



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

**Iranian National Standardization Organization**

استاندارد ملی ایران

۲۲۶۱۱

چاپ اول

۱۳۹۶

**INSO**

**22611**

**1st.Edition**

**2018**

**Modification of  
ISO/TR 18196:  
2016**

**فناوری نانو – ماتریس روش اندازه‌گیری  
برای مشخصه‌یابی نانواشیاء**

**Nanotechnologies – Measurement  
technique matrix for the  
characterization of nano- objects**

**ICS: 07.030**

استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۶۱۱ (چاپ اول): سال ۱۳۹۶

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.gov.ir](mailto: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](mailto: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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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 استانداردهای 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

### «ماتریس روش اندازه‌گیری برای مشخصه‌یابی نانواشیاء»

#### رئیس:

صادق حسنی، صدیقه  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

#### سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی پژوهشگاه صنعت نفت

#### دبیر:

میرکازمی، سید محمد  
(دکتری مهندسی مواد و متالورژی)

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

#### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی‌پور، الهه  
(کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)

کارشناس کمیته استانداردسازی - ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

تاج‌آبادی، مریم  
(دکتری مهندسی پزشکی - بیومواد)

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

دباغ کاشانی، فاطمه  
(دکتری فیزیک)

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

سهرابی جهرمی، ابوذر  
(دکتری نانوفناوری)

مدیرعامل شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

غضنفری، سید محمد حسین  
(کارشناسی ارشد نانومواد)

کارشناس واحد ارزیابی محصولات - ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

گل‌زردی، سمیرا  
(کارشناسی ارشد نانومواد)

کارشناس کمیته استانداردسازی - ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

میرزاجانی، فاطمه  
(دکتری فیتوشیمی)

عضو هیئت علمی دانشگاه شهید بهشتی

نجم‌الدین، نجمه  
(دکتری مهندسی مواد)

عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی - واحد علوم و تحقیقات

#### ویراستار:

سیفی، مهوش  
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

کارشناس استاندارد - نایب رییس کمیته فنی متناظر فناوری نانو

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ن	پیش‌گفتار
س	مقدمه
۱	۱ هدف
۱	۲ مراجع اصلی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۱	۳-۱ اصطلاحات عمومی
۲	۳-۲ پارامترهای نانوشیء
۵	۴ پارامترهای موجود در ماتریس
۸	۵ روش‌های اندازه‌گیری موجود در ماتریس
۸	۵-۱ کلیات
۸	۵-۲ طیف‌سنجی آکوستیکی
۸	۵-۲-۱ توصیف
۹	۵-۲-۲ پارامترهای نانوشیء
۹	۵-۲-۳ مزایا
۹	۵-۲-۴ محدودیت‌ها
۹	۵-۲-۵ اندازه‌ده
۹	۵-۲-۶ استانداردهای مرتبط
۱۰	۵-۳ سانتریفیوژ آنالیزی (AC)
۱۰	۵-۳-۱ توصیف
۱۰	۵-۳-۲ پارامترهای نانوشیء
۱۰	۵-۳-۳ مزایا
۱۰	۵-۳-۴ محدودیت‌ها
۱۰	۵-۳-۵ اندازه‌ده
۱۱	۵-۳-۶ استانداردهای مرتبط
۱۱	۵-۴ طیف‌سنجی الکتروآکوستیکی
۱۱	۵-۴-۱ توصیف
۱۱	۵-۴-۲ پارامترهای نانوشیء
۱۱	۵-۴-۳ مزایا
۱۲	۵-۴-۴ محدودیت‌ها

صفحه	عنوان
۱۲	۵-۴-۵ اندازه دهه
۱۲	۶-۴-۵ استانداردهای مرتبط
۱۲	۵-۵ آنالیزور جرم ذره هواسل (AMS)
۱۲	۱-۵-۵ توصیف
۱۲	۲-۵-۵ پارامترهای نانوشیء
۱۳	۳-۵-۵ مزایا
۱۳	۴-۵-۵ محدودیتها
۱۳	۵-۵-۵ اندازه دهه
۱۳	۶-۵-۵ استانداردهای مرتبط
۱۳	۶-۵ طیفسنجی الکترون اوزه (AES)
۱۳	۱-۶-۵ توصیف
۱۴	۲-۶-۵ پارامترهای نانوشیء
۱۴	۳-۶-۵ مزایا
۱۴	۴-۶-۵ محدودیتها
۱۴	۵-۶-۵ اندازه دهه
۱۴	۶-۶-۵ استانداردهای مرتبط
۱۵	۷-۵ روش بت (BET) برای جذب سطحی فیزیکی - تعیین مساحت سطح
۱۵	۱-۷-۵ توصیف
۱۵	۲-۷-۵ پارامترهای نانوشیء
۱۵	۳-۷-۵ مزایا
۱۵	۴-۷-۵ محدودیتها
۱۶	۵-۷-۵ اندازه دهه
۱۶	۶-۷-۵ استانداردهای مرتبط
۱۶	۸-۵ شمارنده ذره چگال (متراکم) (CPC)
۱۶	۱-۸-۵ توصیف
۱۶	۲-۸-۵ پارامترهای نانوشیء
۱۶	۳-۸-۵ مزایا
۱۷	۴-۸-۵ محدودیتها
۱۷	۵-۸-۵ اندازه دهه
۱۷	۶-۸-۵ استانداردهای مرتبط
۱۷	۹-۵ سامانه آنالیز تحرک تفاضلی (DMAS)

صفحه	عنوان
۱۷	۱-۹-۵ توصیف
۱۸	۲-۹-۵ پارامترهای نانوشیء
۱۸	۳-۹-۵ مزایا
۱۸	۴-۹-۵ محدودیتها
۱۸	۵-۹-۵ اندازهده
۱۸	۶-۹-۵ استانداردهای مرتبط
۱۸	۱۰-۵ گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC)
۱۸	۱-۱۰-۵ توصیف
۱۹	۲-۱۰-۵ پارامترهای نانوشیء
۱۹	۳-۱۰-۵ مزایا
۱۹	۴-۱۰-۵ محدودیتها
۱۹	۵-۱۰-۵ اندازهده
۱۹	۶-۱۰-۵ استانداردهای مرتبط
۲۰	۱۱-۵ پراکندگی نور پویا (DSL)
۲۰	۱-۱۱-۵ توصیف
۲۰	۲-۱۱-۵ پارامترهای نانوشیء
۲۰	۳-۱۱-۵ مزایا
۲۱	۴-۱۱-۵ محدودیتها
۲۱	۵-۱۱-۵ اندازهده
۲۱	۶-۱۱-۵ استانداردهای مرتبط
۲۲	۱۲-۵ طیفسنجی اتلاف انرژی الکترون (EELS عبوری)
۲۲	۱-۱۲-۵ توصیف
۲۲	۲-۱۲-۵ پارامترهای نانوشیء
۲۲	۳-۱۲-۵ مزایا
۲۲	۴-۱۲-۵ محدودیتها
۲۲	۵-۱۲-۵ اندازهده
۲۲	۶-۱۲-۵ استانداردهای مرتبط
۲۳	۱۳-۵ الکتروکوچی / الکتروکوچی مویینه
۲۳	۱-۱۳-۵ توصیف
۲۳	۲-۱۳-۵ پارامترهای نانوشیء
۲۳	۳-۱۳-۵ مزایا

صفحه	عنوان
۲۳	۴-۱۳-۵ محدودیت‌ها
۲۳	۵-۱۳-۵ اندازه‌ده
۲۳	۶-۱۳-۵ استانداردهای مرتبط
۲۴	۱۴-۵ طیف‌سنجی پرتوی ایکس براساس تفکیک انرژی (EDS/EDX)
۲۴	۱-۱۴-۵ توصیف
۲۴	۲-۱۴-۵ پارامترهای نانوشیء
۲۴	۳-۱۴-۵ مزایا
۲۴	۴-۱۴-۵ محدودیت‌ها
۲۴	۵-۱۴-۵ اندازه‌ده
۲۴	۶-۱۴-۵ استانداردهای مرتبط
۲۵	۱۵-۵ جزء‌جزء کردن با شارش میدان (FFF)
۲۵	۱-۱۵-۵ توصیف
۲۵	۲-۱۵-۵ پارامترهای نانوشیء
۲۵	۳-۱۵-۵ مزایا
۲۵	۴-۱۵-۵ محدودیت‌ها
۲۶	۵-۱۵-۵ اندازه‌ده
۲۶	۶-۱۵-۵ استانداردهای مرتبط
۲۶	۱۶-۵ طیف‌سنجی فلورسانس
۲۶	۱-۱۶-۵ توصیف
۲۶	۲-۱۶-۵ پارامترهای نانوشیء
۲۶	۳-۱۶-۵ مزایا
۲۶	۴-۱۶-۵ محدودیت‌ها
۲۶	۵-۱۶-۵ اندازه‌ده
۲۷	۶-۱۶-۵ استانداردهای مرتبط
۲۷	۱۷-۵ طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه (FT-IR)/تصویربرداری FT-IR
۲۷	۱-۱۷-۵ توصیف
۲۷	۲-۱۷-۵ پارامترهای نانوشیء
۲۷	۳-۱۷-۵ مزایا
۲۸	۴-۱۷-۵ محدودیت‌ها
۲۸	۵-۱۷-۵ اندازه‌ده
۲۸	۶-۱۷-۵ استانداردهای مرتبط با FTIR



صفحه	عنوان
۲۸	۱۸-۵ روش توری القائی (IG)
۲۸	۱-۱۸-۵ توصیف
۲۸	۲-۱۶-۵ پارامترهای نانوشیء
۲۸	۳-۱۸-۵ مزایا
۲۹	۴-۱۸-۵ محدودیتها
۲۹	۵-۱۸-۵ اندازهده
۲۹	۶-۱۸-۵ استانداردهای مرتبط
	۱۹-۵ پلاسمای جفتشده القائی - طیفسنجی جرمی (ICP-MS) و پلاسمای
	جفتشده القائی - طیفسنجی جرمی تکذره (SP-ICP-MS)
۲۹	۱-۱۹-۵ توصیف
۲۹	۲-۱۹-۵ پارامترهای نانوشیء
۳۰	۳-۱۹-۵ مزایا
۳۰	۴-۱۹-۵ محدودیتها
۳۱	۵-۱۹-۵ اندازهده
۳۱	۶-۱۹-۵ استانداردهای مرتبط
۳۱	۷-۱۹-۵ روشهای مبتنی بر نانو همراهشده با ICP/MS
۳۲	۲۰-۵ پراش لیزر
۳۲	۱-۲۰-۵ توصیف
۳۲	۲-۲۰-۵ پارامترهای نانوشیء
۳۲	۳-۲۰-۵ مزایا
۳۲	۴-۲۰-۵ محدودیتها
۳۳	۵-۲۰-۵ اندازهده
۳۳	۶-۲۰-۵ استانداردهای مرتبط
۳۳	۲۱-۵ کروماتوگرافی مایع - طیفسنجی جرمی (LC-MS)
۳۳	۱-۲۱-۵ توصیف
۳۳	۲-۲۱-۵ پارامترهای نانوشیء
۳۳	۳-۲۱-۵ مزایا
۳۴	۴-۲۱-۵ محدودیتها
۳۴	۵-۲۱-۵ اندازهده
۳۴	۶-۲۱-۵ استانداردهای مرتبط
۳۴	۲۲-۵ آنالیز ردگیری ذره (PTA)

صفحه	عنوان
۳۴	۱-۲۲-۵ توصیف
۳۴	۲-۲۲-۵ پارامترهای نانوشیء
۳۴	۳-۲۲-۵ مزایا
۳۴	۴-۲۲-۵ محدودیتها
۳۵	۵-۲۲-۵ اندازهده
۳۵	۶-۲۲-۵ استانداردهای مرتبط
۳۶	۲۳-۵ طیفسنجی جذب نوری (فرابنفش / مرئی / فروسرخ نزدیک)
۳۶	۱-۲۳-۵ توصیف
۳۶	۲-۲۳-۵ پارامترهای نانوشیء
۳۶	۳-۲۳-۵ مزایا
۳۶	۴-۲۳-۵ محدودیتها
۳۷	۵-۲۳-۵ اندازهده
۳۷	۶-۲۳-۵ استانداردهای مرتبط
۳۷	۲۴-۵ میکروترازوی بلور کوارتز (QCM)
۳۷	۱-۲۴-۵ توصیف
۳۷	۲-۲۴-۵ پارامترهای نانوشیء
۳۷	۳-۲۴-۵ مزایا
۳۷	۴-۲۴-۵ محدودیتها
۳۸	۵-۲۴-۵ اندازهده
۳۸	۶-۲۴-۵ استانداردهای مرتبط
۳۸	۲۵-۵ طیفسنجی رامان - تصویربرداری رامان
۳۸	۱-۲۵-۵ توصیف
۳۸	۲-۲۵-۵ پارامترهای نانوشیء
۳۸	۳-۲۵-۵ مزایا
۳۹	۴-۲۵-۵ محدودیتها
۳۹	۵-۲۵-۵ اندازهده
۳۹	۶-۲۵-۵ استانداردهای مرتبط
۳۹	۲۶-۵ اندازهگیری جرم تشدید (RMM)
۳۹	۱-۲۶-۵ توصیف
۳۹	۲-۲۶-۵ پارامترهای نانوشیء
۳۹	۳-۲۶-۵ مزایا

صفحه	عنوان
۴۰	محدودیت‌ها ۴-۲۶-۵
۴۰	اندازه‌ده ۵-۲۶-۵
۴۰	استانداردهای مرتبط ۶-۲۶-۵
۴۰	۲۷-۵ میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)
۴۰	توصیف ۱-۲۷-۵
۴۱	پارامترهای نانوشیء ۲-۲۷-۵
۴۱	مزایا ۳-۲۷-۵
۴۱	محدودیت‌ها ۴-۲۷-۵
۴۲	اندازه‌ده ۵-۲۷-۵
۴۲	استانداردهای مرتبط ۶-۲۷-۵
۴۳	۲۸-۵ میکروسکوپ کاوند روبشی (SPM)
۴۳	توصیف ۱-۲۸-۵
۴۳	پارامترهای نانوشیء ۲-۲۸-۵
۴۳	مزایا ۳-۲۸-۵
۴۴	محدودیت‌ها ۴-۲۸-۵
۴۴	اندازه‌ده (ها) ۵-۲۸-۵
۴۴	استانداردهای مرتبط ۶-۲۸-۵
۴۵	۲۹-۵ طیف‌سنجی جرمی یون ثانویه (SIMS) و زمان پرواز SIMS (TOF-SIMS)
۴۵	توصیف ۱-۲۹-۵
۴۵	پارامترهای نانوشیء ۲-۲۹-۵
۴۵	مزایا ۳-۲۹-۵
۴۶	محدودیت‌ها ۴-۲۹-۵
۴۶	اندازه‌ده ۵-۲۹-۵
۴۶	استانداردهای مرتبط ۶-۲۹-۵
۴۶	۳۰-۵ پراکندگی پرتوی ایکس با زاویه کم (SAXS)
۴۶	توصیف ۱-۳۰-۵
۴۷	پارامترهای نانوشیء ۲-۳۰-۵
۴۷	مزایا ۳-۳۰-۵
۴۷	محدودیت‌ها ۴-۳۰-۵
۴۸	اندازه‌ده ۵-۳۰-۵
۴۸	استانداردهای مرتبط ۶-۳۰-۵

صفحه	عنوان
۴۸	۳۱-۵ پراکندگی نور ایستا (SLS) و پراکندگی نور ایستا چندگانه (SMLS)
۴۸	۱-۳۱-۵ توصیف
۴۹	۲-۳۱-۵ پارامترهای نانوشیء
۴۹	۳-۳۱-۵ مزایا
۵۰	۴-۳۱-۵ محدودیتها
۵۰	۵-۳۱-۵ اندازه‌دهه‌ها روش (SLS)
۵۰	۶-۳۱-۵ اندازه‌دهه‌ها روش (SMLS)
۵۱	۷-۳۱-۵ استانداردهای مرتبط
۵۱	۳۲-۵ روش‌های برهم‌کنش نور- تک‌ذره
۵۱	۱-۳۲-۵ توصیف
۵۱	۲-۳۲-۵ پارامترهای نانوشیء
۵۱	۳-۳۲-۵ مزایا
۵۱	۴-۳۲-۵ محدودیتها
۵۱	۵-۳۲-۵ اندازه‌دهه
۵۱	۶-۳۲-۵ استانداردهای مرتبط
۵۱	۳۳-۵ آنالیز گرماوزن‌سنجی (TGA)
۵۱	۱-۳۳-۵ توصیف
۵۲	۲-۳۳-۵ پارامترهای نانوشیء
۵۲	۳-۳۳-۵ مزایا
۵۲	۴-۳۳-۵ محدودیتها
۵۲	۵-۳۳-۵ اندازه‌دهه
۵۲	۶-۳۳-۵ استانداردهای مرتبط
۵۲	۷-۳۳-۵ روش‌های همراه شده با TGA
۵۲	۳۴-۵ میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)
۵۲	۱-۳۴-۵ توصیف
۵۳	۲-۳۴-۵ پارامترهای نانوشیء
۵۳	۳-۳۴-۵ مزایا
۵۳	۴-۳۴-۵ محدودیتها
۵۳	۵-۳۴-۵ اندازه‌دهه
۵۳	۶-۳۴-۵ استانداردهای مرتبط
۵۴	۳۵-۵ پراش پرتو ایکس (XRD)

صفحه	عنوان
۵۴	۱-۳۵-۵ توصیف
۵۴	۲-۳۵-۵ پارامترهای نانوشیء
۵۴	۳-۳۵-۵ مزایا
۵۴	۴-۳۵-۵ محدودیتها
۵۴	۵-۳۵-۵ اندازهده
۵۴	۶-۳۵-۵ استانداردهای مرتبط
۵۵	۳۶-۵ طیفسنجی فتوالکترونی پرتو ایکس (XPS)
۵۵	۱-۳۶-۵ توصیف
۵۵	۲-۳۶-۵ پارامترهای نانوشیء
۵۵	۳-۳۶-۵ مزایا
۵۵	۴-۳۶-۵ محدودیتها
۵۵	۵-۳۶-۵ اندازهده
۵۵	۶-۳۶-۵ استانداردهای مرتبط
۵۷	پیوست الف (آگاهی دهنده) جداسازی / آماده سازی نمونه
۶۰	پیوست ب (آگاهی دهنده) تغییرات انجام شده در متن استاندارد منبع
۶۲	کتابنامه

## پیش‌گفتار

استاندارد «ماتریس روش اندازه‌گیری برای مشخصه‌یابی نانواشیاء» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد پ، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در شصت و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد مورخ ۹۶/۱۲/۲۳ 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 زیر به روش «ترجمه تغییر یافته» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی همراه با اعمال تغییرات با توجه به مقتضیات کشور است:

ISO/TR 18196: 2016, Nanotechnologies – Measurement technique matrix for the characterization of nano-objects

## مقدمه

این استاندارد، پارامترهای نانوشیء را که اغلب نیاز است اندازه‌گیری شود، به روش‌های اندازه‌گیری متناظر مرتبط می‌سازد. این استاندارد ابزار مفیدی برای گروه‌های علاقه‌مند به فناوری نانو است که اطلاعات مرتبط برای اندازه‌گیری نانواشیاء را به سرعت تعیین می‌کند. پارامترهای معمول نانوشیء در سطر بالای ماتریس استفاده سریع<sup>۱</sup> (جدول ۱ را مشاهده کنید) فهرست شده‌است. اگر یک روش اندازه‌گیری فهرست‌شده در ستون اول ماتریس قابل اجرا باشد، کادر مستطیل در ماتریس علامت‌گذاری خواهد شد. توصیه می‌شود پس از شناسایی روش‌های اندازه‌گیری مطلوب از متن اصلی استاندارد استفاده شود (به بند ۵ مراجعه شود)، که در آن روش‌های اندازه‌گیری و توضیحات مزایا، محدودیت‌ها، استانداردهای مرتبط، اندازه‌ده (ها) و پارامترهای نانوشیء با قابلیت به‌کارگیری هر روش ارائه شده‌است.

با توجه به پیشرفت‌های علمی، روش‌های اندازه‌گیری تجاری بیشتری در دسترس قرار می‌گیرد، در نتیجه این استاندارد به تناوب بازنگری و به‌روزرآوری خواهد شد تا ارتباطشان حفظ شود.

بسیاری از روش‌هایی که در این استاندارد فهرست شده‌است از طریق آزمون چرخشی رابین<sup>۲</sup> یا دیگر روش‌های معمولی برای اندازه‌گیری نانواشیاء معتبر شناخته نشده‌است. این استاندارد به عنوان نقطه شروع برای کمک به شناسایی روش‌های مرتبط و مفید بالقوه در نظر گرفته شده‌است؛ ولی منبع جامع و اصلی نیست. توصیه می‌شود که هر زمانی روشی شناسایی شد، کاربر به استانداردهای بین‌المللی مرتبط رجوع کند و تحقیق مکتوب برای کاربردهای مشابه یا قابل مقایسه را جستجو کند. دیگر منابع اطلاعات شامل یادداشت‌های کاربردی ارائه شده توسط سازندگان دستگاه و متون فنی است.

---

1 - Quick- use - matrix  
2 - Round- robin test

آزمونی است که بین آزمایشگاه‌ها مقایسه انجام می‌شود.

## فناوری نانو - ماتریس روش اندازه‌گیری برای مشخصه‌یابی نانواشیاء

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه ماتریسی است برای راهنمایی کاربران در مورد روش‌های موجود تجاری مرتبط با اندازه‌گیری پارامترهای معمول فیزیکی - شیمیایی نانواشیاء. برخی از این روش‌ها قابل اعمال برای مواد نانوساختاریافته نیز هستند.

یادآوری - راهنمایی برای جداسازی و آماده‌سازی نمونه در پیوست الف ارائه شده است.

### ۲ مراجع الزامی

هیچ مرجع الزامی برای این استاندارد وجود ندارد.

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۱ و ۸۰۰۰۴-۶، موارد زیر نیز به کار می‌رود. سازمان‌های ISO و IEC پایگاه‌های داده‌ها مربوط به اصطلاحات را که برای استانداردسازی استفاده می‌شود نگهداری می‌کنند، آدرس‌های آن‌ها در زیر آمده است:

— IEC Electropedia ، موجود در <http://www.electropedia.org/>

— سامانه برخط ISO، موجود در <http://www.iso.org/obp>

### ۱-۳ اصطلاحات عمومی

۱-۱-۳

پراکنه

#### dispersion

سامانه ناهمگن که در آن یک ماده که بسیار ریز شده، در ماده‌ای دیگر توزیع شده است.

[منبع: زیربند ۲-۲۸۸ در استاندارد ISO472:2013]



۲-۱-۳

اندازه ده

**measurand**

کمیت مورد نظر برای اندازه گیری است.

[منبع: زیربند ۳-۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره: ۲۱۲۵۸]

۳-۱-۳

نانوشیء

**nano-object**

هر قطعه مجزا از یک ماده با یک، دو یا سه بعد خارجی در نانومقیاس است.

یادآوری- ابعاد خارجی بعد دوم و سوم عمود بر بعد اول و همچنین عمود بر یکدیگر هستند.

[منبع: زیربند ۲-۲ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره: ۱-۸۰۰۰۴]

۴-۱-۳

ماده نانساختار یافته

**nanostructured material**

ماده ای که دارای نانساختار داخلی و یا نانساختار سطحی است.

یادآوری- این تعریف، امکان این که نانوشیء ساختار داخلی و یا ساختار سطحی نانومقیاس داشته باشد را رد نمی کند. اگر ابعاد خارجی شیئی در مقیاس نانو باشند، عبارت نانوشیء توصیه می شود.

[منبع: زیربند ۲-۱۱ از استاندارد ISO/TS 80004-4:2011]

۲-۳ پارامترهای نانوشیء

۱-۲-۳

ترکیب بندی شیمیایی

**chemical composition**

شناسایی و کمی سازی ممکن اجزای تشکیل دهنده مواد و ناخالصی های آنها است.

۲-۲-۳

### غلظت

#### concentration

مقدار نانواشیاء در یک نمونه - کمی سازی شده به صورت تعداد، مساحت، حجم یا مقدار جرم است.

یادآوری - محاسبه تبدیل از یک نوع کمیت به نوع دیگر (به عنوان مثال غلظت عددی<sup>۱</sup> به غلظت حجمی) نیازمند دانش کامل در مورد توزیع اندازه ذرات و فرض شکل مستقل از اندازه، تخلخل یا چگالی است [6].

۳-۲-۳

### خاصیت بلور

#### crystal properties

اثر ناشی از وجود نظم سه بعدی در حد ابعاد مولکولی است.

یادآوری - مرجع [1] را ببینید.

۴-۲-۳

### پتانسیل الکتروجنبشی

#### electrokinetic potential

اختلاف پتانسیل الکتریکی بین صفحه لغزش و مایع توده است.

یادآوری ۱- مرجع [7] را ببینید.

یادآوری ۲- پتانسیل الکتروجنبشی بر حسب ولت بیان می شود.

یادآوری ۳- اغلب «پتانسیل زتا» نامیده می شود.

۵-۲-۳

### شکل

#### shape

صورت هندسی خارجی یک ذره است.

یادآوری ۱- به مرجع [8] مراجعه شود.

یادآوری ۲- برای توصیف کمی با توصیف گر ماکروشکل، مزوشکل، یا میکروشکل، به مرجع [9] مراجعه شود.

۶-۲-۳

## اندازه

### size

ابعاد خطی یک ذره تعیین شده با روش اندازه‌گیری ویژه و تحت شرایط اندازه‌گیری خاص است.

یادآوری ۱- به مرجع [10] مراجعه شود.

یادآوری ۲- روش‌های مختلف آنالیز بر پایه اندازه‌گیری خواص فیزیکی مختلف است. مستقل از خاصیت ذره که عملاً اندازه‌گیری می‌شود، اندازه ذره به صورت یک بعد خطی، به طور مثال، به صورت قطر کره معادل گزارش می‌شود.

یادآوری ۳- مثال‌های توصیف‌گر اندازه مواردی که بر پایه روزنه یک الک یا قطر آماری است. به طور مثال قطر فِرِت<sup>۱</sup> که با آنالیز تصویر اندازه‌گیری شده است.

یادآوری ۴- در استاندارد ISO 9276-1، نماد x برای مشخص کردن اندازه ذره به کار می‌رود. هرچند نماد d نیز به طور گسترده برای نامیدن این مقادیر به کار می‌رود. بنابراین، نماد x می‌تواند با d جایگزین شود.

۷-۲-۳

## توزیع اندازه ذره

### particle size distribution

توزیع انباشت غلظت ذره به صورت تابعی از اندازه ذره است.

[منبع: زیربند ۳-۲-۴ از استاندارد ISO 14644-1:2015]

یادآوری ۱- توزیع اندازه ذره یک طبیعت آماری است، پس می‌تواند به صورت تابعی از اندازه ذره بیان شود [11].

یادآوری ۲- نوع کمیت (تعداد، مساحت، حجم یا جرم) همانند اندازه دهه، قطر کره معادل اندازه‌گیری شده، باید مشخص شود.

یادآوری ۳- توزیع اندازه ذره می‌تواند به صورت توزیع انباشت یا چگالی توزیع (توزیع کسری از ماده در یک طبقه اندازه، تقسیم شده بر پهنای آن طبقه) بیان شود.

۸-۲-۳

## مساحت سطح

### surface area

مقدار مساحت سطح موجود تعیین شده با روش مشخص تحت شرایط بیان شده است.

یادآوری ۱- به مرجع [12] مراجعه شود.

یادآوری ۲- مساحت سطح کمیت قابل دسترس سطح یک نمونه است هنگامی که در معرض فاز گازی یا فاز جذب سطحی شده مایع قرار می‌گیرد. مساحت سطح مطابق قرارداد به صورت مساحت سطح ویژه- جرم یا به صورت مساحت سطح ویژه- حجم بیان می‌شود که در آن کمیت کل مساحت به جرم یا حجم نمونه بهنجار شده است [13].

#### ۴ پارامترهای موجود در ماتریس

مطابق تحقیقات مکتوب جامع موجود، پارامترهای نانوشده را که اغلب جستجو می‌شود، شناسایی شده و در بالای ماتریس استفاده سریع (جدول ۱)) فهرست کرده‌است. پارامترها از راست به چپ بر اساس نظم الفبایی فهرست شده‌است. یک روش اغلب به تنهایی نمی‌تواند اطلاعات کافی در مورد همه پارامترهای مورد توجه برای یک نانوشده خاص تحت مطالعه را ارائه کند و یک روش احتمالاً اطلاعات مرتبط کامل برای یک پارامتر منفرد ارائه نمی‌دهد. بنابراین، هنگامی که بیش از یک روش موجود باشد، توصیه می‌شود در صورت امکان بیش از یک روش برای بررسی هر پارامتر استفاده شود.

جدول ۱- شبکه استفاده سریع [4]

روش	سرنام انگلیسی	اندازه	پتانسیل الکترو جنبشی	ترکیب بندی شیمیایی	توزیع اندازه	خواص بلور	رفتار حرارتی	شکل	غلظت	مساحت سطح
طیف سنجی آکوستیکی		×			×				×	
سانتریفیوژ آنالیزی	AC				×					
آنالیزور جرم ذره هوا سُل	AMS	×							×	
طیف سنجی الکترونی اوژه (روبشی)	AES	×		×				×	×	
برونر-امت-تله	BET									×
شمارنده ذره چگال (متراکم)	CPC								×	
سامانه آنالیز تحرک تفاضلی <sup>(الف)</sup>	DMAS	×			×				×	
گرماسنجی روبشی تفاضلی	DSC						×			
پراکندگی نور پویا <sup>(ب)</sup>	DLS	×			×					
طیف سنجی الکترو آکوستیکی			×							
طیف سنجی اتلاف انرژی الکترون <sup>(الف)</sup>	EELS			×						
الکترو کوچ / الکترو کوچ موینه ای			×							
EM بر پایه طیف سنجی پرتوی ایکس	EDX/ EDS/ WDS			×						
جزء جزء کردن با شارش میدان	FFF	×		×	×				×	
طیف سنجی فلورسانس	FL								×	
طیف سنجی فرو سرخ تبدیل فوریه/تصویر بردای	FTIR			×						
روش توری القائی	IG	×			×					

الف- نیاز به آشکارساز ویژه یا دستگاه اضافی دارد تا پارامتر مطلوب را به دست آورد.

ب- روش پراکندگی نور

ادامه جدول ۱- شبکه استفاده سریع [4]

روش	سرنام انگلیسی	اندازه	پتانسیل الکتروجنبدی	ترکیب بندی شیمیایی	توزیع اندازه	خواص بلور	رفتار حرارتی	شکل	غلظت	مساحت سطح
پلاسمای جفت شده القایی- طیفسنجی جرمی و ICP- MS تک ذره	ICP-MS	×		×	×				×	
پراش لیزری <sup>(ب)</sup>		×			×					
سوانگاری (کروماتوگرافی) مایع - طیف-سنجی جرمی	LC-MS			×					×	
آنالیز ردگیری ذره	PTA	×	×		×					
طیفسنجی جذب نوری	UV/ VIS/ NIR	×		×					×	
میکروترازوهای کوارتز	QCM	×								
طیفسنجی / تصویربرداری رامان				×						
اندازه گیری جرم تشدید	RMM	×			×					
میکروسکوپ الکترونی روبشی <sup>(الف)</sup>	SEM	×		×	×	×		×		
میکروسکوپ کاوند روبشی	SPM/ AFM	×			×			×		
طیفسنجی جرمی یون ثانویه	SIMS								×	
پراکندگی پرتوی ایکس با زاویه کوچک	SAXS	×			×			×		
پراکندگی نور ایستا <sup>(ب)</sup>	SLM/ SMLS	×							×	
روش های برهم کنش نور با تک ذره <sup>(ب)</sup>		×			×				×	
آنالیز گرموزنسنجی	TGA			×						
میکروسکوپ الکترونی عبوری <sup>(الف)</sup>	TEM	×		×	×	×		×		

الف- نیاز به آشکارساز ویژه یا دستگاه اضافی دارد تا پارامتر مطلوب را به دست آورد.

ادامه جدول ۱- شبکه استفاده سریع [4]

روش	سرنام انگلیسی	اندازه	پتانسیل الکترو جنبشی	ترکیب بندی شیمیایی	توزیع اندازه	خواص بلور	رفتار حرارتی	شکل	غلظت	مساحت سطح
پراش پرتو ایکس	XRD	×				×				
طیف سنجی فوتوالکترونی پرتو ایکس	XPS			×					×	

## ۵ روش های اندازه گیری موجود در ماتریس

### ۵-۱ کلیات

در این بند روش های اندازه گیری فهرست شده اند. در هر زیربند پارامترهای نانوشیء که با آن روش می توان آن را اندازه گیری کرد و فهرستی از مزایا، محدودیت ها، اندازه دهه ها و استانداردهای مرتبط با پارامترهای نانوشیء مشخص شده است. معمولاً یک روش منفرد نمی تواند مشخصه همه پارامترهای نانوشیء مورد نظر را ارائه کند. همچنین، یک روش ممکن است برای تعیین پارامترهای دیگری که فهرست نشده اند، مفید باشد. برای آنالیز جامع یک پارامتر منفرد، استفاده از چند روش - که قابل اجرا باشند - اکیداً توصیه می شود.

در برخی از موارد، چند روش وجود دارد که بر مبنای اصول نظری مشابه از پدیده فیزیکی یا عملکرد هستند، اما تفاوت هایی دارند که آنها را برای انواع مختلف مواد و شرایط اندازه گیری به صورت منحصر به فرد اجراء می کنند. به عنوان مثال، روش های پراکندگی الکترومغناطیسی مختلف برای آنالیز مواد گوناگون (به عنوان مثال، فلزات، پلیمرها یا دیرگدازها) یا مواد در حالت های مختلف (به عنوان مثال، معلق در مایع یا جا گرفته در زمینه جامد) مناسب تر است.

### ۵-۲ طیف سنجی آکوستیکی<sup>۱</sup>

#### ۵-۲-۱ توصیف

مفهوم پایه، اندازه گیری تضعیف وابسته به بسامد یا سرعت فراصوت است هنگامی که در میان یک نمونه ناهمگن همچون کلوئیدها، پراکنه ها و امولسیون ها (نامیزه ها) منتشر می شوند. دو نوع اصلی ارتعاش وجود دارد: آزاد و واداشته<sup>۲</sup>. ارتعاشات آزاد، مدهای<sup>۱</sup> بهنجار یا طبیعی برای ارتعاش ماده هستند. ارتعاشات واداشته با نوعی برانگیزش ایجاد می شوند تا اندازه دهه ها را دورتر از مدهای طبیعی خود تشدید کند.

1 - Acoustic spectroscopy

2 - Forced

طیف‌سنجی آکوستیکی و الکتروآکوستیکی هر دو به انتشار صوت در میان سیستم ناهمگن همچون یک تعلیق یا یک امولسیون مرتبط است. یک طیف‌سنج آکوستیکی تنها تغییرات در خواص موج صوتی منتشرشونده را اندازه‌گیری می‌کند، درحالی‌که طیف‌سنج الکتروآکوستیکی با وابستگی بین پدیده الکتروپدینامیک و میدان فشار موج صوتی سروکار دارد. طیف‌سنجی‌های آکوستیکی و الکتروآکوستیکی روش‌های مستقل هستند زیرا تضعیف بر روی طیف الکتروآکوستیکی تأثیر کمی دارد و بالعکس، پدیده الکتروجنبشی اثر قابل اغماض بر روی طیف تضعیف دارد.

#### ۵-۲-۲ پارامترهای نانوشیء

غلظت، اندازه، توزیع اندازه.

#### ۵-۲-۳ مزایا

۵-۲-۳-۱ احتیاج به رقیق‌سازی نمونه ندارد، برای نمونه‌های غلیظ قابل استفاده است.

۵-۲-۳-۲ این روش برای مشخصه‌یابی سامانه‌های ساختاریافته و کلوخه‌شده مناسب است.

۵-۲-۳-۳ اندازه‌گیری از هم زدن و/یا پمپ شدن نمونه تأثیر نمی‌پذیرد.

۵-۲-۳-۴ روش مطلق، نیاز به کالیبره نمودن اندازه ندارد.

۵-۲-۳-۵ تصدیق دستگاه می‌تواند با اندازه‌گیری آب با خواص آکوستیکی مشخص انجام شود.

۵-۲-۳-۶ نمونه‌های بر پایه حلال (غیر آبی) را می‌توان آنالیز کرد.

#### ۵-۲-۴ محدودیت‌ها

۵-۲-۴-۱ فقط برای ذرات حمل شده در مایعات قابل استفاده است.

۵-۲-۴-۲ حد پایین اندازه ۱۰ nm  $\approx$ ؛ حد بالای اندازه ۳mm  $\approx$ .

۵-۲-۴-۳ حد پایینی کسر حجمی ۰/۱٪  $\approx$ ؛ حد بالای کسر حجمی ۵۰٪  $\approx$ .

#### ۵-۲-۵ اندازه‌ده

توزیع اندازه ذره کروی معادل در مبنای حجم محاسبه‌شده از طیف بسامدی تضعیف فراصوتی.

#### ۵-۲-۶ استانداردهای مرتبط

-ISO 20998-1, *Measurement and characterization of particles by acoustic methods part 1: Concepts and procedures in ultrasonic attenuation Spectroscopy*

-ISO 20998-2, *Measurement and characterization of particles by acoustic methods-part2: Guidelines for linear theory*



### ۳-۵ سانتریفیوژ آنالیزی<sup>۱</sup> (AC)

#### ۲-۳-۵ توصیف

در اینجا سانتریفیوژ آنالیزی به عنوان اصطلاح کلی برای تعدادی از روش‌های ته‌نشینی مرکزگریز انتخاب شده است، (برخی از آنها) همچنین به عنوان ته‌نشینی مایع مرکزگریز<sup>۲</sup> (CLS)، فوق نیروی گریز از مرکز آنالیزی<sup>۳</sup> (AUC)، ته‌نشینی مرکزگریزی تفاضلی<sup>۴</sup> (DCS) شناخته می‌شوند. همه اینها با یکدیگر، یک مجموعه از روش‌های فراگیر با محدوده قطر وسیع (۱nm تا ۵۰۰۰nm) و تفکیک‌پذیری بالا هستند. نانوذرات مجبور می‌شوند که در میان محیط مایع در داخل سل<sup>۵</sup> اندازه‌گیری AC تحت نیروی گریز از مرکز  $500 \times g$  تا  $500000 \times g$  (سرعت چرخانه ۱۰۰ تا ۶۰۰۰۰ دور بر دقیقه) حرکت کنند. ته‌نشینی سبب می‌شود که جزء جزء<sup>۶</sup> اتفاق بیفتد، زیرا ذرات بزرگ‌تر سریع‌تر حرکت می‌کنند. سرعت‌های ته‌نشینی جزء‌های مختلف با ضریب شکست، جذب-فرابنفش (UV) یا آشکارسازهای سنجش کدری<sup>۷</sup> / پراکندگی نور اندازه‌گیری می‌شود. قطر جزء‌های مختلف از اختلاف در سرعت ته‌نشینی، یعنی توزیع اندازه ذرات کامل، طبق قانون استوکس<sup>۸</sup> می‌تواند محاسبه شود. تفکیک‌پذیری روش AC بسیار بالا است زیرا، طبق قانون استوکس، سرعت متناسب با مربع قطر ذرات است.

#### ۲-۳-۵ پارامترهای نانوشیء

توزیع اندازه.

#### ۳-۳-۵ مزایا

#### ۱-۳-۳-۵ تفکیک‌پذیری قطر بالا

#### ۲-۳-۳-۵ محدوده وسیع قطر (۱nm تا ۵۰۰۰nm)

#### ۴-۳-۵ محدودیت‌ها

اگر اندازه ذره بسیار بزرگ باشد، یعنی اگر ذرات خیلی سریع رسوب تشکیل دهند یا اگر آنها ناهمگنی شیمیایی گسترده‌ای نشان دهند (یعنی، چگالی ذرات غیر یکنواخت)، روش توزیع اندازه ذره AUC می‌تواند نتایج نادرستی بدهد.

#### ۵-۳-۵ اندازه‌ده

#### ۱-۵-۳-۵ سرعت ته‌نشینی در میدان گریز از مرکز.

- 
- 1- Analytical Centrifugation (AC)
  - 2 - Centrifugal Liquid Sedimentation (CLS)
  - 3 - Analytical UltraCentrifugation (AUC)
  - 4 - Differential centrifugal Sedimentation (DCS)
  - 5 - Cell
  - 6 - Fractionation
  - 7 - Turbidity
  - 8 - Stokes

۵-۳-۲ ضریب شکست، جذب- فرابنفش (UV) یا پراکندگی نور/میزان کدري.

۵-۳-۶ استانداردهای مرتبط

-ISO 13318-1, *Determination of particle size distribution by centrifugal liquid Sedimentation methods- Part 1: General principles and guide lines*

-ISO 13318-2, *Determination of particle size distribution by centrifugal liquid Sedimentation methods- Part 2: Photocentrifuge method*

-ISO 13318-3, *Determination of particle Size distribution by Centrifugal liquid Sedimentation methods- part 3: centrifugal X-ray method*

۵-۴ طیف‌سنجی الکتروآکوستیکی<sup>۱</sup>

۵-۴-۱ توصیف

پدیده الکتروآکوستیکی از جفت‌شدگی بین میدان فراصوت و میدان الکتریکی در یک مایع حاوی یون نشأت می‌گیرد. هر کدام از این میدان‌ها می‌توانند نیروی پیشران اصلی باشند. مایع ممکن است یک مایع نیوتنی ساده یا یک پراکنه ناهمگن پیچیده، امولسیون یا حتی یک بدنه متخلخل باشد. چندین اثر الکتروآکوستیکی مختلف، وابسته به طبیعت مایع و نوع نیروی پیشران وجود دارد. دستگاه‌های الکتروآکوستیکی به صورت یک کاوند (پروپ) ساخته می‌شوند، که شامل قطعاتی برای تولید (اندازه‌گیری) میدان فراصوت و قطعاتی برای تولید (اندازه‌گیری) میدان‌های الکتریکی (جریان) هستند.

۵-۴-۲ پارامترهای نانوشیء

پتانسیل الکتروجنبشی.

۵-۴-۳ مزایا

۵-۴-۳-۱ نیاز به رقیق‌سازی نمونه ندارد، برای نمونه‌های غلیظ قابل استفاده است.

۵-۴-۳-۲ این روش برای مشخصه‌یابی کلوخه‌شدن و سامانه‌های ساختاریافته مناسب است.

۵-۴-۳-۳ مخلوط کردن و پمپ کردن نمونه مجاز است.

۵-۴-۳-۴ طرح حسگر یک کاوند است که می‌تواند به داخل یک نمونه پمپ شده یا مخلوط شده یا ایستا وارد شود.

۵-۴-۳-۵ زمان اندازه‌گیری کمتر از یک دقیقه است.

۵-۴-۳-۶ حجم نمونه می‌تواند کمتر از ۱ ml باشد.

۵-۴-۳-۷ برای قدرت یونی بالا تا چندین مول بر لیتر قابل استفاده است.

۵-۴-۳-۸ نمونه‌های بر پایه حلال (غیرآبی) مجاز هستند.

۵-۳-۴-۹ برای عیارسنجی (تیتراسیون) عامل فعال سازی سطح و pH نمونه‌های غلیظ شده بی نقص<sup>۱</sup> به خوبی مناسب است.

#### ۵-۴-۴ محدودیت‌ها

۵-۴-۴-۱ فقط برای نانوذرات حمل شده به وسیله مایع قابل استفاده است.

۵-۴-۴-۲ هیچ محدودیتی برای حد اندازه<sup>۲</sup> پایین وجود ندارد، حد اندازه بالا  $0.1 \text{ mm} \approx$  است.

۵-۴-۴-۳ کسر حجمی پایین  $0.1\% \approx$ ، کسر حجمی بالا  $50\% \approx$  است.

#### ۵-۴-۵ اندازه دهه

پتانسیل الکترو جنبشی.

#### ۵-۴-۶ استانداردهای مرتبط

-ISO 13099-1, Colloidal systems – Methods for zeta potential determination – Part 1: Electroacoustic and electrokinetic phenomena

-ISO 13099-3, Colloidal systems- Methods for zeta potential determination - Part 3: Acoustic method

#### ۵-۵ آنالیزور جرم ذره هواسل<sup>۲</sup> (AMS)

##### ۵-۵-۱ توصیف

این روش ذرات هواسل را به جزءهایی بر پایه نسبت جرم به بار طبقه بندی می کند. مفهوم اصلی آن است که هواسل با توزیع بار بولتزمن از میان یک حلقه در یک سانتیفریوژ استوانه‌ای با اعمال ولتاژ DC شارش می یابد. این اساس معادله نیرویی است که در آن شتاب گریز از مرکز ذرات با نیروی الکترواستاتیک<sup>۳</sup> (ایستابرقی) روی یک ذره به تعادل متقابل می رسند.

هواسل ابتدا باید از میان بخش خنثی کننده عبور می کند. در خروجی افزاره<sup>۴</sup>، یک سامانه آشکارسازی هواسل مورد نیاز است تا توزیع اندازه تعداد ذره را تعیین کند. ولتاژ اعمالی و سرعت چرخشی می تواند تغییر کند تا اجزای اندازه انتخاب شده با جرم ذره حاصل شود.

##### ۵-۵-۲ پارامترهای نانوشیء

غلظت و اندازه.

یادآوری - اندازه از جرم ذره محاسبه می شود.

1 - Intact

2 - Aerosol Particle Mass Analyser (AMS)

3 - Electrostatic

4 - Device

### ۳-۵-۵ مزایا

۱-۳-۵-۵ تفکیک پذیری جرمی بالا.

۲-۳-۵-۵ فرضیات توزیع جرم مورد نیاز نیست.

۳-۳-۵-۵ اندازه گیری تقریباً بی درنگ<sup>۱</sup>.

۴-۳-۵-۵ اطلاعات چگالی مؤثر هنگامی که با آنالیز تحرک تفاضلی جفت می شود (به زیربند ۵-۹ مراجعه شود).

۵-۳-۵-۵ اندازه گیری مستقیم جرم ذره.

۶-۳-۵-۵ تعیین غلظت عددی بر پایه جرم.

### ۴-۵-۵ محدودیت ها

۱-۴-۵-۵ فقط برای نانوذرات حمل شده به وسیله هوا (تعلیقه ها یا پودرها نیاز است تبدیل به هواسل شوند) قابل اجرا است.

۲-۴-۵-۵ حد پایین جرم حدود  $1 \text{ fg}$ ، حد بالا حدود  $100 \text{ fg}$  (از اندازه حدود  $30 \text{ nm}$  تا  $500 \text{ nm}$  با فرض آن که شکل ذرات کروی با چگالی  $1 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  است).

۳-۴-۵-۵ نیاز به یک باردارکننده<sup>۲</sup> ذره هواسل و یک خنثی کننده بار رادیواکتیو دارد (گسیلنده بتا یا آلفا).

### ۵-۵-۵ اندازه ده

غلظت عددی ذره به صورت تابعی از نسبت جرم به بار ذرات.

### ۶-۵-۵ استانداردهای مرتبط

هیچ استاندارد شناسایی نشده است؛ ولی، مقالاتی این روش را توصیف کرده اند [14] [15] [16].

### ۶-۵ طیف سنجی الکترون اوژه<sup>۳</sup> (AES)

#### ۱-۶-۵ توصیف

طیف سنجی الکترون اوژه یک روش باریکه الکترونی است که معمولاً برای تعیین ترکیب بندی شیمیایی سطوح استفاده می شود. برانگیختگی نمونه با باریکه الکترونی پر انرژی منجر به تولید حفره- هسته می شود. واهلش<sup>۴</sup> از این حالت برانگیخته هنگامی رخ می دهد که این حفره هسته با یک الکترون از حالت انرژی بالاتر با گسیل همزمان یا یک فوتون پرتوی ایکس و یا یک الکترون اوژه پر شود. به دلیل انرژی نسبتاً پایین

1 - Real time  
2 - Charger  
3 - Auger electron spectroscopy(AES)  
4 - Relaxation

( $< 3\text{keV}$ ) الکترون‌های اوژه گسیل شده، پویش آزاد میانگین<sup>۱</sup> در داخل نمونه محدود به کمتر از  $10\text{nm}$  شده و AES را به طور ذاتی حساس سطحی می‌کند.

#### ۵-۶-۲ پارامترهای نانوشیء

غلظت (طیف سنجی پرتو ایکس بر اساس تفکیک انرژی یا نقشه‌نگاری عنصری)، اندازه (تصویربرداری الکترون ثانویه)، ترکیب‌بندی شیمیایی و شکل.

#### ۵-۶-۳ مزایا

۵-۶-۳-۱ تفکیک‌پذیری فضایی بالا ( $< 1\mu\text{m}$ ) و سطحی ( $\approx 0.1\text{nm}$ ) [فضایی در این متن به صفحه افقی آنالیز (جهت x-y) و سطح به عمق اشاره دارد].

۵-۶-۳-۲ هنگامی که باریکه الکترونی روبشی استفاده شود، نقشه‌نگاری عنصری ممکن است.

۵-۶-۳-۳ قابلیت پروفایل نگاری عمق هنگامی که با کندوپاش یونی ترکیب شوند.

۵-۶-۳-۴ حساسیت آشکارسازی بالا؛ توانمندی آنالیز یک جزء از یک تک لایه سطحی را دارد.

#### ۵-۶-۴ محدودیت‌ها

۵-۶-۴-۱ آنالیز نمونه‌های نارسا می‌تواند به دلیل اثر باردهی سطح ایجاد مشکل کند.

۵-۶-۴-۲ آلودگی سطح می‌تواند آنالیز داده را پیچیده کند.

#### ۵-۶-۵ اندازه‌ده

۵-۶-۵-۱ انرژی‌های الکترون (eV) و شدت سیگنال (شمارش).

۵-۶-۵-۲ طول و عرض (A. یا nm) اندازه‌گیری شده از تصویر الکترون اوژه و پرتوی ایکس یا نقشه‌نگاری عنصری.

۵-۶-۵-۳ عمق (A. یا nm) با استفاده از کندوپاش<sup>۲</sup> یونی و اندازه‌گیری با یک ضخامت مشخص استاندارد.

#### ۵-۶-۶ استانداردهای مربوط

-ISO 16531, *Surface chemical analysis-Depth profiling – Methods for ion beam alignment and associated measurement of current and current density for depth profiling in AES and XPS*

-ISO 20903, *Surface chemical analysis- Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy– Methods used to determine peak intensities and information required when reporting results.*

-ISO /IR 14187, *Surface chemical analysis – Characterization of nanostructured materials*

1 - Mean free path

2 - Sputtering

-ASTM E827-08, *Standard guide for identifying elements by the peaks in Auger Electron Spectroscopy*

-ASTM E 984-12, *Standard guide for identifying chemical effects and matrix effects in Auger Electron spectroscopy*

- ASTM E996-10 *Standard practice for reporting data in Auger Electron spectroscopy and X-ray photo electron Spectroscopy*

-ASTM E1217-11, *Standard practice for determination of the Specimen area contributing to the detected Signal in Auger Electron Spectrometers and Some X-ray photoelectron Spectrometers*

#### ۷-۵ روش بت (BET) برای جذب سطحی فیزیکی - تعیین مساحت سطح

##### ۷-۵-۱ توصیف

یک روش تعیین مساحت سطح ویژه کل برای جامدات متخلخل و بسیار ریز با اندازه‌گیری مقدار گاز جذب‌شده فیزیکی با استفاده از مدل تهیه‌شده توسط برونر، اِمِت و تیلر برای تفسیر هم‌دماهای جذب سطحی‌شده گاز است [17].

روش بت برای همه هم‌دماهای جذب سطحی طبق طبقه‌بندی آیوپاک<sup>۱</sup> (IUPAC) هم‌دماهای جذب سطحی قابل انجام است. برای این حالت‌ها، سطح بت می‌تواند به صورت «سطح قابل دسترس مورد بررسی» (یعنی سطح مؤثر موجود برای جذب سطحی از جاذب گزینش‌شده) در نظر گرفته شود.

##### ۷-۵-۲ پارامترهای نانوشیء

مساحت سطح.

##### ۷-۵-۳ مزایا

۷-۵-۳-۱ روش‌های آزمون مشخص و استانداردهای ایزو در دسترس.

۷-۵-۳-۲ آنالیز خودکار.

۷-۵-۳-۳ دقت بالا.

##### ۷-۵-۴ محدودیت‌ها

۷-۵-۴-۱ معمولاً محدود به پودرهای خشک و جامدات متخلخل است.

۷-۵-۴-۲ پیش از آنالیز، نمونه معمولاً در دماهای بالا گاززدایی شود (انبوهش ممکن است اتفاق بیفتد).

۷-۵-۴-۳ روش بت برای جامداتی که گاز اندازه‌گیری‌کننده را جذب می‌کنند قابل اطمینان نیست.

۵-۷-۵ اندازه دهه

مساحت سطح ویژه بر حسب  $\frac{m^2}{g}$  (از آنالیز بت).

۵-۷-۶ استانداردهای مرتبط

-ISO 9277, *Determination of the Specific Surface area of Solids by gas adsorption – BET Method*

-ISO 15901-2, *Pore Size distribution and porosity of Solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption- part 2: Analysis of mesopores and macropores by gas adsorption*

-ISO 18757, *Fine ceramic (advanced ceramics, advance technical ceramics) - Determination of Specific surface area of ceramic powders by gas adsorption using the BET method*

-ASTMC 1274-12, *Standard test method for advanced ceramic Specific Surface area by physical adsorption*

-ASTM D 1993-03, *Standard test method for precipitated Silica- Surface area by multipoint BET nitrogen adsorption*

-ASTM B922-10, *Standard test method for metal powder Specific Surface area by physical adsorption*

-ASTM C1069-09, *Standard test method for Specific Surface area of alumina or quartz by nitrogen adsorption*

۵-۸-۸ شمارنده ذره چگال (متراکم)<sup>۱</sup> (CPC)

۵-۸-۱-۱ توصیف

اساس معمول برای همه انواع CPC های مختلف، آن است که از چگالش بخارهای فوق اشباع برای رشد ذرات بسیار ریز و نانوذرات به اندازه قطره‌های کوچک<sup>۲</sup> به گونه‌ای که به صورت نوری آشکار شوند، استفاده می‌شود.

۵-۸-۲ پارامترهای نانوشیء

غلظت.

۵-۸-۳ مزایا

۵-۸-۳-۱ اندازه‌گیری بی‌درنگ.

۵-۸-۳-۲ توانایی اندازه‌گیری وابسته به زمان.

۵-۸-۳-۳ روش‌های قابل اطمینان کیفی مدون.

۵-۸-۳-۴ اندازه‌گیری‌ها معمولاً در محدوده وسیعی از اندازه مستقل از خواص ذره هستند.

1 - Condensation particle counter (CPC)

2 - Droplet

#### ۴-۸-۵ محدودیت‌ها

۴-۸-۵-۱ قابل اجرا فقط برای نانوذرات حمل شده به وسیله هوا.

۴-۸-۵-۲ حد اندازه پایین ۱ nm، حد اندازه بالا  $5 \mu m$ .

۴-۸-۵-۳ حد بالایی غلظت عددی به شروع هم‌زمانی بستگی دارد.

۴-۸-۵-۴ حد پایینی اندازه به ترکیب بندی ذره بستگی دارد.

#### ۴-۸-۵ اندازه ده

غلظت عددی ذره.

#### ۶-۸-۵ استانداردهای مرتبط

-ISO 27891, *Aerosol particle number concentration – Calibration of condensation particle counters*

#### ۹-۵ سامانه آنالیز تحرک تفاضلی<sup>۱</sup> (DMAS)

#### ۱-۹-۵ توصیف

یک روش برای اندازه‌گیری توزیع اندازه هواسل‌های زیر میکرومتر است [18].

سامانه آنالیز تحرک تفاضلی شامل یک خنثی‌ساز بار، طبقه‌بندی‌کننده تحرک الکتریکی تفاضلی<sup>۲</sup> (DEMC)، آشکارساز ذره، جوشش<sup>۳</sup>، پمپ و الکترونیک است. دستگاه DEMC شامل یک مجرا با روزنه‌ای در دیواره در موقعیت پایینی عمود بر شارش است. هواسل با توزیع بار بولترمن با اعمال ولتاژ DC به سوی دیواره‌های مجرا به سمت پایین شارش می‌یابد. گرادیان ولتاژ اعمالی سبب می‌شود که ذرات باردار با سرعت مهاجرت طبق تحرک ذره به دیواره روزنه‌دار رانده شوند. اندازه ذرات به وسیله عبور از میان روزنه دیواره کناری بسته به اندازه ذره، بار ذره، گرادیان ولتاژ، پهنای مجرا، طول در امتداد کانال تا روزنه و سرعت شارش طبقه‌بندی می‌شوند [19] [20].

یک شمارنده ذره‌چگال (CPC)، یک آشکارساز مناسب برای استفاده با یک سامانه آنالیز تحرک تفاضلی (به زیر بند ۵-۸ مراجعه شود) است. اساس معمول انواع دستگاه‌های CPC آن است که بخار فوق اشباع برای رشد ذره بسیار ریز و نانوذرات به اندازه‌های قطره کوچک که به صورت نوری آشکار می‌شوند، استفاده شود.

یادآوری - یک CPC آشکارسازی است که تعدادی از ذرات در داخل محدوده اندازه مؤثر در یک دوره زمانی فراهم می‌کند. اگر با یک طبقه‌بند اندازه جفت شود، سپس روش ترکیبی می‌تواند توزیع تعداد ذره را فراهم نماید که با اندازه متمایز نمی‌شود.

---

1- Differential mobility analysis system (DMAS)  
2 - Differential electrical mobility classifier (DEMC)  
3 - Plumbing



### ۲-۹-۵ پارامترهای نانوشیء

غلظت، اندازه، توزیع اندازه.

یادآوری - منظور از اندازه، اندازه معادل کروی تحرک الکتریکی است.

### ۳-۹-۵ مزایا

۱-۳-۹-۵ تفکیک پذیری بالای اندازه.

۲-۳-۹-۵ فرضیات توزیع اندازه مورد نیاز نیست.

۳-۳-۹-۵ اندازه گیری تقریباً بی درنگ.

۴-۳-۹-۵ توانایی اندازه گیری وابسته به زمان.

۵-۳-۹-۵ روش های قابل اطمینان کیفی مدون.

### ۴-۹-۵ محدودیت ها

۱-۴-۹-۵ قابل اجرا فقط برای نانوذرات حمل شده به وسیله هوا (تعلیقه ها یا پودرها باید هواسل شوند).

یادآوری - دستگاه الکتروافشانه معمولاً به همراه DMAS استفاده می شود تا ماده هواسل نشان دار شده با بار از تعلیقه ذره تولید می شود.

۲-۴-۹-۵ حد پایین اندازه  $2 \text{ nm}$ ، حد بالا اندازه  $1000 \text{ nm}$  (حد بالای اندازه با CPC  $5 \mu\text{m}$  است).

۳-۴-۹-۵ حد پایین غلظت عددی  $10^2 \text{ cm}^{-3}$  و حد بالای غلظت عددی  $10^7 \text{ cm}^{-3}$  است (بدون رقیق سازی).

### ۵-۹-۵ اندازه دهه

غلظت عددی ذره به صورت تابعی از قطر معادل تحرک الکتریکی.

### ۶-۹-۵ استانداردهای مرتبط

- ISO 15900, *Determination of Particle Size distribution electrical mobility analysis for aerosol particles*

### ۱۰-۵ گرماسنجی روبشی تفاضلی<sup>۱</sup> (DSC)

### ۱-۱۰-۵ توصیف

یک روش که در آن اختلاف ورودی های انرژی به یک ماده و یک ماده مرجع به صورت تابعی از دما در حالی که ماده و ماده مرجع تحت برنامه دمایی کنترل شده هستند، اندازه گیری می شود.

1 - Differential scanning calorimetry (DSC)

۵-۱۰-۲ پارامترهای نانوشیء

رفتار حرارتی.

۵-۱۰-۳ مزایا

۵-۱۰-۳-۱ کمترین آماده‌سازی نمونه مورد نیاز است.

۵-۱۰-۳-۲ روبش سریع مانع از تجزیه مواد در دماهای بالاتر (روبش در  $\frac{400}{\text{min}}^{\circ}\text{C}$  و سریع‌تر) می‌شود.

۵-۱۰-۳-۳ محدوده‌های دمایی وسیع.

۵-۱۰-۳-۴ اندازه‌گیری‌ها در اتمسفرهای مختلف قابل انجام است.

۵-۱۰-۳-۵ به صورت کیفی می‌توان قدرت اتصال بین پرکننده نانویی و اپوکسی در نانوچندسازه‌ها (نانوکامپوزیت‌ها) (قوی یا ضعیف) را مشخصه‌یابی کرده و جزء بی‌شکل صلب<sup>۱</sup> (RAF) سامانه نانوچندسازه را بررسی می‌کند [21] [22].

۵-۱۰-۴ محدودیت‌ها

بسیاری از دستگاه‌های DSC نمی‌توانند در سرعت  $\frac{400}{\text{min}}^{\circ}\text{C}$  روبش کنند یا داده را در آن سرعت‌ها جمع‌آوری کنند.

۵-۱۰-۵ اندازه‌ده

۵-۱۰-۵-۱:  $\frac{J}{g}$  انرژی ورودی بر جرم واکنش‌های گرمازا یا گرماگیر.

۵-۱۰-۵-۲:  $\frac{J}{(g.K)}$  ظرفیت گرمایی، گرمای ویژه.

۵-۱۰-۶ استانداردهای مربوط

-ISO 11357-1, *Plastics - Differential Scanning Calorimetry (DSC)- Part 1: General principles*

-ISO-11357 -2, *Plastics- Differential Scanning Calorimetry (DSC)- Part 2: Determination of glass transition temperature and glass transition Step height*

-ISO 11357-3, *Plastics- Differential Scanning Calorimetry (DSC)- Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization*

-ISO 11357-4, *Plastics- Differential Scanning Calorimetry (DSC)- Part 4 :Determination of Specific heat Capacity*

---

1 - Rigid amorphous fraction (RAF)

-ISO 11357 -5, *Plastics –Differential Scanning calorimetry (DSC) – Part 5: Determination of Characteristics reaction – Curve temperatures and Times, enthalpy of reaction and degree of conversion*

-ISO 11357-6, *Plastics- Differential Scanning Calorimetry (DSC)- Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)*

-ISO 11357-7, *Plastics-Differential Scanning Calorimetry (DSC)-Part 7: Determination of crystallization Kinetics*

## ۱۱-۵ پراکندگی نور پویا<sup>۱</sup> (DLS)

### ۱-۱۱-۵ توصیف

پراکندگی نور پویا (DLS)، که به پراکندگی نور شبه کشسان<sup>۲</sup> نیز اشاره دارد، یک مجموعه‌ای از روش‌ها برای اندازه‌گیری اندازه ذرات با حرکت براونی در تعلیق مایع است، روش DLS شامل طیف‌سنجی همبستگی فوتون<sup>۳</sup> (PCS)، طیف‌سنجی همبستگی متقابل فوتون<sup>۴</sup> (PCCS) و آنالیز بسامدی است. حرکت تصادفی ذرات منجر به افت و خیز نرخ تعداد فوتون اندازه‌گیری شده روی جزء بسیار کوچکی از زمان (از مرتبه میکروثانیه) و یک جابه‌جایی کوچک در بسامد نور می‌شود. نرخ افت و خیز یا مقدار جابه‌جایی بسامدی مرتبط با سرعت حرکت ذره است، که آن نیز مرتبط به اندازه هیدرودینامیکی است.

یادآوری - آنالیز همبستگی شدت وابسته به زمان نور پراکنده شده، یا آنالیز جابه‌جایی بسامدی نور پراکنده شده، می‌تواند منجر به ضریب پخش انتقالی و بنابراین قطر هیدرودینامیکی کروی معادل به وسیله رابطه استوکس - انیشتین شود.

### ۲-۱۱-۵ پارامترهای نانوشیء

اندازه و توزیع اندازه (بس پراکندگی).

### ۳-۱۱-۵ مزایا

۱-۳-۱۱-۵ اندازه‌گیری سریع (چند ثانیه تا چند دقیقه).

۲-۳-۱۱-۵ برای ذرات در پراکنه رقیق شده، اگر بس پراکندگی کم باشد، امکان اندازه‌گیری اندازه ذرات به صورت پایدار وجود دارد.

۳-۳-۱۱-۵ می‌تواند نتایج تکرارپذیر را در توافق با روش‌های دیگر برای ذرات کروی با توزیع اندازه باریک فراهم نماید.

۴-۳-۱۱-۵ برخی از چیدمان‌های نوری اندازه‌گیری نمونه‌های غلیظ را امکان‌پذیر می‌سازند، جایی که پراکندگی چندگانه در غیر این چیدمان‌ها با آنالیز تداخل می‌کند.

1- Dynamic light scattering (DLS)

2 - Quasi-elastic light scattering(QELS)

3 - Photon correlation spectroscopy (PCS)

4 - Photon cross- correlation spectroscopy (PCCS)

۵-۱۱-۳-۵ از نظر آماری قابل قبول؛ سیگنال‌ها را از میلیون‌ها ذره اندازه‌گیری می‌کند.

۵-۱۱-۳-۶ قابلیت ردیابی در یکای SI، متر، با استفاده از دانستن طول موج فرودی ممکن است.

۵-۱۱-۳-۷ غیرمخرب و غیرتهاجمی.

۵-۱۱-۴ محدودیت‌ها

۵-۱۱-۴-۱ به دلیل آنکه بازدهی پراکندگی به شدت با اندازه ذره افزایش می‌یابد، بنابراین توزیع‌های (اندازه ذرات) وسیع نمی‌تواند به دقت تعیین شود.

۵-۱۱-۴-۲ حد پایین  $\approx 1$  nm؛ حد بالا چند میکرومتر بسته به طرح آشکارسازی (1 nm تا 6000 nm). حد بالا معمولاً به وسیله رسوب و افت و خیز تعداد ذره که نسبت به ذرات بزرگ حساس است، محدود می‌شود (در محدوده  $100$  nm <، پراکندگی متناسب با شعاع با توان شش قطر افزایش می‌یابد).

۵-۱۱-۴-۳ توزیع‌های اندازه، حساس به کیفیت داده و درجه بس‌پراکندگی است و نیاز به استفاده از الگوریتم‌های معکوس استانداردسازی نشده با پارامترهای قابل تنظیم کاربر است که تفکیک‌پذیری و نوفه ظاهر شده در توزیع نهایی را تحت تأثیر قرار می‌دهد.

۵-۱۱-۴-۴ انحراف از حالت کروی و غلظت‌های بالای ذرات پراکنده شده تأثیر منفی روی دقت اندازه‌گیری می‌گذارد.

۵-۱۱-۵ اندازه‌ده

قطر هیدرودینامیکی کروی معادل.

یادآوری - آنالیز تجمعی تابع خودهمبستگی، میانگین پایداری را ایجاد می‌کند - میانگین هماهنگ شدت تابع توزیع اندازه وزن‌دهی شده، یعنی، قطر میانگین  $Z^1$ .

۵-۱۱-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO 13321, *Particle Size analysis- Photon correlation spectroscopy*
- ISO 22412, *Particle Size analysis – Dynamic light Scattering (DLS)*
- ASTM E2490, *Standard guide for measurement of particle size distribution of nanomaterials in suspension by Photon Correlation Spectroscopy (PCS)*

## ۱۲-۵ طیف‌سنجی اتلاف انرژی الکترون<sup>۱</sup> (EELS عبوری)

### ۱-۱۲-۵ توصیف

یک روش که در آن طیف‌سنج الکترونی، طیف انرژی الکترون‌هایی (از منبع تک انرژی اسمی) را اندازه‌گیری می‌کند که برهم‌کنش ناکشسان با نمونه دارند و اغلب به دلیل فرآیندهای اتلاف ناکشسان ویژه شاخصه‌هایی بروز می‌دهند. روش EELS عبوری با دستگاه TEM کار می‌کند (به زیربند ۵-۳۴ مراجعه شود) [23].

یادآوری ۱- طیف اتلاف انرژی الکترون، اندازه‌گیری شده با باریکه الکترونی فرودی، تابعی از انرژی باریکه، زاویه فرودی باریکه، زاویه گسیل و خواص الکترونیکی نمونه است.

### ۲-۱۲-۵ پارامترهای نانوشیء

ترکیب‌بندی شیمیایی.

### ۳-۱۲-۵ مزایا

۱-۳-۱۲-۵ تفکیک‌پذیری فضایی از مرتبه اندازه باریکه الکترونی.

۲-۳-۱۲-۵ هر جامدی می‌تواند آنالیز شود.

۳-۳-۱۲-۵ آنالیز کمی امکان‌پذیر است.

۴-۳-۱۲-۵ سیگنال‌ها حاوی اطلاعات شیمیایی هستند.

۵-۳-۱۲-۵ اطلاعات مستقیم از ساختار جامدات و حالت اکسایش عناصر می‌تواند بدست آید.

### ۴-۱۲-۵ محدودیت‌ها

۱-۴-۱۲-۵ نیاز به نمونه‌های بسیار نازک است  $< 30\text{ nm}$ .

۲-۴-۱۲-۵ شدت ضعیف برای تلفات انرژی  $> 300\text{ eV}$ .

۳-۴-۱۲-۵ فقط با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) می‌توان انجام داد. به زیر بند ۵-۳۴ مراجعه شود.

### ۵-۱۲-۵ اندازه‌ده

تغییرات در توزیع انرژی باریکه عبوری از میان نمونه نازک (eV).

### ۶-۱۲-۵ استانداردهای مرتبط

استانداردهایی در ISO/TC202 پیش‌نویس شده‌است.

## ۵-۱۳ روش الکتروکوچی / الکتروکوچی مویینه<sup>۱</sup>

### ۵-۱۳-۱ توصیف

روش الکتروکوچی یک روش جداسازی بر پایه سرعت‌های ترابری تفاضلی گونه‌ای باردار در میدان الکتریکی در محیط رسانا است. روش‌های جداسازی الکتروجنبشی مویینه‌های کمتر از میلی‌متر و در مجراهای میکرو و نانوسیل عمل می‌کنند. روش الکتروکوچی گاهی به همراه طیف‌سنجی همبستگی یا پراکندگی نور آنالیز فاز برای تعیین پتانسیل الکتروجنبشی به کار می‌رود.

### ۵-۱۳-۲ پارامترهای نانوشیء

پتانسیل الکتروجنبشی.

### ۵-۱۳-۳ مزایا

۵-۱۳-۱-۳ انواع مختلفی از الکتروکوچها وجود دارند (میل ترکیبی، مویینگی، ژل و غیره) که می‌توانند در جداسازی آنالیت به طور مناسبی به کار برده شوند.

۵-۱۳-۲-۳ بعضی از روش‌های الکتروکوچی می‌توانند با روش‌های دیگر جفت شوند.

۵-۱۳-۳-۳ اگر استانداردهای کالیبراسیون در دسترس باشد، می‌توان آنالیز کمی انجام داد.

### ۵-۱۳-۴ محدودیت‌ها

۵-۱۳-۴-۱ فقط پراکنه‌ها/ مایعات؛ آنالیز هیچ گاز یا جامدی ممکن نیست.

۵-۱۳-۴-۲ برای بهترین حالت جداسازی نیاز به بهینه‌سازی است.

۵-۱۳-۴-۳ احتمالاً برای آشکارسازی آنالیت نیاز به برچسب‌زنی است.

### ۵-۱۳-۵ اندازه‌دهها

سرعت الکتروکوچی بر قدرت میدان الکتریکی (تحرک الکتروکوچی).

### ۵-۱۳-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO 13099-1, *Colloidal systems — Methods for zeta-potential determination — Part 1: Electroacoustic and electrokinetic phenomena*
- ISO 13099-2, *Colloidal systems — Methods for zeta-potential determination — Part 2: Optical methods*
- ASTM E2865-12, *Standard Guide for Measurement of Electrophoretic Mobility and Zeta Potential of Nanosized Biological Materials*

## ۱۴-۵ طیف سنجی پرتوی ایکس براساس تفکیک انرژی<sup>۱</sup> (EDS/EDX)

### ۱-۱۴-۵ توصیف

طیف‌سنجی پرتوی ایکس روشی است که از باریکه الکترونی و سطح نمونه استفاده می‌کند تا فوتون‌های مجزایی تولید کند که با آشکارساز موازی اندازه‌گیری شوند. با خروج یک الکترون یک جای خالی ایجاد می‌شود که یک الکترون دیگر می‌تواند از مدار بیرونی به درون آن بیفتد. پرتوی ایکس ناشی از گذار بین مدارهای داخلی است که به‌طور معمول پر هستند. بدین ترتیب می‌توان یک بافت‌نگاشت ایجاد کرد که نماینده توزیع انرژی‌های گسیلی پرتوی ایکس است.

سامانه‌های EDS / EDX (طیف‌سنجی پرتو ایکس بر اساس تفکیک انرژی) معمولاً در میکروسکوپ‌های الکترونی روبشی یا عبوری استفاده می‌شود.

### ۲-۱۴-۵ پارامترهای نانوشیء

ترکیب‌بندی شیمیایی.

### ۳-۱۴-۵ مزایا

۱-۳-۱۴-۵ EDS قابلیت کنترل نیمه کمی را دارد یا با کنترل‌ها و آماده‌سازی مناسب نمونه آنالیز کمی امکان‌پذیر می‌شود.

۲-۳-۱۴-۵ EDS می‌تواند برای تولید نقشه‌های ترکیب‌بندی عنصری چند بعدی پیچیده استفاده شود.

### ۴-۱۴-۵ محدودیت‌ها

۱-۴-۱۴-۵ نمونه‌ها باید به خوبی پولیش شده باشند و نماینده ماده توده (بالک) باشند. ممکن است گاهی ضروری باشد که نمونه‌های نارسانا را با یک لایه نازک کربن لایه‌نشانی کرد.

۲-۴-۱۴-۵ برای کمی‌سازی استانداردها مورد نیاز هستند.

### ۵-۱۴-۵ اندازه‌ده

ترکیب‌بندی عنصری یک نقطه یا یک سطح یا یک حجم خاص شامل نوع، توزیع و کمیت نسبی عناصر.

### ۶-۱۴-۵ استانداردهای مرتبط

- ISO 15632, *Microbeam analysis — Selected instrumental performance parameters for the specification and checking of energy-dispersive X-ray spectrometers for use in electron probe microanalysis*

- ISO 22309, *Microbeam analysis — Quantitative analysis using energy-dispersive spectrometry (EDS) for elements with an atomic number of 11 (Na) or above*

---

1- Energy- dispersive X-ray spectroscopy (EDS)

## ۵-۱۵ جزء جزء کردن با شارش میدان<sup>۱</sup> (FFF)

### ۵-۱۵-۱ توصیف

یک روش جداسازی است که در آن معمولاً میدانی روی یک تعلیقه مایع که از یک مجرای نازک و تخت عبور می‌کند، اعمال می‌شود تا باعث جداسازی ذرات داخل مایع شود. این روش جداسازی به برهمکنش‌های مختلف ذرات با میدان اعمالی وابسته است. جداسازی توسط الیف‌های توخالی نیز به صورت تجاری در دسترس است [25].

**یادآوری ۱-** این میدان، به عنوان مثال، می‌توان گرانشی، گریز از مرکز، شارشی، الکتریکی یا مغناطیسی باشد. شارش FFF پرکاربردترین زیرروش FFF بوده و تجاری شده‌است. شارش FFF جداسازی را بر اساس اندازه هیدرودینامیکی انجام می‌دهد.

**یادآوری ۲-** استفاده از یک آشکارساز مناسب بعد از جداسازی یا حین آن این امکان را فراهم می‌نماید که اندازه، توزیع اندازه و غلظت نانواشیاء تعیین شود.

**یادآوری ۳-** جداسازی توسط FFF می‌تواند به اندازه، طول، و شکل آنالیت حساس باشد.

**یادآوری ۴-** با ذراتی که در مکان‌های مختلف در شار سهمی‌وار دارای سرعت‌های متفاوت هستند، شارش مجرا تحت شرایط اعمالی سهمی‌وار می‌شود.

### ۵-۱۵-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه، توزیع اندازه، غلظت (به‌وسیله آشکارساز اضافی)، ترکیب‌بندی شیمیایی (با یک آشکارساز اضافی).

### ۵-۱۵-۳ مزایا

۵-۱۵-۳-۱ نمونه‌های به شدت بس‌پراکنده می‌توانند به جمعیت‌های مجزا تفکیک شوند.

۵-۱۵-۳-۲ آشکارسازهای مختلفی می‌توانند به کار گرفته شوند مانند شکست‌سنج تفاضلی<sup>۲</sup>، جذب فرابنفش/ مرئی، فلورسانس، پراکندگی نور پویا، پراکندگی نور ایستای چند زاویه‌ای، یا طیف‌سنج پلاسمای جفت‌شده القائی-جرمی.

### ۵-۱۵-۴ محدودیت‌ها

۵-۱۵-۴-۱ حد پایینی اندازه وابسته به چگالی ذرات و روش FFT مورد استفاده است ولی بطور معمول از ۲ nm تا ۵ nm است. این اندازه را به دقت می‌توان با کالیبراسیون، زمان ثبت یا با آشکارسازی ثانویه تعیین کرد.

۵-۱۵-۴-۲ توزیع‌هایی که در محدوده مقیاس نانومتر تا یک میکرون هستند را نمی‌توان به‌طور مناسب جدا کرد، با شویش ذرات بزرگ‌تر از یک میکرون جدا می‌شوند.

۵-۱۵-۴-۳ نمونه باید در محیط مایع پراکنده شود.

1 - Field flow fractionation (FFF)

2 - Differential refractometer



### ۵-۱۵-۵ اندازه دهه

۵-۱۵-۵-۱ بسته به آشکارساز مورد استفاده: حجم، شدت یا اندازه جرم وزنی یا توزیع اندازه (nm).

۵-۱۵-۵-۲ غلظت با استفاده از جذب فرابنفش / مرئی یا شدت فلورسانس.

۵-۱۵-۵-۳ قطر هیدرودینامیکی بر اساس زمان ثبت؛ با استفاده از کالیبراسیون برای ذرات با اندازه مشخص تحت شرایط یکسان شویش، دقت بالاتر قابل حصول است.

### ۵-۱۵-۶ استانداردهای مرتبط

استاندارد ISO/TS 21362 در حال تدوین است.

### ۱۶-۵ طیف‌سنجی فلورسانس<sup>۱</sup>

#### ۱-۱۶-۵ توصیف

نوعی از طیف‌سنجی الکترومغناطیسی است که تابش فلورسانس نمونه را آنالیز می‌کند. در این طیف‌سنجی نمونه را تحت تابش نورهای فرابنفش و مرئی قرار می‌دهند تا حالت برانگیختگی الکترونی ایجاد شده و سپس باعث نشر نور با طول موج بالاتر (فلورسانس) شود.

#### ۲-۱۶-۵ پارامترهای نانوشی

غلظت.

#### ۳-۱۶-۵ مزایا

۱-۳-۱۶-۵ روش حساس، پایین‌تر از سطح فلوروفور منفرد.

۲-۳-۱۶-۵ روش سریع برای اندازه‌گیری‌های کیفی.

۳-۳-۱۶-۵ سازگار با اشکال مختلف نمونه‌ها.

۴-۳-۱۶-۵ حساس به تغییرات اندازه و شکل نانوشی.

#### ۴-۱۶-۵ محدودیت‌ها

۱-۴-۱۶-۵ تداخل فلورسانس پس‌زمینه برای برخی از نمونه‌ها.

۲-۴-۱۶-۵ اندازه‌گیری کمی زمان‌بر بوده و نیازمند استانداردهای کالیبراسیون است.

۳-۴-۱۶-۵ برای اندازه‌گیری‌های کمی نانواشیاء اغلب اصلاحاتی در پراکنش مورد نیاز است.

#### ۵-۱۶-۵ اندازه دهه

۱-۵-۱۶-۵ طیف فلورسانس، شدت بر حسب طول موج.

۵-۱۶-۲ بازده/ کارایی کوانتومی.

۵-۱۶-۶ استانداردهای مرتبط

- ASTM E578-07, *Standard Test Method for Linearity of Fluorescence Measuring Systems*
- ASTM E579-04, *Standard Test Method for Limit of Detection of Fluorescence of Quinine Sulfate in Solution*
- ASTM E388-04, *Standard Test Method for Wavelength Accuracy and Spectral Bandwidth of Fluorescence Spectrometers*
- Resch-Genger U., DeRose P. C. Classification, terminology, and recommendations on their selection, use, and production (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.* 2010, **82** pp. 2315-2335

۵-۱۷ طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه<sup>۱</sup> (FT-IR) / تصویربرداری FT-IR

۵-۱۷-۱ توصیف

روشی که در آن پیوندهای مولکولی نمونه به وسیله تابش فروسرخ با پهنای طیفی وسیع برانگیخته شده و روش ریاضی تبدیل فوریه برای بدست آوردن طیف جذبی به کار گرفته می‌شود. طیف می‌تواند به صورت تابعی از موقعیت  $x$  و  $y$  نمونه به دست آید که تصویربرداری FTIR نامیده می‌شود.

۵-۱۷-۲ پارامترهای نانوشیء

ترکیب‌بندی شیمیایی.

۵-۱۷-۳ مزایا

۵-۱۷-۳-۱ آنالیز ترکیب‌بندی مخلوط‌های شیمیایی در فاز جامد یا گاز می‌تواند تعیین شود.

۵-۱۷-۳-۲ بازده بالا، نسبت سیگنال به نوفه بالا و دقت بالای طول موجی.

۵-۱۷-۳-۳ نمونه‌ها می‌توانند یا در دمای محیط (در هوای پاک‌سازی شده<sup>۲</sup>) باشند یا در شرایط فرامحیطی مانند خلاء بسیار بالا، دمای بسیار پایین، فشار بالا و دمای بالا باشند.

۵-۱۷-۳-۴ معمولاً غیر مخرب است و نمونه نیاز به آماده‌سازی زیادی ندارد.

یادآوری - نمونه از بین می‌رود ولی مولکولها تخریب نمی‌شوند.

۵-۱۷-۳-۵ غیر حساس به نور مزاحم.

۵-۱۷-۳-۶ عمق نفوذ بالا؛ می‌تواند برای طیف‌گیری نیم‌رساناهایی با کاف نوار<sup>۳</sup> (گاف انرژی) پایین هم استفاده شود.

1 - Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy

2 - Purged air

3 - Bandgap

#### ۴-۱۷-۵ محدودیت‌ها

۴-۱۷-۵-۱ به دلیل حساسیت این روش به آب، برای مشخصه‌یابی فاز آبی مناسب نیست.

۴-۱۷-۵-۲ این روش به CO<sub>2</sub> حساس است و باید برای خروج گازهای CO<sub>2</sub> و H<sub>2</sub>O تجهیزات پاکسازی شوند.

یادآوری - محدودیت CO<sub>2</sub> فقط در روش FT-IR گازی صدق می‌کند.

۴-۱۷-۵-۳ به دلیل پیچیدگی طیفی، برای تعیین باند مناسب به کاربران باتجربه و دسترسی به کتابخانه طیفی نیاز است.

#### ۴-۱۷-۵-۵ اندازه‌ده

۴-۱۷-۵-۱ تغییرات گشتاورهای دوقطبی مدهای ارتعاشی برانگیخته (یک روش مکمل برای طیف‌سنجی رامان) بررسی می‌شود.

۴-۱۷-۵-۲ ارتعاشات پیوندهای شیمیایی بر حسب عدد موج (cm<sup>-1</sup>) اندازه‌گیری می‌شوند.

۴-۱۷-۵-۳ اگر با میکروسکوپ فرورسرخ و یا میکروسکوپ کاوند روبشی جفت شود، ممکن است قادر به تعیین اندازه باشد.

۴-۱۷-۵-۴ اگر با بلورهای بازتاب کلی تضعیف شده<sup>۱</sup> (ATR) جفت شود، بدون آماده‌سازی نمونه می‌تواند طیف فرورسرخ سطح نمونه را تهیه کند.

#### ۴-۱۷-۵-۶ استانداردهای مرتبط با FTIR

- ISO/TS 14101, *Surface characterization of gold nanoparticles for nanomaterial specific toxicity screening: FT-IR method*

#### ۴-۱۸-۵ روش توری القائی<sup>۲</sup> (IG)

#### ۴-۱۸-۵-۱ توصیف

روشی است بر پایه اصول اندازه‌گیری اندازه نانوذرات با استفاده از پدیده دی‌الکتروکوچی<sup>۳</sup> (الکتروکوچی دی-الکتريکی) و نور پراش‌یافته انجام می‌شود.

#### ۴-۱۸-۵-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه و توزیع اندازه.

#### ۴-۱۸-۵-۳ مزایا

۴-۱۸-۵-۱-۳ اندازه‌گیری ساده و سریع.

1 - Attenuated total reflection (ATR)

2 - Induced grating (IG)

3 - Dielectrophoresis

۵-۱۸-۳-۲ آشفستگی کوچک از ذرات بزرگ تر.

۵-۱۸-۳-۳ حساس به اندازه گیری های کمتر از ۱۰ nm.

۵-۱۸-۴ محدودیت ها

۵-۱۸-۴-۱ حد پایین از ۵/۰ nm نانومتر تا ۱ nm و حد بالا از ۲۰۰ nm نانومتر تا ۵۰۰ nm.

۵-۱۸-۴-۲ نمونه باید در داخل مایع پراکنده شود.

۵-۱۸-۴-۳ مایع پراکنه باید دی الکتریک باشد نه رسانا.

۵-۱۸-۵ اندازه ده.

قطر معادل هیدرودینامیکی.

۵-۱۸-۶ استانداردهای مرتبط

هیچ استاندارد دی شناسایی نشده است.

۵-۱۹-۱۹ پلاسمای جفت شده القائی - طیفسنجی جرمی<sup>۱</sup> (ICP-MS) و پلاسمای جفت شده القائی - طیفسنجی جرمی تک ذره<sup>۲</sup> (SP-ICP-MS).

۵-۱۹-۱ توصیف

روش آنالیزی برای تعیین عناصری است که در آن یون ها در دمای بالا، فشار اتمسفری، پلاسمای آرگون تولید شده و با استفاده از طیفسنج جرمی آشکارسازی می شوند.

سامانه های ICP-MS را زمانی که آنالیز نانو اشیاء مدنظر باشد، می توان در حالت تک ذره (SP-ICP-MS) نیز اجرا کرد. این ذرات در داخل محلول های آبی به پلاسمای آرگونی وارد می شوند. با مه پاشی قطره های کوچک از محلول در داخل پلاسمای ذرات داخل پلاسمای با انرژی زیاد یونیزه می شود (یک ابریونی به ازای هر ذره). سپس یون ها برای آنالیز از یک آنالیزوز چهار قطبی<sup>۳</sup> عبور می کنند. این ذرات با استفاده از جمع آوری داده سریع تا سرعت ۱۰۰۰۰۰ ذره بر ثانیه (نقاط داده ای مشاهده شده توسط آشکارساز) و با استفاده از زمان ماند<sup>۴</sup> بسیار کوتاه شمارش می شوند.

۵-۱۹-۲ پارامترهای نانوشی

غلظت (تعداد ذرات و یون)، اندازه، توزیع اندازه، ترکیب بندی شیمیایی.

1 - Inductively coupled plasma- mass spectroscopy (ICP-MS)

2- Single particle inductively coupled plasma- mass spectroscopy (SP-ICP-MS)

3 - Quadrupole

4 - Dwell time

۳-۱۹-۵ مزایا

۱-۳-۱۹-۵ آنالیز با حساسیت بالا- حدود آشکارسازی برای اکثر عناصر از مرتبه  $\frac{ng}{l}$  یا  $\left(\frac{ng}{kg}\right)$  کمتر است.

۲-۳-۱۹-۵ امکان آنالیز چند عنصری

۳-۳-۱۹-۵ امکان شناسایی عناصر و تعیین کمی آن معمولاً در کمتر از یک دقیقه.

۴-۳-۱۹-۵ محدوده دینامیک خطی گسترده با هشت مرتبه بزرگی (در حالت عادی).

۵-۳-۱۹-۵ امکان ارائه اطلاعات ایزوتوپی.

۶-۳-۱۹-۵ امکان کالیبراسیون رقیق سازی ایزوتوپ.

۷-۳-۱۹-۵ امکان تمایز آنالیت‌های ذره‌ای و محلول.

۴-۱۹-۵ محدودیت‌ها

۱-۴-۱۹-۵ تداخل طیفی زمانی رخ می‌دهد که دستگاه نمی‌تواند بین طیف حاصل از یون اندازه آنالیت و طیف مواد همراه با آن که دارای همان نسبت اسمی جرم به بار است، تمایز قائل شود. تداخل‌های مولکول یونی اغلب می‌توانند توسط سل‌های واکنش/ برخورد کاهش یابد، از هم‌بارهای عنصری<sup>۱</sup> اجتناب شود.

۲-۴-۱۹-۵ آلودگی در نمونه‌های شاهد (اسید، آب و ...) در برخی موارد می‌توانند کمی سازی و شمارش را دچار محدودیت کنند.

۳-۴-۱۹-۵ در صورتی که آنالیز مقادیر بسیار کم مورد نظر باشد، استفاده از شناساگرهای با خلوص بالا و محیط آزمایشگاهی تمیز ضروری است.

۴-۴-۱۹-۵ در صورتی که توزیع اندازه‌های ENM برای نانوذرات تک ایزوتوپی فلزی زیر ۱۰ نانومتر باشد، ICP-MS در حالت تک ذره ممکن است روش مناسبی برای تعیین تعداد ذرات و غلظت جرمی آنها نباشد. جفت نمودن ICP-MS با تغییر جزء جزء کردن با شارش میدان یا سایر روش‌های جداسازی این محدودیت را برطرف خواهد کرد.

۵-۴-۱۹-۵ نمونه باید در مایع پراکنده شود.

۶-۴-۱۹-۵ ذراتی که اندازه‌شان کوچک‌تر از حد آشکارسازی دستگاه باشد، به عنوان یون شناسایی می‌شوند.

۷-۴-۱۹-۵ در حالتی که هیچ اطلاعات اولیه‌ای در مورد اندازه ذرات و میزان غلظت عددی آنها در نمونه در دسترس نباشد، آنالیزهای چندگانه ضروری است.

### ۵-۱۹-۵ اندازه‌ده

۵-۱۹-۵-۱ غلظت بسیار ناچیز<sup>۱</sup> جرمی عناصر بر حسب  $\left(\frac{\mu\text{g}}{\text{l}}\right)$ .

۵-۱۹-۵-۲ کسر جرمی عنصری بسیار کم بر حسب  $\left(\frac{\mu\text{g}}{\text{kg}}\right)$ .

۵-۱۹-۵-۳ غلظت عددی نانواشیاء در تعلیقه بر حسب  $\left(\frac{1}{\text{ml}}\right)$ .

۵-۱۹-۵-۴ غلظت جرمی نانواشیاء در تعلیقه بر حسب  $\left(\frac{\mu\text{g}}{\text{l}}\right)$ .

۵-۱۹-۵-۵ ترکیب‌بندی عنصری نانواشیاء بر حسب  $\left(\frac{\text{kg}}{\text{kg}}\right)$ .

۵-۱۹-۵-۶ جرم/اندازه نانواشیاء بر حسب (nm)

۵-۱-۵-۷ توزیع اندازه.

### ۵-۱۹-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO/TS 13278, Nanotechnologies - *Determination of elemental impurities in samples of carbon nanotubes using inductively coupled plasma mass spectrometry*
- ISO/TS 19590, Nanotechnologies - *Size distribution and concentration of inorganic nanoparticles in aqueous media via single particle inductively coupled plasma mass spectrometry*

### ۵-۱۹-۷ روش‌های مبتنی بر نانو همراه شده با ICP/MS

جزء جزء کردن با شارش میدان - اغلب همراه با ICP-MS کاربرد دارد. جزء جزء کردن با شارش میدان یک روش شویش با تفکیک‌پذیری بالا است که می‌تواند نانو ذرات از اندازه ۱ nm تا ۱۰۰ nm و کلئیدهای تا یک میکرون را از هم جدا دهد. با استفاده از تئوری FFF یا با کالیبراسیون استانداردهای اندازه، این روش قادر خواهد بود تا اندازه ذرات را نیز تعیین کند. فرایند جداسازی مشابه با کروماتوگرافی است ولی با این تفاوت که فرایند جداسازی در کروماتوگرافی بر پایه نیروهای شیمیایی است در حالی که در اینجا از برهمکنش‌های فیزیکی استفاده می‌شود [27].

برای اطلاعات بیشتر به زیربند ۱۵-۵ مراجعه شود.

## ۵-۲۰- پراش لیزر<sup>۱</sup>

### ۵-۲۰-۱ توصیف

روش پراش لیزر پدیده‌ای است که در آن ذرات به صورت کشسان در همه جهات با الگوی شدت زاویه‌ای که وابسته به اندازه ذرات است، نور را پراکنده می‌کنند. همه ابزارهای موجود تجاری، داده‌های پراکندگی را با استفاده از تقریب کروی مورد تحلیل قرار می‌دهند.

**یادآوری ۱-** دستگاه‌های پراکندگی لیزری توانایی آشکارسازی در زوایای بسیار کوچک را دارند و با استفاده از تقریب فرانهوفر به منظور بهره‌مندی از محدوده گسترده زوایای آشکارساز، طول‌موج‌های چندگانه و مدل پراکندگی مای<sup>۲</sup> تکامل یافته‌اند. در نتیجه، در دستگاه‌های پراش لیزری گران‌قیمت، می‌تواند منجر به داده‌هایی در محدوده از ده‌ها نانومتر تا چند میلی‌متر شود.

**یادآوری ۲-** از نظر فنی، پراش لیزری حالتی از پراکندگی نورایستا است (به زیربند ۳۱-۵ مراجعه شود) که در آنالیز توزیع اندازه ذرات در یک محدوده وسیع اندازه قابل پیاده‌سازی است. خواص نوری ذرات و محیط (به خصوص ضرایب شکست) برای کاربرد نظریه مای مورد نیاز است. تقریب فرانهوفر در اندازه ذرات میکرومتری مات<sup>۳</sup> محدود است.

### ۵-۲۰-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه، توزیع اندازه.

### ۵-۲۰-۳ مزایا

۵-۲۰-۳-۱ پودرهای خشک و یا ذرات معلق در یک مایع را می‌توان آنالیز کرد.

۵-۲۰-۳-۲ با ترکیب آشکارسازی در زوایای کوچک و بزرگ و با استفاده از لیزرهای چند طول‌موجی می‌توان محدوده وسیعی از اندازه را اندازه‌گیری کرد.

۵-۲۰-۳-۳ روش مدون‌شده‌ای است.

۵-۲۰-۳-۴ اثرات مربوط به ته‌نشینی این روش را محدود نمی‌کند.

۵-۲۰-۳-۵ نمونه‌های حاوی ذرات اولیه و کلوخه‌ها را می‌توان مشخصه‌یابی کرد.

### ۵-۲۰-۴ محدودیت‌ها

۵-۲۰-۴-۱ این روش برای غلظت‌های بسیار کم و یا بسیار زیاد که در آنها پراکندگی‌های چندگانه غیرقابل اغماض است، مناسب نیست.

۵-۲۰-۴-۲ اندازه دقیق برای ذرات کوچک‌تر از میکرومتر مستلزم دانستن ضریب شکست مختلط ذرات است.

---

1- Laser diffraction

2 - Mie

3 - Opaque

## ۵-۲۰-۵ اندازه دهه

اندازه وزن دهی شده حجمی تفاضلی معادل کرومی.

## ۵-۲۰-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO 13320, Particle size analysis — Laser diffraction methods

## ۵-۲۱ کروماتوگرافی مایع- طیفسنجی جرمی<sup>۱</sup> (LC-MS)

### ۵-۲۱-۱ توصیف

کروماتوگرافی مایع روشی است که به وسیله آن مواد داخل مخلوطهای مایع می‌توانند از هم جدا شوند. در این روش از یک فاز ساکن (یک ستون که با ذرات بسیار ریز پر شده است) و یک فاز متحرک (یک سامانه حلال‌ها) استفاده می‌شود. ویژگی‌های شیمیایی حلال‌های شارش یافته در میان و اطراف ذرات فاز ساکن، جداسازی اجزای نمونه را تسهیل می‌کند. طیفسنجی جرمی روشی آنالیزی است که در آن نسبت جرم به بار ذرات در شکل یون‌های فاز گازی اندازه‌گیری می‌شود. از طیفسنج جرمی برای شناسایی مواد موجود در مخلوطها، برای تعیین ترکیببندی عنصری اجزای نمونه و برای توصیف ساختار شیمیایی مولکولها در محدوده گسترده‌ای از وزن‌های مولکولی استفاده می‌شود.

روش LC/MS جداسازی اجزای نمونه آلی و آنالیز آنها را فراهم می‌کند. طیفسنج‌های جرمی در دقت جرمی و تفکیک‌پذیری جرمی با هم متفاوت هستند، به طوری که دستگاه‌هایی با بهترین عملکرد توصیفی از ساختار نیز ارائه می‌دهند. LC/MS اجازه آنالیز برخی از لیگاندهای آلی متصل شده به نانوشیاء و نانومواد پایه کربنی را نیز می‌دهد.

یادآوری- این روش فقط برای گونه‌های مولکولی، معمولاً آلی، قابل به کارگیری است. این روش نانوذرات را به صورت مجزا شناسایی نمی‌کند اما ممکن است برای آنالیز مایعاتی که شامل نانوذرات هستند، قابل استفاده باشد.

### ۵-۲۱-۲ پارامترهای نانوشیء

غلظت و ترکیببندی شیمیایی.

### ۵-۲۱-۳ مزایا

۵-۲۱-۳-۱ به طور معمول در اکثر آزمایشگاه‌ها برای کاربردهای متنوعی استفاده می‌شود.

۵-۲۱-۳-۲ بسته به نیازهای کاربردی، طیفسنج‌های جرمی گوناگونی به عنوان آشکارساز در دسترس هستند.

---

1 - Liquid chromatography- mass spectroscopy (LC-MS)



#### ۴-۲۱-۵ محدودیت‌ها

۴-۲۱-۵-۱ فقط مایعات / پراکنه‌ها؛ هیچ جامد یا گازی قابل آنالیز نیست.

یادآوری - اندازه پراکنه‌ها معمولاً کمتر از ۴۵۰ nm است.

۴-۲۱-۵-۲ بهترین جداسازی، مستلزم فرایند بهینه‌سازی پیچیده‌ای است.

#### ۵-۲۱-۵ اندازه‌ده

شناسایی خاص و ساختار جرمی ترکیبات آلی با استفاده از طیف‌سنج جرمی و غلظت‌های مرتبط با آن ترکیب (اگر برای آن ترکیب کالیبره شده باشد) با استفاده از جداسازی روش کروماتوگرافی مایع است.

#### ۶-۲۱-۵ استانداردهای مرتبط

هیچ استاندارد برای بررسی نانوشیء بصورت مشخص شناسایی نشده است.

#### ۵-۲۲ آنالیز ردگیری ذره<sup>۱</sup> (PTA)

##### ۵-۲۲-۱ توصیف

روشی که در آن ذرات در تعلیق مایع دارای حرکت براونی هستند، توسط لیزر تابش‌دهی شده و با تغییر مکان ذرات مجزا اندازه آنها تعیین می‌شود.

یادآوری ۱- آنالیز موقعیت وابسته به زمان تک ذرات با استفاده از نور پراکنده شده می‌تواند به ضریب نفوذ انتقالی منجر شده و به این ترتیب اندازه ذرات به صورت قطر هیدرودینامیکی با استفاده از رابطه انیشتین- استوکس به دست می‌آید.

یادآوری ۲- معمولاً، اگر اندازه ذرات آشکارسازی شده در بازه ۱۰ nm تا ۲۰۰۰ nm باشند، این آنالیز در مورد نانوذرات قابل استفاده است. برای حد پایینی نیاز است تا ذرات ضرایب شکست بالاتری داشته باشند، ولی حد بالایی به علت حرکت براونی و تهنشینی محدود می‌شود.

##### ۲-۲۲-۵ پارامترهای نانوشیء

اندازه، توزیع اندازه، پتانسیل الکتروجنبشی.

##### ۳-۲۲-۵ مزایا

۱-۳-۲۲-۵ محاسبه قطر هیدرودینامیکی ذرات بجز کالیبراسیون مقیاس عکس- ویدیو، به کالیبراسیون دیگری نیاز ندارد.

۲-۳-۲۲-۵ امکان اندازه‌گیری غلظت عددی ذرات را به کاربر می‌دهد.

۳-۳-۲۲-۵ تداخل ناشی از پراکنده‌های بزرگ‌تر در مقایسه با روش‌های پراکنده‌گی نور آماری یا دسته‌ای کاهش یافته است.

۵-۲۲-۳-۴ مقدار حجم نمونه کم مورد نیاز است (در حدود  $ml$  ۰/۵) که بعد از اندازه‌گیری می‌تواند بازیافت شود.

۵-۲۲-۳-۵ دستیابی سریع به داده‌ها (در حد چند دقیقه)

۵-۲۲-۳-۶ توانایی اندازه‌گیری فرآیندهای وابسته به زمان (مانند کلوخگی و انحلال).

۵-۲۲-۳-۷ توانایی مشاهده مستقیم نتایج توزیع اندازه عددی ذرات.

۵-۲۲-۳-۸ اندازه کوچک دستگاه (رومیزی).

۵-۲۲-۴ محدودیت‌ها

۵-۲۲-۴-۱ این روش فقط می‌تواند روی نمونه‌های پراکنده شده در مایع استفاده شود.

۵-۲۲-۴-۲ لازم است تا نمونه‌ها رقیق شوند (در حد  $10^6$  تا  $10^8$  ذره در هر میلی‌لیتر).

۵-۲۲-۴-۳ بازه اندازه به دلیل نسبت سیگنال به نوفه شدت پراکنده شده به کمینه مقدار  $10$  nm و به دلیل تداخل رسوب با حرکت براونی به بیشینه مقدار  $2000$  nm، محدود شده است. حد بالای اندازه ذرات از طریق رسوب در مایع تنظیم می‌شود و دارای مرتبه چند میکرومتر است.

۵-۲۲-۴-۴ ذرات داخل تعلیق و مایع باید دارای ضرایب شکست متفاوتی باشند تا پراکندگی نور لیزر رخ دهد. سامانه‌هایی که دارای ضرایب شکست همگام هستند منجر به تولید سیگنال کمی شده یا هیچ سیگنالی تولید نمی‌شود.

۵-۲۲-۵ اندازه ده

۵-۲۲-۵-۱ پارامترهای نفوذ نانوآشیا مجزا<sup>۱</sup>.

۵-۲۲-۵-۲ قطر هیدرودینامیکی.

۵-۲۲-۵-۳ غلظت ذرات.

۵-۲۲-۵-۴ فلورسانس ذرات هنگامی که به وسیله منبع نور به طور مناسب برانگیخته شده باشد.

۵-۲۲-۵-۴ تحرک الکتروکوچی ذرات در حالی که میدان الکتریکی به آنها اعمال شده است.

۵-۲۲-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO 13321, *Particle size analysis - Photon correlation spectroscopy*
- ISO 19430, *Determination of particle size distribution — Particle tracking analysis*
- ASTM E2834, *Standard guide for measurement of particle size distribution of nanomaterials in suspension by nanoparticle tracking analysis (NTA)*

## ۲۳-۵ طیف‌سنجی جذب نوری<sup>۱</sup> (فرابنفش / مرئی / فروسرخ نزدیک)

### ۱-۲۳-۵ توصیف

این روش میزان جذب تابش الکترومغناطیس را در نواحی فرابنفش و مرئی و یا فروسرخ نزدیک اندازه‌گیری می‌کند.

محدوده وسیعی از دستگاه‌های فرابنفش / مرئی (طیف‌سنجی فرابنفش / مرئی) در دسترس است که انواع مختلف آن، از سامانه‌های ارزان تک پرتویی تا سامانه‌هایی با عملکرد بسیار خوب فرابنفش / مرئی / فروسرخ (فروسرخ نزدیک) را شامل می‌شود. ویژگی‌های زیر باید برای ارائه داده‌های تکرارپذیر دقیق در نظر گرفته شود. توصیه می‌شود به منظور تامین یک سامانه پایدار از یک دستگاه روبش دو پرتویی استفاده شود. بازه طول موجی باید بین ۱۹۰ nm تا ۱۱۰۰ nm باشد. معمولاً مطلوب‌ترین تفکیک‌پذیری طیفی در حد ۱ nm یا کمتر است و قابلیت تنظیم تفکیک‌پذیری باید از ۰/۵ nm تا ۵ nm باشد. محدوده جذب در کمترین حالت، مقدار ۳ A است، درحالی‌که توصیه می‌شود نورهای مزاحم در ۱ A (مقدار جذب خاص) در حد ۰/۱۰٪ T (اندازه‌گیری عبور مستقیم)، دقت در اندازه‌گیری طول موج  $\pm 0/1$  nm، در ۱ A دقت نورشناسی  $\pm 0/0.3$  A باشد.

### ۲-۲۳-۵ پارامترهای نانوشی

غلظت، اندازه، ترکیب‌بندی شیمیایی.

### ۵-۲۳-۳ مزایا

۱-۳-۲۳-۵ آنالیز فرابنفش / مرئی جهت ارائه پاسخ فقط به چند ثانیه نیاز دارد.

۲-۳-۲۳-۵ آنالیز محدوده وسیعی از غلظت با تغییر طول راه نمونه<sup>۲</sup>.

۳-۳-۲۳-۵ در دستگاه‌های پیشرفته امکان کمی‌سازی وجود دارد.

۴-۳-۲۳-۵ آماده‌سازی کم برای نمونه مورد نیاز است یا به آماده‌سازی نیازی نیست.

۵-۳-۲۳-۵ نیاز به تعمیرات و نگهداری زیادی ندارد.

۶-۳-۲۳-۵ برای اندازه‌گیری ویژگی‌ها در حالت مایع و جامد همانند اندازه‌گیری پراکندگی وابسته به زاویه، امکانات گسترده‌ای در دسترس است.

۷-۳-۲۳-۵ خواص جذب برای برخی از نانوشیاء منتج به اطلاعاتی در مورد اندازه ذرات خواهد شد.

### ۴-۲۳-۵ محدودیت‌ها

۱-۴-۲۳-۵ برای پراکندگی ممکن است اصلاحاتی نیاز داشته باشد.

1 - Optical absorption spectroscopy  
2 - Sample path length

۵-۲۳-۴-۲ نمونه‌های جامد نیاز به لوازم جانبی بازتابی دارند. مجموعه گسترده‌ای از لوازم جانبی وجود دارد که چندین حالت اندازه‌گیری بازتابی را میسر می‌کند. این شامل بازتاب نسبی، مطلق و پراکنده شده نیز می‌شود. حالت واقعی بازتابش مورد نیاز توسط آنالیزهای خاصی تعیین می‌شود.

۵-۲۳-۵ اندازه‌ده

۵-۲۳-۵-۱ طیف جذبی.

۵-۲۳-۵-۲ میزان جذب بر حسب طول موج (nm).

۵-۲۳ استانداردهای مرتبط

- ISO/TS 10868, *Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy*  
— ISO/TS 17466, *Use of UV-Vis absorption spectroscopy in the characterization of cadmium chalcogenide colloidal quantum dots*

۵-۲۴ میکروترازوی بلور کوارتز<sup>۱</sup> (QCM)

۵-۲۴-۱ توصیف

یک روش که در آن تغییر فرکانس تشدیدگر بلور کوارتز برای اندازه‌گیری تغییر در جرم استفاده می‌شود.

یادآوری - در فاز گازی یا در محیط‌های مایع می‌تواند استفاده شود.

۵-۲۴-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه.

۵-۲۴-۳ مزایا

۵-۲۴-۳-۱ مقادیر کم نمونه (زیر  $10 \mu g$ )

۵-۲۴-۳-۲ همبستگی مستقیم بین جرم/ بسامد.

۵-۲۴-۳-۳ برای اندازه‌گیری گازها، مایعات و جامدات قابل استفاده است.

۵-۲۴-۴ محدودیت‌ها

۵-۲۴-۴-۱ محاسبه جرم نمونه‌های با ویسکوالاستیسیته<sup>۲</sup> بیشتر می‌تواند سخت‌تر باشد.

۵-۲۴-۴-۲ میکروترازوی کوارتز می‌تواند به شدت به شرایط محیطی حساسیت داشته باشد.

۵-۲۴-۵ اندازه‌ده

۵-۲۴-۵-۱ تغییر بسامد کوارتز پیزوالکتریک (Hz).

1 - Quartz crystal microbalance (QCM)

2 - Viscoelastic

۵-۲۴-۲ تغییر بسامد می تواند با جرم رسوب همبستگی داشته باشد.

۵-۲۴-۳ جرم کل ذرات جمع شده.

۵-۲۴-۶ استانداردهای مرتبط

هیچ استاندارد دی شناسایی نشده است.

۵-۲۵ طیفسنجی رامان - تصویربرداری رامان<sup>۱</sup>

۵-۲۵-۱ توصیف

طیفسنجی که در آن تابش گسیل شده از یک نمونه که با تابش تک طول موجی روشن شده است به وسیله اتلاف انرژی یا افزایش بهره ناشی از برانگیزش های چرخشی، ارتعاشی یا فونونی مورد بررسی قرار می گیرد [34].

یادآوری - در حال حاضر روش های مختلف بهبود یافته رامان، به طور گسترده استفاده می شوند و همه آنها از طریق جفت شدگی با AFM یا میکروسکوپ های نوری در حالت میکروسکوپی قرار دارند. برخی مثال ها در این زمینه: پراکندگی رامان با سطح بهبود یافته<sup>۲</sup> (SERS)، پراکندگی رامان تشدید<sup>۳</sup>، پراکندگی رامان آنتی استوکس همدوس<sup>۴</sup> (CARS)، پراکندگی رامان بهبود یافته با سوزن<sup>۵</sup> (TERS).

۵-۲۵-۲ پارامترهای نانوشیء

ترکیب بندی شیمیایی.

۵-۲۵-۳ مزایا

۵-۲۵-۳-۱ قابلیت آنالیز شیمیایی مخلوط های پیچیده.

۵-۲۵-۳-۲ غیر حساس به آب، بنابراین مناسب برای مشخصه یابی نانوشیء در فاز آبی.

۵-۲۵-۳-۳ مناسب برای اندازه گیری های درجا در حالت مایع، بخار و جامد و تحت شرایط محیطی متعارف یا غیر متعارف مانند خلاء خیلی بالا، دمای بسیار پایین، فشار بالا، دمای بالا یا تحت سوگیری الکتریکی به یک طرف در یک میدان مغناطیسی قوی، مناسب است.

۵-۲۵-۳-۴ معمولاً غیرمخرب و نیاز به آماده سازی کم نمونه.

۵-۲۵-۳-۵ دستگاه های قابل حمل میدانی بر پایه الیاف نوری کوچک به صورت تجاری در دسترس است.

۵-۲۵-۳-۶ در میکروسکوپ رامان هم کانون، طیف می تواند از حجم بسیار کوچکی، برای مثال یک میکرومتر مکعب، جمع آوری شود.

1 - Raman spectroscopy

2 - Surface- enhanced raman scattering (SERS)

3 - Resonance raman scattering

4 - Coherent anti- stokes ramman scattering (CARS)

5 - Tip- enhanced raman scattering (TERS)

#### ۴-۲۵-۵ محدودیت‌ها

۱-۴-۲۵-۵ پراکندگی رامان بسیار ضعیف است و می‌تواند گاهی توسط فلورسانس ناشی از ناخالصی‌های کم در نمونه از بین برود.

۲-۴-۲۵-۵ پیچیدگی طیفی پراکندگی رامان اغلب نیاز به کاربر مجرب دارد که دسترسی به کتابخانه طیفی برای تعیین پیوند مناسب را داشته باشد.

#### ۵-۲۵-۵ اندازه‌ده

۱-۵-۲۵-۵ تغییرات در قطبش‌پذیری مولکولی مدهای ارتعاشی برانگیخته شده (یک روش مکمل در طیف‌سنجی FT-IR) برای بسامدهای متفاوت بین نور پراکنده شده و نور فرودی برانگیخته‌کننده در یکای عدد موج ( $\text{cm}^{-1}$ ) اندازه‌گیری می‌شود.

۲-۵-۲۵-۵ اندازه هیدرودینامیکی ذرات بر حسب نانومتر (برای شار نامتقارن (FFF) اگر کالیبره شده باشد).

۳-۵-۲۵-۵ میکروسکوپی رامان، در حالتی که با AFM یا میکروسکوپ‌های نوری هم‌کانون جفت شده باشد، می‌تواند برای تعیین اندازه و ترکیب‌بندی شیمیایی نانوشیء استفاده شود.

#### ۶-۲۵-۵ استانداردهای مرتبط

هیچ استاندارد شناسایی نشده است.

#### ۲۶-۵ اندازه‌گیری جرم تشدید<sup>۱</sup> (RMM)

#### ۱-۲۶-۵ توصیف

اندازه‌گیری جرم تشدید (RMM) ذرات را در بازه اندازه ۵۰ nm تا ۵  $\mu\text{m}$  آشکارسازی و شمارش می‌کند و جرم شناور، جرم خشک و اندازه آن‌ها را اندازه‌گیری می‌کند. روش RMM از مجراهای میکروسیالی عبوری از میان تیرک تشدید، برای آشکارسازی، شمارش و اندازه‌گیری جرم ذرات در مایع عبوری از میان این مجرا استفاده می‌کند. جرم ذرات (یا حباب‌ها) بسامد تشدید تیرک را تغییر می‌دهند. این‌گونه تغییر مستقیماً به جرم شناور ذرات مرتبط است. این روش اجازه شمارش دقیق ذرات یا حباب‌های ریز در نمونه را می‌دهد.

#### ۲-۲۶-۵ پارامترهای نانوشیء

مقدار (جرم شناور)، توزیع اندازه.

#### ۳-۲۶-۵ مزایا

۱-۳-۲۶-۵ مناسب برای مشخصه‌یابی انبوه‌های پروتئین در فرمولاسیون و یا بافر.

---

1 - Resonant mass measurement (RMM)

۵-۲۶-۳-۲ مناسب برای تشخیص و تمایز بین ماده پروتئینی و آلودگی‌های آن‌ها مانند روغن سیلیکون به وسیله مقایسه‌های بسامد تشدیدی نسبی آنها و جرم‌های شناور.

۵-۲۶-۳-۳ توانایی تمایز بین نانوذرات و حباب‌های ریز در یک مخلوط حباب ریز.

۵-۲۶-۴ محدودیت‌ها

۵-۲۶-۴-۱ محدوده اندازه از ۵۰ nm تا ۵ μm . محدوده اندازه به چگالی ذره وابسته است.

۵-۲۶-۴-۲ عدم توانایی اندازه‌گیری ذراتی که چگالی آنها با چگالی مایع یکسان باشند.

۵-۲۶-۵ اندازه‌ده

۵-۲۶-۵-۱ جرم شناور.

۵-۲۶-۵-۲ جرم خشک.

۵-۲۶-۵-۳ اندازه.

۵-۲۶-۶ استانداردهای مرتبط

هیچ استاندارد شناسایی نشده است.

۵-۲۷ میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۱</sup> (SEM)

۵-۲۷-۱ توصیف

روشی است که سطح نمونه‌ها را با روبش به وسیله پرتو الکترونی اولیه - که موجب خروج الکترون‌های ثانویه، الکترون‌های پس‌پراکنده (برگشتی)، الکترون‌های جذب شده و تابش پرتوی ایکس می‌شود- بررسی و آنالیز می‌کند. این سیگنال‌ها می‌توانند برای تعیین ساختار، ترکیب‌بندی شیمیایی و توپوگرافی نمونه استفاده شود [28].

اگر تجهیزات اضافی مانند طیف‌سنج پرتوی ایکس بر اساس تفکیک انرژی (EDX) یا طیف‌سنج پرتوی ایکس بر اساس تفکیک طول‌موج (WDX) در دسترس باشد، ترکیب‌بندی شیمیایی را می‌توان تعیین کرد و همچنین امکان تولید نقشه‌های ترکیب‌بندی عنصری وجود دارد.

این روش یک تصویر دو بعدی از مواد را فراهم می‌کند. با استفاده از نرم‌افزارهای تجاری که تصاویر را آنالیز می‌کنند، می‌توان اندازه، توزیع اندازه و شکل را اندازه‌گیری کرد (به زیربند ۵-۱۴ مراجعه شود).

پراش پس‌پراکنده الکترونی<sup>۱</sup> (EBSD) فرآیندی است که بین الکترون‌های برگشتی و صفحات اتمی یک نمونه بلوری که بسیار چرخیده شده<sup>۲</sup> اتفاق می‌افتد هنگامی که نمونه توسط یک باریکه الکترونی فرودی پایدار تحت تابش قرار گرفته باشد [29].

---

1 - Scanning electron microscopy (SEM)

یادآوری - برای میدان دید محدود که شامل همه ماده رسوبی است، ممکن است غلظت موضعی نانواشیاء به دست آید، اما این رویکرد برای به دست آوردن این پارامتر معمول نیست.

#### ۵-۲۷-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه، توزیع اندازه، شکل، ترکیببندی شیمیایی، خواص بلور (با EBSD).

#### ۵-۲۷-۳ مزایا

۵-۲۷-۳-۱ محدوده گسترده بزرگنمایی.

۵-۲۷-۳-۲ عمق میدان بزرگ با بهترین تفکیک پذیری زیر ۱ nm.

۵-۲۷-۳-۳ کانون ثابت<sup>۳</sup>، به این معنی که با تغییر بزرگنمایی، فاصله کانونی تغییر نمی کند.

۵-۲۷-۳-۴ تصویربرداری دو و سه بعدی و توپوگرافی با جزئیات زیاد.

۵-۲۷-۳-۵ سریع، تکمیل تصویربرداری و آنالیز اغلب در طی چند دقیقه.

۵-۲۷-۳-۶ عملکرد فرود الکترون کم انرژی یا فشار گاز پایین اطراف نمونه تصویربرداری و اندازه گیری نمونه های نارسانای الکتريکی را امکان پذیر می سازد.

۵-۲۷-۳-۷ گاز با فشار پایین اطراف نمونه امکان حکاکی در مقیاس نانومتری و رسوب مواد را فراهم می سازد.

۵-۲۷-۳-۸ با دستگاه های مجهز ویژه، نمونه های هیدراته شده، حتی نمونه های زنده را نیز می توان در فشار بیش از ۶۰۰ پاسکال مورد آزمایش قرار داد. دمای نمونه می تواند از ۷۰ K تا بالای ۱۰۰۰ K متغیر باشد و دستکاری نمونه در مقیاس نانو امکان پذیر است.

۵-۲۷-۳-۹ مدهای تصویری مختلف اطلاعات متفاوتی را ارائه می دهند برای مثال: تصویربرداری الکترون برگشتی حساس به ترکیببندی، تصویربرداری الکترونی ثانویه حساس به توپوگرافی.

۵-۲۷-۳-۱۰ استانداردهای کالیبراسیون تجاری (نقره و طلا) برای اندازه در دسترس است.

۵-۲۷-۳-۱۱ هنگام استفاده از پراش پس پراکنده الکترونی، به شدت به جهت گیری حساس است.

۵-۲۷-۳-۱۲ هنگام استفاده از پراش پس پراکنده الکترونی، از طریق نوع بلور شناسایی فازی ممکن است.

#### ۵-۲۷-۴ محدودیتها

۵-۲۷-۴-۱ ممکن است نیاز باشد قبل از آزمون نمونه های نارسانا با یک لایه نازک کربن لایه نشانی شود.

1 - Electron Back-Scatter Diffraction (EBSD)

2 - Highly tilted

3 - Parfocal



۵-۲۷-۴-۲ دستگاه اندازه‌گیری ممکن است نسبتاً بزرگ باشد و نیاز است تا در مکانی مستقر شود که اندازه میدان الکترومغناطیسی و تداخلات مکانیکی در آن محیط به‌طور قابل ملاحظه‌ای کم باشد و ممکن است به سیستم گردش آب خنک کننده نیاز باشد.

۵-۲۷-۴-۳ برای کار با میکروسکوپ، آموزش تخصصی لازم است، همچنین فرایندهای آماده‌سازی نمونه، و تشخیص و کمینه کردن عیوب ناخواسته مربوط به آماده‌سازی نمونه نیاز به آموزش دارد.

۵-۲۷-۴-۴ در خلاء کار می‌کند، که در آن نیاز است که نمونه‌های جامد به اندازه کافی کوچک باشند تا در داخل محفظه خلاء جای گیرند.

۵-۲۷-۴-۵ تابش‌دهی الکترونی می‌تواند نمونه را تغییر دهد.

۵-۲۷-۴-۶ ممکن است اندازه‌گیری‌های مربوط به ذرات ریز دارای عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری زیاد باشند.

۵-۲۷-۴-۷ ممکن است تشخیص بین ذرات انبوهه و کلوخه دشوار باشد.

۵-۲۷-۴-۸ هنگام استفاده از پراش پس‌پراکنده الکترونی فقط سطوح صیقل داده شده می‌توانند مورد آزمون قرار گیرند.

۵-۲۷-۴-۹ هنگام استفاده از پراش پس‌پراکنده الکترونی، تعیین بلورینگی فازها با تفکیک‌پذیری کمتر از ۱۰ nm است (سطح مقطع صیقلی نمونه حاوی نانو اشیاء مورد آزمون قرار می‌گیرد).

۵-۲۷-۴-۱۰ برای توزیع اندازه ذره، باید تعداد نسبتاً زیادی از تصاویر غیر وابسته جمع‌آوری شود تا یک نماینده آماری از نمونه مرتبط به‌دست آید.

#### ۵-۲۷-۵ اندازه‌ده

اندازه، توزیع اندازه، شکل و مکان نانو اشیاء با استفاده از تصاویر حاصل از الکترون‌ها، پرتو ایکس و نور؛ الکترون‌های عبوری یا ثانویه، مدهای تصویربرداری رایج برای تصویربرداری و اندازه‌گیری از ابعاد نانومتری می‌باشند. نرم‌افزار تجاری برای آنالیز ذرات، تعدادی از اندازه‌ده‌ها را مانند قطر معادل سطح، بیشینه قطر فرت، کمینه قطر فرت و غیره، گزارش می‌کند. این اندازه‌ده‌ها به وسیله پیکسل‌های مرتبط با تصویر تعیین می‌شوند؛ کالیبراسیون نزدیک به محدوده اندازه مطلوب نانو اشیاء پیشنهاد می‌شود.

پراش پس‌پراکنده الکترون:

- جهت‌گیری موضعی فاز بلورین با تفکیک‌پذیری ۱۰ nm.

- اطلاعات در مورد تغییر شکل موضعی.

#### ۵-۲۷-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO 13067, *Microbeam analysis — Electron backscatter diffraction — Measurement of average grain size*

- ISO 16700, *Microbeam analysis - Scanning electron microscopy - Guidelines for calibrating image magnification*
- ISO 22493, *Microbeam analysis - Scanning electron microscopy — Vocabulary*
- ISO 24173, *Microbeam analysis - Guidelines for orientation measurement using electron backscatter diffraction*
- ISO/TS 10798, *Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis*

## ۲۸-۵ میکروسکوپ کاوند روبشی<sup>۱</sup> (SPM)

### ۱-۲۸-۵ توصیف

رایج‌ترین روش SPM، میکروسکوپی نیروی اتمی (AFM) است. روشی که در آن از روبش سطح به‌وسیله سوزن کاوند برای تصویربرداری آن‌ها استفاده می‌شود. انحراف سوزن تیز قرار گرفته روی تیرک که نیروهای سطحی یا دامنه ارتعاش را حس می‌کند، پایش می‌شود.

دو روش رایج دیگر SPM موارد زیر هستند:

- میکروسکوپی تونل‌زنی روبشی<sup>۲</sup> (STM) جریان الکتریکی ضعیف بین سوزن- که در فاصله خیلی نزدیک به سطح قرار گرفته- و نمونه را اندازه‌گیری می‌کند [30]. روشی که در آن از مد میکروسکوپی تونل‌زنی روبشی برای تصویربرداری سطوح رسانا استفاده می‌شود. سوزن تیز، رسانا و با ولتاژ بایاس شده به صورت مکانیکی سطح را روبش می‌کند. در این روش از داده جریان تونل‌زنی و فاصله سوزن- سطح برای ایجاد تصویر استفاده می‌شود.

- میکروسکوپی نوری روبشی میدان نزدیک<sup>۳</sup> (NSOM)، یک روش تصویربرداری سطوح است. در این روش از روبش مکانیکی یک کاوند فعال نوری در مد عبوری یا بازتابی استفاده می‌شود. اندازه این کاوند بسیار کوچک‌تر از طول موج نور روی سطح هنگام پایش نور بازتابیده شده یا عبور نموده یا سیگنال ایجاد شده در محدوده میدان نزدیک است.

### ۲-۲۸-۵ پارامترهای نانوشیء

اندازه، توزیع اندازه، شکل.

### ۳-۲۸-۵ مزایا

۱-۳-۲۸-۵ اطلاعات توپوگرافی مستقیم از سطح نمونه.

۲-۳-۲۸-۵ ریخت‌شناسی نمونه می‌تواند با خواص مکانیکی، الکتریکی، مغناطیسی و برخی از ترکیب‌بندی‌های شیمیایی وابسته باشد.

---

1 - Scanning probe microscopy (SPM)  
2 - Scanning tunneling microscopy (STM)  
3 - Near-field scanning optical microscopy (NSOM)

۵-۲۸-۳-۳ سازگار با تصویربرداری در خلاء، مایع، هوا یا اتمسفر کنترل شده.

۵-۲۸-۳-۴ آماده سازی کم نمونه.

۵-۲۸-۳-۵ می تواند برای به دست آوردن اندازه گیری های طول قابل ردیابی در واحد SI کالیبره شود.

۵-۲۸-۳-۶ اندازه گیری ها را می توان در اتمسفر و در دماهای محیط انجام داد.

۵-۲۸-۳-۷ می توان از لوازم جانبی برای اندازه گیری ها با تغییر دمای نمونه یا در اتمسفر کنترل شده استفاده کرد.

۵-۲۸-۴ محدودیت ها

۵-۲۸-۴-۱ سرعت روبش زمان اندازه گیری را تعیین می کند.

۵-۲۸-۴-۲ ممکن است برای نانو اشیاء، تثبیت نمونه مورد نیاز باشد.

۵-۲۸-۴-۳ عدم پیچش سوزن برای اندازه گیری های دقیق پهنای کمتر از  $50\text{ nm}$  مورد نیاز است. هر چند اگر اندازه گیری بر پایه جابه جایی در راستای  $z$  باشد (اندازه گیری های ارتفاع)، اثرات پیچش سوزن مطرح نیست. استاندارد ASTM E2859 رهنمودهای بیشتری برای اندازه گیری های اندازه ارائه می دهد.

۵-۲۸-۴-۴ AFM یک روش اندازه گیری سطح است و متخلخل بودن یا نبودن ذرات (تخلخل حجمی) را نمی تواند تعیین کند.

۵-۲۸-۴-۵ کلوخگی نانو اشیاء حین آماده سازی نمونه ممکن است اتفاق بیفتد.

۵-۲۸-۴-۶ تمایز بین ذرات انبوهیده و کلوخه ای ممکن است دشوار باشد.

۵-۲۸-۴-۷ SPM روشی برای مشخصه یابی سطح نانو اشیاء است، بنابراین اختلافها در ارتفاع روی سطح نمونه باید در محدوده چند میکرون باشد.

۵-۲۸-۵ اندازه دهده (ها)

۵-۲۸-۵-۱ طول، پهنای، ارتفاع، عمق.

۵-۲۸-۵-۲ بار میدان الکتریکی (eV) [31].

۵-۲۸-۵-۳ مدول های کشسان.

۵-۲۸-۶ استانداردهای مربوط

- ISO 11039, *Surface chemical analysis - Scanning-probe microscopy - Measurement of drift rate*

- ASTM E 2530-06, *Standard practice for calibrating the z-magnification of an atomic force microscope at subnanometer displacement levels using Si(111) monatomic steps*

- ASTM E 2859-11, *Standard guide for size measurement of nanoparticles using atomic force microscopy*

## ۲۹-۵ طیفسنجی جرمی یون ثانویه<sup>۱</sup> (SIMS) و زمان پرواز<sup>۲</sup> SIMS (TOF-SIMS)

### ۱-۲۹-۵ توصیف

طیفسنجی جرمی یون ثانویه یک روش حساس به سطح است که قابلیت آشکارسازی مقادیر خیلی کم (عناصر) و تهیه پروفایل‌های دوبعدی و سه‌بعدی را دارد. هنگامی که همراه با باریکه یونی متمرکز شده نازک استفاده شود، آنالیز با تفکیک‌پذیری فضایی بسیار بالا می‌تواند انجام شود.

یادآوری - در SIMS به منظور ایجاد گسیل یون ثانویه، سطح نمونه بمباران یونی می‌شود. سپس یون‌های ثانویه پالایش جرمی شده و آشکارسازی می‌شوند. بسته به منبع یون و آنالیزگر جرمی به‌کار رفته در دستگاه SIMS، این دستگاه‌ها با پیکربندی‌های متنوعی تولید می‌گردند.

### ۲-۲۹-۵ پارامترهای نانوشیء

غلظت (غلظت عنصر سطحی).

### ۳-۲۹-۵ مزایا

۱-۳-۲۹-۵ شناسایی عناصر با مقدار بسیار کم تا ۲۰۰۰ Da با عبوری بزرگ‌تر از ۱۰٪، با حساسیت بالاتر از ۱ ppm (یک قسمت در یک میلیون).

۲-۳-۲۹-۵ (دستیابی به) توزیع عنصری سه بعدی با تفکیک‌پذیری عمقی ۱۰ nm نانومتر در مد تهیه پروفایل عمقی.

۳-۳-۲۹-۵ (دستیابی به) اطلاعات با جزییات در مورد نسبت ایزوتوپ شیمیایی، مورد استفاده برای کمی‌سازی دقیق (قابلیت تکرارپذیری نقطه به نقطه (۱ s): ۰/۴ بر مایل؛ خطای درونی میانگین (۱ s): ۰/۳ بر مایل).

۴-۳-۲۹-۵ تصویربرداری شیمیایی از سطوح با تفکیک‌پذیری فضایی حدود ۵۰۰ nm.

۵-۳-۲۹-۵ تهیه پروفایل عمق (مواد) غیرآلی با تفکیک‌پذیری عمق حدود ۱۰ nm  $\approx$ .

۶-۳-۲۹-۵ NanoSIMS اصطلاحی است که بر استفاده از یک باریکه یونی با ابعاد لکه خیلی کوچک (کمتر از ۵۰ nm) برای ایجاد آنالیزهای با تفکیک‌پذیری فضایی بالا دلالت دارد.

### ۷-۳-۲۹-۵ مزایای TOF-SIMS

۱-۷-۳-۲۹-۵ اطلاعات ساختاری.

۲-۷-۳-۲۹-۵ شرایط دمایی بسیار پایین برای بررسی نمونه‌های آلی/زیستی حساس در دسترس است، بنابراین آنالیز در حالت زیستی طبیعی ممکن خواهد بود.

1 - Secondary ion mass spectroscopy (SIMS)  
2- Time of flight (TOF)

۵-۲۹-۳-۷-۳ بدون احتیاج به زمینه اضافی (رزین‌ها / جاساز<sup>۱</sup>).

۵-۲۹-۳-۷-۴ آنالیز هم‌زمان گروهی از ترکیبات.

۵-۲۹-۳-۷-۵ تصویربرداری شیمیایی سطوح با تفکیک‌پذیری فضایی حدود ۹ nm.

۵-۲۹-۳-۷-۶ آماده‌سازی نمونه ضرورتاً مورد نیاز نیست.

۵-۲۹-۴ محدودیت‌ها

۵-۲۹-۴-۱ نمونه‌های تحت خلاء آنالیز می‌شوند.

۵-۲۹-۴-۲ آماده‌سازی برای برخی از نمونه‌ها (جاسازی در رزین‌ها و صیقل دادن).

۵-۲۹-۴-۳ تعداد عناصر پایش شده هم‌زمان می‌توانند محدود شوند، اما یک آنالیزگر TOF توانایی پایش

صدها و هزاران یون را بر حسب (نسبت جرم به بار)  $\frac{m}{e}$  دارد.

۵-۲۹-۴-۴ در نظر گرفته نشدن یک روش آنالیز توده<sup>۲</sup> (این روش آنالیز موضعی است).

۵-۲۹-۴-۵ برای به دست آوردن اطلاعات نانو-شکل، ماده همگن لازم است.

۵-۲۹-۴-۶ برای جلوگیری از آلودگی نمونه حین جابه‌جایی آن مراقبت بسیاری لازم است.

۵-۲۹-۵ اندازه‌ده

واحدهای جرم اتمی یکپارچه شده (u).

۵-۲۹-۶ استانداردهای مرتبط

هیچ استاندارد شناسایی نشده است.

۵-۳۰-۳ پراکندگی پرتوی ایکس با زاویه کم<sup>۳</sup> (SAXS)

۵-۳۰-۱ توصیف

روشی که در آن شدت پرتوی ایکس پراکنده شده به صورت کشسان برای انحرافات زاویه‌ای کوچک اندازه گرفته می‌شود.

یادآوری ۱- پراکندگی زاویه‌ای معمولاً در محدوده ۰/۱ درجه تا ۱۰ درجه اندازه گرفته می‌شود. این روش اطلاعات ساختاری در مورد نانوذرات و حالت تناوبی در مقیاس‌های طولی برای سامانه‌های منظم جزئی و منظم معمولاً بزرگ‌تر از ۵ nm و کوچک‌تر از ۲۰۰ nm ارائه می‌دهد [23].

1 - Embedding

2 - Bulk

3- Small angle X- ray scattering (SAXS)

اگر شدت، کالیبره شده باشد و اندازه‌ده ترکیب‌بندی مشخصی داشته باشد، با این روش می‌توان تخمینی از غلظت (در مقیاس) نانو به دست آورد. شکل باید از پیش شناخته‌شده (نظری)، مفروض یا تخمین‌زده شده به وسیله تطبیق مدل پراکندگی مناسب باشد.

#### ۵-۳۰-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه، توزیع اندازه، شکل.

#### ۵-۳۰-۳ مزایا

۵-۳۰-۱ آنالیزهای غیرمخرب.

۵-۳۰-۲ آنالیز قدرتمند بر اساس تطبیق مدل.

۵-۳۰-۳ می‌تواند تعلیقه‌های مات نوری، پودرها، مواد مرکب را آنالیز کند.

۵-۳۰-۴ امکان اندازه‌گیری محدوده وسیع غلظت.

۵-۳۰-۵ زمان اندازه‌گیری کوتاه در مقایسه با پراکندگی نوترونی با زاویه کوچک.

۵-۳۰-۶ توزیع‌های اندازه وزن‌دهی شده جرمی یا حجمی به دست می‌آید.

۵-۳۰-۷ تحت برخی شرایط، اطلاعات ساختاری را می‌توان استخراج کرد.

#### ۵-۳۰-۴ محدودیت‌ها

۵-۳۰-۱ برای همگرایی آنالیز، ماده همگن و تک فاز (تک پراکنشی<sup>۱</sup>) ترجیح داده می‌شوند.

۵-۳۰-۲ ممکن است نمونه‌هایی با بس پراکندگی بالا مناسب نباشند.

۵-۳۰-۳ معمولاً با امکانات کاربری زیاد عرضه می‌شوند ولی دستگاه‌های تجاری نیز در دسترس هستند.

۵-۳۰-۴ حساسیت وابسته به چگالی الکترون پراکنده شده و در تضاد با فاز پیوسته (هوا، مایع یا جامد) است.

۵-۳۰-۵ برای مواد با چگالی الکترونی کم (برای مثال، مواد آلی نرم، فولرن‌ها) زیاد مناسب نیست.

۵-۳۰-۶ به دلیل جذب پرتو ایکس اصلاحاتی نیاز است انجام شود.

۵-۳۰-۷ تعیین اندازه نیز وابسته به مدل است.

۵-۳۰-۸ برای اندازه‌گیری‌های کمی، با استفاده از استاندارد برای پیکربندی آشکارسازی روزنه کالیبراسیون شدت پرتوی ایکس باید انجام شود؛ سطوح مقاطع پرتوی ایکس پراکنده‌شده بدون کالیبراسیون

استاندارد اولیه با استفاده از دوربین نوع بونسه- هارت<sup>۱</sup> (که معمولاً در تجهیزات جانبی سنکروترون (شتابگر) یافت می‌شود) قابل دستیابی است.

۵-۳۰-۵ اندازه ده

۵-۳۰-۵-۱ شکل ذره.

۵-۳۰-۵-۲ اندازه و توزیع اندازه ذره (nm).

۵-۳۰-۵-۳ حالت کلوخه‌ای و/ یا انبوه‌ای ذرات.

۵-۳۰-۵-۴ شدت پراکنده شده وابسته به زاویه (واحدهای اختیاری).

۵-۳۰-۵-۵ سطح مقطع پراکنده‌گی تفاضلی ( $\text{cm}^{-1}$ ).

۵-۳۰-۶ استانداردهای مربوط

- ISO 17867, Particle size analysis - Small-angle X-ray scattering

۵-۳۱ پراکنده‌گی نور ایستا<sup>۲</sup> (SLS) و پراکنده‌گی نور ایستا چندگانه (SMLS)<sup>۳</sup>

۵-۳۱-۱ توصیف

روش SLS عموماً به پراکنده‌گی نور چند زاویه‌ای<sup>۴</sup> (MALS) یا پراکنده‌گی نور ایستا چند زاویه‌ای<sup>۵</sup> (MALSS) نیز اشاره دارد. در سامانه‌های رایج، SLS میانگین زمان شدت‌های نور پراکنده شده به صورت کشسان (یعنی بدون تغییر در بسامد) در زوایای تعریف شده براساس جهت انتشار نور و موقعیت آشکارساز را اندازه می‌گیرد. معمولاً از یک منبع لیزر با قطبش عمودی استفاده می‌شود و صفحه افقی آشکارساز عمود بر جهت قطبش است. روش SLS برخلاف روش تک ذره (به زیربند ۵-۳۲ مراجعه شود)، یک روش بر پایه مجموعه آماری است (یعنی تعداد بسیاری از ذرات در سیگنال پراکنده‌گی مشارکت دارند).

**یادآوری ۱-** وابستگی زاویه‌ای نور پراکنده شده با استفاده از تئوری رایلی- گانز- دبای<sup>۶</sup> یا معادله گوینیر<sup>۷</sup> به منظور به دست آوردن شعاع چرخش ( $R_g$ ) که ریشه میانگین مربع<sup>۸</sup> شعاع نیز نامیده می‌شود) پراکنده‌کننده‌ها آنالیز می‌شود. به صورت مشابه، اگر ترکیب اندازه ساختاری، زاویه و طول موج مناسب باشد، وابستگی زاویه‌ای ممکن است ضریب برخالی (فراکتال<sup>۹</sup>) برای مواد نانو ساختاری بدست آید.

- 
- 1 - Bonse- Hart
  - 2- Static light scattering (SLS)
  - 3- Static multiple light scattering (SMLS)
  - 4 - Multi-angle light scattering (MALS)
  - 5 - Multi- angle static light scattering (MALSS)
  - 6 - Rayleigh-Gans-Debye (RGD)
  - 7 - Guinier
  - 8 - Root mean square (RMS)
  - 9 - Fractal

یادآوری ۲- همچنین اگر وابستگی ضریب شکست به غلظت  $\left(\frac{\Delta n}{\Delta c}\right)$  معلوم باشد، از وابستگی شدت پراکنده شده به غلظت در SLS می‌توان برای به دست آوردن جرم مولار میانگین ماکرومولکول‌ها استفاده کرد. هم جرم مولار میانگین و هم  $R_g$  را می‌توان از نمودار زیر<sup>۱</sup> به دست آورد (برون‌یابی هم‌زمان شدت پراکنده شده در زاویه و غلظت صفر).

روش SMLS بر اساس SLS در محیط غلیظ جایی که پراکندگی چندگانه غالب است، به کار می‌رود. در نمونه‌های به اندازه کافی غلیظ، نور فرودی قبل از رسیدن به آشکارساز به صورت پیاپی به وسیله چندین ذره پراکنده شده، به موجب آن همه اطلاعات فازی از دست می‌رود. شدت نور پراکنده شده به صورت چندگانه وابسته به طول موج و شدت نور فرودی، غلظت ذره، اندازه ذره، ضریب شکست فازهای پیوسته و پراکنده، توان جذب<sup>۲</sup> نور به وسیله ذرات و موقعیت آشکارساز است.

یادآوری ۳- می‌توان از روش SMLS در پیکربندی بس پراکنده به منظور به دست آوردن میانگین اندازه ذرات با به کارگیری نظریه مناسب استفاده کرد. به صورت جایگزین، عبور نور (اندازه‌گیری شده از سطح مشترک تعلیق/ هوا) می‌تواند به صورت تابعی از زمان و/ یا موقعیت آشکار شود و برای پایش تغییرات نسبی در حالت کلوخگی یا نرخ‌های ته‌نشستی استفاده شود؛ در این حالت، اطلاعات مربوط به اندازه ذره نمی‌تواند تعیین شود. ترکیب روبش عمودی و داده‌برداری‌های چندگانه در سرتاسر ارتفاع نمونه موجب می‌شود تا روش SMLS بتواند ناهمگونی موضعی نمونه، حالت پراکنشی و ارزیابی زمانی آن (پایداری کلوئیدی) را ثبت کند.

#### ۵-۳۱-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه، غلظت.

#### ۵-۳۱-۳ مزایا

۵-۳۱-۱ مناسب برای هواسل‌ها (فقط روش SLS) و همچنین ذرات پراکنده در مایع.

۵-۳۱-۲ محدوده دینامیکی بسیار وسیع از ده‌ها نانومتر تا چندین میلی‌متر.

۵-۳۱-۳ اندازه‌گیری بی‌درنگ.

۵-۳۱-۴ توانایی اندازه‌گیری وابسته به زمان.

۵-۳۱-۵ روش‌های اجرایی مدون برای تضمین کیفیت.

۵-۳۱-۶ آنالیز وابسته به زمان امکان‌پذیر است.

۵-۳۱-۷ در روش SMLS، معمولاً نیاز به آماده‌سازی نمونه نیست (یعنی، برای نمونه‌های بسیار غلیظ نیاز به رقیق‌سازی نیست).

۵-۳۱-۸ در روش SMLS، هنگامی که با فناوری روبشی جفت می‌شود، حساس به تغییرات در حالت پراکنش است (به عنوان مثال، کلوخگی، انبوهش و ته‌نشست).

1 - Zimm  
2 - Absorbance



#### ۴-۳۱-۵ محدودیت‌ها

۴-۳۱-۵-۱ ممکن است خواص نوری (ضریب شکست) ذرات و محیط تعلیق‌کنندگی برای کاربردهای آنالیزهای نظری ویژه (برای مثال RGD) مورد نیاز باشد. ممکن است روش SLS جوابگوی آنالیز ذرات با جذب بالا (برای مثال نانوذرات فلزی همراه با اثرات تشدید پلاسمون سطحی) نباشد.

۴-۳۱-۵-۲ محاسبه اندازه با فرض شکل ذرات کروی انجام می‌شود. اگر ضریب شکل مشخص باشد، می‌تواند در آنالیز RGD مشارکت داده شود یا برای تبدیل  $R_g$  به شکل یک مدل تعریف شده استفاده شود (برای مثال، بیضی‌گون یا استوانه‌ای).

۴-۳۱-۵-۳ در روش SLS، بازه اندازه به وسیله طول موج منبع و بازه زاویه‌ای آشکارساز محدود می‌شود. با استفاده از آنالیز RGD یا تحلیل گوینیر در طول موج لیزر He-Ne (۶۳۳ نانومتر)،  $R_g$  کوچکتر از حدود ۶۰ نانومتر می‌تواند به دست آید.

۴-۳۱-۵-۴ حد بالای غلظت عددی منوط به هم‌زمانی نقطه شروع است.

۴-۳۱-۵-۵ در روش SMLS، کسر حجمی و ضرایب شکست برای محاسبه میانگین اندازه ذره مورد نیاز هستند.

#### ۴-۳۱-۵ اندازه‌ده‌ها روش (SLS)

۴-۳۱-۵-۱ شعاع چرخش (نانومتر).

۴-۳۱-۵-۲ ضریب برخال (بدون واحد).

#### ۴-۳۱-۵ اندازه‌ده‌ها روش (SMLS)

۴-۳۱-۵-۱ قطر (کروی) معادل میانگین بر حسب نانومتر.

۴-۳۱-۵-۲ درصد شدت بس‌پراکندگی / عبور برای آنالیز حالت پراکنش.

۴-۳۱-۵-۳ درصد شدت بس‌پراکندگی / عبور بر حسب زمان برای آنالیز پایداری (حالت) پراکنش.

#### ۴-۳۱-۵ استانداردهای مرتبط

- ISO 13320, Particle size analysis - Laser diffraction methods
- ISO/TR 13097, Guidelines for the characterization of dispersion stability

همچنین مقالات وجود دارند که این روش را توصیف می‌کنند [32] [33].

## ۵-۳۲ روش‌های برهم‌کنش نور - تک‌ذره<sup>۱</sup>

### ۵-۳۲-۱ توصیف

پراکندگی نور به وسیله ذره منفرد ناشی از (پدیده‌های) پراش، شکست و بازتاب است. صفحه قطبش موج نور پراکنده شده نیز تحت تاثیر قرار می‌گیرد. شدت نور پراکنده شده از تک‌ذره وابسته به شدت نور فرودی، زاویه قطبش، زاویه آشکارسازی نور پراکنده شده، ضریب شکست، طول‌موج نور و قطر ذره است. از آنجایی که ذرات منفردا آنالیز می‌شوند، غلظت ذره و توزیع‌های اندازه وزن‌دهی شده عددی تحت شرایط مناسب می‌تواند به دست آید. روش‌های پراکندگی تک‌ذره متفاوت از روش‌های پراکندگی بر اساس مجموعه آماری (به زیربند ۵-۲۰ و ۵-۳۱ مراجعه شود) هستند. این روش‌های آماری سیگنال‌های تولید شده به وسیله تعداد زیادی پراکنده‌کننده‌ها را در حجم نمونه‌برداری اندازه‌گیری می‌کند.

### ۵-۳۲-۲ پارامترهای نانوشیء

#### ۵-۳۲-۳ مزایا

۵-۳۲-۳-۱ امکان دستیابی به تفکیک‌پذیری بالا.

۵-۳۲-۳-۲ فرضیات توزیع اندازه مورد نیاز نیست.

۵-۳۲-۳-۳ اندازه‌گیری بی‌درنگ.

۵-۳۲-۳-۴ قابلیت اندازه‌گیری وابسته به زمان.

۵-۳۲-۳-۵ روش‌های اجرایی مدون برای تضمین کیفیت.

#### ۵-۳۲-۴ محدودیت‌ها

۵-۳۲-۴-۱ فقط قابلیت استفاده در نانوذرات حمل‌شده به وسیله هوا (هوابرد) یا مایع دارد.

۵-۳۲-۴-۲ حد پایین اندازه  $\approx 60 \text{ nm}$ ؛ حد بالای اندازه  $\approx 100 \mu\text{m}$ .

۵-۳۲-۴-۳ حد بالای غلظت عددی منوط به هم‌زمانی نقطه شروع است.

#### ۵-۳۲-۵ اندازه‌ده

غلظت عددی ذره به صورت تابعی از قطر معادل تضعیف نور یا پراکندگی نور.

### ۵-۳۲-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO 21501 (all parts), *Determination of particle size distribution — Single particle light interaction methods*

### ۵-۳۳ آنالیز گرماوزن‌سنجی<sup>۲</sup> (TGA)

#### ۵-۳۳-۱ توصیف

روشی است که در آن تغییر جرم نمونه به صورت تابعی از دما یا زمان اندازه‌گیری می‌شود. در این روش نمونه در معرض یک برنامه دمایی کنترل‌شده قرار دارد.

1 - Single particle light interaction

2 - Thermogravimetric analysis (TGA)

۵-۳۲-۲ پارامترهای نانوشیء

ترکیب بندی شیمیایی.

۵-۳۳-۳ مزایا

۵-۳۳-۱ قابل استفاده بودن اتمسفرهای مختلف.

۵-۳۳-۲ روبش: از حدود دمای محیط تا  $1000^{\circ}\text{C}$ .

۵-۳۳-۳ مطالعات هم‌دما در دمای ثابت برای زمان‌هایی از چند ثانیه تا چندین ساعت.

۵-۳۳-۴ محدودیت‌ها

۵-۳۳-۱ نمونه‌هایی بیش از  $1/5\text{ mg}$  مورد نیاز است.

۵-۳۳-۲ نمونه‌هایی که مرطوب هستند لازم است پیش از انجام آنالیز خشک شوند.

۵-۳۳-۵ اندازه‌ده

۵-۳۳-۱ جرم اجزای فرار (g).

۵-۳۳-۲ کاهش (وزن) نمونه (g).

۵-۳۳-۳ مشتق جرم بر حسب دما ( $\frac{g}{K}$ ).

۵-۳۳-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO/TS 11308, *Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using thermogravimetric analysis*

۵-۳۳-۷ روش‌های همراه شده با TGA

۵-۳۳-۱ TGA-GC-MS آنالیز گرم‌وزن‌سنجی - کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی.

۵-۳۳-۲ TGA-MS - آنالیز گرم‌وزن‌سنجی - طیف‌سنجی جرمی.

۵-۳۳-۳ آنالیز گرم‌وزن‌سنجی - طیف‌سنجی تبدیل فوری فرورسرخ.

۵-۳۴-۲۴ میکروسکوپی الکترونی عبوری<sup>۱</sup> (TEM)

۵-۳۴-۱ توصیف

روشی است که در آن تصاویر و الگوهای پراش با تفکیک‌پذیری در مقیاس اتمی با استفاده از باریکه الکترونی تولید می‌شوند. در این روش باریکه الکترونی از میان نمونه عبور کرده و با آن برهم‌کنش می‌کند تا به آشکارساز می‌رسد. همچنین با این روش امکان آزمایش در نواحی به کوچکی ده‌ها نانومتر برای به‌دست آوردن اطلاعات شیمیایی (EDX و/یا EELS<sup>۲</sup>)، ریخت‌شناسی و بلورنگاشتی [پراش الکترونی ناحیه انتخاب‌شده (SAED)<sup>۳</sup>]، میکرو-پراش و پراش الکترونی باریکه همگرا<sup>۴</sup>] وجود دارد. روش TEM مهم‌ترین روش برای بررسی نمونه‌ها در مقیاس نانو است. تصاویر تولید شده به وسیله TEM طرح‌های صفحه (اتمی) از اجزای موجود در نمونه هستند.

1 - Transmission electron microscopy (TEM)

2 - Electron energy loss spectroscopy (EELS)

3 - Selected area electron diffraction (SAED)

4 - Convergent beam electron diffraction (CBED)

### ۵-۳۴-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه، توزیع اندازه، شکل، ترکیببندی شیمیایی (با استفاده از روش EELS؛ به زیربند ۵-۱۲ مراجعه شود)، و خواص بلور (با استفاده از SAED، میکرو پراش و CBED).

یادآوری ۱- اگر تجهیزات بیشتری مانند طیفسنجی پرتوی ایکس بر اساس تفکیک انرژی در دسترس باشد، ترکیببندی شیمیایی می تواند تعیین شود.

یادآوری ۲- در مد تصویر این روش طرحی دو بعدی از نمونه ایجاد می کند. اندازه گیری های اندازه، توزیع اندازه و شکل به صورت دستی یا با استفاده از نرم افزار تحلیل تصویر می تواند انجام شود.

### ۵-۳۴-۳ مزایا

۵-۳۴-۱-۳ تصویربرداری با تفکیک پذیری ۷۰ پیکومتر با بهترین ابزارها.

۵-۳۴-۲-۳ اطلاعات شیمیایی با EDS و EELS.

۵-۳۴-۳-۳ توموگرافی (برش نگاری) برای آنالیز شکل سه بعدی کامل.

۵-۳۴-۴-۳ تصویربرداری در مقیاس کوچک تر از نانومتر.

۵-۳۴-۵-۳ تحلیل تصویر خودکار برای بهبود ارتباط آماری و جریان کار.

۵-۳۴-۶-۳ در دسترس بودن استانداردهای کالیبراسیون تجاری طلا و نقره برای اندازه.

### ۵-۳۴-۴ محدودیت ها

۵-۳۴-۱-۴ صرف زمان طولانی برای به دست آوردن آمارهای خوب برای اندازه گیری های اندازه مورد نیاز است.

۵-۳۴-۲-۴ زمان و هزینه بالای تجهیزات و نگاهداشت.

۵-۳۴-۳-۴ اساساً محدود به مواد با چگالی بالای الکترونی؛ مواد نرم فاقد کنتراست کافی هستند مگر اینکه رنگ زده شوند.

۵-۳۴-۴-۴ تخریب یا تغییر نمونه به وسیله باریکه الکترونی.

۵-۳۴-۵-۴ کالیبراسیون بزرگنمایی برای اندازه گیری های اندازه دقیق الزامی است.

۵-۳۴-۶-۴ عموماً قادر به تمایز قایل شدن بین کلوخه ها، انبوهه ها و عیوب ناخواسته نیست.

۵-۳۴-۷-۴ آماده سازی نمونه برای کسب نتایج خوب الزامی است.

۵-۳۴-۸-۴ با تغییر سامانه عدسی ها ممکن است کالیبراسیون تغییر کند.

### ۵-۳۴-۵ اندازه دهه

۵-۳۴-۱-۵ اندازه ذرات (قطر فرت).

۵-۳۴-۲-۵ شکل.

۵-۳۴-۳-۵ توزیع اندازه.

۵-۳۴-۴-۵ قطر دایره ای معادل.

۵-۳۴-۵-۵ طیف های پراش الکترونی.

### ۵-۳۴-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO 25498, Microbeam analysis - Analytical electron microscopy - Selected-area electron diffraction analysis using a transmission electron microscope

- ISO 29301, *Microbeam analysis - Analytical transmission electron microscopy - Methods for calibrating image magnification by using reference materials having periodic structures*
- ISO/TS 10797, *Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using transmission electron microscopy*
- ISO/TS 11888, *Nanotechnologies - Characterization of multiwall carbon nanotubes - Mesoscopic shape factors*

#### ۳۵-۵ پراش پرتوی ایکس<sup>۱</sup> (XRD)

##### ۳۵-۵-۱ توصیف

روشی برای به دست آوردن اطلاعات بلورنگاشتی یک نمونه با مشاهده الگوی پراش ناشی از برخورد باریکه‌ای از پرتوهای ایکس به نمونه است.

##### ۳۵-۵-۲ پارامترهای نانوشیء

خواص بلور، اندازه.

##### ۳۵-۵-۳ مزایا

۳۵-۵-۳-۱ اطلاعات مستقیم (مربوط به) ساختار بلوری جامدات.

۳۵-۵-۳-۲ آنالیز ساختار غیرمخرب.

۳۵-۵-۳-۳ با این روش، صرف نظر از حالت نانوشیء (تک‌پار<sup>۲</sup>/انبوهه/کلوخه) می‌توان اطلاعات اندازه بلورک را به دست آورد.

۳۵-۵-۳-۴ اطلاعات در مورد ترکیب‌بندی، گونه‌زایی و پیوند را محیا می‌کند.

##### ۳۵-۵-۴ محدودیت‌ها

۳۵-۵-۴-۱ دسترسی به اطلاعات مرجع استاندارد ترکیبات غیرآلی مورد نیاز است (فواصل بین صفحات)<sup>۳</sup>.

۳۵-۵-۴-۲ هم‌پوشانی قله می‌تواند رخ دهد و برای پرتوهای پراش یافته در زوایای بزرگ‌تر این هم‌پوشانی بیشتر می‌شود.

۳۵-۵-۴-۳ زمان‌بر.

۳۵-۵-۴-۴ مقدار زیادی از نمونه موردنیاز است.

۳۵-۵-۵ اندازه‌ده

۳۵-۵-۱ اطلاعات بلورنگاشتی.

۳۵-۵-۲ ساختار اتمی: فاصله اتمی (فواصل بین صفحه‌ای) (nm).

۳۵-۵-۳ اندازه بلورک و توزیع آن.

۳۵-۵-۶ استانداردهای مرتبط

هیچ استانداردی شناسایی نشده‌است.

1 - X-ray Diffraction (XRD)

2 - Monomer

3 - D-spacings

## ۳۶-۵ طیف‌سنجی فتوالکترونی پرتو ایکس<sup>۱</sup> (XPS)

### ۳-۳۶-۱ توصیف

روشی که در آن از طیف‌سنج الکترونی برای اندازه‌گیری توزیع انرژی فوتوالکترون‌ها و الکترون‌های اوزه گسیل شده از سطح استفاده می‌شود. این سطح به وسیله فوتون‌های پرتو ایکس تابش‌دهی شده است [23]. یادآوری - منابع پرتو ایکس رایج، پرتوهای ایکس  $K\alpha$  غیر تکفام Al و Mg در انرژی‌های به ترتیب  $1486.6 eV$  و  $1253.6 eV$  هستند. دستگاه‌های نوین همچنین از پرتوهای ایکس  $K\alpha$  Al تکفام استفاده می‌کنند. برخی از دستگاه‌ها از منابع پرتو ایکس گوناگون با آندهای یا تابش سنکروترون دیگر استفاده می‌کنند.

### ۳-۳۶-۲ پارامترهای نانوشیء

غلظت (ترکیب بندی عنصری و غلظت نسبی)، ترکیب بندی شیمیایی.

### ۳-۳۶-۳ مزایا

۳-۳۶-۱ عمق آنالیز از ۱ nm تا ۱۰ nm (وابسته به نمونه).

۳-۳۶-۲ ناحیه آنالیز می‌تواند به کوچکی ۱۰ nm باشد.

۳-۳۶-۳ اطلاعات حالت شیمیایی / پیوند.

۳-۳۶-۴ آشکارسازی همزمان الکترون‌های اوزه می‌تواند در شناسایی عنصری کمک کند.

### ۳-۳۶-۴ محدودیت‌ها

۳-۳۶-۱ آلودگی سطح می‌تواند آنالیز کمی و کیفی را پیچیده کند.

۳-۳۶-۲ تخریب سطح انواع خاص نمونه‌ها، ناشی از نوردهی طولانی مدت پرتوی ایکس ممکن است.

۳-۳۶-۳ عدم توانایی در آشکارسازی هیدروژن و هلیوم.

۳-۳۶-۴ شرایط خلاء بسیار بالا می‌تواند آنالیز انواعی از نمونه‌ها (که قابلیت آنالیز دارند) را محدود کند.

### ۳-۳۶-۵ اندازه ده

انرژی بر حسب eV.

### ۳-۳۶-۶ استانداردهای مرتبط

- ISO 15470, *Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Description of selected instrumental performance parameters*
- ISO 15472, *Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectrometers - Calibration of energy scales*
- ISO 18118, *Surface chemical analysis - Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy - Guide to the use of experimentally determined relative sensitivity factors for the quantitative analysis of homogeneous materials*
- ISO 18516, *Surface chemical analysis - Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy - Determination of lateral resolution*
- ISO 19318, *Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Reporting of methods used for charge control and charge correction*
- ISO 20903, *Surface chemical analysis - Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy - Methods used to determine peak intensities and information required when reporting results*

---

1 - X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

- ISO 21270, *Surface chemical analysis - X-ray photoelectron and Auger electron spectrometers - Linearity of intensity scale*
- ISO 24237, *Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Repeatability and constancy of intensity scale*
- ISO/TR 18392, *Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Procedures for determining backgrounds*
- ISO/TR 19319, *Surface chemical analysis - Fundamental approaches to determination of lateral resolution and sharpness in beam-based methods*

## پیوست الف

### (آگاهی‌دهنده)

### جداسازی / آماده‌سازی نمونه

#### الف-۱ کلیات

این پیوست صرفاً برای آگاهی طراحی شده است. پیوست حاضر شامل روش‌هایی است که ممکن است مرتبط با اغلب روش‌های مرسوم اندازه‌گیری نانو باشد. هرچند، روش‌های فهرست‌شده در این پیوست توسط متخصصانی تعیین شده است که ارتباطاتی با آماده‌سازی نمونه مواد نانو یا اندازه‌گیری نانو شیء دارند اما همه روش‌ها را شامل نمی‌شوند.

#### الف-۲ باریکه یونی متمرکز<sup>۱</sup> (FIB)

##### الف-۲-۱ توصیف

روشی است که از یک باریکه متمرکز یون‌ها با اندازه لکه بسیار کوچک استفاده می‌کند (از مرتبه کوچک‌تر از ۱۰ nm) تا آماده‌سازی دقیق نمونه را انجام دهد از قبیل:

- سطح مقطع عرضی ساختارهای ویژه در مدار مجتمع<sup>۲</sup>؛
- آماده‌سازی نمونه نازک برای آنالیز TEM؛
- دیگر موارد ماشین‌کاری در مقیاس میکرو و نانو.

روش FIB همچنین می‌تواند برای رسوب جایگزیده انواع مواد همچون فلزات یا دی‌الکتریک‌ها استفاده شود. در این روش تجزیه شیمیایی با استفاده از تابش باریکه یونی یک گاز پیش ماده مانند تنگستن هگزاکربونیل<sup>۳</sup> بر سطح نمونه انجام می‌شود. برای مثال، (در این روش) امکان رسوب انتخابی فلز تنگستن وجود دارد. یادآوری - متداول‌ترین باریکه یونی برای آماده‌سازی نمونه گالیوم است، اگر چه منابع یونی دیگر مانند سزیم نیز استفاده می‌شود.

##### الف-۲-۲ مزایا

الف-۲-۲-۱ تفکیک‌پذیری فضایی بالای آسیاکاری یونی و رسوب‌دهی.

الف-۲-۲-۲ هنگامی که باریکه یونی متمرکز با آنالیزور/ آشکارساز مناسب جفت شود می‌تواند برای آنالیز استفاده شود.

الف-۲-۲-۲-۱ تصویربرداری الکترونی ثانویه.

الف-۲-۲-۲-۲ طیف‌سنجی جرمی یونی ثانویه.

##### الف-۲-۳ محدودیت‌ها

الف-۲-۳-۱ باریکه یونی به دلیل بی‌شکل کردن سطوح بلورین و نظم‌دهی مجدد ماده کندوپاش شده به سطح نمونه آسیب می‌زند.

1 - Focused ion beam (FIB)

2 - Integrated circuit

3 - Tungsten hexacarbonyl



الف-۳-۳ کاشت نامطلوب باریکه یونی اولیه.

الف-۲-۴ مراجع و مقالات مرتبط برای کاربردهای پرتو یونی متمرکز

—ABRAMO M., ADAMS E., GIBSON M., HAHN L., DOYLE A. (1997), Focused-ion-beam-induced insulator deposition at decreased beam current density, in *35th Annual Proceedings IEEE International Reliability Physics Symposium*, pp. 66–71

—ALIM.Y., HUNG W., YONGQI F. Review of focused ion beam sputtering. *Int. J. Precis. Eng. Man.* 2010, **11**, pp. 157–170

—VAN LEER B., GIANNUZZI L.A. Advances in TEM sample preparation using a focused ion beam. *Microsc. Microanal.* 2008, **14** (Suppl. 2), pp. 380–381

—SMITH N.S., NOTTE J.A., STEELE A.V. Advances in source technology for focused ion beam instruments. *MRS Bull.* 2014, **39**, pp. 329–335

—VOLKERT C.A., MINOR A.M. Focused ion beam microscopy and micromachining. *MRS Bull.* 2007, **32**, pp. 389–399

الف-۳ کروماتوگرافی با جداسازی بر اساس اندازه<sup>۱</sup> (SEC)

الف-۳-۱ توصیف

این روش کروماتوگرافی مایع روشی برای جداسازی بر مبنای اندازه است. در این روش مواد کلوئیدی موجود در تعلیق آبی میان بسترهای متراکم ذرات کروی حمل می‌شوند. مشاهده شده‌است که نرخ انتقال ذرات کلوئیدی وابسته به عواملی مانند اندازه کلوئید، اندازه تراکم و ترکیب بندی یونی فاز آبی است.

الف-۳-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه و توزیع اندازه

یادآوری- روش SEC با یک آشکارساز جفت می‌شود، برای مثال، پراکندگی نور پویا (DLS) برای تعیین اندازه و توزیع اندازه گونه‌های زنده.

الف-۴ فرافاش<sup>۲</sup> (UF)

الف-۴-۱ توصیف

فرافاش یک صافش غشایی است که در آن نیرویی مثل فشار یا شیب‌های غلظت سبب جداسازی غشای نیمه تراوایی می‌شود. جامدات معلق و مواد حل شده با وزن مولکولی بالا باقی می‌مانند که آنها ناتراوه<sup>۳</sup> نامیده می‌شوند، درحالی که آب و مواد حل شده با وزن مولکولی کم از میان غشاء در صافی عبور می‌کنند.

الف-۴-۲ پارامترهای نانوشیء

اندازه، توزیع اندازه.

الف-۴-۳ مزایا

الف-۴-۳-۱ مورد استفاده برای خالص سازی، تغلیظ و جداسازی ذرات.

الف-۴-۳-۲ آنالیز درجای مواد پراکنده شده در مایع.

الف-۴-۳-۳ اندازه‌های ذرات مختلف (میکرو و یا نانوصافش)

1 - Size exclusion chromatography (SEC)

2 - Ultrafiltration (UF)

3 - Retenat

الف-۴-۴ محدودیت‌ها

الف-۴-۴-۱ غیر کمی

الف-۴-۴-۲ نیازمند به توسعه روش ویژه جهت انطباق انواع صافی با نمونه‌ها.

## پیوست ب

### (آگاهی‌دهنده)

#### تغییرات انجام‌شده در این استاندارد نسبت به استاندارد منبع

- بند ۴: در جدول ۱، ستون رفتار حرارتی اضافه شده است.
- زیربند ۵-۶-۲: غلظت (تصویربرداری الکترون ثانویه یا نقشه‌نگاری عنصری) با غلظت (طیف‌سنجی پرتو ایکس بر اساس انرژی یا نقشه‌نگاری عنصری) جایگزین شده است.
- زیربند ۵-۶-۲: در اندازه (تصویربرداری الکترون ثانویه یا نقشه‌نگاری)، نقشه‌نگاری عنصری حذف شده است.
- زیربند ۵-۶-۲: اندازه‌گیری شده از تصویر الکترون ثانویه با اندازه‌گیری شده از تصویر الکترون ثانویه و پرتوی ایکس جایگزین شده است.
- زیربند ۵-۹-۱: این اولین اندازه‌گیری اصولی است، حذف شده است.
- زیربند ۵-۱۰-۲: ترکیب‌بندی شیمیایی با رفتار حرارتی جایگزین شده است.
- زیربند ۵-۱۱-۳-۶: اصول اولیه؛ به هیچ کالیبراسیونی نیاز ندارد، حذف شده است.
- زیربند ۵-۱۲-۱: یادآوری ۱ حذف شده است.
- زیربند ۵-۱۳-۳-۴ حذف شده است.
- زیربند ۵-۱۴-۱: سامانه‌های WDS (طیف‌سنجی پرتو ایکس بر اساس تفکیک طول‌موج) حذف شده است.
- زیربند ۵-۱۴-۳-۳ حذف شده است.
- زیربند ۵-۱۴-۴-۱: طلا و پلاتین حذف شده است.
- زیربند ۵-۱۵-۶: استانداردها در ISO/TC 229 تدوین شده است با استاندارد ISO/TS 21362 تدوین شده است، جایگزین شده است.
- زیربند ۵-۱۷-۴-۲: یادآوری - محدودیت CO<sub>2</sub> فقط در روش FT-IR گازی صدق می‌کند، اضافه شده است.
- زیربند ۵-۱۷-۴-۴: می‌تواند فیلم‌های بسیار نازک (با ضخامت تک‌لایه) و یا گونه‌های مولکولی در فاز آبی را آشکار کند (نیازمند چیدمان خاص است) با بدون آماده‌سازی نمونه نمی‌تواند طیف فرسرخ نمونه را تهیه کرد، جایگزین شده است.
- زیربند ۵-۲۱-۴-۱ حذف شده است.
- زیربند ۵-۲۱-۴-۲: یادآوری - اندازه پراکنه‌ها معمولاً کمتر از ۴۵۰ نانومتر است، اضافه شده است.
- زیربند ۵-۲۷-۱: اندازه‌گیری در داخل میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) انجام می‌شود، حذف شده است.
- زیربند ۵-۲۷-۳-۶: اکثر نمونه‌ها یا نیازی به آماده‌سازی ندارند و یا نیازمند کمترین آماده‌سازی هستند.

- زیربند ۵-۲۸-۱ به دلیل اشتباهات علمی کاملاً تغییر یافته است.

### کتابنامه

- [1] Fu P.P., Xia Q., Hwang H.M., Ray P.C., Yu H. Mechanisms of nanotoxicity: Generation of reactive oxygen species. *J. Food Drug Anal.* 2014, **22** (1) pp. 64–75
- [2] Isaksen I.S.A., & Dalsoren S.B. Getting a better estimate of an atmospheric radical. *Science.* 2011, **331** (6013) pp. 38–39
- [3] Hirota K., Sugimoto M., Kato M., Tsukagoshi K., Tanigawa T., Sugimoto H. Preparation of zinc oxide ceramics with a sustainable antibacterial activity under dark conditions. *Ceram. Int.* 2010, **36** pp. 497–506
- [4] ZAVOISKY E. Spin-magnetic resonance in paramagnetics. *J. Phys. USSR.* 1945, **9** pp.245
- [5] Li G.R., Hu T., Pan G.L., Yan T.Y., Gao X.P., Zhu H.Y. Morphology-function relationship of ZnO: polar planes, oxygen vacancies, and activity. *J. Phys. Chem. C.* 2008, **112** pp. 11859–11864
- [6] Zhao H.T., Joseph J., Zhang H., Karoui H., Kalyanaraman B. Synthesis and biochemical applications of a solid cyclic nitron spin trap: a relatively superior trap for detecting superoxide anions and glutathyl radicals. *Free Radic. Biol. Med.* 2001, **3** pp. 599–606
- [7] Hawkins C.L., & Davies M.J. Detection and characterization of radicals in biological materials using EPR methodology. *Biochim. Biophys. Acta.* 2014, **1840** pp. 708–721
- [8] Mitchell D.G., Rosen G.M., Tseitlin M., Symmes B., Eaton S.S., Eaton G.R. Use of rapid-scan EPR to improve detection sensitivity for spin-trapped radicals. *Biophys. J.* 2013, **105** pp. 338–342
- [9] Keszler A., Kalyanaraman B., Hogg N. Comparative investigation of superoxide trapping by cyclic nitron spin-traps: the use of singular value decomposition and multiple linear regression analysis. *Free Radic. Biol. Med.* 2003, **35**(9):pp. 1149–1157
- [10] Nakamura K., Ishiyama K., Ikai H., Kanno T., Sasaki K., Niwano Y. Reevaluation of analytical methods for photogenerated singlet oxygen. *J. Clin. Biochem. Nutr.* 2011, **49** (2) pp. 87–95
- [11] Ishiyama K., Nakamura K., Ikai H., Kanno T., Kohno M., Sasaki K., Niwano Y. Bacterial Action of Photogenerated Singlet Oxygen from Photosensitizers Used in Plaque Disclosing Agents. *PLoS One.* 2012, **7** (5) p. e37871m
- [12] Mizukawa H., & Okabe E. Inhibition by singlet molecular oxygen of the vascular reactivity in rabbit mesenteric artery. *Br. J. Pharmacol.* 1997, **121** (1) pp. 63–70
- [13] Robit B., Bernd G., Martin S. Calculations of Isotropic Hyperfine Coupling Constants of Organic Radical. An Evaluation of Semiempirical, Hartree-Fock, and Density Functional Methods. *J. Phys. Chem.* 1996, **100** pp. 18371–18379
- [14] Prousek J. Fenton chemistry in biology and medicine. *Pure Appl. Chem.* 2007, **79** (12) pp. 2325–2338
- [15] Okuno T., Kawai H., Hasegawa T., Ueno H., Nakamura K. Enhancement of hydroxyl radical formation from superoxide anion radical in the presence of organic selenium compounds. *J. Health Sci.* 2001, **47** (3) pp. 240–247
- [16] Allen M., Lynch M., Lagos A., Remond R., Kochevar I.E. A wavelength dependent mechanism for rose Bengal-sensitized photoinhibition of red cell acetylcholinesterase. *Biochim. Biophys. Acta.* 1991, **1075** pp. 42–49
- [17] Rozanowska M., Ciszewska J., Korytowski W., Sarna T. Rose-bengal photosensitized formation of hydrogen peroxide and hydroxyl radicals. *J. Photochem. Photobiol. B.* 1995, **29** pp. 71–77
- [18] Keisuke M., Magdi M.M., Peter R. Chemical effects of ultrasound on aqueous solutions. Evidence for. OH and. H by spin trapping. *J. Am. Chem. Soc.* 1982, **104** (12) pp. 3537–3539

- [19] OECD. 2012. Guidance on Sample Preparation and Dosimetry for the Safety Testing of Manufactured Nanomaterials. Series on the Safety of Manufactured Nanomaterials. (No. 36), Paris, France, pp. 93
- [20] Lynch S.M., & Frei B. Mechanisms of copper- and iron-dependent oxidative modification of human density lipoprotein. *J. Lipid Res.* 1993, **34** pp. 1745–1753
- [21] Singh R.J., Karoui J., Gunther M.R., Beckman J.S., Mason R.P., Kalyanaraman B. Reexamination of the mechanism of hydroxyl radical adducts formed from the reaction between familiar amyotrophic lateral sclerosis-associated Cu, Zn superoxide dismutase mutants and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA.* 1998, **95** (12) pp. 6675–6680
- [22] Deterding L.J., Ramirez D.C., Dubin J.R., Mason R.P., Tomer K.B. Identification of free radicals on hemoglobin from its self-peroxidation using mass spectrometry and immuno-spin trapping: observation of a histidiny radical. *J. Biol. Chem.* Mar 19; 2004, **279**(12):11600-7,
- [23] He W., Kim H.K., Wamer W.G., Melka D., Callahan J.H., Yin J.J. Photogenerated charge carriers and reactive oxygen species in ZnO/Au hybrid nanostructures with enhanced photocatalytic and antibacterial activity. *J. Am. Chem. Soc.* 2014, **136** pp. 750–757
- [24] Weihua L., Monhua W., Zhe X., Guozhong W. The free radical species in polyacrylonitrile fibers induced by g-radiation and their decay behaviors. *Radiat. Phys. Chem.* 2012, **81** pp. 33–39
- [25] Chen Z., Yin J.J., Zhou Y.T., Zhang Y., Song L., Hu S. Dual enzyme-like activities of iron oxide nanoparticles and their implication for diminishing cytotoxicity. *ACS Nano.* 2012, **6** pp. 4001–4012
- [26] Dodd A.C., McKinley A.J., Saunders M., Tsuzuki T. Effect of particle size on the photocatalytic activity of nanoparticulate Zinc Oxide. *J. Nanopart. Res.* 2006, **8** pp. 43–51
- [27] Grela M.A., Coronel M.E.J., Colussi A.J. Quantitative spin-trapping studies of weakly illuminated titanium dioxide sols. Implications of the mechanism of photocatalysis. *J. Phys. Chem.* 1996, **100** pp. 16940–16946
- [28] Kim Y.C., Choi H.M., Lee B.Y., Abduriyim A. Identification of irradiated south sea cultured pearls using electron spin resonance spectroscopy. *Notes & New Techniques.* 2012, **48** (4) pp. 292–299
- [29] Bender C.J., & Berliner L.J. *EPR: Instrumental Method.* New York: Springer Science+Business LCC (ISBN 978-1-4613-4733-0), 2004
- [30] Ikeya M. *New applications of Electron spin resonance Dating, Dosimetry and Microscopy.* London: World Science Publishing Co. Pte. Ltd. (ISBN 981-02-1199-6)
- [31] Eaton G.R., Eaton S.S., Barr D.P., Weber R.T. *Quantitative EPR.* Germany. Springer-Verlag, Wien, 2010
- [32] Riger P.H. *Electron Spin Resonance Analysis and Interpretation.* The Royal Society of Chemistry, Cambridge, 2007
- [33] Sankarapandi S., & Zweier J.L. Evidence against the generation of free hydroxyl radicals from the interaction of copper, zinc superoxide dismutase and hydrogen peroxide. *J. Biol. Chem.* 1999, **274** pp. 34576–34583
- [34] Kagan V.E., Tyurine Y.Y., Tyurin V.A., Konduru N.V., Potapovich A.I., Osipov A.S., Kisin E.R., Schwegler-Berry D., Mercer R., Castanova V., Shvedova A.A. Direct and indirect effects of single walled carbon nanotubes on RAW 264.7 macrophages: role of iron. *Toxicol. Lett.* 2006, **1;165**(1): pp.88–100
- [35] Pristov J.B., Jovanovic S.V., Mitrovic A., Spasojevic I. UV-irradiation provokes generation of superoxide on cell wall polygalacturonic acid. *Physiol. Plant.* 2013, **148** (4) pp. 574–581
- [36] Dhas M.K., Jawahar A., Benial A.M. Electron spin resonance spectroscopy studies on reduction process of nitroxyl radicals used in molecular imaging. *EJB.* 2014, **2** (1) pp. 1–6

- [37] Keiichi M., Yukio M., Masahiro K., Midori H., Akitane M. The application of ESR spin-trapping technique to the evaluation of SOD-like activity of biological substances. *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 1990, **63** pp. 187–191
- [38] Nam S.N., Han S.K., Kang J.W., Choi H. Kinetics and mechanisms of the sonolytic destruction of non-volatile organic compounds: investigation of the sonochemical reaction zone using several OH. Monitoring techniques. *Ultrason. Sonochem.* 2003, **10** (3) pp. 139–147
- [39] Nam S.N., Han S.K., Kang J.W. OH radical monitoring technologies for AOP advanced oxidation process. *Water Sci. Technol.* 2002, **46** (11-12) pp. 7–12
- [40] Cai H., Dikalov S., Griendling K.K., Harrison D.G. Detection of reactive oxygen species and nitric oxide in vascular cells and tissues: comparison of sensitivity and specificity. *Methods Mol. Med.* 2007, **139** pp. 293–311
- [41] ISO/TS 80004-1:2015, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms*
- [42] ISO/TS 10993-5:2009, *Biological evaluation of medical devices — Part 5: Tests for in vitro cytotoxicity*
- [43] ISO/TS 10993-12:2012, *Biological evaluation of medical devices — Part 12: Sample preparation and reference materials*