

موسسه خدمات فناوری تا بازار

دستورالعمل بازرسی کاتالیست‌های پایه سرامیکی  
نانومتخلخل



واحد ارزیابی محصولات

# دستورالعمل بازرسی کاتالیست‌های پایه سرامیکی نانومتخلخل

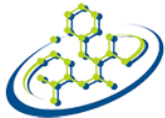
## The instruction for inspection of Nano porous Ceramic-supported catalysts

تعداد صفحات: ۸

شماره بازنگری: ۰۱

کد مدرک: IMP-SW-22

سال ۱۳۹۶



موسسه خدمات فناوری تا بازار

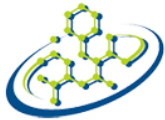
## دستورالعمل بازرسی کاتالیست‌های پایه سرامیکی نانومتخلخل



واحد ارزیابی محصولات

### فهرست مطالب

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



## ۱. هدف و دامنه کاربرد:

هدف از تدوین این دستورالعمل، تعیین روش بررسی «کاتالیست‌های پایه سرامیکی نانومتخلخل» می‌باشد. اصطلاحات و تعاریف مربوطه، مشخصات و معیارهای ارزیابی، آزمون‌های موردنیاز و همچنین نحوه گزارش‌دهی نتایج در این دستورالعمل مشخص شده است. لازم به ذکر است کاتالیست‌هایی طبق این دستورالعمل بررسی می‌شوند که دارای یک پایه نانومتخلخل هستند، حال فازهای تشکیل شده روی پایه می‌توانند به صورت اجزای نانومتری یا غیرنانومتری باشند. مثال‌هایی از این کاتالیست‌ها به شرح زیر هستند:

الف) کاتالیست‌های بر پایه آلومینای گاما نانومتخلخل از قبیل: کاتالیست‌های با پایه آلومینای گاما مزومتخلخل حاوی نانوذرات فلزی فلزی گروه پلاتین، کاتالیست‌های با پایه آلومینای گاما مزومتخلخل حاوی رسوبات اکسید، کلرید یا سولفات فلزی و ...

ب) کاتالیست‌های بر پایه سیلیکای مزومتخلخل با ساختار حفرات منظم یا نامنظم

ج) کاتالیست‌های بر پایه زئولیت‌ها

علاوه بر موارد ذکر شده، هر کاتالیستی که دارای یک پایه سرامیکی نانومتخلخل باشد، با این دستورالعمل قابل ارزیابی است. نانو کاتالیست‌هایی که حاوی پایه نانومتخلخل نبوده و صرفاً حاوی نانو اشیاء هستند، با این دستورالعمل قابل ارزیابی نیستند.

## ۲. اصطلاحات و تعاریف:

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

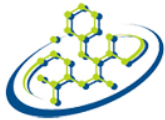
۲-۲- نانوساختار (Nanostructure): ترکیبی از اجزای تشکیل دهنده مرتبط با هم که یک یا بیشتر از یک جزء آن‌ها در محدوده نانومقیاس قرار دارند. (بند ۲-۶ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۱).

۲-۳- نانوتخلخل (Nanoporous): حفره‌ای با دست کم یک بعد نانومقیاس که دارای یک گاز یا مایع است. (بند ۳-۱۳ استاندارد ملی ایران به شماره ۴-۱۸۳۹۲).

یادآوری ۱- شکل و محتوای حفره تغییر می‌کند. مفهوم نانومتخلخل با میکرومتخلخل (تخلخل با عرض حدود ۲ nm یا کمتر)، مزومتخلخل (تخلخل با عرض بین حدود ۲ nm تا ۵۰ nm) و ماکرومتخلخل (تخلخل با عرض بیشتر از ۵۰ nm) همپوشانی دارد.

یادآوری ۲- هرگاه نانوتخلخل‌ها ارتباط داخلی مناسبی داشته باشند انتقال مواد از میان آن‌ها ممکن می‌شود.

۲-۲- ماده نانومتخلخل (Nanoporous materail): ماده جامد دارای نانوتخلخل است. (بند ۴-۴ استاندارد ملی ایران به شماره ۴-۱۸۳۹۲).



۲-۲- 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 ۱-۸۰۰۰۴).

۲-۴- 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 ۲-۸۰۰۰۴).

۲-۸- انبوهه (Aggregate): انبوهه متشکل از ذراتی با پیوندهای قوی یا جوش خورده که مساحت سطح خارجی منتهجی آنها به طور قابل ملاحظه‌ای کمتر از مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل دهنده باشد. (بند ۳-۵ استاندارد ملی ایران - ایزو ۲-۸۰۰۰۴).

۲-۹- کلوخه (Agglomerate): کلوخه مجموعه‌ای از ذرات که به شکلی ضعیف یا نسبتاً قوی به یکدیگر متصل شده‌اند، به طوری که مساحت سطح خارجی منتهجی آنها مشابه مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل دهنده باشد. (بند ۳-۴ استاندارد ملی ایران - ایزو ۲-۸۰۰۰۴).

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.

### ۳. روش اجرا:

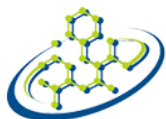
مراحل کار در رابطه با این دستورالعمل شامل ارائه مدارک اولیه توسط متقاضی، فرآیند بازدید و نمونه‌برداری، انجام آزمون بر روی نمونه‌های موردنظر و ارائه گزارش تحلیل نتایج آزمون‌ها است.

۳-۱- بر طبق بند ۵ متقاضی باید نتایج آزمون‌های مورد نیاز 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 عهده متقاضی است.

۳-۲- پس از اتمام فرایند پذیرش، پرونده در مرحله‌ی بازرسی قرار خواهد گرفت. فرایند بازرسی مطابق با روش اجرایی بازرسی IMP-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 نمونه‌برداری از محصول توسط کارشناسان بازرسی را فراهم آورد.

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

۳-۴- پس از انجام آزمون‌ها، نتایج آزمون‌ها توسط کارشناسان بازرسی صورت می‌گیرد.



## ۴. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصولات:

مشخصات مورد بازرسی و محدوده مجاز در مورد هر مشخصه باید مطابق جدول ۱ باشد.

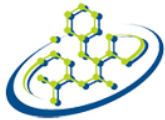
۴-۱- جهت بررسی پایه کاتالیست سرامیکی نانومتخلخل از دستورالعمل شماره *IMP-SW-15* استفاده شود.

۴-۲- چنانچه فاز تشکیل شده روی زمینه کمتر از ۱ درصد وزنی باشد، انجام آزمون XRD از کاتالیست نهایی بی نتیجه بوده و انجام آزمون با هدف شناسایی فاز پایه کاتالیست است.

جدول ۱- آزمون‌های موردنیاز جهت انجام بازرسی کاتالیست‌های پایه سرامیکی نانومتخلخل

ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	تجهیزات	روش آماده‌سازی نمونه	شرح
۱	تعیین فازهای تشکیل شده روی کاتالیست	طبق ادعای متقاضی	<i>EN 13925-1:2003</i>	پراش پرتو ایکس (XRD)	پودر کردن	محدوده زاویه‌ای نرمال (2θ بین ۱۰ تا ۹۰ درجه)
۲	پخش فاز یا فازهای تشکیل شده روی پایه کاتالیست - آنالیز عنصری اجزای کاتالیست	ادعای متقاضی - پخش مناسب فازهای تشکیل شده روی پایه کاتالیست	<i>ISO 16700</i>	میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) مجهز به آنالیزگر عنصری به روش طیف‌سنجی تفکیک انرژی (EDS)	پوشش دهی با طلا یا طلا/پالادیوم	تصویربرداری در بزرگنمایی مناسب جهت مشاهده پخش ذرات فاز یا فازهای تشکیل شده روی پایه کاتالیست - آنالیز عنصری نقطه‌ای از تمام فازهای تشکیل شده و تهیه نقشه آنالیز عنصری
۳	کارایی کاتالیست در مقایسه با نمونه‌های تجاری مرسوم بازار	کارایی حداقل مشابه با نمونه‌های تجاری	استاندارد معرفی شده توسط متقاضی	تجهیزات سنجش کارایی کاتالیست	طبق نظر متقاضی	—

## ۵. آزمون‌های موردنیاز جهت پذیرش اولیه محصول:



جهت پذیرش اولیه، ارائه حداقل آزمون‌های مورد پذیرش برای پایه کاتالیست طبق دستورالعمل شماره *IMP-SW-15* در مورد مواد سرامیکی نانومتخلخل و آزمون نشان‌دهنده فازهای موجود در کاتالیست به همراه ارائه آزمون‌های خواص مقایسه‌ای با نمونه کاتالیست تجاری مورد استفاده در صنعت ضروری است.

۱-۵- جهت پذیرش اولیه محصول، متقاضی باید آزمون ردیف ۱ جدول ۱ را جهت اثبات فازهای موجود در کاتالیست ارائه نماید.

تبصره ۱: چنانچه آزمون XRD از کاتالیست امکان شناسایی فاز پایه و فازهای تشکیل شده روی پایه را فراهم کند، نیازی به ارائه آزمون XRD از پایه به تنهایی (مطابق دستورالعمل شماره *IMP-SW-15*) جهت پذیرش اولیه محصول نیست.

تبصره ۲: چنانچه میزان فاز یا فازهای تشکیل شده به حدی کم باشد که توسط آزمون XRD قابل شناسایی نباشد، انجام یک آنالیز عنصری مانند طیف‌سنجی تفکیک انرژی (EDS)، فلورسانس پرتو ایکس (XRF)، طیف‌سنجی جذب اتمی (AAS) یا ... برای اثبات حضور عناصر تشکیل دهنده فاز یا فازهای مذکور برای پذیرش اولیه الزامی است.

۲-۵- آزمون‌های خواص ارائه شده برای پذیرش اولیه باید دارای تاییدیه از یک مرجع معتبر باشند یا توسط متقاضی (با هماهنگی متقاضی) در حضور تیم بازدیدکننده تکرار شوند.

## ۶. نمونه‌برداری:

۱-۶- جهت بررسی محصول، بازرس از محل تولید طبق دستورالعمل شماره *IMP-SW-02* بازدید انجام داده و طبق روش نمونه‌برداری شماره *IMP-SW-03* نمونه‌های موردنظر را تهیه می‌نماید.

۲-۶- جهت انجام آزمون‌های جدول ۱ (به جز آزمون ردیف ۳) حداقل ۱۰ گرم از پایه کاتالیست و ۱۰ گرم از کاتالیست نهایی تولیدشده نمونه‌برداری شود.

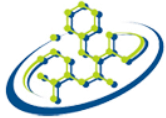
۳-۶- میزان نمونه‌برداری شده برای تکرار آزمون‌های خواص (ردیف ۳ جدول ۱) مطابق با نظر متقاضی یا نهاد تکرارکننده آزمون خواهد بود.

## ۷. گزارش نهایی بازرسی:

۱-۷- پس از بررسی و تحلیل نتایج، جدول ۲ توسط بازرس براساس مدارک اظهارشده شرکت و نتایج آزمون‌ها تکمیل می‌شود.

۲-۷- تمامی گزارش‌های بازرسی باید مطابق با فرم گزارش بازدید و نمونه‌برداری به شماره *IMP-SF-08* تهیه گردد.

۳-۷- در رابطه با موارد ادعایی، انطباق نتایج با ادعای متقاضی مورد بررسی قرار خواهد گرفت.



موسسه خدمات فناوری تا بازار

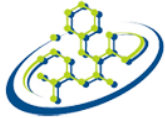
## دستورالعمل بازرسی کاتالیست‌های پایه سرامیکی نانومتخلخل



واحد ارزیابی محصولات

جدول ۲- برگه مشخصات فنی محصول

مشخصه	واحد اندازه‌گیری	نتیجه /مقدار	آزمون مربوطه	محدوده مجاز	ادعای متقاضی	توضیحات
ترکیب فازی پایه کاتالیست	-	؟	XRD	-		
سایر مشخصات پایه کاتالیست مانند نوع، نظم حفرات و ...		؟	XRD			
فازها و ترکیبات تشکیل شده روی پایه کاتالیست	-	؟ ؟ ؟	XRD/EDS	-		فازهای موجود به تفکیک نام برده شود.
متوسط اندازه حفرات پایه کاتالیست (بازه تغییرات)	nm	؟	TEM/BET	-		
اندازه و مورفولوژی ذرات تشکیل شده روی پایه کاتالیست	-	؟	FESEM	-		
عناصر تشکیل دهنده فازهای تشکیل شده روی پایه کاتالیست	-	؟	EDS			
میزان انبوه‌ای شدن ذرات تشکیل شده روی پایه کاتالیست (کیفی)		؟	FESEM	-		
سطح ویژه پایه کاتالیست	m <sup>2</sup> /g	؟	BET	-		در صورت نیاز
رنگ ظاهری	-	؟	بازرسی چشمی	-		
دانسیته	g/cm <sup>3</sup>	؟	دانسیته سنجی	-		
ظرفیت تولید	کیلوگرم در روز	؟	بر طبق نظر کارشناس	-		



۸. منابع:

- **ISO/TS 12805:2011** - Nanotechnologies - Materials specifications - Guidance on specifying nano-objects
- **ISO/TR 13014:2012(E)**-Nanotechnologies - Guidance on physico-chemical characterization of engineered nanoscale materials for toxicologic assessment
- **ISO/TS80004**: Nanotechnologies - Vocabulary
- **ISO 9001**: Quality management systems – Requirements
- **ISO 9000**: Quality management systems - Fundamentals and vocabulary
- **ISO 10013**: Guidelines for Quality Management System Documentation
- **ISO/IEC 17025**: General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
- **ISO/IEC 17020**: General criteria for the operation of various types of bodies performing inspection

- **ISIRI 12098**: نانوفناوری - واژه‌ها- اصطلاحات و تعاریف اصلی
- **ISIRI 16464**: ویژگی‌های مواد - راهکاری برای تعیین ویژگی‌های نانو اشیاء