

موسسه خدمات فناوری تا بازار

دستور العمل بازرسی مواد سرامیکی نانومتخلخل



واحد ارزیابی محصولات

دستور العمل بازرسی مواد سرامیکی نانومتخلخل

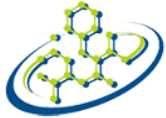
The instruction for inspection of nanoporous ceramic materials

تعداد صفحات: ۸

شماره بازنگری: ۰۱

کد مدرک: IMP-SW-15

سال ۱۳۹۶



موسسه خدمات فناوری تا بازار

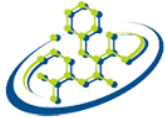
دستورالعمل بازرسی مواد سرامیکی نانومتخلخل



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 «**مواد سرامیکی نانومتخلخل**» می‌باشد. اصطلاحات و تعاریف مربوطه، مشخصات و معیارهای ارزیابی، آزمون‌های مورد نیاز و همچنین نحوه گزارش‌دهی نتایج در این دستورالعمل مشخص شده است. مواد سرامیکی که حداقل یک بعد تخلخل‌های آن‌ها نانومقیاس (حدود ۱ تا ۱۰۰ نانومتر) باشد، با این دستورالعمل قابل بررسی هستند. بدیهی است این دستورالعمل، مواد مزومتخلخل یعنی موادی با اندازه تخلخل‌های بین ۲ تا ۵۰ نانومتر را نیز شامل می‌شود. لازم به ذکر است این دستورالعمل زمانی جهت بررسی مواد نانو ساختار به شکل انبوهه یا کلوخه‌ای از نانوذرات مورد استفاده قرار می‌گیرد که ادعای متقاضی روی نانومتخلخل بودن ماده باشد و تشکیل انبوهه یا کلوخه‌ای از نانوذرات به عنوان یک ویژگی ناخواسته، در دامنه کاربرد این دستورالعمل قرار نمی‌گیرد. مثال‌هایی از مواد سرامیکی نانومتخلخلی که قابلیت بررسی با این دستورالعمل را دارند به شرح زیر هستند:

الف) آلومینا نانومتخلخل

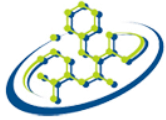
ب) سیلیکا نانومتخلخل

ج) انواع زئولیت‌ها

د) انواع سیلیکای مزومتخلخل (MCM-41، SBA-15 و ...)

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- نانو ساختار (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 ۸۰۰۰۴-۱).



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 منتهی‌الی آنها به طور قابل ملاحظه‌ای کمتر از مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل‌دهنده 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 منتهی‌الی آنها مشابه مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل‌دهنده 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.

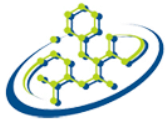
۳-۱- بر طبق بند ۵ متقاضی باید نتایج آزمون‌های مورد نیاز را به واحد بازرسی ارائه نماید. مدارک ارسالی متقاضی مطابق با روش اجرایی پذیرش *IMP-SW-05* مورد بررسی قرار خواهد گرفت. مسئولیت صحت مدارک و مستندات ارائه شده بر عهده متقاضی است.

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- چنانچه ماده نانومتخلخل آمورف باشد، انجام آزمون پراش پرتو ایکس (XRD) با هدف مشاهده طیف مربوط به فاز آمورف انجام خواهد شد.

۴-۲- در صورتی که ماده نانومتخلخل با ساختار منظم حفرات باشد، آزمون پراش پرتو ایکس علاوه بر حالت نرمال جهت تعیین فاز، باید در زاویه پهن و به شکل WAXRD نیز انجام شود.

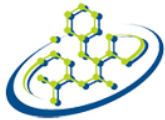
۴-۳- آزمون ردیف ۵ در صورتی انجام می شود که محدوده اندازه ذرات توسط آزمون TEM قابل تعیین نباشد.

۴-۴- تعیین اندازه ذرات در صورتی انجام می شود که کارایی محصول علاوه بر اندازه حفرات به اندازه ذرات نیز وابسته باشد.

جدول ۱- آزمون های مورد نیاز جهت انجام بازرسی مواد سرامیکی نانومتخلخل

ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	تجهیزات	روش آماده سازی نمونه	شرح
۱	سطح ویژه	ادعای متقاضی	---	دستگاه جذب و واجذب (BET-BJH)	---	شامل منحنی های جذب و واجذب و نمودار توزیع اندازه حفرات
	اندازه و توزیع اندازه حفرات	بند ۲-۴۳ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸	ISO 25498:2010 ASTM D5755			
۲	فاز	ادعای متقاضی	EN 13925-1:2003	دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD)	پودر کردن بر حسب نیاز	محدوده زاویه ای نرمال (2θ) بین ۱۰ تا ۹۰ درجه)
	نظم حفرات					محدوده زاویه پهن (2θ) بین ۱ تا ۱۰ درجه) برای مواد مزومتخلخل با حفرات منظم
۳	اندازه، شکل و نظم حفرات - اندازه ذرات	بند ۲-۴۳ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸ - ادعای متقاضی	ISO 9277 & ISO 18757	میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)	پودر کردن - تراسونیک در اتانول یا آب و چکاندن روی گرید	تصویربرداری از نواحی با ضخامت کمتر ذرات جهت مشاهده حفرات
۴	خلوص	ادعای متقاضی	ISO 26845:2008	فلوئورسانس پرتو ایکس (XRF) یا طیف سنجی جرمی به روش پلاسمای جفت شده القایی (ICP-MS)	-	-
۵	اندازه و مورفولوژی ذرات	ادعای متقاضی	ISO 16700	میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)	پوشش دهی طلا	در بزرگنمایی مناسب جهت مشاهده اندازه ذرات

۵. آزمون های مورد نیاز جهت پذیرش اولیه محصول:



جهت پذیرش اولیه محصول، ارائه حداقل یک آزمون نشان‌دهنده اندازه حفرات ماده و یک آزمون نشان‌دهنده فاز آن الزامی است. پذیرش اولیه محصول بدون ارائه این دو آزمون امکان‌پذیر نمی‌باشد.

۱-۵- متقاضی باید آزمون ردیف ۳ جدول ۱ را جهت نشان دادن مقیاس ۱ تا ۱۰۰ نانومتر حفرات ارائه نماید.

تبصره ۱: جهت پذیرش اولیه محصول، ارائه نتایج حاصل از آزمون ردیف ۱ جدول ۱ که در آن اندازه حفرات مشخص بوده و سطح ویژه با مراجع مرتبط با مواد نانومتخلخل تطابق خوبی داشته باشد، به جای آزمون TEM نیز می‌تواند مورد قبول واقع شود.

تبصره ۲: در صورتی که هرگونه ابهامی در زمینه نتایج آزمون جذب و واجذب وجود داشته باشد، ارائه نتایج آزمون TEM جهت پذیرش ضروری است.

تبصره ۳: انجام آزمون TEM روی نمونه‌های ژئولیتی با توجه به محدودیت‌های موجود در آماده‌سازی نمونه الزامی نمی‌باشد.

تبصره ۴: انجام آزمون ردیف ۵ جدول ۱ تنها در صورتی الزامی است که متقاضی روی ابعاد و مورفولوژی ذرات نانومتخلخل ادعایی داشته باشد و تعیین این پارامترها توسط آزمون TEM امکان‌پذیر نباشد.

تبصره ۵: برای مواد نانومتخلخل با حفرات منظم، ارائه آزمون TEM یا ارائه هم‌زمان آزمون‌های جذب و واجذب و WAXRD الزامی می‌باشد.

۲-۵- جهت پذیرش اولیه محصول، متقاضی باید آزمون ردیف ۲ جدول ۱ را جهت اثبات فاز ماده نانومتخلخل ارائه نماید.

۳-۵- چنانچه آزمون XRD حضور فاز یا فازهای ناخالصی را در محصول نشان دهد، انجام آزمون عنصری جهت تخمین میزان ناخالصی‌ها و شفاف شدن ادعای متقاضی روی خلوص الزامی است.

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.

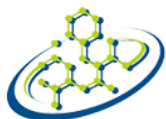
۲-۶- جهت انجام آزمون‌های جدول ۱، حداقل ۱۰ گرم از ماده سرامیکی نانومتخلخل تولیدشده نمونه‌برداری شود.

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.

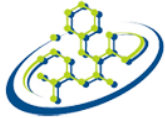
۲-۷- تمامی گزارش‌های بازرسی باید مطابق با فرم گزارش بازدید و نمونه‌برداری به شماره *IMP-SF-08* تهیه گردد.

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



جدول ۲- برگه مشخصات فنی محصول

مشخصه	واحد اندازه گیری	نتیجه /مقدار	آزمون مربوطه	محدوده مجاز	ادعای متقاضی	توضیحات
ترکیب فازی ماده نانومتخلخل	-	؟	XRD	-		
سایر مشخصات ماده نانومتخلخل مانند نوع، نظم حفرات و ...		؟	WAXRD			
فازها و عناصر ناخالصی	-	؟	XRD/XRF/ICP	-		فازهای موجود به تفکیک نام برده شود.
		؟				
		؟				
متوسط اندازه حفرات ماده نانومتخلخل (بازه تغییرات)	nm	؟	TEM/BET-BJH	-		
اندازه و مورفولوژی ذرات نانومتخلخل	-	؟	FESEM/TEM	-		
سطح ویژه ماده نانومتخلخل	m ² /g	؟	BET	-		در صورت نیاز
رنگ ظاهری	-	؟	بازرسی چشمی	-		
دانسیته	g/cm ³	؟	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