اجلاس کمیته ملی فناوری نانو مورخ ۱۳۹۴/۰۵/۲۸ 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 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 مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است :

ISO/TS 17200:2013, Nanotechnology - Nanoparticles in powder form - Characteristics and measurements

مقدمه

همانطور که معمولاً در همه انواع فناوری‌های مرتبط با توسعه مواد جدید و به‌ویژه در فناوری نانو دیده می‌شود، به اشتراک‌گذاری اطلاعات درباره مشخصه‌های مواد توسط فروشندگان و خریداران و گاهی اوقات توسط قانون-گذاران از اهمیت زیادی برخوردار بوده و با توسعه مواد با خصوصیات مناسب تسهیل می‌شود. به منظور تبادل اطلاعات به صورت کامل و جامع، لازم است که درباره توصیف مشخصه‌های مواد توافق حاصل شود.

با این حال، بسیاری از خصوصیات نانو مواد از طریق روش‌های اندازه‌گیری عمومی و تثبیت شده قابل تعیین نیستند. این موضوع می‌تواند به علت ناسازگاری نتایج تجربی باشد و در تجارت و انتقال فناوری اختلال ایجاد کند. به‌علاوه، اکتشاف سریع مواد جدید از طریق فناوری نانو باعث می‌شود که تعداد مشخصه‌های لازم به ذکر برای انتشار مناسب اطلاعات افزایش پیدا کند.

برای رفع این نیاز، یک آرایش نظام‌مند از مشخصه‌های کاربردی مختلف بطور اختصاصی برای هر نانو شیء ایجاد شده است؛ این عمل از طریق شناسایی فهرستی از مشخصه‌های بنیادین مورد استفاده متداول در این زمینه‌ها و ارائه مشخصه‌های فنی مناسب برای فهرست مذکور انجام شده است (همانطور که در استانداردهای ISO/TS 11937 و ISO/TS 11931 مشاهده می‌شود).

با اجرای یک فرایند دیگر در ISO/TS 12805، فهرستی از مشخصه‌ها ارائه شد که برای تعیین نانو اشیاء مفید برای گروه وسیع‌تری از استفاده‌کنندگان از اطلاعات مربوط به نانو اشیاء به‌کار برده می‌شد.

به منظور افزایش دستاوردهای حاصل از تلاش‌های مذکور، اعضای ISO/TC 229 درباره تکوین نظام‌مند یک استاندارد ISO برای تعریف فهرستی از مشخصه‌های بنیادین پر کاربرد برای گستره وسیعی از نانو اشیاء با یکدیگر به مباحثه و طرح‌ریزی موضوع پرداخته‌اند. هدف از ارائه این استاندارد، تعریف فهرست مشخصه‌های بنیادین در سطح جهانی برای نانوذرات پودری شکل بوده که گستره بسیار وسیعی از نانو اشیاء را تحت پوشش قرار می‌دهد.

برای ایجاد توافق نظر بین فروشندگان، خریداران و قانون‌گذاران، این استاندارد از ترکیب شیمیایی، ساختار بلوری، اندازه ذرات و مساحت سطح به عنوان معیارهای اساسی برای شناسایی نانو اشیاء از دیدگاه شیمیایی، فیزیکی و سطحی (که استفاده‌کنندگان از نانو اشیاء بسیار به آن علاقمند می‌باشند) استفاده می‌کند. با این حال، از آنجا که روش‌های اندازه‌گیری مورد استفاده برای تعیین مشخصه‌های نانو اشیاء اغلب بر پایه فرض‌های مختلف آرمان‌گرایانه بنا نهاده شده است ممکن است فرایندهای اندازه‌گیری مورد استفاده در تعیین مشخصه‌های نانو اشیاء دارای نام یکسان، برابری نتایج اندازه‌گیری شده را تضمین نکنند. بنابراین می‌توان با اتخاذ روش‌های اندازه‌گیری شناخته شده که نتایج قابل اطمینانی را در اختیار قرار می‌دهند، این مشکل را برطرف کرد. روش‌های اندازه‌گیری اتخاذ شده در این استاندارد، در حیطه صنعت کاملاً شناخته شده هستند.

دستگاه‌های مورد استفاده در اندازه‌گیری و نرم‌افزارهای پردازش داده کاملاً تکوین یافته بوده و چنانچه تحت یک سامانه کیفی معتبر به کار گرفته شوند، نتایج قابل اطمینانی را در اختیار قرار می‌دهند.

در این استاندارد، تشریح روش‌های اندازه‌گیری تنها شامل ارائه تذکرات تکمیلی مهم می‌باشد. در رابطه با اطلاعات پایه درباره به کارگیری روش‌ها، فرض بر این است که دستورالعمل‌های نحوه به کارگیری دستگاه همراه با هر دستگاه ارائه شده‌اند، نرم افزار مناسب پردازش داده در دسترس قرار دارد و اینکه فرد تحلیل‌گر¹ از مهارت-های فنی لازم برخوردار است. این روش‌ها شامل موقعیت‌هایی می‌باشند که در آنها قرارداد فرعی اجرای فرایندها با آزمایشگاه‌های مستقل بسته شده است. از آنجا که اندازه‌های کمی مربوط به مشخصه‌ها به اهداف خاص در بین مصرف‌کنندگان بستگی دارند، این اندازه‌ها در استاندارد حاضر شرح داده نشده‌اند. این اندازه‌ها تابع برقراری توافق مابین استفاده‌کنندگان از این استاندارد یعنی فروشندگان، خریداران و قانون‌گذاران نانوذرات پودری شکل است.

فناوری نانو حیطه‌ای است که به سرعت در حال رشد و تکامل است. کاربران این استاندارد باید همواره با محیط قانون‌گذاری و جدیدترین پیشرفت‌ها در زمینه سلامت انسان و محیط‌زیست و ایمنی مرتبط با فناوری نانو آشنایی داشته باشند.

چنانچه فروشنده یا خریدار بخواهد خطرات زیست‌محیطی، ایمنی یا بهداشتی یک ماده را مورد ارزیابی قرار دهد، می‌تواند برای کسب راهنمایی‌های بیشتر به استاندارد ISO / TR 12885: 2008 مراجعه کند.

¹ Analyzer

فناوری نانو- نانوذرات پودری شکل - مشخصه‌ها و اندازه‌گیری‌ها

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین فهرستی از مشخصه‌های بنیادین است که به طور متداول برای نانوذرات پودری شکل ارائه می‌شود. در این استاندارد، برای هر یک از این مشخصه‌ها روش‌های اندازه‌گیری معینی مشخص شده‌اند. در این استاندارد معیارهای کمی قابل قبول برای مشخصه‌های موردنظر معین نشده‌اند، زیرا این معیار تابع برقراری توافق بین فروشندگان، خریداران و قانون‌گذاران می‌باشند.

این استاندارد در مورد مشخصه‌هایی که بطور خاص مربوط به مسائل بهداشتی، ایمنی و زیست‌محیطی هستند و همچنین در مورد مشخصه‌های مربوط به کاربردهای خاص نانوذرات پودری شکل کاربرد ندارد.

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 موردنظر 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 مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ تجزیه و تحلیل اندازه ذره، روش‌های تجزیه و تحلیل تصویری قسمت ۲، روش‌های تجزیه و تحلیل تصویری دینامیک، استاندارد ملی شماره ۱۰۰۹۹-۲

۲-۲ مواد ذره ای- نمونه برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص، استاندارد ملی شماره ۱۲۹۲۲

۳-۲ فناوری نانو- واژه‌ها، اصطلاحات و تعاریف اصلی، استاندارد ملی شماره ۱۲۰۹۸

۴-۲ موضوع: سرامیک‌های ظریف (سرامیک‌های پیشرفته - سرامیک‌های صنعتی پیشرفته) مساحت سطحی ویژه پودرهای سرامیکی به وسیله جذب گاز با استفاده از روش - BET روش آزمون، استاندارد ملی شماره ۱۲۶۵۸

5-2 ISO 9277:2010, Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption — BET method

6-2 EN 13925-1:2003, Non-destructive testing — X-ray diffraction from polycrystallite and amorphous materials— Part 1: General principles

7-2 JIS K 0131:1996, General rules for X-ray diffractometric analysis

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ISO/TS 27687 تعاریف و اصطلاحات زیر نیز کاربرد دارند:

۱-۳

میکروسکوپی الکترونی عبوری^۱ (TEM)

دستگاهی است که الگوهای پراش یافته یا تصاویر بزرگ‌نمایی شده از نمونه را با استفاده از پرتو الکترونی عبوری یا برهم‌کنش داده با نمونه تولید می‌کند

۲-۳

پراش پرتو ایکس^۲ (XRD)

روشی است که در آن از طریق مشاهده الگوی حاصل از پراش پرتوی ایکس به وسیله نمونه، اطلاعات بلورشناسی و هندسی درباره آن نمونه بدست می‌آیند.

۳-۳

مساحت سطح ویژه^۳

مساحت سطح مطلق نمونه تقسیم بر جرم نمونه است.

یادآوری- در این استاندارد، مساحت سطح مطلق از طریق اندازه‌گیری مقدار گاز جذب شده فیزیکی با استفاده از روش BET تخمین زده می‌شود. [۱۴]

1- Transmission electron microscopy

2- X-ray diffraction

3- Specific surface area

قطر فرت^۱

فاصله بین دو خط مماس موازی در دو سمت مقابل هم بر روی تصویر ذره است.

۴ مشخصه‌های بنیادین با روش های اندازه‌گیری مربوطه

مشخصه‌های بنیادین نانوذرات پودری شکل به همراه واحد اندازه‌گیری و روش اندازه‌گیری برای هر یک از مشخصه‌ها، در جدول ۱ فهرست شده‌اند. این مشخصه‌ها باید با استفاده از روش های اندازه‌گیری تعیین شده اندازه‌گیری شوند و نتایج حاصل نیز مطابق قسمت هفتم (گزارش آزمون) گزارش شوند.

مشخصه‌های ۱، ۲، ۳ و ۴ باید در نانوذرات بلوری پودری شکل اندازه‌گیری شوند.

مشخصه‌های ۱، ۲ و ۵ باید در نانوذرات غیربلوری پودری شکل اندازه‌گیری شوند.

یادآوری - در صورت لزوم، می‌توان ویژگی ۵ را در نانوذرات بلوری پودری شکل نیز اندازه‌گیری نمود.

جدول شماره ۱- ویژگی های اساسی با واحد ها و روش های اندازه گیری مربوطه

روش اندازه گیری	واحد	مشخصه‌ها
آنالیزی که نتایج قابل ردیابی اندازه شناسی ^۲ را فراهم کند	۱ یا g/g	(۱) ترکیب شیمیایی
BET ^۳	m ² /g	(۲) مساحت سطح ویژه
XRD	۱ یا mol/mol	(۳) ترکیب ساختار بلوری
XRD(فرمول شرر)	nm	(۴) اندازه متوسط بلورک
TEM	nm	(۵) میانگین و انحراف معیار اندازه های ذرات اولیه

1- Feret diameter

2- Metrologic

3- Brunauer-Emmett-Teller

نمونه مورد استفاده برای اندازه‌گیری باید به‌گونه‌ای انتخاب شود که نماینده جمعیت کل^۱ نانوذرات پودری شکل باشد. فرایند نمونه‌برداری و تقسیم^۲ نمونه، مطابق با استاندارد ملی ۱۲۹۲۲ انجام می‌شود. همه تأثیرات ناشی از فرآیند نمونه‌برداری بر روی مشخصه‌های اندازه‌گیری شده نانوذرات، باید تخمین زده شوند. در مورد اینگونه تأثیرات، باید تصحیح‌های لازم اعمال گردند و یا اینکه مولفه‌های عدم قطعیت مناسب به کار برده شوند. برای مثال، تنش مکانیکی ممکن است باعث شکست انبوهه^۳ها و یا کلوخه^۴ها شود و به این ترتیب نتایج اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات را تغییر دهد. اینگونه تنش همچنین می‌تواند سبب کرنش بلور شود و در نتیجه انحراف‌هایی را در اندازه‌گیری میانگین اندازه بلوری در روش XRD (فرمول شرر) ایجاد کند.

یادآوری ۱- برای کسب اطلاعات عمومی بیشتر درباره فرایندهای نمونه برداری، به استاندارد ملی ۶۶۶۵ رجوع کنید.

یادآوری ۲- برخی از روش‌های اندازه‌گیری و همچنین فرآیند آماده‌سازی نمونه و فرایندهای پیش‌فراوری ممکن است مشخصه‌هایی غیر از مشخصه‌های اندازه‌گیری‌شونده به وسیله روش‌های مذکور را به شدت تحت تأثیر قرار دهند.

بنابراین، در هنگام طراحی فرایندهای آزمون باید بسیار دقت نمود. برای مثال، فرآیندهای پخش شدن نانوذرات که قبل از آنالیز TEM انجام می‌شوند، می‌توانند اندازه‌گیری مساحت سطح ویژه را بطور قابل توجه تحت تأثیر قرار دهند. از سوی دیگر، نمونه‌های تهیه شده برای برخی روش‌های آزمون، در سایر روش‌های مشابه نیز قابل استفاده است. به‌عنوان مثال، نمونه تهیه شده برای اندازه‌گیری ساختار بلوری به وسیله روش XRD، در اندازه‌گیری میانگین اندازه بلوری به کمک روش XRD (فرمول شرر) نیز قابل استفاده است (بدون توجه به تأثیرات ناچیز ناشی از فرایند آماده‌سازی نمونه).

پیشنهاد می‌شود نحوه کار با نمونه و نگهداری آن با دستورالعمل ارائه شده توسط تامین‌کنندگان مطابقت داشته باشد. آزمایشگاه انجام‌دهنده آزمون باید درباره شرایط بهینه آماده‌سازی نمونه‌ها و انجام عملیات بر روی آن‌ها با تامین‌کننده مشورت کند.

۶ روش‌های اندازه‌گیری

در مورد نانوذرات اصلاح‌شده سطحی، شامل نانوذرات دارای پوشش سطحی اصلاح شده، و همینطور نانوذرات دارای انبوهه‌ها و یا کلوخه‌های اصلاح‌شده، ممکن است با انجام اینگونه اصلاحات انحراف قابل ملاحظه‌ای در

1 -Parent population

2 -Splitting

3- Aggregate

4- Agglomerate

مشخصه‌های نمونه نسبت به مشخصه‌های نانوذرات اصلی ایجاد شود. بنابراین، این مطلب باید به وضوح بیان شود که آیا مشخصه‌های گزارش شده مربوط به نانوذرات اصلی یا نانوذرات اصلاح شده هستند.

اندازه‌گیری‌ها باید تحت یک سامانه کیفی شناخته شده انجام شوند؛ صرفنظر از اینکه آیا آزمایشگاه انجام دهنده آزمون درون‌سازمانی بوده و یا مربوط به یک شخص سوم مستقل است.

۱-۶ ترکیب شیمیایی

بسته به نوع ماده شیمیایی موردنظر، یک یا چند روش تجزیه ای مناسب (که از فهرست زیر انتخاب می‌شوند) باید برای اندازه‌گیری ترکیب شیمیایی به کار برده شوند و همراه با آن، فرایندهای پیش‌فراوری و کنترل کیفی لازم نیز اجرا گردند تا بدین طریق قابلیت ردیابی اندازه‌شناسی حفظ شود. روشهای تجزیه‌ای شامل موارد زیر می‌باشند:

- تیتراسنجی
- وزن سنجی
- طیف سنجی فلوئورسانس پرتو ایکس^۱ (XRF)
- پلاسمای جفت شده القایی - طیف‌سنجی جرمی^۲ (ICP - MS)
- پلاسمای جفت شده القایی - طیف‌سنجی نشر نوری^۳ (ICP - OES)
- کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا^۴ (HPLC)
- کروماتوگرافی گازی طیف‌سنجی جرمی^۵ (GCMS)
- رزونانس مغناطیسی هسته‌ای^۶ (NMR)

1 - X-ray fluorescence

2 - Inductively Coupled Plasma Mass Spectroscopy

3- Inductively coupled plasma-optical emission spectrometry

4 - High performance liquid chromatography

5 - Gas chromatography-mass spectrometry

6 - Nuclear magnetic resonance spectroscopy

- طیف‌سنجی جذب اتمی^۱ (AAS)
- طیف‌بینی فوتوالکترونی پرتو ایکس^۲ (XPS)
- طیف‌بینی فروسرخ تبدیل فوریه^۳ (FTIR)
- طیف‌بینی فروسرخ- بازتاب کل تضعیف‌شده^۴ (ATR – IR)
- طیف‌بینی فروسرخ تبدیل فوریه- بازتاب کل تضعیف‌شده^۵ (ATR – FTIR)
- طیف‌سنجی جرمی یون ثانویه^۶ (SIMS)

مواد مرجع تأیید شده مناسب، در صورت در دسترس بودن، باید برای انجام آزمون کالیبراسیون و مهارت مورد استفاده قرار بگیرند. مواد مرجع پودری نیز، در صورت در دسترس بودن، باید برای اعتبارسنجی روش اندازه‌گیری به کار برده شوند.

نمونه‌هایی از کاربردهای انتخابی را می‌توان در استاندارد ISO 3262-6: 1998 (برای کربنات‌های کلسیم) و در استاندارد ملی شماره ۷۴۸۴ (برای تیتانیم دی اکسید) مشاهده نمود.

۲-۶ اندازه‌گیری مساحت سطح ویژه به روش BET

روش اندازه‌گیری ISO 9277:201، برای اندازه‌گیری مساحت سطح ویژه بکار می‌رود. در استاندارد ملی ۱۲۶۵۸ برخی اطلاعات دقیق و سودمند درباره مواد خاص ارائه شده است. دستگاه‌های اندازه‌گیری مربوط به روش BET بصورت تجاری در دسترس قرار دارند.

قابلیت ردیابی اندازه‌شناسی باید حفظ شود. مواد مرجع مورد استفاده در فرآیند اجرای روش BET برای نانوذرات پودری شکل، در دسترس قرار دارند.

1 - Atomic absorption spectroscopy
 2- X-ray photoelectron spectroscopy
 3- Fourier transform infrared spectroscopy
 4- Attenuated total reflectance-infrared spectroscopy
 5 Attenuated total reflectance-Fourier transform infrared spectroscopy
 6- Secondary ion mass spectrometry

۳-۶ اندازه‌گیری ساختار بلوری به روش XRD

روش‌های اندازه‌گیری شرح داده شده در استانداردهای بین‌المللی EN 13925-1: 2003 , JISK0131: 1996 برای تعیین ساختار بلوری به کار می‌روند. دستگاه‌های اندازه‌گیری پراش پرتو ایکس (پراش سنج‌های پرتو ایکس) به همراه نرم افزار آنالیز داده به صورت تجاری در دسترس قرار دارند.

به منظور تعیین طول موج پرتوهای ایکس مشخصه، باید به یک پایگاه داده قابل اطمینان رجوع نمود. برای تعیین مقدار مرجع مربوط به فاصله شبکه نیز باید به یک پایگاه داده قابل اطمینان و یا به گواهی‌نامه‌های مواد مرجع پودری مورد استفاده رجوع کرد.

۴-۶ اندازه‌گیری میانگین اندازه بلورک به روش XRD (فرمول شرر)

روش‌های اندازه‌گیری شرح داده شده در استانداردهای بین‌المللی EN 13925-1:2003 , JISK0131: 1996 برای اندازه‌گیری میانگین اندازه بلورک به کار می‌روند. پراش سنج‌های پرتو ایکس به همراه نرم افزار آنالیز داده، بصورت تجاری در دسترس قرار دارند. طریقه اجرای روش فرمول شرر مطابق با روش اندازه‌گیری ساختار بلوری است، زیرا نوع نمونه و ابزار در این دو روش یکسان می‌باشد.

۵-۶ میانگین و انحراف معیار اندازه ذرات اولیه اندازه‌گیری شده به روش TEM

روش TEM باید با استفاده از دستگاه‌های اندازه‌گیری در دسترس تجاری اجرا شود. مراجع استاندارد ملی شماره ۱۲۹۲۲، استاندارد ملی شماره ۱۰۱۰۰ و استاندارد ملی شماره ۶۶۶۵ برای آماده‌سازی نمونه و استاندارد ملی شماره ۱۰۰۹۹-۲ یا معادل آن برای پردازش تصویر به کار برده می‌شوند. ذرات اولیه باید از طریق پردازش تصویر شناسایی شوند.

اندازه این ذرات باید بصورت قطر کروی برابر و یا بصورت یک قطر فرت یا ترکیبی از قطرهای فرت نانوذرات در تصویر TEM تخمین زده شود. میانگین اندازه ذرات اولیه و انحراف از معیار آن باید براساس توزیع قطرهای انتخابی بدست آمده از نمونه محاسبه شود.

کالیبراسیون مقیاس تصویر TEM باید با استفاده از مواد مرجع نانومقیاس و یا یک پایگاه داده حاوی ابعاد شناخته شده، مانند فاصله‌های شبکه یا مواد از دید TEM، انجام شود

۷ گزارش آزمون:

گزارش آزمون باید در بردارنده اطلاعات زیر باشد:

موارد ذکر شده برای گزارش آزمون در این بخش باید دقیقاً رعایت شوند و سایر شرایط بیان شده در مراجع اصلی باید نادیده گرفته شوند.

الف- تمام جزییاتی که عموماً برای شناسایی محصول آزمایش شده لازم و ضروری هستند (مثل نام محصول، نام شیمیایی)

ب- یک مرجع برای این استاندارد (یعنی ISO/TS 172000)

پ- روش‌های اندازه‌گیری به کار رفته برای اندازه‌گیری مشخصه‌های مواد

ت- در مورد مشخصه‌های ۱، ۲، ۳ و ۴، نتایج اندازه‌گیری‌ها (تعداد نمونه‌های اندازه‌گیری شده، میانگین‌ها و انحراف از معیار)

ث- در مورد مشخصه ۵، نتایج اندازه‌گیری (تعداد ذرات اندازه‌گیری شده، میانگین و انحراف استاندارد اندازه ذرات اولیه)

ج- هرگونه انحراف از روش‌های اندازه‌گیری

چ- رابطه بین نمونه بکار رفته در اندازه‌گیری‌ها و محصول آزمایش شده که مشخصه‌ها به آن نسبت داده شده است

ح- تاریخ آزمون، نام آزمایشگاه انجام دهنده آزمون و ذکر نوع سامانه کیفی آزمایشگاه مربوطه

خ- عدم قطعیت (به ویژه اگر به دلیل توافق بین فروشندگان، خریداران و قانون گذاران به آن نیاز باشد)

د- هرگونه اطلاعات خاص دیگر که قابل اطمینان بودن نتایج اندازه‌گیری را تأیید کند (برای مثال، شواهد عینی دال بر کیفیت بالای اندازه‌گیری‌های انجام شده توسط آزمایشگاه مربوطه، مانند نتایج آزمون مهارت، تجربه‌ها و یا گواهینامه‌های اعتباری)

پیوست الف

(اطلاعاتی)

کاربرد این استاندارد

این استاندارد، برای نانوذرات پودری شکل زیر به کار برده می‌شود:

- اکسیدهای فلزی (برای مثال Al_2O_3 , Bi_2O_3 , CeO_2 , CoO , CuO , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , Ho_2O_3 , InO , TiO_2 , ZnO , ZrO_2 , SnO_2 , Mn_3O_4 , Y_2O_3 , SiO_2)
- کربنات‌ها مثل CaCO_3
- کاربیدها مثل SiC , TiC
- نیتrideها مثل Si_3N_4
- مواد کربنی (برای مثال، فولرن‌ها، مشتقات فولرن، کربن سیاه)
- پلیمرها مثل پلی استایرن

کتاب نامه

[1] ISO 591-1:2000, Titanium dioxide pigments for paints — Part 1: Specifications and methods of test

[2] ISO 2859, Sampling procedures for inspection by attributes

[3] ISO 3262-6, Extenders for paints — Specifications and methods of test — Part 6: Precipitated

calcium carbonate

[4] ISO/TS 11931, Nanotechnologies — Nanoscale calcium carbonate in powder form — Characteristics

and measurement

[5] ISO/TC 11937, Nanotechnologies — Nanoscale titanium dioxide in powder form — Characteristics

and measurement

[6] ISO/TS 12805, Nanotechnologies — Materials specifications — Guidance on specifying nano-objects

[7] ISO/TR 12885:2008, Nanotechnologies — Health and safety practices in occupational settings

relevant to nanotechnologies

[8] ISO 18757:2003, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination

of specific surface area of ceramic powders by gas adsorption using the BET method

[9] ISO 29301:2010, Microbeam analysis — Analytical transmission electron microscopy — Methods

for calibrating image magnification by using reference materials having periodic structures

[10] EN 13925-1:2003, Non-destructive testing — X-ray diffraction from polycrystallite and amorphous

materials— Part 1:General principles

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

[12] ۱۰۱۰۰ شماره ملی استاندارد, Sample preparation —Dispersing procedures for powders in liquids

[13] ISO/TR 27628:2007, Workplace atmospheres — Ultrafine, nanoparticle and nano-structured

aerosols— Inhalation exposure characterization and assessment

[14] Brunauer S., Emmett P.H., Teller E.J. Am. Chem. Soc. 1938, 60 p. 309 Adsorption of gases in

multimolecular layers