

موسسه خدمات فناوری تا بازار

## دستورالعمل بازرسی نانوکلوئیدها



واحد ارزیابی محصولات

# دستورالعمل بازرسی نانوکلوئیدها

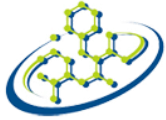
## The instruction for inspection of nanocolloids

تعداد صفحات: ۸

شماره بازنگری: ۰۱

کد مدرک: IMP-SW-11

سال ۱۳۹۴



موسسه خدمات فناوری تا بازار

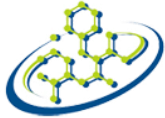
## دستورالعمل بازرسی نانوکلوئیدها



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

الف) نانوکلوئیدهای فلزی مانند: نقره (Ag)، طلا (Au)

ب) نانوکلوئیدهای سرامیکی مانند: دی‌اکسید سیلیسیم (سیلیکا) ( $\text{SiO}_2$ )، اکسید سریم ( $\text{CeO}_2$ )، اکسید آهن ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )، دی‌اکسید تیتانیم (تیتانیا) ( $\text{TiO}_2$ )

لازم به ذکر است مابقی محصولات مشابه که در این لیست 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- نانوکلوئید (Nanocolloid): کلوئیدهای 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).

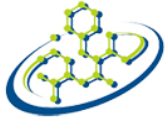
یادآوری ۱- بزرگترین بعد خارجی لزوماً در مقیاس نانو نیست.

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 به‌طور قابل ملاحظه‌ای بزرگ‌ترند. (بند ۴-۶ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).



**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 نانو ذره 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 تک تک 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 تک تک 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- پایداری کلوئید (Colloidal stability):** توانایی یک کلوئید برای حفظ خواص اولیه پراکندگی و مقاومت در برابر تغییرات در طول زمان را پایداری کلوئید می‌نامند (بند ۲-۶ استاندارد ایزو ۱۳۰۹۷).

### ۳. روش اجرا:

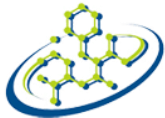
مراحل کار در رابطه با این دستورالعمل شامل ارائه مدارک اولیه توسط متقاضی، فرآیند بازدید و نمونه‌برداری، انجام آزمون بر روی نمونه‌های مورد نظر و ارائه گزارش تحلیل نتایج آزمون‌ها است.

**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.



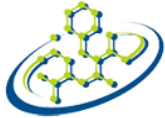
## ۴. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصولات:

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

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

جدول ۱- آزمون‌های موردنیاز جهت انجام بازرسی نانوکلوئیدها

ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	تجهیزات	روش آماده‌سازی نمونه	شرح
۱	مورفولوژی نانوذرات	ادعای متقاضی		میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)	رقیق کردن با پایه محصول و التراسونیک	حداقل ۳ بزرگنمایی و ۱۰ تصویر
	ابعاد نانوذرات	بند ۲-۳ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸	ISO 25498:2010 ASTM D5755			
	میزان کلوخه‌ای شدن	عدم کلوخه‌ای شدن	ISO 13321-1			
۲	توزیع اندازه ذرات	اندازه ذرات در نمودار توزیع برحسب تعداد: بین ۱ تا ۱۰۰ نانومتر		تفرق نور پویا (DLS)	رقیق کردن با پایه محصول و بدون التراسونیک	هر سه نمودار تعداد، شدت و حجم گزارش شود.
	پایداری (پتانسیل زتا)	$> \pm 30 \text{ mV}$	ISO 22412			
۳	تعیین فاز بلوری و خلوص فازی ذرات	ادعای متقاضی	EN 13925-1:2003	پراش پرتو ایکس (XRD)	خشک کردن در دمای $60^\circ \text{C}$	در بازه زاویه‌ای نرمال 2θ (بین ۱۰ تا ۹۰ درجه)، حضور فاز $\text{NaNO}_3$ در تولید به روش‌های شیمیایی بلامانع است
۴	غلظت کلوئید	ادعای متقاضی	ISO 26845:2008	طیف‌سنجی جذب اتمی (AAS) و یا طیف‌سنجی نشر اتمی به روش پلاسمای جفت‌شده القایی (ICP-AES)	هضم نمونه (مطابق دستورالعمل آزمایشگاه)	وزن‌سنجی
۵	مورفولوژی	ادعای متقاضی	ISO 16700	میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)	طلا/پالادیوم	حداقل ۳ بزرگنمایی و ۱۰ تصویر



### 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.

۱-۵- متقاضی باید حداقل یکی از آزمون‌های ردیف ۱ یا ۲ 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 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 ۳ جدول ۱ را جهت اثبات فاز کریستالی یا آمورف ارائه نماید.

تبصره ۳: جهت پذیرش اولیه محصول ارائه نتایج آزمون UV-Vis به جای آزمون XRD نیز 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، با توجه به غلظت نانوشیء در محصول نهایی، مقدار ۱۰۰ تا ۵۰۰ میلی‌لیتر از محصول تولیدشده نمونه‌برداری شود.

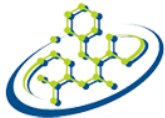
۳-۶- فرآیند تولید در مورد غیرفعال کردن عوامل احیاکننده فعال، به‌طور دقیق مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

### 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.

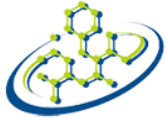
۲-۷- تمامی گزارش‌های بازرسی باید مطابق با فرم گزارش بازدید و نمونه‌برداری به شماره *IMP-SF-08* تهیه گردد.

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
تعیین فاز نانوذرات	-	؟	XRD	-		
سایر فازها و ترکیبات	-	؟	XRD	-		فازهای موجود به تفکیک نام برده شود.
		؟				
		؟				
نوع فاز زمینه	-	؟	خوداظهاری	-		
غلظت نانوذرات پخش شده	ppm	؟	ICP یا AAS	-		
متوسط اندازه ذرات (بازه تغییرات)	nm	؟	TEM	-		
		؟	DLS	-		
مورفولوژی ذرات	-	؟	TEM/FESEM	-		
ضریب پراکندگی	-	؟	DLS	-		در صورت وجود اطلاعات
میزان کلوخه‌ای شدن (کیفی)		؟	TEM	-		
خلوص عنصری	%	؟	ICP	= > ۹۰%		در صورت وجود اطلاعات
سایر ترکیبات	%	؟	ICP	-		برای فازهای مختلف به تفکیک آورده شود.
		؟		-		
		؟		-		
پتانسیل زتا	mV	؟	DLS	-		در صورت وجود اطلاعات
رنگ ظاهری	-	؟	بازرسی چشمی	-		
ویسکوزیته	P	؟	Rheometer	-		در صورت وجود اطلاعات
اسیدیته محصول	-	؟	با کاغذ ترنوسل	-		در صورت وجود اطلاعات
دانسیته	g/cm <sup>3</sup>	؟	دانسیته سنجی	-		
ظرفیت تولید	لیتر در روز	؟	خوداظهاری	-		



### 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
- **ISO/TR 13097:2013** - Guidelines for the characterization of dispersion stability

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

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