

موسسه خدمات فناوری تا بازار

دستورالعمل بازرسی نانوشیءهای سرامیکی



واحد ارزیابی محصولات

دستورالعمل بازرسی نانوشیءهای سرامیکی

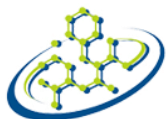
The instruction for inspection of ceramic nano-objects

تعداد صفحات: ۸

شماره بازنگری: ۰۱

کد مدرک: IMP-SW-12

سال ۱۳۹۴



موسسه خدمات فناوری تا بازار

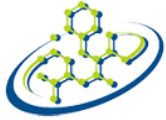
دستورالعمل بازرسی نانوشی‌های سرامیکی



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 «نانوشی‌های سرامیکی» می‌باشد. اصطلاحات و تعاریف مربوطه، مشخصات و معیارهای ارزیابی، آزمون‌های موردنیاز و همچنین نحوه گزارش‌دهی نتایج در این دستورالعمل مشخص شده است. نانوشی‌های سرامیکی که طبق این دستورالعمل بررسی می‌شوند شامل موارد زیر هستند:

الف) نانوشی‌های اکسیدی مانند: دی‌اکسید سیلیسیم (سیلیکا) (SiO_2)، دی‌اکسید تیتانیم (تیتانا) (TiO_2)، اکسید آلومینیم (آلومینا) (Al_2O_3)، اکسید روی (ZnO)، دی‌اکسید سربیم (CeO_2)، اکسید منیزیم (منیزیا) (MgO)، اکسید مس (Cu_2O)، اکسید منگنز (Mn_3O_4)، اکسید سرب (PbO)

ب) نانوشی‌های غیر اکسیدی:

✓ کاربیدها مانند: کاربید سیلیسیم (SiC)، کاربید تیتانیم (TiC)

✓ نیتريد‌ها مانند: تیتانیم نایترايد (TiN)

✓ کربنات‌ها مانند: کربنات کلسیم (CaCO_3)

✓ سرامیک‌های چند جزئی مانند: هیدروکسی آپاتیت ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$)، تری کلسیم فسفات ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$)

لازم به ذکر است، مابقی نانوشی‌های سرامیکی مشابه که در این لیست درج نشده‌اند، پس از بررسی اولیه می‌توانند با این دستورالعمل ارزیابی قرار گیرند.

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- نانوشی (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).

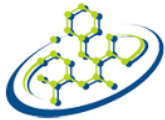
۲-۳- نانوذره (Nanoparticle): نانوشی با تمام ابعاد خارجی در مقیاس نانو که در آن طول بلندترین و کوتاه‌ترین محورهای نانوشی به طور قابل ملاحظه‌ای با یکدیگر تفاوت نداشته باشد. (بند ۴-۴ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۱).

۲-۴- نانو لیف (Nanofibre): نانو شیئی با دو بعد خارجی در مقیاس نانو و بعد سوم که به طور قابل ملاحظه‌ای بزرگتر است. (بند ۴-۵ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).

یادآوری ۱- بزرگترین بعد خارجی لزوماً در مقیاس نانو نیست.

یادآوری ۲- اصلاحات نانولیفچه و نانورشته نیز می‌توانند استفاده شود.

یادآوری ۳- به یادآوری ۱ در زیربند ۴-۴ مراجعه شود.



۵-۲- نانومیله (Nanorod): نانولیف توپر است. (بند ۲-۷ استاندارد ملی ایران - ایزو ۲-۸۰۰۰۴).

۷-۲- نانوصفحه (Nanoplate): نانو شیئی با یک بعد خارجی در مقیاس نانو و دو بعد خارجی دیگر که به‌طور قابل ملاحظه‌ای بزرگ‌ترند. (بند ۴-۶ استاندارد ملی ایران - ایزو ۲-۸۰۰۰۴).

یادآوری ۱- بزرگترین بعد خارجی لزوماً در مقیاس نانو نیست

یادآوری ۲- چنانچه ابعاد به‌طور قابل ملاحظه‌ای با یکدیگر تفاوت داشته باشند (معمولاً بیشتر از سه برابر)، ممکن است اصطلاحاتی مانند نانولیف یا نانوصفحه بر نانوذره ترجیح داده شود.

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

۹-۲- کلوخه (Agglomerate): کلوخه مجموعه‌ای از ذرات که به شکلی ضعیف یا نسبتاً قوی به یکدیگر متصل شده‌اند، به طوری که مساحت سطح خارجی منتجه‌ی 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 به‌عنوان ذرات ثانویه نیز در نظر گرفته می‌شوند و ذرات اصلی منشاء ذرات نوع اول نامیده می‌شوند.

۳. روش اجرا:

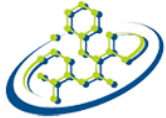
مراحل کار در رابطه با این دستورالعمل شامل ارائه مدارک اولیه توسط متقاضی، فرآیند بازدید و نمونه‌برداری، انجام آزمون بر روی نمونه‌های موردنظر و ارائه گزارش تحلیل نتایج آزمون‌ها است.

۱-۳- 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 ارائه‌شده بر عهده متقاضی است.

۲-۳- 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.

۴-۳- 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.

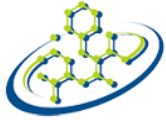
جدول ۱- آزمون‌های مورد نیاز جهت انجام بازرسی نانوشی‌های سرامیکی

ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	تجهیزات	روش آماده‌سازی نمونه	شرح
۱	مورفولوژی نانوشی	ادعای متقاضی	---	میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)	پراکندن در اتانول با التراسونیک و خشک کردن روی گرید	حداقل ۳ بزرگنمایی و ۱۰ تصویر
	ابعاد نانوشی‌ها	بند ۲-۱۴ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸	ISO 25498:2010 ASTM D5755			
	میزان انبوه‌های شدن	عدم انبوه شدن	ISO 13321-1			
۲	تعیین فاز	طبق ادعای متقاضی	EN 13925-1:2003	پراش پرتو ایکس (XRD)	---	در بازه زاویه‌ای نرمال (2θ) بین ۱۰ تا ۹۰ درجه) و با لامپ مس
۳	خلوص عنصری	طبق ادعای متقاضی	ISO 26845:2008	فلورسانس پرتو ایکس (XRF)	---	---
۴	اندازه‌گیری سطح ویژه	---	ISO 9277 & ISO 18757	Brunauer-Emmett-Teller (BET)	---	یک آزمون تکمیلی جهت تایید سایر آزمون‌ها است و انجام آن منوط به نتیجه سایر آزمون‌ها می‌باشد.
۵	مورفولوژی	ادعای متقاضی	ISO 16700	میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)	پوشش دهی با طلا یا طلا/پالادیوم	حداقل ۳ بزرگنمایی و ۱۰ تصویر

۴-۱- در مواردی که مورفولوژی نانوشی‌ها با تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) قابل بررسی نباشد (مانند نانومیله و نانوصفحه)، از تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) جهت اثبات نوع مورفولوژی نانوشی‌ها استفاده می‌شود.

۴-۲- برای آن دسته از اکسیدهای سرامیکی که دارای چند نوع اکسید یا چند فاز بوده و تشخیص انواع آن‌ها با آنالیزهای ارائه شده در این دستورالعمل امکان‌پذیر نیست، انجام آزمون‌های تکمیلی جهت تعیین فاز الزامی می‌باشد.

۵. آزمون‌های مورد نیاز جهت پذیرش اولیه محصول:



جهت پذیرش اولیه محصول، ارائه حداقل یک آزمون نشان‌دهنده مقیاس ذرات و یک آزمون نشان‌دهنده ترکیب فازی نانوذرات توسط متقاضی الزامی است. پذیرش اولیه محصول بدون ارائه این دو آزمون امکان‌پذیر نمی‌باشد.

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

تبصره ۱: جهت پذیرش اولیه محصول، ارائه تصاویری حاصل از آزمون ردیف ۵ جدول ۱ که در آن اندازه ذرات قابل مشاهده و اندازه‌گیری باشد، به جای آزمون TEM نیز می‌تواند مورد قبول واقع شود.

تبصره ۲: در صورتی که مورفولوژی نانوشیء با میکروسکوپ الکترونی عبوری TEM قابل تشخیص نباشد (مانند نانومیله و نانوصفحه)، ارائه تصاویر حاصل از آزمون ردیف ۵ جدول ۱ ضروری می‌باشد.

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

تبصره ۳: جهت پذیرش اولیه محصول، ارائه نتایج حاصل از آزمون ردیف ۳ جدول ۱ که متناسب با ادعای متقاضی باشد، نیز به جای نتایج آزمون XRD می‌تواند مورد قبول واقع شود.

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.

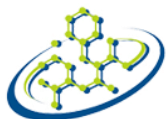
۲-۶- جهت انجام آزمون‌های جدول ۱، حداقل ۵ گرم از محصول تولیدشده نمونه‌برداری شود.

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.

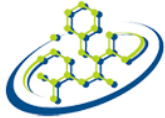
۲-۷- تمامی گزارش‌های بازرسی باید مطابق با فرم گزارش بازدید و نمونه‌برداری به شماره *IMP-SF-08* تهیه گردد.

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 اندازه‌گیری	نتیجه / مقدار	آزمون مربوطه	محدوده مجاز	ادعای متقاضی	توضیحات
ترکیب فازی نانوذرات	-	؟	XRD	-		
سایر فازها و ترکیبات	-	؟	XRD	-		فازهای موجود به تفکیک نام برده شود.
		؟				
		؟				
متوسط اندازه ذرات (بازه تغییرات)	nm	؟	TEM	-		
مورفولوژی ذرات	-	؟	TEM/FESEM	-		
میزان انبوه‌ای شدن (کیفی)		؟	TEM	-		
خلوص عنصری	%	؟	XRF	-		
سایر عناصر	%	؟	XRF	-		عناصر موجود به تفکیک نام برده شود.
		؟				
		؟				
سطح ویژه	m ² /g	؟	BET	-		در صورت نیاز
رنگ ظاهری	-	؟	بازرسی چشمی	-		
دانسیته	g/cm ³	؟	دانسیته‌سنجی	-		
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 16464**: ویژگیهای مواد - راهکاری برای تعیین ویژگیهای نانو اشیاء
- **ISIRI 12098**: نانوفناوری - واژهها- اصطلاحات و تعاریف اصلی