

موسسه خدمات فناوری تا بازر

دستورالعمل بازرسی رنگ و رزین حاوی نانو ذرات



واحد ارزیابی محصولات

دستورالعمل بازرسی رنگ و رزین حاوی نانو ذرات

The instruction for inspection of paint and resin containing nanoparticles

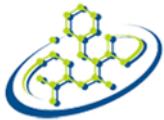
تعداد صفحات: ۸

شماره بازنگری: ۰۱

کد مدرک: IMP-SW-26

ویرایش ۱،۰۹

سال ۱۳۹۷



موسسه خدمات فناوری تا بازر

دستورالعمل بازرسی رنگ و رزین حاوی نانو ذرات

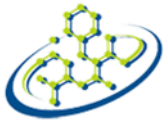


واحد ارزیابی محصولات

فهرست مطالب

۱. هدف
۲. دامنه کاربرد
۳. اصطلاحات و تعاریف
۴. روش اجرا
۵. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصول
۶. آزمون‌های موردنیاز جهت پذیرش اولیه محصول
۷. نمونه‌برداری
۸. گزارش نهایی بازرسی
۹. منابع

DRAFT



۱. هدف:

هدف از تدوین این دستورالعمل، بازرسی «رنگ و رزین حاوی نانو ذرات» است. اصطلاحات و تعاریف مربوطه، مشخصات و معیارهای ارزیابی، آزمون‌های مورد نیاز و همچنین نحوه‌ی گزارش دهی نتایج در این دستورالعمل مشخص شده است.

۲. دامنه کاربرد:

رنگ و رزین دارای تنوع بسیار زیادی می‌باشد و تقسیم‌بندی‌های گوناگونی برای آن‌ها از نظر ترکیب شیمیایی و یا کارایی و ساختاری و ... اعلام شده است که می‌توان به موارد زیر اشاره نمود:

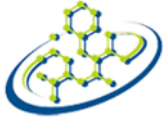
- از نظر شکل ظاهری: امولسیون/محلولی/پودری
- رنگ از نوع پایه حلال و یا پایه آب
- دارای طول زنجیره پلیمری کوتاه و یا دارای طول زنجیره بلند
- دارای جرم مولکولی پایین یا دارای جرم مولکولی بالا
- دارای عامل قطبی و یا عامل غیرقطبی
- از نوع تک جزئی و یا دو جزئی/اشباع و غیراشباع
- از نظر نوع پخت: هوا خشک/UV پخت/کوره ای

همچنین رنگ و رزین‌ها از نظر اتصال دهنده‌ها نیز دارای انواع و گسترش فراوان هستند مانند ونیلی، اکریلیکی، اپوکسی، پلی اورتان، الکید، سیلیکونی و ...

رنگهای پودری الکترواستاتیکی و رنگهای متنوع جدید دیگر نیز در حال توسعه می‌باشند.

با پیشرفت فناوری نانو و استفاده از نانو ذرات، رس‌ها و ... در این نوع رنگها و رزین‌ها بهبود خواص و همچنین خواص جدیدی را ایجاد نموده است.

این دستورالعمل رنگ و رزین حاوی جزء نانومتری را شامل می‌شود و علاوه بر مشخصه یابی جزء نانومتری، خواص و کارایی حاصل از جزء نانومتری مورد ارزیابی قرار می‌گیرد.



۳. اصطلاحات و تعاریف:

۱-۳- نانومقیاس (Nanoscale): گستره‌ی اندازه بین تقریباً ۱ نانومتر تا ۱۰۰ نانومتر است. (بند ۲-۱ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۱).

۲-۳- نانوشیء (Nano-object): هر قطعه مجزا از یک ماده با یک، دو یا سه بعد خارجی در نانومقیاس است. (بند ۲-۲ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۱).

۳-۳- نانوذره (Nanoparticle): نانوشیئی با تمام ابعاد خارجی در مقیاس نانو که در آن طول بلندترین و کوتاه‌ترین محورهای نانوشیء به طور قابل ملاحظه‌ای با یکدیگر تفاوت نداشته باشد. (بند ۴-۴ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).

۴-۳- انبوهه (Aggregate): انبوهه متشکل از ذراتی با پیوندهای قوی یا جوش خورده که مساحت سطح خارجی منتهی آنها به طور قابل ملاحظه‌ای کمتر از مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل‌دهنده باشد. (بند ۳-۵ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).

۵-۳- کلوخه (Agglomerate): کلوخه مجموعه‌ای از ذرات که به شکلی ضعیف یا نسبتاً قوی به یکدیگر متصل شده‌اند، به طوری که مساحت سطح خارجی منتهی آنها مشابه مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل‌دهنده باشد. (بند ۳-۴ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).

یادآوری ۱- نیروهایی که کلوخه را نزدیک به یکدیگر نگه می‌دارد نیروهای ضعیفی هستند، مثلاً نیروهای وان‌دروالس یا درهم‌تافتگی فیزیکی ساده.

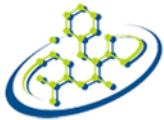
یادآوری ۲- کلوخه‌ها به عنوان ذرات ثانویه نیز در نظر گرفته می‌شوند و ذرات اصلی منشاء ذرات نوع اول نامیده می‌شوند.

۴. روش اجرا:

مراحل کار در این دستورالعمل شامل ارائه مدارک اولیه توسط متقاضی، انجام فرآیند بازدید و نمونه‌برداری، انجام آزمون بر روی نمونه‌های مورد نظر و ارائه گزارش همراه تحلیل نتایج آزمون‌ها می‌باشد.

۱-۴- بر طبق بند ۶ متقاضی باید مدارک مورد نیاز و نتایج آزمون‌های خواسته شده را به واحد بازرسی ارائه نماید. مدارک ارسالی متقاضی مطابق با روش اجرایی پذیرش *IMP-SW-05* مورد بررسی قرار خواهد گرفت. مسئولیت صحت مدارک و مستندات ارائه شده بر عهده‌ی متقاضی است.

۲-۴- پس از اتمام فرآیند پذیرش پرونده در مرحله‌ی بازرسی قرار خواهد گرفت. فرآیند بازرسی مطابق با روش اجرایی بازرسی *IMO-SW-04* انجام می‌شود. مسئولیت نمونه‌برداری، جمع‌آوری مدارک و مستندات مربوطه



بر عهده کارشناس بازرسی است. لذا متقاضی باید شرایط لازم برای بازدید از محل تولید و نمونه برداری از محصول توسط بازرسان واحد بازرسی را فراهم آورد.

۳-۴- آزمون‌های مورد نیاز در آزمایشگاه‌های همکار واحد ارزیابی طبق استانداردهای ذکر شده در جدول ۱ انجام می‌پذیرد. مسئولیت صحت نتایج با آزمایشگاه است.

۴-۴- پس از انجام آزمون‌ها، پردازش نتایج آزمون‌ها توسط کارشناسان بازرسی انجام می‌گیرد.

۵. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصولات:

در رنگ و رزین‌های تولید با استفاده از فناوری نانو هم از نانو مواد ساخته شده به صورت توزیع شده در محصول نهایی و هم به صورت سنتز درجا (Insitu) استفاده می‌شود. با توجه به فرآیند تولید نانو مواد در محصولات به دو شکل زیر می‌باشد:

الف) توزیع نانو ماده در محصول نهایی

ب) سنتز در جای (Insitu) جزء نانومتری در محصول نهایی

جزء نانومتری می‌تواند به صورت پودر و یا کلوئید و یا ... استفاده شود که برای مشخصه‌یابی از بند ۵-۱ استفاده می‌شود.

نکته: اگر جزء نانومتری دارای تاییدیه نانو مقیاس باشد انجام و ارائه آزمون‌های مربوط به جزء نانومتری ضروری نمی‌باشد.

۵-۱- مشخصه یابی جزء نانومتری توزیع شده در محصول نهایی:

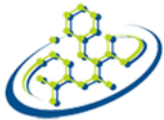
برای بررسی جزء نانومتری می‌بایست از دستورالعمل‌های بازرسی که از قبل تدوین شده استفاده شود، مانند:

- دستورالعمل بازرسی نانو کلوئیدها به شماره IMP-SW-11
- دستورالعمل بازرسی نانو شیء‌های سرامیکی به شماره IMP-SW-12
- دستورالعمل بازرسی نانو شیء‌های کربنی به شماره IMP-SW-13
- دستورالعمل بازرسی نانو رس‌ها به شماره IMP-SW-14

و ...

نکته ۱: در صورتی که جزء نانومتری مورد استفاده دارای دستورالعمل بازرسی نباشد لازم است ابتدا با کارشناس واحد بررسی هماهنگی شده و حداقل آزمون‌های زیر ارائه شود:

۱) اندازه نانو مواد و مورفولوژی جزء نانومتری با ارائه تصاویر TEM یا FESEM



۲) مشخص نمودن جنس، غلظت و ترکیب شیمیایی جزء نانومتری با ارائه آزمون XRD و ICP و ..
 ۳) در صورت استفاده از نانو مواد هسته/پوسته و دوپ شده، با استفاده از آزمون مناسب این موضوع اثبات شود.

۵-۲- مشخصه یابی جزء نانومتری سنتز شده به روش درجا (Insitu) :

در صورتی که جزء نانومتری به صورت درجا Insitu در محصول سنتز شده باشد برای مشخصه یابی از جدول زیر استفاده می شود.

جدول شماره ۱: مشخصه یابی محصول حاوی نانو ذرات سنتزی درجا

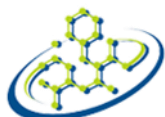
ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	تجهیزات	روش آماده سازی نمونه	شرح
۱	مورفولوژی جزء نانومتری	ادعای متقاضی	---	میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)	ابتدا نمونه زنگ و یا رزین خشک و سپس الترامیکروتومی شود.	در صورتی که نمونه انعطاف پذیر باشد لازم است در نیتروژن مایع آماده سازی شود.
	ابعاد جزء نانومتری	بند ۲-۱۴ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸	INSO 21950-2			
	میزان انبوهه یا کلوخه شدن	عدم انبوهه شدن	---			
۲	غلظت جزء نانومتری	طبق ادعای متقاضی	ISO 26845:2008	طیف سنجی جذب اتمی (AAS)	-	-
			ISO 26845:2008	طیف سنجی جرمی توسط پلاسمای جفت شده القایی (ICP)		
			ISO 9516:2003	طیف سنجی فلورسانس اشعه ایکس (XRF)		
۳	شناسایی فاز	طبق ادعای متقاضی	INSO-ISO 21951-1	پراش پرتوی ایکس (XRD)	ابتدا نمونه خشک شود.	-

• نکته: در صورتی که با استفاده از تصویر برداری میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان (FESEM) امکان شناسایی و تعیین اندازه نانو ذرات در بستر رنگ و رزین وجود داشته باشد این تصاویر به جای آزمون ردیف شماره ۱ جدول بالا قابل پذیرش است.

۵-۳- بررسی خواص:

به منظر بررسی کارایی و خواص ادعا شده در محصول نهایی لازم است که نمونه رنگ یا رزین فاقد جزء نانومتری به عنوان نمونه شاهد و نمونه محصول حاوی جزء نانومتری آماده شود.

نمونه شاهد تمام اجزاء نمونه محصول نانومتری را دارد و فقط جزء نانومتری از آن حذف شده است.



دستورالعمل بازرسی رنگ و رزین حاوی نانو ذرات



در صورت لزوم نمونه حاوی جزء میکرونی نیز به عنوان نمونه کنترل مورد آزمون قرار می گیرد.

هدف از مقایسه خواص نمونه ها، مشخص شدن میزان بهبود خواص ادعا شده برای محصول حاوی جزء نانومتری در مقایسه با محصول غیر نانویی می باشد.

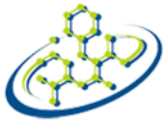
برای بررسی خواص، از استانداردهای موجود و متداول استفاده می شود. برای مشخص شدن این استانداردها می توان به جدول شماره ۲ مراجعه نمود.

نکته ۱: در صورتیکه متقاضی ادعای خاصیتی غیر از موارد ذکر شده در جدول شماره ۲ را داشته باشد، با اعلام استاندارد مربوطه و تایید کارشناس واحد ارزیابی امکان بررسی خواص میسر می باشد.

نکته ۲: در صورتی که آزمون بر طبق استانداردهای بین المللی مشابه موارد ذکر شده در جدول شماره ۲ انجام شود با ذکر استاندارد قابل پذیرش می باشد.

جدول شماره ۲: استانداردهای ارزیابی خواص

ردیف	پارامتر بازرسی	استاندارد	روش آماده سازی نمونه	شرح
۱.	محصول آنتی باکتریال	INSO 10900	طبق استاندارد	مقایسه نمونه حاوی نانو ذرات و نمونه فاقد نانو ذرات (شاهد)
۲.	محصول آنتی باکتریال فوتوکاتالیستی			
۳.	بهبود مقاومت به سایش	ASTM D4060 ASTM D2486	طبق استاندارد	-
۴.	بهبود مقاومت در برابر خوردگی	آزمون مه نمکی مطابق با ASTM B117-16	طبق استاندارد	-
۵.	تعیین مقاومت پوششها در برابر UV با استفاده از لامپ زنون	ASTM D5071 ISO11341	طبق استاندارد	-
۶.	عایق حرارتی	روش Hot Box ASTM C1363 INSO14827	طبق استاندارد	-
۷.	بهبود مقاومت چسبندگی	ASTM D3359 ASTM D4541	طبق استاندارد	-
۸.	افزایش مقاومت به ضربه	ASTM D2794	طبق استاندارد	-
۹.	تعیین مقاومت پوششها در برابر مواد شیمیایی	ASTM G20 ASTM D1308	طبق استاندارد	-
۱۰.	تعیین مقاومت پوشش در برابر آب	ASTM D870	طبق استاندارد	-
۱۱.	پوشش های ضد آب کننده سطوح	طبق استاندارد ASTM D6489	طبق استاندارد	این آزمون با خاصیت آبگریزی متفاوت است.



۱۲.	بهبود ویسکوزیته	ASTM D200 ASTMD2196 ASTMD562	طبق استاندارد
۱۳.	بهبود سختی	ASTM D3363 BS EN ISO 1522	طبق استاندارد
۱۴.	بهبود مقاومت خمشی	ASTM D522	طبق استاندارد
۱۵.	بهبود نقطه اشتعال	ASTM D3278	طبق استاندارد
۱۶.	بهبود مقاومت در برابر حرارت	ASTM D2485	طبق استاندارد

۶. نمونه برداری:

۶-۱- جهت بررسی محصول، بازرس از محل تولید طبق دستورالعمل شماره IMO-SW-04 بازدید نموده و طبق روش نمونه برداری شماره IMO-SW-07 نمونه های موردنظر را تهیه می نماید.

۶-۲- جهت انجام آزمون های مربوط به جزء نانومتری، مقدار ۱۰ گرم یا معادل آن از مواد اولیه نمونه برداری می شود.

۶-۳- جهت انجام آزمون های جدول مربوط به کارایی و خواص نمونه محصول حاوی نانو و نمونه محصول شاهد هر کدام به میزان ۳۰۰ گرم یا معادل آن نمونه برداری می شود.

۶-۴- در صورت امکان نمونه خشک شده برای انجام آزمون های نیز نمونه برداری می شود. بهتر است روش خشک نمودن نمونه بر طبق استاندارد مربوطه باشد و همچنین می توان با استفاده از فیلم کش فیلم به ضخامت کاملاً یکنواخت آماده نمود.

۷. آزمون های مورد نیاز جهت پذیرش اولیه محصول:

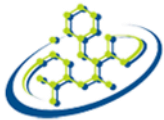
شرکت متقاضی دریافت تاییدیه نانو مقیاس جهت پذیرش اولیه محصول، می بایست مدارک زیر را تکمیل و ارائه نماید:

۷-۱- مدارک مربوط به جزء نانومتری:

برای اثبات استفاده از نانو ذرات ارائه حداقل مدارک در خصوص اندازه و جنس ذرات مورد استفاده بر طبق بند ۵-۲ الزامی می باشد.

نکته: اگر جزء نانومتری مورد استفاده در محصول دارای تاییدیه نانو مقیاس باشد فقط ذکر نام تامین کننده و نانو ماده مورد استفاده کافی بوده و ارائه مدارک مشخصه یابی جزء نانومتری الزامی نیست.

۷-۲- مدارک مربوط به محصول حاوی نانو ذرات سنتز شده به روش درجا (Insitu):



برای اثبات حضور نانو ذرات ارائه حداقل مدارک در خصوص اندازه و جنس ذرات سنتز شده بر طبق بند ۵-۲ الزامی می باشد.

۷-۳- مدارک مربوط به کارایی و خواص:

برای اثبات کارایی محصول لازم است متقاضی مطابق ادعای مطرح شده نتایج آزمون مقایسه خواص نمونه محصول نانومتری و نمونه شاهد (فاقد جزء نانومتری) را بر طبق یکی از استانداردهای معتبر انجام داده و ارائه نماید. در بند ۵-۳ توضیحات لازم در خصوص نمونه ها و برخی از استانداردهای معتبر ارائه شده است.

۸. گزارش نهایی بازرسی:

۸-۱- برای تکمیل مدارک و اطلاعات برگه مشخصات محصول بر طبق جدول شماره ۳ تکمیل شود

۸-۲- تمامی گزارش های بازرسی باید مطابق با فرم گزارش بازدید و نمونه برداری به شماره *IMP-SF-08* تهیه گردد.

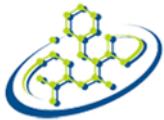
۸-۳- در رابطه با موارد ادعایی انطباق نتایج با ادعای متقاضی مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

جدول ۳- برگه مشخصات فنی محصول نهایی

مشخصه	واحد اندازه گیری	نتیجه /مقدار	آزمون مربوطه	محدوده مجاز	ادعای متقاضی	توضیحات
متوسط اندازه ذرات (بازه تغییرات)	nm	؟	TEM	-		
مورفولوژی ذرات	-	؟	TEM	-		
میزان انبوه ای شدن (کیفی)		؟	TEM	-		
غلظت جزء نانومتری	Ppm/درصد	؟	AAS/ICP/XRF			
آزمون های خواص	نتیجه نمونه شاهد	؟	طبق استاندارد			
	نتیجه نمونه کنترل	؟				
	نتیجه نمونه حاوی نانو	؟				
رنگ ظاهری	-	؟	بازرسی چشمی	-		
دانسیته	g/cm ³	؟	دانسیته سنجی	-		
ظرفیت تولید	کیلوگرم در روز	؟	بر طبق نظر کارشناس	-		

۹. منابع:

- ISO/TS 12805:2011 - Nanotechnologies - Materials specifications - Guidance on specifying nano-objects
- ISO/TS 80004-3:2010 - Nanotechnologies -- Vocabulary -- Part 3: Carbon nano-objects



- ISO 16700:2004 - Microbeam analysis -- Scanning electron microscopy -- Guidelines for calibrating image magnification
- ISO 22309:2011 - Microbeam analysis -- Quantitative analysis using energy-dispersive spectrometry (EDS) for elements with an atomic number of 11 (Na) or above
- ISO 26845:2008 - Chemical analysis of refractories -- General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrometry (AAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) methods
- ASTM D2486-96, Standard test method for scrub resistant of wall pant
- ISO 11998: 1998, Paints and Varnishes_ Determination of wet_scrub resistance and cleanability of coatings

• **ISIRI 16464**: ویژگی‌های مواد - راهکاری برای تعیین ویژگی‌های نانو اشیاء

• **ISIRI 12098**: نانوفناوری - واژه‌ها- اصطلاحات و تعاریف اصلی

• **ISIRI 10900**: تعیین فعالیت ضد باکتریایی در سطوح پلاستیکی

• **ISIRI 9575**: رنگ های ایمنی و علائم ایمنی، طبقه بندی، کارایی، دوام و روش های آزمون علائم ایمنی

• **ISIRI 289**: پوشش‌نگ ها و جلاها- پوشش‌نگ امولسیون‌ی بر پایه رزین پلی وینیل استات- ویژگی ها و روش های

آزمون

• **ISIRI 7506-1**: پوشش‌نگ ها و جلاها- تعیین درصد حجمی مواد غیر فرار