



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۹۷۵۸-۳-۲
چاپ اول
۱۳۹۶

INSO
19758-3-2
1ST Edition
2018

Identical with
IEC/TS 62607-3-
2:2017

فناوری نانو - نانوساخت -
مشخصه‌های کنترلی کلیدی
قسمت ۳-۲: نانوذرات نورتاب -
تعیین جرم پراکنه نقطه کوانتومی

**Nanotechnologies-
Nanomanufacturing - Key control
characteristics –
Part 3-2: Luminescent nanoparticles-
Determination of mass of quantum dot
dispersion**

ICS: 07.120

استاندارد ملی ایران شماره ۲-۳-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۳۹۶

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« فناوری نانو - نانوساخت - مشخصه‌های کنترلی کلیدی - قسمت ۳-۲: نانو ذرات نورتاب - تعیین جرم پراکنه نقطه کوانتومی »

رئیس:

میرکاظمی، سید محمد
(دکتری مهندسی مواد و متالورژی)

دبیر:

دباغ کاشانی، فاطمه
(دکتری فیزیک)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی پور، الهه
(کارشناس ارشد زیست شناسی)

کارشناس کمیته استاندارد و ایمنی ستاد فناوری

پوی پوی، حسن
(کارشناس ارشد شیمی)

دبیر کمیته فنی متناظر فناوری نانو

تاج آبادی، مریم
(دکتری بیومواد)

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

گل زردی، سمیرا
(کارشناسی ارشد نانومواد)

کارشناس کمیته استاندارد و ایمنی ستاد فناوری

محمدی، محمدرضا
(دکتری مهندسی مواد و متالورژی)

عضو هیئت علمی دانشگاه صنعتی شریف

میرزاجانی، فاطمه
(دکتری فیتوشیمی)

عضو هیئت علمی دانشگاه شهید بهشتی

ویراستار:

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ دستگاه
۲	۵ آماده‌سازی نمونه
۳	۶ روش کار
۳	۱-۶ کلیات
۳	۲-۶ گرمایش
۳	۳-۶ غلظت جرمی نمونه‌های افزوده
۴	۴-۶ خطاهای دستگاهی بالقوه
۴	۱-۴-۶ الکتروسیسته ساکن
۴	۲-۴-۶ جوشش ناگهانی
۴	۷ نتایج و محاسبات
۴	۱-۷ غلظت و جرم نقاط کوانتومی
۵	۲-۷ غلظت جرمی از جذب نسبی
۵	۸ عدم قطعیت اندازه‌گیری
۵	۹ گزارش آزمون
۷	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) مثالی از تعیین جرم پراکنه نقطه کوانتومی
۸	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) تعیین غلظت جرمی نمونه‌های افزوده
۹	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد « فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه‌های کنترلی کلیدی- قسمت ۳-۲: نانو ذرات نورتاب- تعیین جرم پراکنه نقطه کوانتومی» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در پنجاه و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۹/۱۲/۹۶ تصویب شد. اینک این استاندارد 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.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای مزبور است:

IEC/TS 62607-3-2:2017, Nanomanufacturing- Key control characteristics -Part 3-2:
Luminescent nanoparticles- Determination of mass of quantum dot dispersion

مقدمه

نقاط کوانتومی^۱ بلورهایی از مواد نیم‌رسانا هستند که به‌طور نمونه، در یک بعد مشخص، بین ۲ nm تا ۱۵ nm نانومتر اندازه‌گیری می‌شوند، ولی به این بازه محدود نمی‌شوند و می‌توانند ویژگی‌های مطلوب جذب و گسیل را بروز دهند. نقاط کوانتومی می‌توانند به روش‌های مختلفی سنتز شوند که روش کلوئیدی متداول‌ترین آن‌ها است. از طریق این روش، برای حفظ پایداری کلوئیدی، نقاط کوانتومی در حضور لیگاندهای تثبیت‌کننده سنتز می‌شوند. این لیگاندها می‌توانند پس از مراحل خالص‌سازی، باقی مانده و جزء مهمی از قابلیت پراکنش و پایداری نقطه کوانتومی باشند و در نتیجه می‌توانند خواص نوری را تحت تاثیر قرار دهند. اغلب نمونه‌های نقاط کوانتومی به جای پودر خشک به‌صورت یک پراکنه پایدار تولید می‌شوند. روش تعیین شده در این استاندارد، ابزاری برای تعیین جرم نقطه‌های کوانتومی در حالت پراکنه را ارائه می‌کند.

علاوه بر ماده نیم‌رسانا و لیگاندهای تثبیت‌کننده بسیار پایدار، پراکنه نقطه کوانتومی به‌طور بالقوه می‌تواند شامل پیش‌ماده‌های^۲ واکنش نکرده، محصولات جانبی پیش‌سازها و لیگاندهای آزاد باشد. با توجه به دشواری حذف و تعیین مقدار این ناخالصی‌ها، برای اندازه‌گیری جرم نقاط کوانتومی، جرم خشک کافی نیست. به جای آن، برای این کار روشی انتخاب شده است که ناخالصی‌ها را حذف یا تجزیه خواهد کرد، درحالی‌که مواد نیم‌رسانا را دست‌نخورده نگه می‌دارد.

یک روش برای تبخیر یا تجزیه این ناخالصی‌ها و لیگاندهای سطح‌فعال، گرمایش نمونه نقطه کوانتومی تا دماهای بالا (۶۵۰ °C) است. گرمایش نمونه‌های نقاط کوانتومی تا چنین دماهای بالایی معمولاً برای این نمونه‌ها مخرب است، بنابراین این آنالیز باید بر روی بخش کوچکی از ماده که نماینده کل نمونه است، انجام شود.

آنالیز گرماوزن‌سنجی^۳ (TGA) یک ابزار دقیق برای اندازه‌گیری دقیق کاهش جرم یک مقدار کم از نمونه (۱۰ mg تا ۵۰ mg) است، هنگامی که نمونه تحت محیط O₂ یا N₂ تا دماهای بالا حرارت داده می‌شود. روش کار کلی مبتنی بر اضافه کردن مقداری ماده پراکنه به کفه گرماوزن‌سنج، حذف حلال پراکنش و گرم کردن کفه تا دمای ۶۵۰ °C در روش TGA است. جرم باقی‌مانده اغلب حاوی مواد غیرآلی ماده نقطه کوانتومی است. در مقایسه با دیگر ابزارهای اندازه‌گیری از قبیل طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت‌شده القائی، روش TGA روشی آسان و در دسترس بوده و اندازه‌گیری مستقیم جرم مواد غیرآلی مخلوط نقطه کوانتومی را نیز می‌توان از این طریق انجام داد.

موارد زیر، خطاهای بالقوه روش مبتنی بر TGA هستند:

1 - quantum dot (QD)

2 - precursor

3 - thermogravimetric analysis (TGA)

- الف - ممکن است در محیط N_2 ، ناخالصی‌ها به جای تبخیر، تجزیه شده و به گرافیت و یا یک محصول غیرفرار دیگر تبدیل شوند. نتیجه این فرایند، اندازه‌گیری جرمی بیشتر از جرم واقعی ماده نیم‌رسانا خواهد بود؛ درحالی‌که حرارت دادن پیش‌ماده‌های آلی تا دمای $650^\circ C$ معمولاً منجر به کمترین مقدار جرم باقی‌مانده (یعنی کمتر از ۲ درصد جرم اولیه نمونه) می‌شود.
- ب - در محیط O_2 ، گرمایش نمونه‌ها می‌تواند منجر به اندازه‌گیری جرم افزوده‌شده ناشی از اکسایش انواع فلزات و گونه‌های کالکوژنید شود. برای جلوگیری از این عارضه، نمونه‌ها تحت محیط N_2 گرم می‌شوند.
- پ - ناخالصی‌های غیرآلی می‌توانند در حین گرمایش از خود یک جرم پسماند به‌جای گذارند. این ناخالصی‌ها (از قبیل نمک‌های کربوکسیلات، نمک‌های فسفات) به‌طور معمول در حلال‌های پراکنش رایج (هگزان‌ها و تولوئن) محلول نیستند و انتظار می‌رود، در صورت استفاده از یک محلول مناسب، غلظت این ناخالصی‌ها در محلول پراکنش کم باشد، مگر آنکه با ماده نقطه کوانتومی حل شوند. اگر یک حلال برای ناخالصی‌های بالقوه در فرآیند پراکنش استفاده شود، ممکن است برای تعیین سطح ناخالصی‌های غیرآلی انجام آنالیز اضافی موردنیاز باشد. به‌منظور رعایت موارد ایمنی، این روش نباید برای محلول‌های حاوی نمک‌های پرکلرات استفاده شود؛ زیرا ممکن است منجر به انفجار شود.
- ت - ممکن است تحت این شرایط لیگندهای سطحی بسیار پایدار به‌طور کامل تجزیه نشوند. این امکان وجود دارد که لیگندهای سطحی به جای تبخیر تبدیل به گرافیت شوند. در این حالت، جرم لیگاند باقی‌مانده باید در محاسبات جرم گنجانده شود.
- ث - ممکن است بسته به نوع ترکیب شیمیایی و یا شرایط گرمایش، فلزات خاص یا عناصر گروه اصلی از نمونه نقطه کوانتومی تبخیر شوند. تحت آن شرایط، تغییری در دمای بیشینه ایجاد می‌شود. این روش‌ها برای پراکنه‌های نقطه کوانتومی حاوی $CdSe$, CdS , ZnS , InP , $InAs$, PbS و مخلوط‌های آن‌ها به خوبی جواب می‌دهد.
- این استاندارد یک روش قابل‌اعتماد را برای تعیین جرم یک کلئید پراکنه نقطه کوانتومی پس از حذف یا تجزیه ناخالصی‌ها ارائه می‌کند، همچنین، خطاهای بالقوه‌ای را که ممکن است در غیر این روش با آن‌ها مواجه شد، نیز کمینه می‌سازد.

فناوری نانو- نانساخت- مشخصه‌های کنترلی کلیدی

قسمت ۳-۲: نانو ذرات نورتاب- تعیین جرم پراکنه نقطه کوانتومی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای تعیین جرم یک نمونه از پراکنه نقطه کوانتومی پس از حذف ناخالصی‌ها و لیگاندهای سطح‌فعال^۱ از طریق گرمایش در دماهای بالا است.

۲ مراجع الزامی

هیچ مرجع الزامی در این استاندارد وجود ندارد.

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

بخش

portion

پراکنه نقطه کوانتومی: مقدار کمی از نمونه آنالیز شده که نماینده غلظت نمونه است.

۲-۳

حلال پراکنش

dispersing solvent

حلالی که برای پراکنده کردن نقاط کوانتومی استفاده می‌شود.

یادآوری ۱ - درحالت ایده‌آل، حلال پراکنش باید نقطه جوشی بین 60°C تا 120°C داشته باشد.

یادآوری ۲- حلال‌های معمول شامل تولوئن^۲ و هگزان^۳ هستند.

1-surfactant ligands
2-toluene
3-hexane

۴ دستگاه

دستگاه باید شامل اجزاء زیر باشد:

- صفحه داغ، تفنگ گرمایی یا دیگر دستگاه گرمایشی برای حذف حلال پراکنش؛
- خط خلاء^۱ و یک محفظه شامل کفه TGA برای حذف حلال پراکنش؛
- شارش گاز برای حذف حلال پراکنش؛
- خط فشار ملایم ($3/45 \text{ kPa} <$ معمولاً) برای شارش یک گاز بی اثر (برای مثال، N_2 ، Ar و He) بر روی سطح حلال پراکنش. شارش کافی گاز شارشی است که حلال را تبخیر کند، ولی نباید آنقدر زیاد باشد که منجر به خروج نمونه از کفه و در نتیجه اندازه گیری نامعتبر شود؛
- دستگاه آنالیز گرموزن سنجی برای انجام آنالیز گرموزن سنجی معتبر؛
- کفه TGA، معمولاً یک ظرف کوچک سازگار با محدوده های دمایی و طراحی دستگاهی که در آنالیز گرموزن سنجی استفاده می شود؛
- سرنگ یا پیپت کالیبره شده (واسنجیده شده).

۵ آماده سازی نمونه

کفه TGA قیراندود^۲ می شود. بخش کوچکی از پراکنه نقطه کوانتومی کل به داخل سرنگ کالیبره شده یا پیپت کشیده می شود به صورتی که حجم آن بتواند به طور دقیق تعیین شود. حجم کل آن بخش ثبت می شود. حجم بخش مورد استفاده باید منجر به جرم خشک شود به صورتی که در محدوده عملکرد دستگاه TGA قرار گیرد. مقدار کمی از پراکنه به کفه افزوده می شود. این مقدار وابسته به اندازه کفه TGA است. حلال پراکنش با استفاده از گرمایش، خلاء یا شارش گاز بی اثر تبخیر می شود. مقدار اضافه ای از پراکنه به کفه افزوده می شود و حلال پراکنش تبخیر می شود. این فرایند تا زمان افزودن کل بخش پراکنه به کفه و حذف همه حلال پراکنش، تکرار می شود.

پراکنه نقطه کوانتومی باید خالص شده باشد و هر پیش ماده واکنش نکرده همچون Cd و Se باید قبل از نمونه برداری TGA حذف شود. هیچ جرم نقطه کوانتومی نباید هنگام پر کردن کفه یا حذف حلال سر ریز شود.

1 - vacuum line

2 - tarred

۶ روش کار

۱-۶ کلیات

کفه با نمونه‌ای که طبق روش بالا آماده شده‌است، در درون دستگاه قرار می‌گیرد. اندازه‌گیری در (۶-۲) باید تحت شارش N_2 انجام شود. شارش نیتروژن باید با استفاده از نیتروژن با خلوص بسیار بالا، پاک‌سازی مناسب خطوط و لوله‌کشی مناسب، عاری از رطوبت و اکسیژن شود.

۲-۶ گرمایش

نمونه باید با نرخ صعودی $30 \frac{^{\circ}C}{min}$ تا $5^{\circ}C$ بالاتر از نقطه جوش حلال پراکنش گرم شود. کفه به مدت ۱۰ دقیقه در این دما نگه‌داشته می‌شود. سپس دما تا $650^{\circ}C$ با نرخ $10 \frac{^{\circ}C}{min}$ افزایش می‌یابد. دما به مدت ۱۰ دقیقه در دمای $650^{\circ}C$ نگه‌داشته می‌شود. جرم باقی‌مانده در این نقطه، جرم نقطه کوانتومی برای آن حجم حلال پراکنش است.

پروفایل گرمایشی بالا برای تجزیه و تبخیر ناخالصی‌های آلی متداول بهینه است، در حالی که برای تبخیر ماده نیم‌رسانا بهینه نیست. با توجه به طبیعت اندازه‌ده (آنالیت) و ناخالصی‌های غیرآلی، روش‌های گرمایش جایگزین دیگری ممکن است، مورد نیاز باشد. اگر روش گرمایش دیگری استفاده شود، باید در گزارش آزمون گنجانده شود.

غلظت جرمی پراکنه با تقسیم جرم باقی‌مانده به حجم بخش پراکنه را همانگونه که در زیربند ۷-۱ توصیف خواهد شد، می‌توان محاسبه کرد.

یک مثال از این فرآیند در پیوست (الف) ارائه شده‌است.

۳-۶ غلظت جرمی نمونه‌های افزوده^۱

هنگامی که این آزمون برای یک روش استاندارد انجام می‌شود، غلظت جرمی آماده‌سازی‌های جدید از طیف جذب، یعنی وابستگی طول‌موجی جذب یا چگالی اپتیکی یا تضعیف^۲، تعیین می‌شود. غلظت جرمی باید از طیف جذبی اندازه‌گیری شده طبق زیربند ۷-۲ محاسبه شود. این محاسبات فقط برای آماده‌سازی‌های مشابه معتبر است. سامانه‌هایی که تغییرات فرآیند دارند، باید از طریق TGA اندازه‌گیری شوند تا تعیین دقیق غلظت جرمی تضمین شود. طول‌موجی که برای اندازه‌گیری جذب انتخاب می‌شود باید در ناحیه عاری از تداخل به واسطه ناخالصی‌ها باشد. ناخالصی‌های معمول که در سنتز نقطه کوانتومی یافت می‌شوند، سطح مقطع جذب کمی در محدوده ۳۵۰ nm تا ۷۰۰ nm دارند. بخش پراکنه نقطه کوانتومی که آنالیز می‌شود باید

1 - additional samples

2 - extinction

به روش کنترل شده‌ای رقیق شود به صورتی که جذب در گستره خطی دستگاه (معمولاً گستره جذب ۰/۲ تا ۰/۸) باشد. جزئیات بیشتر در استاندارد IEC 62607-3-1 یافت می‌شود. مثالی از این فرآیند در پیوست (ب) ارائه شده است.

۴-۶ خطاهای دستگاهی بالقوه

۱-۴-۶ الکتریسیته ساکن

الکتریسیته ساکن می‌تواند منجر به نتایج نادرستی شود، به همین دلیل قبل از انجام آزمایش باید هرگونه بار ساکن از روی کفه و سراسر دستگاه TGA حذف شود.

۲-۴-۶ جوشش ناگهانی

با خارج شدن گاز از نمونه، ممکن است بخش‌های غیرفرار نمونه از کفه سرریز شوند، که به این فرآیند جوشش ناگهانی می‌گویند که منجر به کاهش ناگهانی جرم می‌شود. در صورت رخ دادن جوشش ناگهانی، فرآیند اندازه‌گیری باید تکرار شود.

یادآوری - افزایش حرارت آهسته‌تر احتمال جوشش ناگهانی را کاهش می‌دهد.

۷ نتایج و محاسبات

۱-۷ غلظت و جرم نقاط کوانتومی

$$MC_s = m_s / V_s$$

که در آن:

MC_s غلظت جرمی نمونه است (mg/ml)؛

m_s جرم باقی‌مانده بعد از فرآیند است (mg)؛

V_s حجم کل بخشی از پراکنه است که به کفه افزوده می‌شود (ml) و همچنین

$$m_d = MC_s \times V_d$$

که در آن:

m_d جرم کل پراکنه نقاط کوانتومی است (mg)؛

V_d حجم کل پراکنه (ml) است.

۷-۲ غلظت جرمی از جذب نسبی

$$MC_n = MC_i \times A_n / A_i$$

که در آن:

MC_n غلظت جرمی مربوط به آماده‌سازی جدید است (ml)؛

MC_i غلظت جرمی مربوط به آماده‌سازی اولیه است (ml)؛

A_n میزان جذب آماده‌سازی جدید است؛

A_i میزان جذب آماده‌سازی اولیه است.

۸ عدم قطعیت اندازه‌گیری

عدم قطعیت اندازه‌گیری‌های جرم با توجه به نوع تجهیزات، شرایط آزمایشگاهی و تجربه‌های شخصی آزمایش‌گر می‌تواند تغییرات گسترده‌ای داشته باشد. به کاربران این استاندارد توصیه می‌شود تا از راهنما IEC/ISO Guide 98-3 و دیگر متون و ابزارهای برخط^۱ مرتبط استفاده کنند.

به‌منظور فراهم کردن متن مناسب برای اندازه‌گیری‌ها، تخمین عدم قطعیت باید در گزارش آزمون آورده شود. به‌طور نمونه، تخمین‌های عدم قطعیت نوع ب می‌تواند در گزارش ارائه شود. مولفه‌های عدم قطعیت در اندازه‌گیری با توجه به روش به‌کار گرفته‌شده در اندازه‌گیری جرم تغییر خواهد کرد و با بهینه‌سازی فرآیند آزمایش نیز دچار تغییر خواهد شد. با تغییر روش اندازه‌گیری، تخمین عدم قطعیت باید مجدداً مورد بررسی قرار گیرد.

منابع بالقوه عدم قطعیت شامل موارد زیر است:

الف- خطا در اندازه‌گیری حجم (که به روش اندازه‌گیری حجم وابسته است)؛

ب- خطا در اندازه‌گیری جرم (که به پارامترهای عملکرد آنالیز TGA خاص وابسته است).

این منابع و مقادیر عدم قطعیت باید در بخش «تخمین عدم قطعیت» گزارش آزمون که در بند ۹ توضیح داده شده‌است، گزارش شود.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید شامل موارد زیر باشد:

- جرم خالص کفه TGA (mg)؛

- حجم کل بخشی از حلال پراکنش افزوده شده به کفه؛
- جرم باقی مانده بعد از گرمایش تا دما 65°C ؛
- نمودار نمایش دهنده جرم بر حسب دما برای روبش دمایی (همانند شکل الف-۱)؛
- حجم کل نمونه؛
- تخمین عدم قطعیت.

پیوست (الف)

(آگاهی دهنده)

مثالی از تعیین جرم پراکنه نقاط کوانتومی

اطلاعات زیر در این مثال مورد استفاده قرار گرفته‌اند.

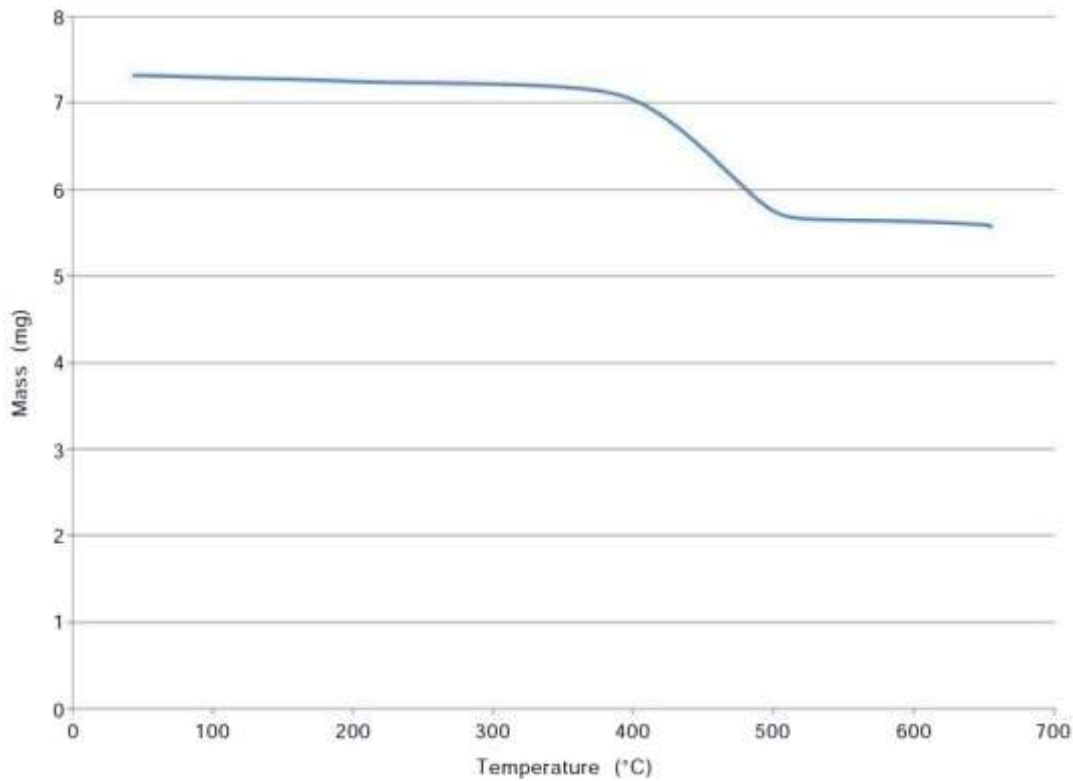
الف حجم کل پراکنه نقاط کوانتومی ۲۰۱۰ ml است.

ب ۰٫۲۰۰ ml محلول به داخل کفه TGA قیراندود اضافه شده‌است.

پ حلال با گرمایش کفه TGA خارج شده‌است.

ت جرم خشک در داخل دستگاه حدود ۷٫۳ mg تعیین شده‌است.

ث بعد از گرمایش، جرم باقی‌مانده به مقدار ۵٫۵۷ mg میلی‌گرم تعیین شده‌است.



$$\text{غلظت جرمی نقطه کوانتومی} = 5/57 \text{ mg} / 200 \text{ ml} = 27,9 \frac{\text{mg}}{\text{ml}}$$

$$\text{جرم نقطه کوانتومی در پراکنه} = 27,9 \text{ mg} \times 200 \text{ ml} = 552 \text{ mg}$$

شکل الف-۱- جرم پراکنه نقطه کوانتومی بر حسب دما

پیوست (ب)

(آگاهی دهنده)

تعیین غلظت جرمی نمونه‌های افزوده

ب-۱ کلیات

در این مثال، نمونه الف دارای غلظت شناخته شده‌است در حالی که نمونه ب با روش مشابه آماده‌سازی شده ولی غلظت نامشخصی دارد.

قبلاً غلظت نمونه الف $27.9 \frac{\text{mg}}{\text{ml}}$ تعیین شده‌است.

ب-۲ آماده‌سازی

سه کووت^۱ آماده شده‌است: یک محلول هگزان خالص، یک محلول رقیق از نمونه الف ($30 \mu\text{l}$ در 2.97 ml هگزان‌ها) و یک محلول رقیق از نمونه ب ($30 \mu\text{l}$ در 2.97 ml هگزان‌ها).

ب-۳ نتایج و محاسبات

مقدار جذب در طول موج 350 nm برای هر دو نمونه اندازه‌گیری شده‌است. نمونه الف دارای جذب 1.21 است؛ درحالی‌که نمونه ب دارای جذب 1.43 است.

غلظت نمونه ب از طریق فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$27.9 \times 1.43 / 1.21 = 33.0 \frac{\text{mg}}{\text{ml}}$$

کتابنامه:

IEC 62607-3-1, Nanomanufacturing- key control characteristics- Part 3-1: Luminescent nanomaterials- Quantum efficiency

IEC/ISO Guide 98-3-2008, uncertainty of measurement- Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM: 1995)