



سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization

استاندارد ملی ایران ۲۱-۶-۱۹۷۵۸: سال ۱۴۰۴

INSO 19758-6-21:2025

(IEC TS 62607-6-21:2022, IDT)

فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۲۱:
مواد پایه گرافنی- ترکیب بندی عنصری، نسبت C/O: طیف سنجی
فوتوالکترون پرتو ایکس

**Nanotechnology- Nanomanufacturing – Key control characteristics –
Part 6-21: Graphene-based material – Elemental composition, C/O
ratio: X-ray photoelectron spectroscopy**

ICS: 07.120; 07.030



استاندارد ملی ایران ۶-۲۱-۱۹۷۸۵-۶: سال ۱۴۰۴، فناوری نانو – نانوساخت – مشخصه‌های کلیدی کنترلی -
قسمت ۶-۲۱: مواد پایه گرافنی – ترکیب بندی عنصری، نسبت C/O: طیف سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس

**INSO 19758-6-21:2025, Nanotechnology- Nanomanufacturing – Key control characteristics –
Part 6-21: Graphene-based material – Elemental composition, C/O ratio: X-ray photoelectron
spectroscopy**

Published by:
Iran National Standards Organization
(INSO)

ناشر:
سازمان ملی استاندارد ایران

Tehran:
No. 2592, Valiasr Avenue, Vanak Square,
Tehran
Postal code: 1435694561
P.O. Box: 14155-6139
Tel: +98 21 88879461-5
Fax: +98 21 88887103

تهران:
تهران، میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲
کد پستی: ۱۴۳۵۶۹۴۵۶۱
صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹
تلفن: ۰۲۱ ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵
دورنگار: ۰۲۱ ۸۸۸۸۷۱۰۳

Karaj:
Standard Square, Karaj
Postal code: 3174734563
P.O. Box: 31585-163
Tel: +98 26 32806031-8
Fax: +98 26 32808114

کرج:
کرج، میدان استاندارد
کد پستی: ۳۱۷۴۷۳۴۵۶۳
صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳
تلفن: ۰۲۶ ۳۲۸۰۶۰۳۱-۸
دورنگار: ۰۲۶ ۳۲۸۰۸۱۱۴

standard@inso.gov.ir

www.inso.gov.ir



به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

اولین گام نظام‌مند در حوزه استانداردسازی در ایران در سال ۱۳۰۴ با تصویب قانون اوزان و مقیاس‌ها برداشته شد. در سال ۱۳۳۲ با توجه به نیاز کشور به تشکیلاتی خاص برای انجام فعالیت‌های مرتبط با نظارت و انطباق کالاها با استانداردهای مرتبط از جمله کالاهای صادراتی، مرحله مطالعاتی راه‌اندازی اداره استاندارد آغاز و در سال ۱۳۳۹ قانون تأسیس مؤسسه استاندارد مصوب شد.

در سال ۱۳۴۴ با افزایش توانمندی‌های مؤسسه در زمینه‌های مختلف از جمله تدوین استانداردهای ملی، نظارت بر کیفیت کالاهای تولید داخل، صادراتی و وارداتی، توسعه فعالیت‌های آزمایشگاهی و صدور گواهی‌نامه‌های مرتبط و پس از تأسیس آزمایشگاه‌های تخصصی، با تصویب اساسنامه مؤسسه در مجلس شورای ملی، نام مؤسسه استاندارد به مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تغییر یافت.

در سال ۱۳۹۶ به موجب قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد و با هدف افزایش پوشش استاندارد به تمامی محصولات، روزآمدسازی، تقویت، توسعه و ترویج استانداردها و تحکیم جایگاه مؤسسه در سطح کشور، عنوان مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر یافت.

به موجب این قانون، سازمان ملی استاندارد ایران به عنوان یک دستگاه اجرایی مستقل زیر نظر مستقیم رئیس جمهور اداره می‌شود و مرجع رسمی حاکمیتی در زمینه سیاست‌گذاری، حسن نظارت و هدایت نظام استاندارد و اطمینان بخشی به کیفیت کالاها و خدماتی است که در داخل کشور تولید، ارائه و/یا به کشور وارد یا از کشور صادر می‌شود.

فعالیت‌های سازمان ملی استاندارد ایران در چهار محور انجام می‌شود، در اینجا به برخی از فعالیت‌های هر محور اشاره شده است:

۱- استانداردسازی: تعیین، تدوین، به‌روزرسانی و نشر استانداردهای ملی، مشارکت در تدوین استانداردهای منطقه‌ای و بین‌المللی از طریق عضویت فعال در کارگروه‌های فنی، آموزش و ترویج استانداردها و فراهم کردن امکان دسترسی مردم به مشخصات و اطلاعات مربوط به استانداردهای کالا و خدمات در سطح کشور؛

۲- اندازه‌شناسی: برنامه‌ریزی و نظارت بر امور اندازه‌شناسی قانونی کشور، ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها به عنوان سامانه رسمی اندازه‌شناسی قانونی در کشور و واسنجی وسایل سنجش؛

۳- تأیید صلاحیت: تأیید صلاحیت نهادهای ارزیابی انطباق مانند آزمایشگاه‌های آزمون و واسنجی، نهادهای بازرسی‌کننده داخلی و خارجی، نهادهای گواهی‌کننده محصول، گواهی‌کننده اشخاص حقیقی و حقوقی و گواهی‌کننده سامانه‌های مدیریتی؛

۴- ارزیابی انطباق: نظارت بر حسن اجرای استانداردها و تمام کالاها و خدمات دارای پروانه کاربرد نشان استاندارد، کنترل کیفیت کالاهای وارداتی به منظور جلوگیری از ورود کالاهای نامرغوب و حمایت از مصرف‌کنندگان و تولیدکنندگان داخلی، کنترل کیفیت کالاهای صادراتی به منظور فراهم کردن امکان رقابت با کالاهای مشابه خارجی و حفظ بازارهای بین‌المللی.

در حوزه تدوین استانداردهای ملی، سازمان ملی استاندارد ایران از طریق نیازسنجی و جمع‌آوری اطلاعات از وزارتخانه‌ها، سازمان‌ها، واحدهای تولیدی و خدماتی، مراکز علمی، دانشگاهی و پژوهشی، کارگروه‌های فنی، اتحادیه‌ها و انجمن‌های صنفی و صنعتی و دفاتر تخصصی سازمان نسبت به برگزاری کارگروه ملی برنامه‌ریزی استاندارد و تعیین اولویت‌های تدوین و تجدیدنظر استانداردها اقدام می‌کند.

براساس روش اجرایی فرایند تدوین استانداردهای ملی، تهیه پیش‌نویس استانداردهای ملی به دبیران واجد شرایط واگذار می‌شود تا این پیش‌نویس‌ها را براساس منابع معتبر، دستاوردهای علمی، فناوری‌های نوآیند و تجربه جمعی، با هدف ارتقای منافع جامعه تدوین کنند. پیش‌نویس استانداردها سپس به منظور نظرسنجی برای مراجع ذی‌نفع و ذی‌ربط ارسال و در کارگروه ملی تصویب استاندارد، مطرح و در صورت تأیید به عنوان استاندارد ملی مصوب می‌شوند. استانداردهای مصوب پس از اختصاص شماره ملی از طریق درگاه اطلاع‌رسانی سازمان در دسترس عموم قرار می‌گیرند.

آشنایی با استانداردهای تخصصی دستگاههای اجرایی

در راستای قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ماده ۳، تبصره ۳ که به موجب آن تمامی دستگاههای اجرایی وظیفه دارند در راستای توسعه استانداردهای ملی، استانداردهای دستگاه اجرایی مربوط را در کمیسیونهای ذی ربط طرح و تدوین کرده و سپس برای بررسی و تصویب در کارگروههای ملی تصویب استاندارد به سازمان ملی استاندارد ارائه کنند، ستاد فناوریهای نانو و میکرو با بهره گیری از تخصص و توانمندی ذی ربطان نسبت به تهیه این استاندارد ملی اقدام کرده است.

برای آشنایی با فعالیتهای صورت گرفته در ستاد توسعه فناوریهای نانو و میکرو به وبگاه www.nano.ir مراجعه شود

کمیسیون تدوین استاندارد

سمت و محل اشتغال

مشارکت کنندگان

رئیس:

عضو هیئت علمی بازنشسته پژوهشگاه صنعت نفت و مدیر تحقیق
و توسعه آراال شیمی تجهیز

صادق حسنی، صدیقه
دکتری شیمی تجزیه، الکتروشیمی

دبیر:

سرپرست معاونت آزمایشگاه‌های مرکز پژوهش‌های کاربردی علوم
زمین البرز و عضو کارگروه فنی فناوری نانو INSO/ISO/TC
229

برخی، محمد
کارشناسی ارشد شیمی معدنی

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس مسئول گروه استاندارد و ایمنی ستاد توسعه فناوری‌های
نانو و میکرو

اسلامی‌پور، الهه
کارشناسی ارشد زیست‌شناسی

عضو مستقل و عضو کارگروه فنی فناوری نانو INSO/ISO/TC
229

دارابی، عادل
دکتری فیزیک

رئیس هیئت مدیره شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

سهرابی جهرمی، ابوذر
دکتری نانوفناوری

کارشناس رسمی استاندارد و نایب رئیس کارگروه فنی فناوری نانو
INSO/ISO/TC 229

سیفی، مهوش
کارشناسی ارشد مدیریت دولتی

کارشناس سازمان ملی استاندارد ایران

شاکری، روشنگر
کارشناسی ارشد فیزیک اتمی و مولکولی

مدیر فنی آزمایشگاه‌های مرکز پژوهش‌های کاربردی علوم زمین
البرز و عضو کارگروه فنی فناوری نانو INSO/ISO/TC 229

نجفی اصلی پاشاکی، شبهم
دکتری شیمی تجزیه، جداسازی

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیشگفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۱-۳ اصطلاحات عمومی
۶	۲-۳ مشخصه‌های کلیدی کنترلی اندازه‌گیری شده مطابق با این استاندارد
۶	۴ کلیات
۶	۱-۴ ابزار دقیق اندازه‌گیری
۶	۲-۴ واسنجی (کالیبراسیون) ابزار دقیق اندازه‌گیری
۷	۳-۴ کنترل بار
۸	۴-۴ آنالیز کمی سنجی
۹	۵ رویه اندازه‌گیری
۹	۱-۵ آماده‌سازی نمونه
۹	۲-۵ شرایط اندازه‌گیری
۱۰	۳-۵ رویه اندازه‌گیری
۱۰	۶ تحلیل داده
۱۱	۷ برآورد عدم قطعیت
۱۱	۸ گزارش اندازه‌گیری
۱۱	۱-۸ کلیات
۱۱	۲-۸ شناسایی نمونه آزمون
۱۱	۳-۸ شرایط محیطی
۱۱	۴-۸ اطلاعات ابزار دقیق
۱۲	۵-۸ اطلاعات ویژه اندازه‌گیری
۱۲	۶-۸ نتایج اندازه‌گیری
۱۳	پیوست «الف» (آگاهی‌دهنده) ضرایب حساسیت نسبی
۱۵	پیوست «ب» (آگاهی‌دهنده) شرحی در مورد اثر آلودگی سطح
۱۹	پیوست «پ» (آگاهی‌دهنده) مطالعه موردی برای GNP
۲۳	پیوست «ت» (آگاهی‌دهنده) مطالعه موردی برای GO
۲۵	کتابنامه

پیشگفتار

این استاندارد به استناد بند ۱ ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، مصوب ۱۳۹۶/۱۰/۰۲ منتشر می‌شود. استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران ۵ و روش اجرایی تدوین استانداردهای ملی ایران تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم، فناوری و خدمات، استانداردهای ملی در صورت لزوم تجدیدنظر شده یا برای آن‌ها اصلاحیه و/یا تصحیح‌نامه منتشر می‌شود.

این استاندارد در جلسه شماره ۱۶۱ مورخ ۱۴۰۴/۰۲/۱۴ کارگروه ملی تصویب استانداردهای فناوری نانو مصوب شده است.

این استاندارد بر مبنای پذیرش منبع زیر به روش «همسان» تهیه و تدوین شده است:

-IEC TS 62607-6-21:2022 - *Nanomanufacturing – Key control characteristics– Part 6-21: Graphene-based material – Elemental composition, C/O ratio: X-ray photoelectron spectroscopy*

مقدمه

گرافن دارای خواص^۱ الکتریکی، گرمایی و مکانیکی منحصربه‌فردی است و کاربردهای صنعتی بالقوه گسترده‌ای، به‌ویژه در صنعت الکترونیک: باتری‌ها، مدارهای مجتمع^۲، الکترونیک بسامد^۳ بالا، نمایشگرها و غیره دارد (ردیف‌های [1]، [2]، [3]، [4] و [5]^۴ کتابنامه). محتوای عناصر اصلی، به‌ویژه عنصر اکسیژن و نسبت کربن به اکسیژن، پارامترهای مهمی هستند که بر عملکرد کاربرد الکترونیکی و گرمایی مواد گرافنی تأثیر می‌گذارند (ردیف [3] کتابنامه). عناصر اصلی در مواد گرافنی عبارتند از کربن (C)، اکسیژن (O)، نیتروژن (N)، گوگرد (S)، کلر (Cl) و سیلیسیم (Si). نسبت C/O یک پارامتر کلیدی برای شناسایی نوع گرافن یا گرافن اکسید (GO) است و به‌طور مستقیم میزان کاهش و کیفیت محصول گرافن اکسید کاهش‌یافته (rGO)^۵ را منعکس می‌کند. به‌دلیل تعدد تولیدکنندگان و وجود فرآیندهای مختلف تولید پودر گرافن، ترکیب عنصری اصلی و نسبت C/O نیز متفاوت است. برای توسعه کاربردهای صنعتی باید یک روش اندازه‌گیری استاندارد با اطمینان‌پذیری، دقت و تجدیدپذیری ایجاد شود. روش طیف‌سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس (XPS)^۶ می‌تواند چندین عنصر را به‌طور هم‌زمان اندازه‌گیری کند و فراوانی نسبی هر عنصر را در یک نمونهٔ آزمون به‌درستی به‌دست آورد (ردیف‌های [6] و [7] کتابنامه).

هدف از این استاندارد ارائه یک روش آماده‌سازی، اندازه‌گیری و آنالیز بهینه برای پودر گرافن است تا امکان تعیین درست و کمی عناصر C، O، N، S، Cl، Si و نسبت C/O را با استفاده از روش XPS فراهم کند.

این استاندارد براساس مطالعهٔ حوزهٔ کاری فنی ۴۱ (TWA 41)^۷ در پروژه ورسای در مورد مواد و استانداردهای پیشرفته^۸ تدوین شده است.

^۱ properties^۲ integrated circuits^۳ frequency^۴ اعداد داخل کروشه به کتابنامه اشاره می‌کنند.^۵ reduced Geaphene Oxide^۶ X-ray photoelectron spectroscopy^۷ Technical Working Area 41^۸ Versailles Project on Advanced Materials and Standards

فناوری نانو - نانوساخت - مشخصه‌های کلیدی کنترل - قسمت ۶-۲۱: مواد پایه‌گرافنی - ترکیب‌بندی عنصری، نسبت C/O: طیف‌سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس

۱ هدف و دامنه کاربرد

این استاندارد، یک روش استاندارد شده را برای تعیین مشخصه‌های کلیدی کنترلی شیمیایی زیر ارائه می‌دهد:

- ترکیب‌بندی عنصری، و

- نسبت C/O

برای پودرهای مواد پایه‌گرافنی با

- طیف‌سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس (XPS).

ترکیب‌بندی عنصری (گونه‌ها و فراوانی نسبی) از انرژی پیوند عنصری و انتگرال مساحت زیر قله در بخش متناظر طیف XPS به دست می‌آید.

- ترکیب‌بندی عنصری به عناصر اصلی در پودرهای گرافن، معمولاً شامل کربن (C)، اکسیژن (O)، نیتروژن (N)، گوگرد (S)، کلر (Cl) و سیلیکون (Si) اشاره دارد.

- این استاندارد برای پودرهای گرافن متشکل از گرافن، گرافن دولایه (2LG)^۱، گرافن سه‌لایه (3LG)^۲، گرافن کم‌لایه (FLG)^۳، گرافن نانوصفحه (GNP)^۴، گرافن اکسید کاهش‌یافته (rGO)^۵، گرافن اکسید (GO) و پودرهای گرافن عامل‌دار شده قابل اجرا است.

- زمینه‌های کاربرد معمول، صنایع میکروالکترونیک^۶ و صنایع مرتبط با مدیریت گرمایی^۷، به عنوان مثال باتری‌ها، مدارهای مجتمع، الکترونیک بسامد بالا هستند. این استاندارد می‌تواند توسط سازندگان در تحقیق و توسعه و توسط کاربران پایین‌دستی برای انتخاب محصول استفاده شود.

۲ مراجع الزامی

این استاندارد مراجع الزامی ندارد.

¹ 2-layer graphene

² 3-layer graphene

³ few-layer graphene

⁴ graphene nanoplate

⁵ reduced graphene oxide

⁶ microelectronics

⁷ thermal management industries

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود^۱.

۱-۳ اصطلاحات عمومی

۱-۱-۳

گرافن

لایه گرافن

گرافن تک‌لایه

گرافن یک‌لایه

graphene

graphene layer

single layer graphene

monolayer graphene

1LG

تک‌لایه‌ای از اتم‌های کربن که در آن هر اتم به سه اتم همسایه در یک ساختار لانه‌زنبوری متصل شده است.

نکته ۱ مدخل: گرافن، واحد سازنده مهم در بسیاری از نانوشیاء کربنی است.

نکته ۲ مدخل: از آنجایی که گرافن تک‌لایه است، گاهی برای متمایز شدن از گرافن دولایه (2LC) و گرافن کم‌لایه (FLG)، گرافن تک‌لایه یا یک‌لایه و به اختصار 1LG نامیده می‌شود.

نکته ۳ مدخل: گرافن لبه‌هایی دارد و در جاهایی که پیوندها از هم گسیخته می‌شود می‌تواند نقص‌ها و مرزهای دانه‌ای داشته باشد.

نکته ۴ مدخل: در شرایطی که واژه گرافن به عنوان صفت استفاده می‌شود، از جمله در اصطلاحاتی مانند گرافن‌پدید^۲، این اصطلاح معمولاً و به اشتباه به «مواد دوبعدی مرتبط با گرافن»^۳ و گرافن تک‌لایه اشاره دارد.

[منبع: استاندارد ملی ایران ۱۳-۸۰۰۴: سال ۱۴۰۳، مدخل اصطلاحی ۱-۲-۱-۳]

۲-۱-۳

مواد پایه‌گرافنی

graphene-based material

GBM

graphene material

^۱ اصطلاحات و تعاریف به‌کاررفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های زیر قابل دسترس است:

www.iso.org/obp

www.electropedia.org

^۲ graphene-enabled

^۳ graphene-related 2D material

مواد گرافنی

گروه‌بندی مواد دوبعدی بر پایه کربن که شامل یک یا چند گرافن، گرافن دولایه، گرافن کم‌لایه، نانوصفحه گرافن^۱ و گونه‌های عامل‌دارشده آن‌ها مانند گرافن اکسید و گرافن اکسید کاهش‌یافته است.

نکته ۱ مدخل: «مواد گرافنی» نام کوتاه‌شده برای مواد پایه‌گرافنی است.

۳-۱-۳

گرافن دولایه

bilayer graphene
2LG

ماده دوبعدی شامل دو لایه گرافن انباشتی به‌خوبی مشخص‌شده که روی یکدیگر قرار گرفته‌اند.

نکته ۱ مدخل: اگر هویت انباشت معلوم باشد، می‌توان آن را به‌طور جداگانه مشخص کرد؛ مثلاً: «گرافن دولایه با انباشت برنال».

[منبع: استاندارد ملی ایران ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۳، مدخل اصطلاحی ۷-۲-۱-۳]

۴-۱-۳

گرافن سه‌لایه

trilayer graphene
3LG

ماده دوبعدی شامل سه لایه گرافن انباشتی به‌خوبی مشخص‌شده که روی یکدیگر قرار گرفته‌اند.

نکته ۱ مدخل: اگر هویت انباشت معلوم باشد، می‌توان آن را به‌طور جداگانه مشخص کرد؛ مثلاً: «گرافن سه‌لایه پیچ‌خورده».

[منبع: استاندارد ملی ایران ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۳، مدخل اصطلاحی ۱۰-۲-۱-۳]

۵-۱-۳

گرافن کم‌لایه

few-layer graphene
FLG

ماده دوبعدی شامل سه تا ده لایه گرافن انباشتی به‌خوبی مشخص‌شده که روی یکدیگر قرار گرفته‌اند.

[منبع: استاندارد ملی ایران ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۳، مدخل اصطلاحی ۱۱-۲-۱-۳]

۶-۱-۳

گرافن اکسید

graphene oxide
GO

گرافن شیمیایی اصلاح‌شده، با اصلاح اکسایشی گسترده سطوح پایه است.

¹ graphene nanoplate

نکته ۱ مدخل: گرافن اکسید یک ماده تک لایه با محتوای اکسیژن بالا است که بسته به روش سنتز به طور معمول با نسبت اتمی C/O تقریبی ۲/۰ مشخصه یابی می شود.

نکته ۲ مدخل: گرافن اکسید عمدتاً به وسیله اکسایش و لایه برداری گرافیت^۱ تهیه می شود.

نکته ۳ مدخل: اصلاح اکسایشی همچنین می تواند در لایه ها رخ دهد.

نکته ۴ مدخل: ممکن است «نباشت مجدد»^۲ گرافن اکسید رخ دهد. بنابراین، هنگام تهیه نمونه ها یا محصولات از پراکنه های مایع بسیار غلیظ باید دقت شود زیرا این امر می تواند باعث ایجاد کلوخه^۳ و انبوهه^۴ ذرات اولیه^۵ شود، که یک لایه هستند.

[منبع: استاندارد ملی ایران ۱۳-۸۰۰۴: سال ۱۴۰۳، مدخل اصطلاحی ۳-۱-۱۵]

۷-۱-۳

گرافن اکسید کاهش یافته

Reduced graphene oxide rGO

گرافن اکسید با مقدار اکسیژن کاهش یافته است.

نکته ۱ مدخل: این ماده می تواند به وسیله روش های شیمیایی، گرمایی، ریزموج، نورشیمیایی، نور گرمایی یا روش های میکروبی یا باکتریایی یا با لایه برداری گرافیت اکسید کاهش یافته، تولید شود.

نکته ۲ مدخل: اگر گرافن اکسید به طور کامل کاهش یابد، محصول، گرافن خواهد بود. با این حال، در عمل، برخی از گروه های عاملی حاوی اکسیژن باقی خواهند ماند و تمام پیوندهای sp^3 به پیکربندی sp^2 بار نمی گردد. عوامل کاهش دهنده موجب نسبت های گوناگون کربن به اکسیژن و ترکیب بندی های شیمیایی مختلفی در گرافن اکسید کاهش یافته می شود.

نکته ۳ مدخل: گونه های متعدد ریخت شناسی می توانند مانند صفحات کوچک و سازه های کرم مانند باشند

نکته ۴ مدخل: نسبت اتمی O/C تقریباً ۰/۱ تا ۰/۵ (نسبت C/O، ۲ تا ۱۰) است

[منبع: استاندارد ملی ایران ۱۳-۸۰۰۴: سال ۱۴۰۳، مدخل اصطلاحی ۳-۱-۱۶]

۸-۱-۳

نانوصفحه کوچک گرافنی

graphene nanoplate graphene nanoplatelet GNP

نانوصفحه ای که شامل لایه های گرافن است.

نکته ۱ مدخل: معمولاً نانوصفحه های کوچک گرافنی ضخامتی بین ۱ نانومتر تا ۳ نانومتر دارند و ابعاد جانبی آنها از حدود ۱۰۰ نانومتر تا ۱۰۰ میکرومتر است.

[منبع: استاندارد ملی ایران ۱۳-۸۰۰۴: سال ۱۴۰۳، مدخل اصطلاحی ۳-۱-۱۲]

¹ graphite
² restacking
³ agglomeration
⁴ aggregation
⁵ primary particles

۹-۱-۳

طیف‌سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس

X-ray photoelectron spectroscopy

XPS

روشی است که در آن از طیف‌سنجی الکترونی برای اندازه‌گیری توزیع انرژی فوتوالکترون‌ها و «الکترون‌های اوژه»^۱ نشریافته از سطح تحت تابش فوتون پرتو ایکس، استفاده می‌شود.

نکته ۱ مدخل: منابع معمول پرتو ایکس، Al K α و Mg K α غیر تک‌فام به ترتیب در ۱۴۸۶/۶ eV و ۱۲۵۳/۶ eV هستند. ابزار دقیق جدید از پرتو تک‌فام Al K α استفاده می‌کنند. برخی از ابزار دقیق نیز از منابع مختلف پرتو ایکس با دیگر آندها یا تابش‌های سینکروترون استفاده می‌کنند.

[منبع: استاندارد ملی ایران/ ایزو ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱ (ردیف [۹] کتابنامه)، مدخل اصطلاحی ۵-۱۹]

۱۰-۱-۳

فاکتور حساسیت عنصری نسبی

relative elemental sensitivity factor

ضریب متناسب با فاکتور حساسیت عنصری مطلق که در آن ثابت تناسب به گونه‌ای انتخاب می‌شود که مقدار عنصر و انتقال انتخاب‌شده، واحد باشد.

نکته ۱ مدخل: عناصر و انتقال‌هایی که معمولاً استفاده می‌شوند عبارتند از 1s کربن یا 1s فلور برای XPS و نقره M_{4,5}VV برای طیف‌سنجی الکترونی اوژه.

نکته ۲ مدخل: لازم است نوع فاکتور حساسیت مورد استفاده برای آنالیز مناسب باشد، برای مثال نمونه‌های همگن یا لایه‌های جداشده.

نکته ۳ مدخل: لازم است منبع فاکتورهای حساسیت به‌منظور استفاده صحیح از فاکتورهای ماتریس^۲ یا سایر پارامترها ذکر شود.

نکته ۴ مدخل: فاکتورهای حساسیت به پارامترهای منبع برانگیختگی، طیف‌سنج و جهت‌گیری نمونه نسبت به این قسمت‌های ابزار دقیق بستگی دارد. فاکتورهای حساسیت نیز به ماتریس مورد آنالیز بستگی دارد و در طیف‌سنجی جرمی یونی ثانویه^۳، این تأثیر غالب است.

[منبع: استاندارد ISO 18118:2015 (ردیف [16] کتابنامه)، مدخل اصطلاحی 3.2]

¹ auger electron

² matrix

³ secondary-ion mass spectrometry

۲-۳ مشخصه‌های کلیدی کنترلی اندازه‌گیری شده مطابق با این استاندارد

۱-۲-۳

ترکیب‌بندی عنصری

Elemental composition

گونه‌ها و فراوانی نسبی عناصر اصلی در نمونه آزمون پودر گرافن است.

۲-۲-۳

نسبت C/O

نسبت کربن به اکسیژن

C/O ratio

carbon to oxygen ratio

نسبت فراوانی نسبی (کسر اتمی) عنصر کربن به عنصر اکسیژن در نمونه آزمون پودر گرافن است.

۴ کلیات

۱-۴ ابزار دقیق اندازه‌گیری

برای اندازه‌گیری فراوانی نسبی هر عنصر آشکارسازی شده روی سطح نمونه آزمون جامد، به یک ابزار دقیق XPS پیشرفته مجهز به پرتو ایکس تک‌فام شده نیاز است. عمق نمونه‌برداری^۱، D_s (عمود نسبت به سطح نمونه آزمون، $D_s = 3\lambda$)، با مسیر آزاد میانگین غیرکشسان (λ) IMFP^۲ تعیین می‌شود. مقادیر واقعی IMFP الکترون‌ها در ماده تابعی از انرژی الکترون‌ها و ماهیت نمونه‌ای است که از میان آن حرکت می‌کنند (ردیف [11] کتابنامه). برای مواد آلی و بسپاری^۳، IMFP برای 1s کربن حدود ۴ nm تا ۱۰ nm است. پیوست «ب» بحث مفصلی را ارائه می‌دهد.

۲-۴ واسنجی (کالیبراسیون) ابزار دقیق اندازه‌گیری

پیش از اندازه‌گیری واسنجی، لازم است ابزار دقیق XPS شود. برای واسنجی طیف‌سنج‌های فوتوالکترون پرتو ایکس با منابع پرتو ایکس آلومینیم تک‌فام، از مواد مرجع (RMs)^۴ مس، طلا و نقره استفاده کنید. مواد مرجع باید بس‌بلورین^۵ و از فلزات با کمینه خلوص ۹۹٫۸٪ باشند که برای راحتی، معمولاً به شکل برگ‌هایی^۶ با مساحت ۱۰ mm در ۱۰ mm و ضخامت ۰٫۱ mm تا ۰٫۲ mm هستند. نمونه‌های آزمون RMs برای واسنجی ابزار دقیق باید تمیز باشند.

^۱ sampling depth^۲ inelastic mean free path^۳ polymer^۴ reference materials^۵ polycrystalline^۶ foils

لازم است تفکیک‌پذیری^۱ انرژی سامانه با استفاده از «پهنای کامل در نصف ارتفاع بیشینه» (FWHM)^۲ قله^۳ نقره، 3d_{5/2} نقره مشخص شود و لازم است درستی واسنجی مقیاس انرژی پیوند به‌عنوان تابعی از زمان نیز در انرژی برای قله‌های 2p 3/2 مس یا 4f 7/2 طلا از مواد مرجع مشخص شود (ردیف [12] کتابنامه) همانطور که در جدول ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱: مقادیر مرجع برای موقعیت‌های قله در مقیاس انرژی پیوند، $E_{ref\ n}$

$E_{ref\ n} (eV)$			نسبت‌دهی	شماره قله، n
Al Ka تک‌فام	Mg Ka	Al Ka		
۸۳٫۹۶	۸۳٫۹۵	۸۳٫۹۵	Au 4f _{7/2}	۱
۳۶۸٫۲۱	(۳۶۸٫۲۲)	(۳۶۸٫۲۲)	Ag 3d _{5/2}	۲
/	۳۳۴٫۹۰	۵۶۷٫۹۳	Cu L ₃ VV	۳
۹۳۲٫۶۳	۹۳۲٫۶۲	۹۳۲٫۶۳	Cu 2p _{3/2}	۴
نکته: داده‌های Ag موجود در کمان معمولاً برای واسنجی‌ها استفاده نمی‌شوند.				

۳-۴ کنترل بار

در برخی موارد، کنترل بار (تلاش برای کنترل تجمع بار در سطح یا کمینه کردن اثر آن) نیاز است (ردیف [13] کتابنامه). مقدار و توزیع بار سطحی و نزدیک سطح برای یک سامانه آزمایشگاهی خاص با عوامل بسیاری از جمله ترکیب‌بندی آزمون^۴، همگنی، بزرگی رسانندگی توده‌ای و سطحی، سطح مقطع یونش نوری، مکان‌نگاری (توپوگرافی)^۵ سطح، توزیع فضایی پرتوهای ایکس برانگیخته و در دسترس بودن الکترون‌های خنثی‌کننده تعیین می‌شود. تجمع بار در طول سطح آزمون و درون ماده رخ می‌دهد. وجود ذرات روی سطح یا وجود فازهای مختلف در سطح آزمون می‌تواند منجر به توزیع نابرابر بار در سراسر سطح شود. این پدیده به‌عنوان بارگیری تفاضلی^۶ شناخته می‌شود. تجمع بار همچنین می‌تواند در مرزهای فازی نواحی فصل مشترک آزمون که با پرتو ایکس تابش‌دهی می‌شود، رخ دهد. برخی از آزمون‌ها به‌دلیل تغییرات شیمیایی و فیزیکی ناشی از الکترون‌ها، پرتو ایکس یا حرارت، تغییرات وابسته به زمان را در میزان بارگیری متحمل می‌شوند.

برای کنترل بار، شکل قله یکی از مهمترین عواملی است که در ارزیابی اثربخشی روش مورد استفاده باید در نظر گرفته شود. برای اندازه‌گیری پودر گرافن تعریف‌شده در این استاندارد، اگر طیف اولیه بدون هیچ‌گونه عملیات کنترل بار، جابه‌جایی^۷ یا پهن‌شدگی^۸ قله را نشان دهد، جبران بار باید با استفاده از تفنگ الکترونی^۹ انجام شود. انرژی‌های الکترونی کم (معمولاً ۱۰ eV یا کمتر) برای بیشینه ساختن اثر خنثی‌سازی^۹ و کاهش تعداد واکنش‌های ناشی از بمباران الکترونی استفاده می‌شود.

¹ resolution

² full width at half maximum

³ specimen

⁴ topography

⁵ differential charging

⁶ shift

⁷ broadening

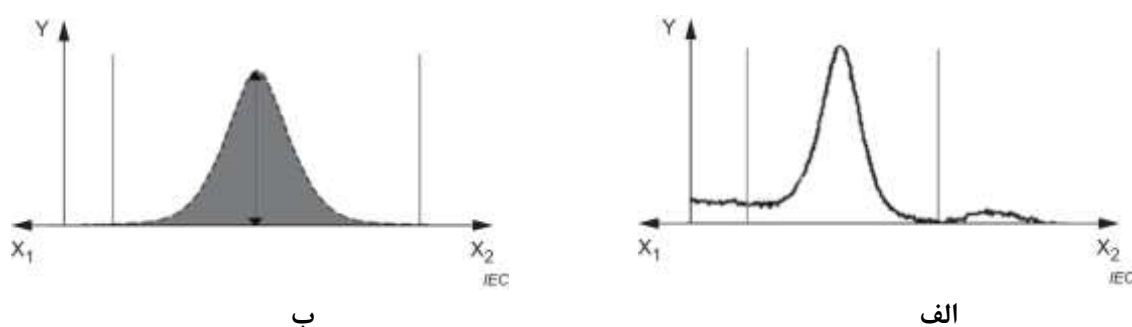
⁸ electron flood gun

⁹ neutralizing

۴-۴ آنالیز کمی سنجی

کسر جرمی کمی را می‌توان از مساحت زیر قله هر عنصر با استفاده از «فاکتور حساسیت نسبی» (RSF)^۱، S تحلیل کرد. ضریب‌های حساسیت نسبی بسیاری از عناصر به راحتی در بیشتر بسته‌های نرم افزار تحلیل XPS یا از منابع علمی موجود در دسترس هستند (ردیف‌های [14]، [15] کتابنامه). مساحت قله هر عنصر را می‌توان با نرم‌افزار رایانه‌ای از انتگرال‌گیری قله تعریف شده با نقاط انتهایی و تطبیق قله با یک تابع تحلیلی مناسب پس از تفریق پس‌زمینه غیرکشسان به طیف اندازه‌گیری شده، مانند شکل ۱ به دست آورد.

نکته: روش تطبیق قله 1s کربن در طیف XPS را می‌توان به طور مناسب مطابق با هدف آزمون و شرایط آزمون انتخاب کرد (ردیف [7] کتابنامه)



در شکل الف، خطوط عمودی حدود مناسب برای ساخت پس‌زمینه شرلی^۲ را نشان می‌دهند و در شکل ب ناحیه سایه‌دار نشان‌دهنده مساحت قله XPS است که باید پس از تفریق پس‌زمینه غیرکشسان اندازه‌گیری شود.

شکل ۱: توصیف قله XPS اندازه‌گیری شده

اگر نمونه آزمون از n عنصر تشکیل شده باشد، کسر جرمی اتمی X_i عنصر i را می‌توان از فرمول (۱) به دست آورد.

$$X_i = \frac{I_i / S_i}{\sum_{j=1}^n (I_j / S_j)} \quad (1)$$

که در آن:

X_i	کسر جرم اتمی عنصر i ام در نمونه آزمون شامل n عنصر است؛
I_i	شدت اندازه‌گیری عنصر i ام در نمونه آزمون است؛
I_j	شدت اندازه‌گیری عنصر j ام در نمونه آزمون است؛
S_i	ضریب شدت نسبی عنصر i ام است؛
S_j	ضریب شدت نسبی عنصر j ام است؛

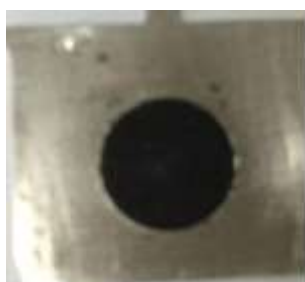
¹ relative sensitivity factor

² Shirley background

۵ رویه اندازه‌گیری

۱-۵ آماده‌سازی نمونه

لازم است نمونه آزمون (پودر گرافن، مطالعه موردی برای GNP در پیوست «پ» و برای GO در پیوست «ت») پس از فشرده شدن پودرها به شکل قرص^۱ مستقیماً اندازه‌گیری شود. شکل ۲ نمونه‌ای از یک قرص فشرده را نشان می‌دهد که ضخیم‌تر از ۱ mm نیست و روی ویفر سیلیکونی^۲ یا روی جایگاه نمونه XPS نصب شده است. اگر نتوان قرص را تولید کرد، لازم است یک نمونه پیوسته مشابه تهیه شود تا از هرگونه سیگنال از بستر^۳ نصب جلوگیری شود. حین آماده‌سازی نمونه باید از آلودگی نمونه‌های آزمون جلوگیری شود. از دستکش و ماسک آزمایشگاهی یکبار مصرف استفاده شود. جهت آماده‌سازی نمونه به بند ۸ (منابع آلودگی آزمون در حین کار) استاندارد ISO 18117:2009، مراجعه شود (ردیف [16] کتابنامه).



IEC



IEC



IEC

(پ) روی جایگاه نمونه XPS با مخزن
نمونه آزمون به‌طور خاص
طراحی شده

(ب) روی نوار رسانا چسبانده شده
روی جایگاه نمونه XPS

(الف) روی ویفر سیلیکونی

شکل ۲: عکس‌های رقمی نمونه‌های آزمون به‌صورت قرص فشرده پودر گرافن روی بسترهای مختلف

۲-۵ شرایط اندازه‌گیری

نمونه آزمون آماده‌شده به‌سرعت به محفظه آماده‌سازی XPS منتقل می‌شود. پمپ‌زنی خلاء تا زمانی انجام می‌شود که فشار خلاء به اندازه کافی برای انتقال نمونه آزمون به محفظه آنالیزی کم شود. در صورت امکان، فشار خلاء باید کمتر از 5×10^{-8} mbar باشد. در شرایط مطلوب، خلاء ابزار دقیق باید در طول جمع‌آوری داده بهتر از 1×10^{-9} mbar باشد. باین‌حال، در صورت عدم امکان، فشار خلاء مناسبی برای اندازه‌گیری باید حفظ و ثبت شود.

پارامترهای اصلی عملکردی ابزار دقیق را می‌توان انتخاب کرد، به استاندارد ISO 15470:2017 (ردیف [17] کتابنامه) مراجعه کنید. برای نمونه‌های آزمون پودر گرافن، برخی از پارامترهای کلیدی لازم است مطابق با زیربند ۳-۵ تنظیم شوند.

¹ pellets

² silicon wafer

³ substrate

۵-۳ رویه اندازه‌گیری

ابتدا، روبش اجمالی^۱ (رویش گسترده) در گستره انرژی صفر تا ۱۰۰۰ eV انجام می‌شود، مقدار شمارش بر ثانیه (CPS)^۲ در قله 1s کربن نباید کمتر از $10^5 \times 5$ باشد. و سپس روبش با تفکیک‌پذیری بالا (رویش باریک) به ترتیب در گستره قله‌های 1s کربن، 1s اکسیژن، 1s نیتروژن، 2p کلر و 2p گوگرد انجام می‌شود (انرژی عبور پیشنهادی ۴۰ eV). لازم است مرحله روبش ۰/۵ eV تا ۰/۱ eV تنظیم شود. برای به‌دست آوردن سیگنال خوب با کیفیت بالا، نمونه‌های آزمون لازم است روبش شوند تا زمانی که شدت قله بیش از $10^4 \times 2$ شمارش برای قله 1s کربن ثبت شود. تمام قله‌های دیگر لازم است حداقل برای همان عدد روبش 1s کربن روبش شوند تا برازش مساحت قله انجام شود. یک پنجره انرژی کل حداقل سه برابر عرض قله اصلی با توجه ویژه برای اطمینان از پوشش قله‌های کربن و اکسید گوگرد، در صورت وجود، باید استفاده شود. دو یا سه آزمون موازی باید برای هر نمونه آزمون اندازه‌گیری شود و اندازه‌گیری نیز باید از پنج موقعیت مختلف روی هر آزمون موازی انجام شود. شرایط جمع‌آوری لازم است ثبت شود.

۶ تحلیل داده

برای نمونه‌های آزمون پودر گرافن، قله عناصر اصلی، تک‌قله است، بنابراین شدت قله با استفاده از مساحت قله باید مستقیماً در طیف XPS اندازه‌گیری شده تعیین شود.

الف) گستره انتگرال‌گیری عناصر شناسایی شده را انتخاب کنید، تفریق پس‌زمینه را برای طیف‌نگاشت^۳ با تفکیک‌پذیری بالا برای هر عنصر انجام دهید و روش تفریق را گزارش دهید.

لازم است یک پس‌زمینه خطی یا شرلی برای قله‌های 1s اکسیژن، 1s نیتروژن، 2p گوگرد و 2p کلر اعمال شود و پس‌زمینه‌ای که بتواند تغییر در پس‌زمینه را برای قله 1s کربن پوشش دهد (مثلاً پس‌زمینه تاگارد^۴ یا ورنر^۵).

ب) در گستره انتگرال‌گیری انتخاب‌شده، قله را با هر تابع تحلیلی مناسبی که برای توصیف شکل‌های قله و پس‌زمینه غیرکشسان استفاده می‌شود (به عنوان مثال گاوسین^۶، لورنتزی^۷ و توابع ترکیبی مختلف) برازش کنید. ناحیه قله انتگرال‌گیری شده را با استفاده از نرم‌افزار رایانه‌ای به‌دست آورید.

بازه انتگرال‌گیری انرژی نباید کمتر از ۱۲ eV برای 1s کربن، ۸ eV برای 1s اکسیژن، ۱۰ eV برای 1s نیتروژن، ۱۲ eV برای 1s کلر و ۱۲ eV برای 2p گوگرد باشد.

پ) کسر جرمی کمی هر عنصر را براساس شدت قله سطح قله با استفاده از روش ضرایب حساسیت نسبی محاسبه کنید.

¹ survey² count per second³ spectrogram⁴ Tougaard⁵ Werner⁶ gaussian⁷ lorentzian

۷ برآورد عدم قطعیت

الف) عدم قطعیت ناشی از اثرات ابزار دقیق شامل:

۱- خطی بودن یا نبودن شدت‌های مشاهده‌شده برای مناطق طیفی مورد نظر بسته به شار پرتوی ایکس فرودی روی نمونه، در صورتی که نیاز به اصلاح داشته باشد.

۲- پاسخ متغیر شدت طیف‌سنج الکترونی.

ب) عدم قطعیت حاصل از شدت قله برازش و محاسبه مساحت قله، به‌عنوان مثال شکل و تابع برازش.

پ) عدم قطعیت حاصل از روش تفریق پس‌زمینه.

ت) عدم قطعیت حاصل از نمونه‌های آزمون، به‌عنوان مثال همگنی، پایداری و غیره.

ث) عدم قطعیت ناشی از تکرارپذیری نتایج اندازه‌گیری.

۸ گزارش اندازه‌گیری

۱-۸ کلیات

نتایج اندازه‌گیری باید در گزارش اندازه‌گیری، شامل تاریخ و زمان اندازه‌گیری و همچنین نام و امضای شخصی که مسئول درستی گزارش است، ثبت شود.

۲-۸ شناسایی نمونه آزمون

گزارش باید حاوی تمام اطلاعات برای شناسایی نمونه آزمون و ردیابی^۱ تاریخچه نمونه باشد از جمله:

- اطلاعات عمومی تدارکات.

- شرح کلی مواد.

نکته: ویژگی‌نامه‌های تفصیلی بدون تخصیص مقادیر برای گرافن در دست تدوین است (IEC 62565 3 1).

۳-۸ شرایط محیطی

شرایط محیطی آزمایشگاه در طول آزمون

- گستره دما: دمای محیط؛

- گستره رطوبت نسبی: رطوبت محیط.

۴-۸ اطلاعات ابزار دقیق

- نوع ابزار دقیق؛

¹ trace back

- واسنجی ابزار دقیق؛

- منبع پرتو ایکس؛

- توان؛

- گستره انرژی.

۵-۸ اطلاعات ویژه اندازه‌گیری

- خلاء؛

- نرخ شمارش 1s کربن در بررسی؛

- شرایط اندازه‌گیری مجموعه طیف با تفکیک‌پذیری بالا (انرژی عبور، مرحله روبش، نرخ شمارش و غیره)؛

- روش آماده‌سازی نمونه؛

- تعداد آزمون‌های موازی؛

- موقعیت‌های نمونه‌برداری از هر آزمون.

۶-۸ نتایج اندازه‌گیری

نتایج عناصر اصلی و نسبت C/O اندازه‌گیری شده مطابق با این استاندارد:

- گونه‌های عناصر آشکارسازی شده؛

- فاکتورهای حساسیت نسبی هر عنصر اندازه‌گیری شده؛

- روش تفریق؛

- روش آنالیزی؛

- فراوانی نسبی و انحراف استاندارد هر عنصر اندازه‌گیری شده؛

- نسبت C/O.

پیوست «الف»

(آگاهی دهنده)

ضرایب حساسیت نسبی

الف-۱ بررسی کلی

کسر اتمی عنصر i در یک ماده ناشناخته حاوی n عنصر را می توان از طریق ضرایب حساسیت نسبی از فرمول الف-۱ ارزشیابی کرد:

$$X_i^{\text{unk}} = \frac{\left(\frac{I_i^{\text{unk}} F_i}{S_i}\right)}{\sum_{j=1}^n \left(\frac{I_j^{\text{unk}} F_j}{S_j}\right)} \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

کسر اتمی عنصر i در نمونه مجهول شامل n عنصر است؛	X_i^{unk}
شدت اندازه گیری شده عنصر i در نمونه مجهول شامل n عنصر است؛	I_i^{unk}
شدت اندازه گیری شده عنصر j در نمونه مجهول شامل n عنصر است؛	I_j^{unk}
ضریب تصحیح ماتریس برای عنصر i است؛	F_i
ضریب تصحیح ماتریس برای عنصر j است؛	F_j
ضریب شدت نسبی برای عنصر i است؛	S_i
ضریب شدت نسبی برای عنصر j است.	S_j

اگر برای سادگی، از ضرایب تصحیح ماتریس صرف نظر شود، فرمول الف-۱ تبدیل به فرمول الف-۲ می شود:

$$X_i^{\text{unk}} = \frac{\left(\frac{I_i^{\text{unk}}}{S_i}\right)}{\sum_{j=1}^n \left(\frac{I_j^{\text{unk}}}{S_j}\right)} \quad (\text{الف-۲})$$

که در آن:

کسر اتمی عنصر i در نمونه مجهول شامل n عنصر است؛	X_i^{unk}
شدت اندازه گیری شده عنصر i در نمونه مجهول شامل n عنصر است؛	I_i^{unk}
شدت اندازه گیری شده عنصر j در نمونه مجهول شامل n عنصر است؛	I_j^{unk}
ضریب شدت نسبی برای عنصر i است؛	S_i
ضریب شدت نسبی برای عنصر j است.	S_j

الف-۲ ضرایب حساسیت نسبی عنصری

الف-۲-۱ کلیات

ضرایب حساسیت نسبی عنصری (ERSFs)^۱ را می‌توان از اندازه‌گیری‌های انجام‌شده با عناصر خالص یا با ترکیبات حاوی عنصر مورد نظر به دست آورد.

الف-۲-۲ ضرایب حساسیت نسبی عنصر خالص

«ضرایب حساسیت نسبی عنصر خالص» (PERSFs)^۲، S_i^{Ep} را می‌توان از اندازه‌گیری I_i^{ref} برای عنصر انتخاب‌شده و اندازه‌گیری شدت قله برای مادهٔ کلیدی انتخاب‌شده، I_{Key} ، همانطور که در فرمول الف-۳ ارائه شده است به دست آورد:

$$S_i^{Ep} = \frac{I_i^{ref}}{I_{Key}} \quad \text{(الف-۳)}$$

که در آن:

I_i^{ref} شدت اندازه‌گیری‌شده برای عنصر i در نمونه مرجع است.

الف-۲-۳ ضرایب حساسیت نسبی عنصری از اندازه‌گیری با ترکیبات

ضریب حساسیت نسبی عنصری برای عنصر i در یک ترکیب مشخص‌شده، S_i^{Ec} را می‌توان از اندازه‌گیری I_i^{ref} برای عنصر انتخاب‌شده در آن ترکیب و I_i^{ref} برای ماده کلیدی خاص همانطور که در فرمول الف-۴ ارائه شده است، بدست آورد:

$$S_i^{Ec} = \frac{I_i^{ref}}{X_i^{ref} I_{Key}^{ref}} \quad \text{(الف-۴)}$$

که در آن:

X_i^{ref} کسر اتمی عنصر i در ترکیب است.

الف-۲-۴ مجموعه فاکتورهای حساسیت نسبی

اندازه‌گیری S_i^{Ep} و S_i^{Ec} برای یک ابزار دقیق خاص و برای شرایط آزمایشگاهی خاص اغلب تلفیق شده‌اند تا مجموعه‌ای از RSFهای عنصری، S_i^E ، به دست آید.

نکته: تامین‌کنندگان ابزار دقیق می‌توانند مجموعه‌ای از RSFs عنصری را ارائه دهند.

^۱ elemental relative sensitivity factors

^۲ pure-element relative sensitivity factors

پیوست «ب»
(آگاهی‌دهنده)

شرحی در مورد اثر آلودگی سطح

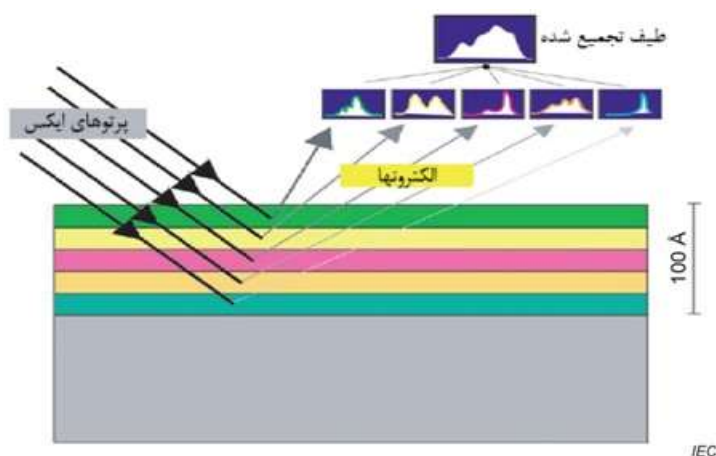
ب-۱ عمق نمونه‌برداری

برای اندازه‌گیری XPS، آنچه باید مورد توجه قرار گیرد عمق نمونه‌برداری، D_s ، است که همان عمق آشکارسازی است و با مسیر آزاد میانگین غیرکشسان، $IMFP(\lambda)$ تعیین می‌شود.

با توجه به تعریف موجود در ردیف [18] کتابنامه، D_s با استفاده از فرمول (ب-۱) محاسبه می‌شود:

$$D_s = 3\lambda \quad (\text{ب-۱})$$

عمق نمونه‌برداری متوسط فاصله‌ای است که یک الکترون با انرژی معین بین برخوردهای متوالی غیرکشسان طی می‌کند. مقادیر واقعی $IMFP$ الکترون‌ها در ماده تابعی از انرژی الکترون‌ها و ماهیت نمونه‌ای است که در آن حرکت می‌کنند. نمودار طرح‌واره در شکل ب-۱ نشان داده شده است.



شکل ب-۱: نمودار طرح‌واره عمق نمونه‌برداری و طیف XPS

همانطور که در شکل ب-۱ نشان داده شده است، طیف‌سنجی الکترونی برای آنالیز شیمیایی (ESCA) ^۱ یا طیف XPS حاصل هم‌آمیختگی ^۲ اطلاعات هر عمق در بازه عمق نمونه‌برداری است. در این ماده مدل، هر لایه رنگی نشان‌دهنده ماده‌ای با ترکیب‌بندی متفاوت است. لایه‌های بالاتر شدت فوتوالکترون‌های ساطع شده از لایه‌های

^۱ electron spectroscopy for chemical analysis

^۲ convolution

عمیق تر را کاهش می دهند و بنابراین سهم لایه های زیرین در طیف نهایی کمتر خواهد بود (ردیف [11] کتابنامه).

با توجه به معادله اینشتین^۱ (ب-۲):

$$E_B = h\nu - E_K \quad (\text{ب-۲})$$

که در آن:

E_B انرژی بستگی الکترون در اتم است (تابعی از نوع اتم و محیط آن)؛

$h\nu$ انرژی منبع اشعه ایکس (مقدار معلوم) است؛

E_K انرژی جنبشی الکترون ساطع شده است که در طیفسنج ESCA یا XPS اندازه گیری می شود.

یک منبع پرتو ایکس با انرژی بالاتر، فوتوالکترون های با E_K بالاتر را آزاد می کند. این فوتوالکترون های پرانرژی تر، IMFP بیشتری دارند و در نتیجه عمق نمونه برداری افزایش می یابد.

معادلاتی که IMFP را به انرژی الکترون و نوع ماده ای که الکترون از آن عبور می کند، مرتبط می کند (ردیف [11] کتابنامه) به صورت فرمول (ب-۳) به دست آمده است:

$$IMFP = \lambda_d = 49E_K^{-2} + 0.11E_K^{0.5} \quad (\text{ب-۳})$$

(برای ترکیبات آلی)

که در آن:

E_K انرژی جنبشی الکترون بر حسب eV است.

اگر منابع پرتو ایکس مختلف ($Al\ K\alpha$ (۱۴۸۷ eV)، $Ag\ L\alpha$ (۲۹۸۴ eV)، و $Cr\ K\alpha$ (۵۴۱۵ eV) هر کدام برای تولید طیف ESCA از همان نمونه استفاده شوند، عمق نمونه برداری الکترون 1s کربن که با استفاده از فرمول (ب-۳) محاسبه شده را می توان به ترتیب ۱۰/۸ nm، ۱۶/۲ nm و ۲۲/۴ nm تخمین زد.

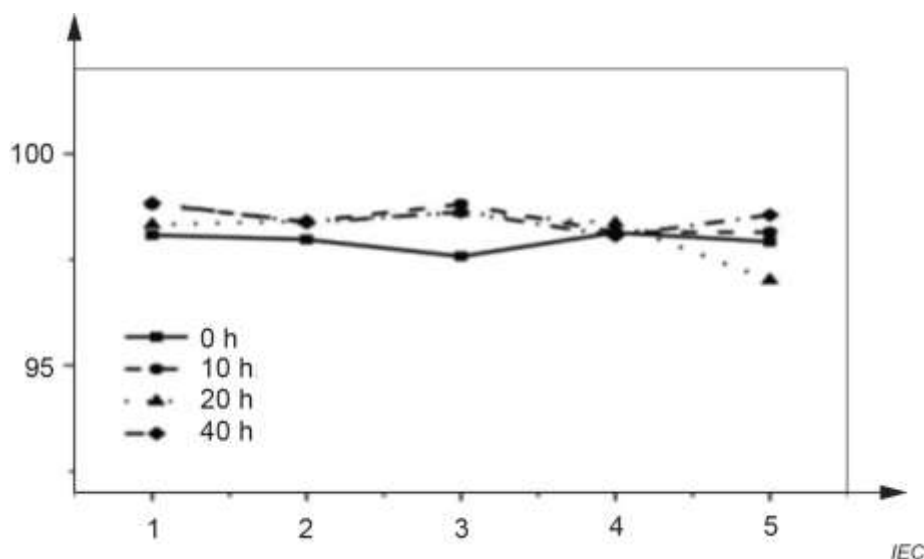
معمولاً برای مواد آلی و بسپاری، IMFP مربوط به 1s کربن حدود ۴ nm تا ۱۰ nm است، بنابراین عمق نمونه برداری از 1s کربن کمتر از ۱۰ nm نیست، ضخامت گرافن تک لایه ۰/۳ nm است، بنابراین عمق نمونه برداری مواد مرتبط با گرافن کمتر از ۳۰ لایه نیست. از این رو نتایج اندازه گیری XPS نسبت به آلودگی سطح خیلی حساس نیست.

¹ Einstein

ب-۲ مطالعه موردی روی آلودگی سطح

به منظور بررسی تأثیر آلودگی سطحی بر نتایج اندازه‌گیری نمونه‌های آزمون پودر گرافن با استفاده از اندازه‌گیری XPS، دو روش عمل‌آوری انجام شد: عمل‌آوری واجذب دفع طولانی مدت خلاء و عمل‌آوری واجذب گرمایی خلاء.

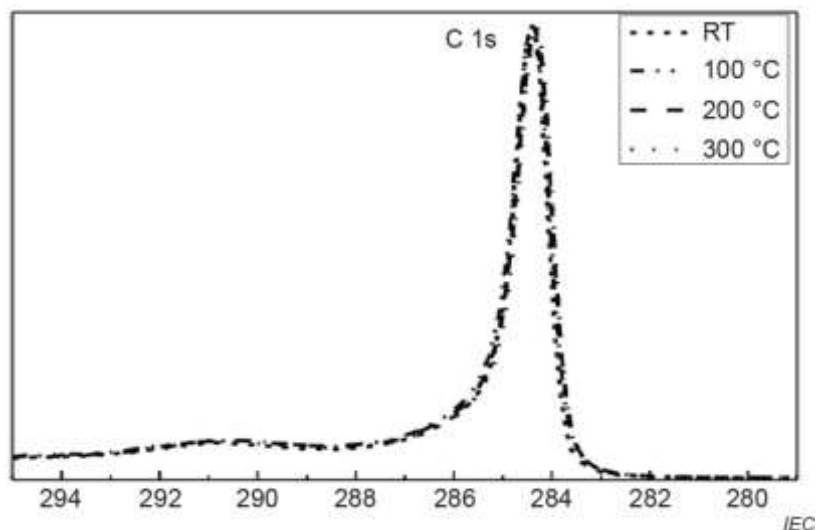
واجذب خلاء روش معمول برای حذف آلودگی سطحی نمونه آزمون در شرایط خلاء بالا است و واجذب گرمایی خلاء مبتنی بر واجذب خلاء به همراه عمل‌آوری گرمایی دمای بالا است و قابلیت قوی‌تری برای حذف آلودگی‌ها دارد. نتایج اندازه‌گیری نمونه آزمون از طریق عمل‌آوری ذکرشده در بالا در شکل ب-۲ و جدول ب-۱، شکل ب-۳ و جدول ب-۲ نشان داده شده است.



شکل ب-۲: توزیع داده فراوانی نسبی 1s کربن در پنج موقعیت آزمون از طریق عمل‌آوری واجذب خلاء طولانی مدت

جدول ب-۱: فراوانی نسبی 1s کربن در زمان‌های مختلف واجذب خلاء

زمان واجذب (h)	۰	۱۰	۲۰	۴۰
فراوانی نسبی	۹۷/۹۴	۹۸/۴۶	۹۸/۳۴	۹۸/۴۹
انحراف استاندارد	۰/۲۲	۰/۳۳	۰/۲۱	۰/۲۹



شکل ب-۳: طیف XPS کربن 1s از طریق واجذب گرمایی دماهای مختلف به مدت ۱ ساعت

جدول ب-۲: فراوانی نسبی 1s کربن از طریق واجذب گرمایی دماهای مختلف به مدت ۱ ساعت

زمان واجذب (h)	۰	۱۰۰	۲۰۰	۳۰۰
فراوانی نسبی	۹۸٫۳۹	۹۷٫۶۶	۹۷٫۹۳	۹۸٫۲۳
انحراف استاندارد	۰٫۴۰	۰٫۵۴	۰٫۳۴	۰٫۴۱

نشان داده شده است که فراوانی نسبی 1s کربن هیچ تغییر مشخصی در خلاء طولانی مدت و در عمل‌آوری واجذب گرمایی خلاء ندارد، بنابراین تأثیر آلودگی سطح را می‌توان نادیده گرفت.

لازم است در حین آماده‌سازی نمونه تا حد امکان از آلودگی اجتناب شود. به‌عنوان مثال، آماده‌سازی نمونه‌آزمون باید با ظروف تمیز انجام شود و تمام عملیات لازم است در محیط تمیز انجام شود.

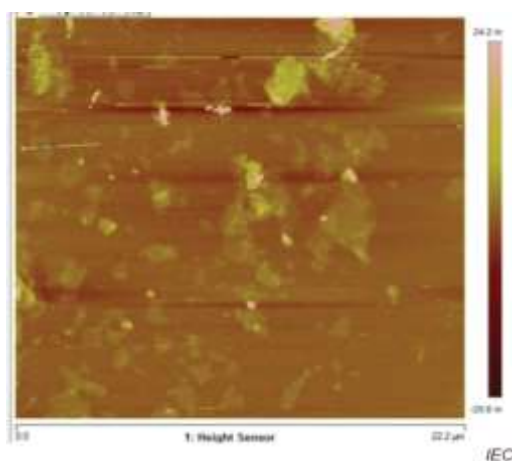
پیوست «پ» (آگاهی دهنده)

مطالعه موردی برای GNP

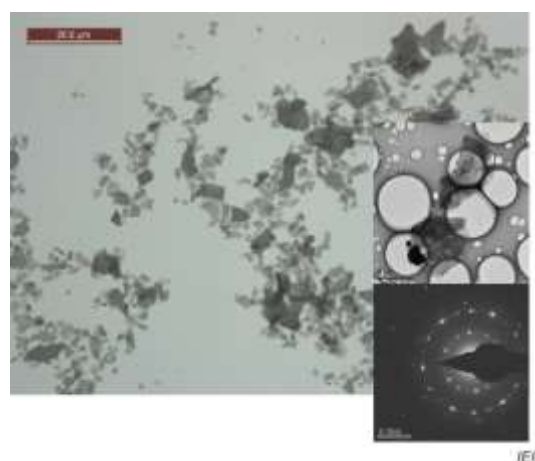
پ-۱ نمونه آزمون

نمونه آزمون نانوصفحه گرافن صنعتی^۱ (GNP) است که با استفاده از لایه برداری^۲ مکانیکی، به شکل پودر سیاه ساخته شده است. ریخت شناسی ها با میکروسکوپی نیروی اتمی (AFM)^۳ و میکروسکوپی الکترونی عبوری (TEM)^۴ که در شکل پ-۱ نشان داده شده است، مشخصه یابی می شوند.

تصاویر TEM و AFM نشان می دهند که توزیع اندازه جانبی از چند صد نانومتر تا تقریباً $8\text{ }\mu\text{m}$ گسترده است و توزیع ارتفاع تقریباً از 2 nm تا 10 nm است.



ب- اندازه جانبی و توزیع ارتفاع AFM



الف- ریخت شناسی TEM و الگوی پراش الکترونی ناحیه انتخابی

شکل پ-۱: ریخت شناسی نمونه GNP

پ-۲ نتایج اندازه گیری با استفاده از XPS

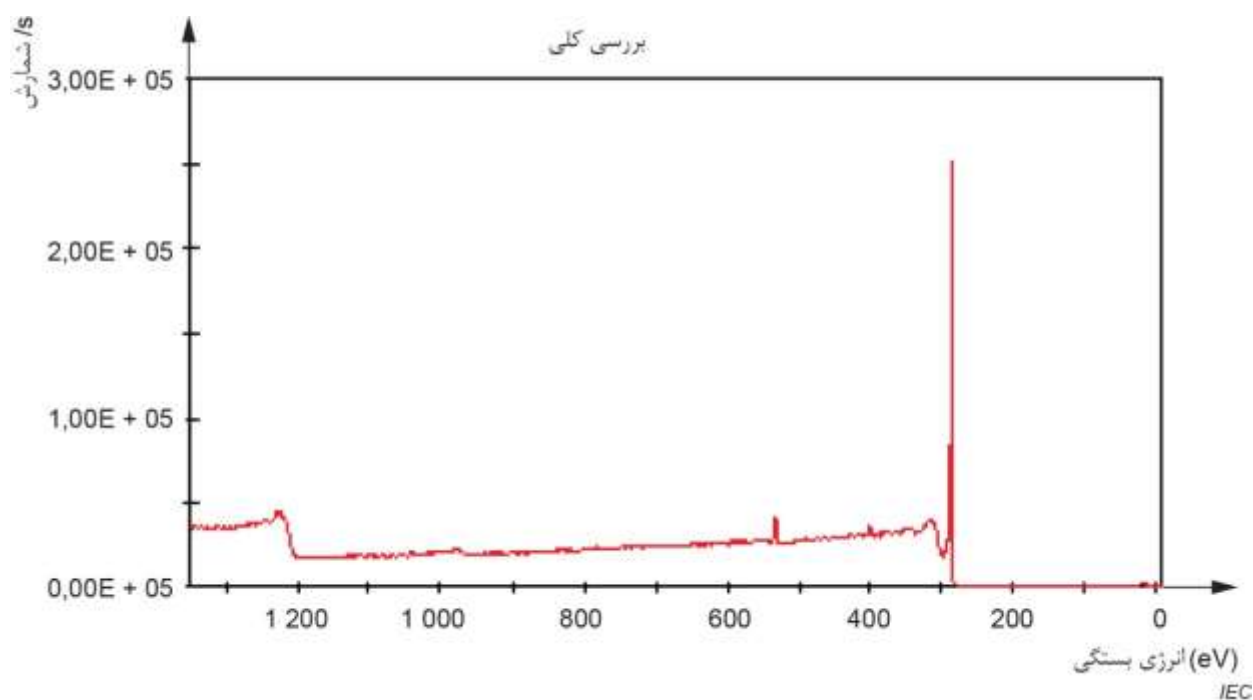
پودر سیاه نمونه های آزمون GNP به صورت قرصی شکل با ضخامت کمتر از 1 mm فشرده می شود. سه نمونه موازی به طور همزمان آماده و روی جایگاه نمونه ابزار دقیق XPS نصب می شوند.

¹ industrial graphene nanoplate

² exfoliation

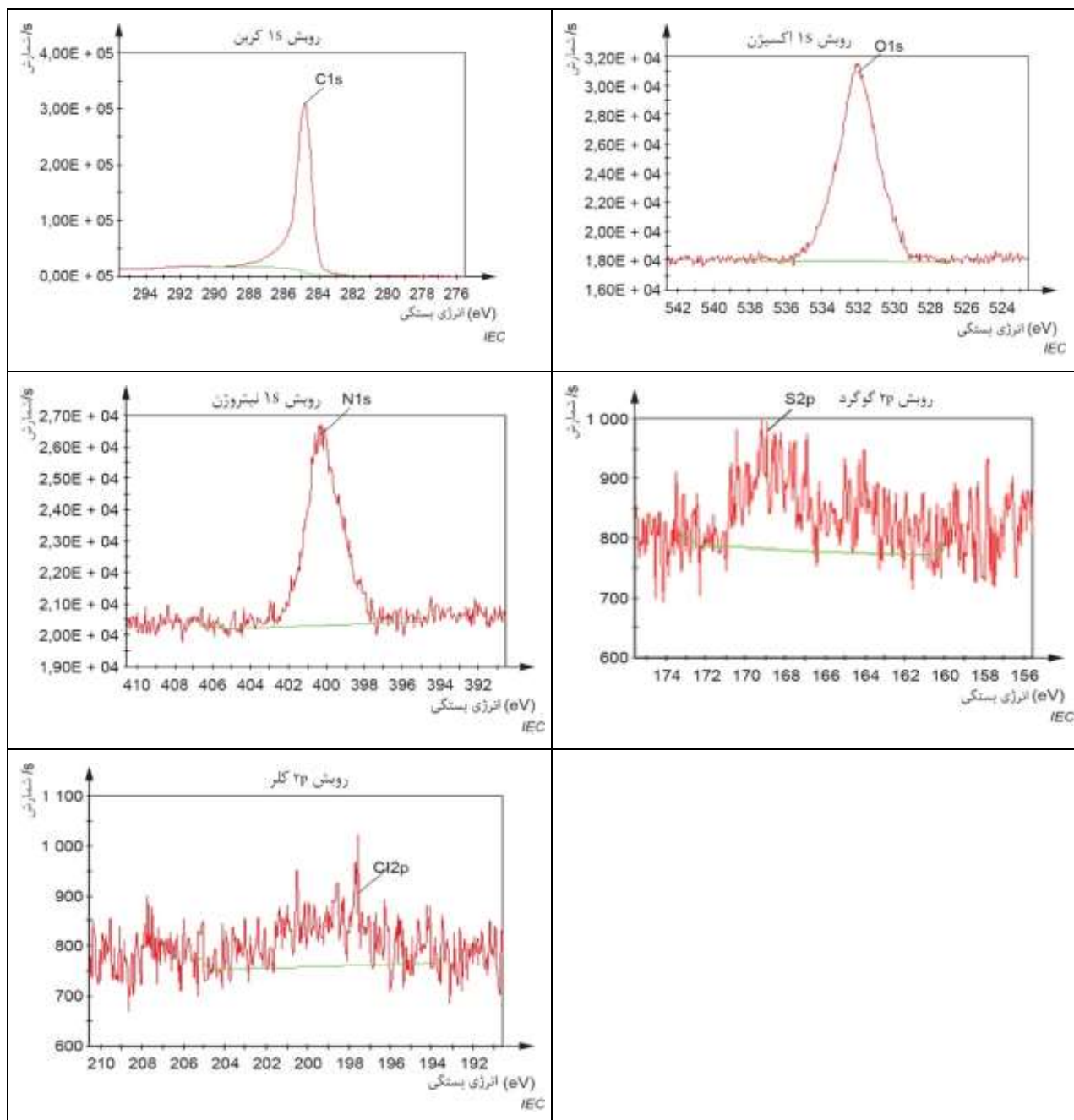
³ atomic force microscopy

⁴ tunneling electron microscopy



شکل پ-۲: طیف بررسی کلی نمونه آزمون GNP

در مجموع یازده موقعیت آزمون مختلف روی سه آزمونه موازی برای انجام اندازه‌گیری‌ها انتخاب شدند. ابتدا، بررسی کلی در محدوده انرژی ۰ eV تا ۱۳۰۰ eV انجام می‌شود؛ بررسی یکی از یازده موقعیت در شکل پ-۲ نشان داده شده است. سپس روبش با تفکیک‌پذیری بالا در قله‌های 1s کربن، 1s اکسیژن، 1s نیتروژن، 2p کلر و 2p گوگرد انجام می‌شود. طیف XPS یکی از یازده موقعیت به‌دست آمده در شکل پ-۳ نشان داده شده است. طیف‌ها نشان می‌دهد که سیگنال سه عنصر قله‌های 1s کربن، 1s اکسیژن و 1s نیتروژن برای برازش و محاسبه واضح است و سیگنال 2p کلر و 2p گوگرد برای به دست آوردن نتایج اندازه‌گیری ارزشمند بسیار ضعیف است.

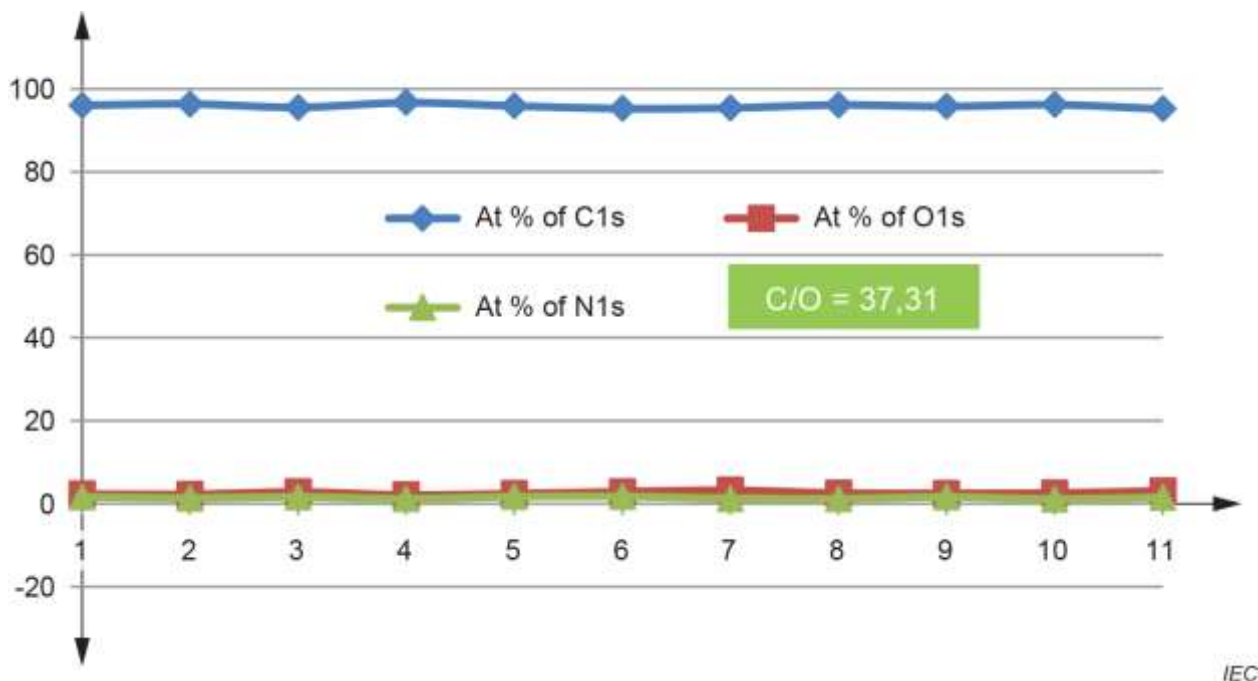


شکل پ-۳: طیف XPS از عناصر اصلی 1s کربن، 1s اکسیژن، 1s نیتروژن، 2p کلر و 2p گوگرد در نمونه آزمون GNP

نتایج اندازه‌گیری XPS فراوانی نسبی 1s کربن، 1s اکسیژن و 1s نیتروژن از یازده موقعیت آزمون در جدول پ-۱ و شکل پ-۴ فهرست شده است. نشان داده شده است که فراوانی نسبی عناصر C، O و N به ترتیب ۹۵/۸۶۵٪، ۲/۶۱۲٪ و ۱/۴۵۴٪ و نسبت C/O برابر ۳۷/۳۱ است. مقدار انحراف استاندارد کم است: برای فراوانی نسبی عناصر C، O و N به ترتیب ۰/۴۸، ۰/۳۵ و ۰/۲۲ است. به عبارت دیگر، نتایج اندازه‌گیری یازده موقعیت آزمون از سازگاری خوبی برخوردار است. همگنی نمونه‌های آزمون بسیار مطلوب است.

جدول پ-۱: فراوانی نسبی عناصر اصلی و نسبت C/O در نمونه آزمون GNP

C/O	درصد اتمی برای 1s نیتروژن	سطح زیر پیک برای 1s نیتروژن	درصد اتمی برای 1s اکسیژن	سطح زیر پیک برای 1s اکسیژن	درصد اتمی برای 1s کربن	سطح زیر پیک برای 1s کربن	موقعیت آزمون
۴۱,۳۱	۱,۶۳۰	۲۵۸۷,۰۷	۲,۳۲۵	۵۸۴۵,۵۱	۹۶,۰۴۵	۸۶۳۸,۰۶۷	۱
۴۲,۵۸	۱,۳۶۸	۲۱۹۲,۷	۲,۲۶۳	۵۷۴۳,۷۴	۹۶,۳۶۹	۸۷۵۲۵,۱	۲
۳۳,۹۰	۱,۶۳۰	۲۳۳۶,۵۴	۲,۸۱۸	۶۳۹۶,۷۹	۹۵,۵۵۲	۷۷۶۰۶,۲۸	۳
۴۵,۹۹	۱,۲۰۶	۱۹۳۵,۱۱	۲,۱۰۲	۵۳۳۸,۹	۹۶,۶۹۱	۸۷۸۶۳,۱	۴
۳۹,۵۹	۱,۶۸۶	۲۶۳۵,۲۶	۲,۴۲۲	۵۹۹۵,۵۲	۹۵,۸۹۲	۸۴۹۲۱,۷۳	۵
۳۳,۰۴	۱,۷۴۵	۲۶۶۶,۹۸	۲,۸۸۳	۶۹۷۶,۴۴	۹۵,۲۵۵	۸۲۴۷۹,۲۳	۶
۲۹,۶۰	۱,۲۵۸	۱۷۸۱,۲۹	۳,۲۲۳	۷۲۲۴,۳۵	۹۵,۴۱۰	۷۶۵۲۶,۳۲	۷
۳۷,۶۱	۱,۱۹۱	۱۸۱۲,۵	۲,۵۵۶	۶۱۵۸,۸۵	۹۶,۱۳۳	۸۲۸۸۸,۷۱	۸
۳۸,۵۵	۱,۶۲۰	۲۴۱۹,۵۴	۲,۴۸۴	۵۸۷۳,۸۶	۹۵,۷۶۵	۸۱۰۲۲,۸۸	۹
۳۷,۱۶	۱,۱۵۵	۱۷۶۸,۱۴	۲,۵۸۸	۶۲۷۴,۱۸	۹۶,۱۸۱	۸۳۴۲۹,۸۴	۱۰
۳۱,۰۴	۱,۵۱۰	۲۲۳۳,۸۸	۳,۰۶۶	۷۱۸۰,۸۲	۹۵,۱۶۶	۷۹۷۶۳,۴۷	۱۱
۳۷,۳۱	۱,۴۵۴	/	۲,۶۱۲	/	۹۵,۸۶۰	/	مقدار متوسط
۵,۰۴	۰,۲۲	/	۰,۳۵	/	۰,۴۸	/	انحراف استاندارد



شکل پ-۴: توزیع داده فراوانی نسبی عناصر C, O و N و نسبت C/O یازده موقعیت آزمون در نمونه آزمون GNP

پیوست «ت»

(آگاهی دهنده)

مطالعه موردی برای GO

ت-۱ نمونه آزمون

نمونه آزمون GO صنعتی به شکل پودر سیاه است.

ت-۲ نتایج اندازه گیری

پودر سیاه نمونه آزمون GO به صورت قرصی شکل با ضخامت کمتر از ۱ mm فشرده می شود. سه نمونه آزمون موازی به طور همزمان آماده و روی جایگاه نمونه ابزار دقیق XPS نصب می شوند.

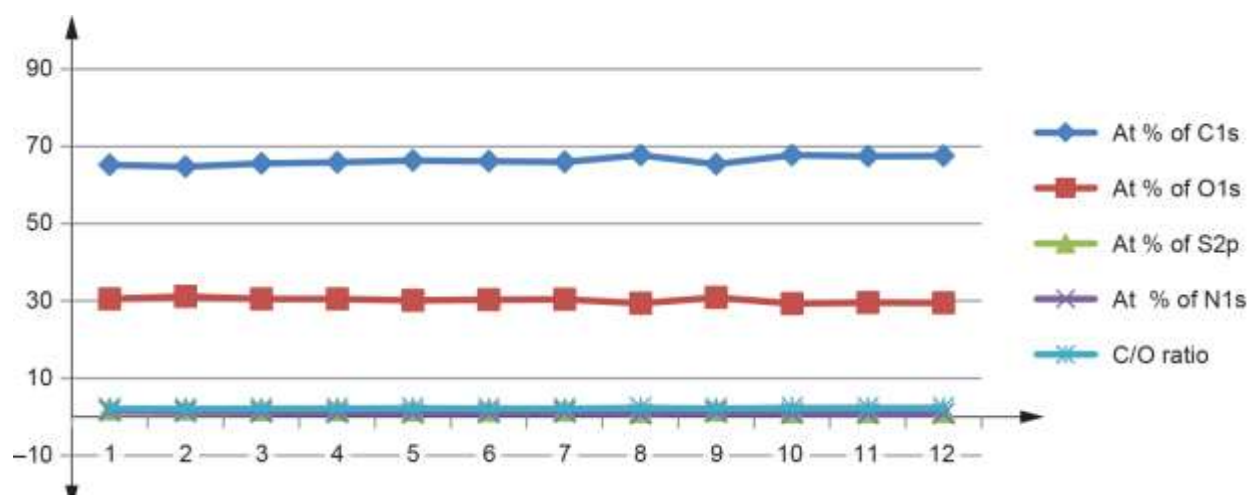
در مجموع دوازده موقعیت آزمون روی سه نمونه موازی برای انجام اندازه گیری انتخاب شدند. نتایج اندازه گیری در جدول ت-۱ نشان داده شده است. نشان داده شده است که فراوانی نسبی عناصر C, O, N و S به ترتیب $\% ۶۶,۲۹۰$ ، $\% ۳۰,۱۷۶$ ، $\% ۱,۰۶۴$ و $\% ۱,۶۰۲$ است و نسبت C/O برابر ۲/۱۹۸ است. مقدار انحراف استاندارد کم است: فراوانی نسبی عناصر C, O, N و S به ترتیب ۱,۰۴۷، ۰,۶۱۳، ۰,۲۰۲ و ۰,۲۵۴ است. به عبارت دیگر، نتایج اندازه گیری دوازده موقعیت آزمون از سازگاری خوبی برخوردار است.

توزیع داده فراوانی نسبی عناصر اصلی دوازده موقعیت آزمون در نمونه آزمون GO در شکل ت-۱ نشان داده شده است.

جدول ت-۱: فراوانی نسبی عناصر اصلی و نسبت C/O در نمونه آزمون GO

موقعیت آزمون	درصد اتمی برای 1s کربن	درصد اتمی برای 1s اکسیژن	درصد اتمی برای 2p گوگرد	درصد اتمی برای 1s نیتروژن	نسبت C/O
۱	۶۵,۲۴۲	۳۰,۵۲۵	۱,۹۱۵	۱,۴۵۴	۲,۱۳۷
۲	۶۴,۷۲۷	۳۱,۱۵۳	۱,۹۴۵	۱,۲۶۴	۲,۰۷۸
۳	۶۵,۵۶۷	۳۰,۵۳۱	۱,۷۹۹	۱,۲۳۸	۲,۱۴۷
۴	۶۵,۸۴۳	۳۰,۴۹۷	۱,۷۴۵	۱,۰۲۹	۲,۱۵۹
۵	۶۶,۲۷۶	۳۰,۱۵۶	۱,۶۹۷	۰,۹۳۶	۲,۱۹۷
۶	۶۶,۱۰۶	۳۰,۲۷۵	۱,۶۲۵	۱,۰۵۳	۲,۱۸۳
۷	۶۵,۹۵۱	۳۰,۴۲	۱,۶۴۶	۱,۱۷	۲,۱۶۸
۸	۶۷,۷۱	۲۹,۳۴۶	۱,۳۳۲	۰,۷۷۶	۲,۳۰۷
۹	۶۵,۴	۳۰,۸۵۳	۱,۷۱۷	۱,۱۹۷	۲,۱۲
۱۰	۶۷,۷۲۴	۲۹,۳۰۴	۱,۲۱۷	۰,۹۲۴	۲,۳۱۱
۱۱	۶۷,۴۵	۲۹,۵۴۳	۱,۲۹۱	۰,۸۵۳	۲,۲۸۳
۱۲	۶۷,۴۸۹	۲۹,۵۰۹	۱,۲۹۵	۰,۸۷۹	۲,۲۸۷

موقعیت آزمون	درصد اتمی برای 1s کربن	درصد اتمی برای 1s اکسیژن	درصد اتمی برای 2p گوگرد	درصد اتمی برای 1s نیتروژن	نسبت C/O
مقدار متوسط	۶۶٫۲۹۰	۳۰٫۱۷۶	۱٫۶۰۲	۱٫۰۶۴	۲٫۱۹۸
انحراف استاندارد	۱٫۰۴۷	۰٫۶۱۳	۰٫۲۵۴	۰٫۲۰۲	۰٫۰۷۹



شکل ت-۱: توزیع داده‌های فراوانی نسبی عناصر C, O, S و N و نسبت C/O دوازده موقعیت آزمون در نمونه‌ی آزمون GO

کتابنامه

- [1] S. Stankovich et al., Graphene-based composite materials, *Nature* 442, 282-286, 2006
- [2] A. K. Geim. Graphene: Status and Prospects, *Science* 324, 1530-1534, 2009
- [3] Pei Huang, Yao Li, Gang Yang, et al., Graphene film for thermal management: A review, *Nano Materials Science* 3, 1-16, 2021
- [4] F. Bonaccorso, Z. Sun, T. Hasan, et.al, Graphene photonics and optoelectronics, *Nature Photonics* 4, 611-622, 2010
- [5] C.G. Lee, X.D. Wei, J. Kysar, et al., Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer, *Science* 321, 385-388, 2008
- [6] S. Hofmann, *Auger- and X-ray photoelectron spectroscopy in materials science*, Springer-Verlag, 2013
- [7] A. Kovtun, D. Jones, S.D. Elce, et al., Accurate chemical analysis of oxygenated graphene-based materials using X-ray photoelectron spectroscopy, *Carbon* 143, 268-275, 2019
- [8] ISO/TS 80004-13:2024, *Nanotechnologies – Vocabulary – Part 13: Graphene and related two-dimensional (2D) materials*
- [۹] استاندارد ملی ایران/ایزو ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- واژه‌نامه- قسمت ۶: مشخصه‌یابی نانوشیء (ISO 80004-6:2021، همسان)
- [10] ISO 18118:2015, *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*
- [11] J.C. Vickerman, I.S. Gilmore, *Surface Analysis: The principal techniques, second edition*, John Wiley & Sons, Ltd. 2009 (ISBN: 978-0-470-01763-0)
- [12] ISO 15472:2010, *Surface chemical analysis – X-ray photoelectron spectrometers – Calibration of energy scales*
- [13] ISO 19318:2021 *Surface chemical analysis – X-ray photoelectron spectroscopy – Reporting of methods used for charge control and charge correction*
- [14] M.P. Seah, I.S. Gilmore, S.J. Spencer, Quantitative XPS I. Analysis of X-ray photoelectron intensities from elemental data in a digital photoelectron database, *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* 120, 93-111, 2001
- [15] J.F. Moulder, W.F. Stickley, P.E. Sobol, K.D. Bomben, *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*. Perkin-Elmer Corp., Physical Electronics Inc, Minnesota, 1992
- [16] ISO 18117:2009, *Surface chemical analysis – Handling of specimens prior to analysis*
- [17] ISO 15470:2017, *Surface chemical analysis – X-ray photoelectron spectroscopy– Description of selected instrumental performance parameters*
- [18] C.J. Powell, The quest for universal curves to describe the surface sensitivity of electron spectroscopies. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* 47, 197–214, 1988