

موسسه خدمات فناوری تا بازار

## دستورالعمل بازرسی نانوشیءهای کربنی



واحد ارزیابی محصولات

# دستورالعمل بازرسی نانوشیءهای کربنی

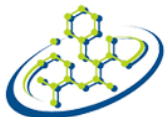
## The instruction for inspection of carbon nano-objects

تعداد صفحات: ۸

شماره بازنگری: ۰۱

کد مدرک: IMP-SW-13

سال ۱۳۹۵



موسسه خدمات فناوری تا بازار

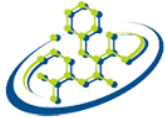
## دستورالعمل بازرسی نانوشی‌های کربنی



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

الف) نانولوله‌های کربنی تک جداره، دوجداره و چندجداره

ب) گرافن، اکسید گرافن، اکسید گرافن احیاء شده، گرافیت انبساط یافته

ج) فولرن

د) نانوالیاف کربنی

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

### ۲. اصطلاحات و تعاریف:

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

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).

۲-۳- نانوکلئید (Nanocolloid): کلئیدهای نانومقیاس که در آن نانوذرات درون فاز مایع پراکنده شده‌اند (بند ۳-۱- ۱۷ استاندارد ملی ایران به شماره ۲۱۲۵۸).

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 ۸۰۰۰۴-۲).

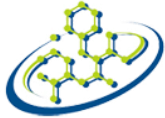
۲-۵- نانو لیف (Nanofibre): نانو شیئی با دو بعد خارجی در مقیاس نانو و بعد سوم که به طور قابل ملاحظه‌ای بزرگتر است. (بند ۴-۵ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).

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.

۲-۶- نانومیله (Nanorod): نانولیف توپر است. (بند ۲-۷ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).



۲-۷- نانوصفحه (Nanoplate): نانو شیئی با یک بعد خارجی در مقیاس نانو و دو بعد خارجی دیگر که به طور 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 به طور قابل ملاحظه‌ای با یکدیگر تفاوت داشته باشند (معمولاً بیشتر از سه برابر)، ممکن است اصطلاحاتی مانند نانولیف یا نانوصفحه بر نانوذره ترجیح داده شود.

۲-۸- 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 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 منتهی 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.

۲-۱۰- فولرن (Fullerene): مولکولی که تنها از تعداد زوج اتم‌های کربن ایجاد شده است و سامانه‌ای چند حلقه‌ای جوش خورده قفس مانند مسدود تشکیل می‌دهد. این سامانه شامل دوازده حلقه پنج عضوی و بقیه حلقه‌ها شش عضوی است (بند ۲-۵ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸).

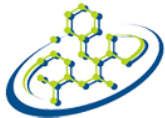
۲-۱۱- گرافن (Graphene): تک لایه کربن که در آن هر اتم به سه اتم همسایه در یک ساختار لانه زنبوری متصل شده است (بند ۲-۸ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸).

۲-۱۲- نانولوله کربنی (Carbon nanotube): نانولوله‌ای که از کربن تشکیل شده است (نانولوله‌ای از کربن) (بند ۲-۳۶ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸).

۲-۱۳- نانولوله کربنی چندجداره (Multi wall carbon nanotube-MWCNT): نانولوله کربنی تشکیل شده از ورق‌های گرافنی چندتایی که به طور هم‌مرکز درون هم قرار گرفته‌اند و فواصل بین لایه‌ای مشابه گرافیت دارند (بند ۲-۳۷ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸).

۲-۱۴- نانولوله کربنی دوجداره (Double wall carbon nanotube-DWCNT): نانولوله کربنی تشکیل شده از دو نانولوله کربنی تک جداره که به طور هم‌مرکز درون هم قرار گرفته‌اند (بند ۲-۳۸ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸).

۲-۱۵- نانولوله کربنی تک‌جداره (Single wall carbon nanotube-SWCNT): نانولوله کربن که از یک لایه گرافنی استوانه‌ای تشکیل شده است (بند ۲-۴۰ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸).



## 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 فرآیند پذیرش، پرونده در مرحله‌ی بازرسی قرار خواهد گرفت. فرآیند 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.

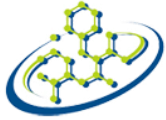
۳-۴- پس از انجام آزمون‌ها، نتایج آزمون‌ها توسط کارشناسان بازرسی صورت می‌گیرد.

## ۴. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصولات:

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

جدول ۱- آزمون‌های مورد نیاز جهت انجام بازرسی نانوشی‌های کربنی

ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	تجهیزات	روش آماده‌سازی نمونه	شرح
۱	مورفولوژی نانوشی‌ها	ادعای متقاضی	---	میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)	پراکندن در اتانول با التراسونیک و خشک کردن روی گرید	بصورت تصادفی حداقل از ۳ مکان مختلف و حداقل ۳ بزرگنمایی از هر مکان تصویر تهیه شود.
	ابعاد نانوشی‌ها	بند ۲-۱۴ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸	ISO 25498:2010 ASTM D5755			
۲	تعیین ماهیت بلوری و خلوص فازی	طبق ادعای متقاضی	EN 13925-1:2003	پراش پرتو ایکس (XRD)	---	محدوده زاویه‌ای نرمال (2θ بین ۱۰ تا ۹۰ درجه)
۳	بررسی عیوب ساختاری نانوشی‌ها	طبق ادعای متقاضی	---	طیف سنجی رامان (RS)	طبق نظر آزمایشگاه	---
۴	بررسی وجود کاتالیست	عدم وجود کاتالیست	ISO/NP TS 11308	ارزیابی وزن سنجی حرارتی (TGA)	---	به منظور بررسی وجود کاتالیست انجام یکی از دو روش ذکر شده کافی است
			---	ارزیابی تبدیل فوریه مادون قرمز (FT-IR)	---	



بصورت تصادفی حداقل از ۳ مکان مختلف و حداقل ۳ بزرگنمایی از هر مکان تصویر تهیه شود.	پوشش دهی با طلا یا طلا/پالادیوم	میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)	ISO 16700	ادعای متقاضی	مورفولوژی	۵
---	---------------------------------	--	-----------	--------------	-----------	---

۴-۱- آزمون ردیف ۴ برای دسته‌ای از نانوشی‌هایی کربنی انجام می‌شود که در فرایند تولید آن‌ها از کاتالیست استفاده شده و در پایان کاتالیست از آن زدوده می‌شود.

۴-۲- انجام آزمون ردیف ۵ جهت اثبات ادعای متقاضی مبنی بر جهت‌گیری انتخابی نانوشی‌های کربنی الزامی است.

#### ۵. آزمون‌های موردنیاز 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.

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

۵-۲- جهت پذیرش اولیه محصول، متقاضی باید آزمون ردیف ۳ جدول ۱ را جهت اثبات فاز ادعایی به واحد بررسی ارائه نماید.

#### ۶. نمونه‌برداری:

۶-۱- 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.

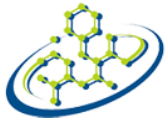
۶-۲- جهت انجام آزمون‌های جدول ۱، حداقل ۵ گرم از محصول تولیدشده نمونه‌برداری شود.

#### ۷. گزارش نهایی بازرسی:

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

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

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

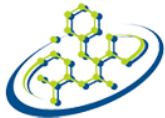


موسسه خدمات فناوری تا بازار

## دستورالعمل بازرسی نانوشی‌های کربنی



واحد ارزیابی محصولات

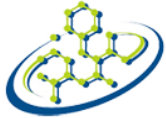


جدول ۲- برگه مشخصات فنی محصول

مشخصه	واحد اندازه‌گیری	نتیجه / مقدار	آزمون مربوطه	محدوده مجاز	ادعای متقاضی	توضیحات
ترکیب فازی نانو ذرات	-	؟	XRD	-		
سایر فازها و ترکیبات	-	؟	XRD	-		فازهای موجود به تفکیک نام برده شود.
		؟				
		؟				
متوسط اندازه ذرات (بازه تغییرات)	nm	= قطر/ضخامت	TEM	-		
		= طول				
مورفولوژی ذرات	-	؟	TEM/FESEM	-		
بررسی عیوب ساختاری نانوشی‌ها	-	$\frac{I_D}{I_G}$	RS			
بررسی وجود کاتالیست	%		TGA			درصد وزن باقی مانده گزارش شود
			FT-IR	-		پیک‌های ناخالصی گزارش شود
رنگ ظاهری	-	؟	بازرسی چشمی	-		
دانسیتته	g/cm <sup>3</sup>	؟	دانسیتته‌سنجی	-		
ظرفیت تولید	کیلوگرم در روز	؟	بر طبق نظر کارشناس	-		

۸. منابع:





موسسه خدمات فناوری تا بازار

## دستورالعمل بازرسی نانوشیءهای کربنی



واحد ارزیابی محصولات

- **ISO/TS 12805:2011** - Nanotechnologies - Materials specifications - Guidance on specifying nano-objects
- **ISO/TS 80004-3:2010** - Nanotechnologies - Vocabulary - Part 3: Carbon nano-objects
- **ISIRI 16464**: ویژگی های مواد - راهکاری برای تعیین ویژگی های نانوشیء
- **ISIRI 12098**: نانوفناوری - واژه ها - اصطلاحات و تعاریف اصلی