



رئاست جمهوری
معاونت علمی، فناوری و اقتصاد دانش بنیان
سازمان فناوری های نانو

گزارش تجمیعی استانداردهای ملی مشخصه یابی و اندازه گیری نانومواد



گزارش تجمیعی استانداردهای ملی مشخصه‌یابی و اندازه‌گیری نانومواد

ستاد توسعه فناوری های نانو و میکرو گروه استاندارد و ایمنی فناوری نانو

www.nanostandard.ir

پایگاه اینترنتی

۰۲۱۶۳۱۰۰

تلفن

nanosafety@nano.ir

پست الکترونیک

IranNationalStandardCommittee

لینکدین

گردآوری و نظارت گروه استاندارد و ایمنی ستاد نانو

دکتر صدیقه صادق حسینی

دکتر افسانه آزاده لیجاهی

با همکاری

سال انتشار

۱۴۰۳

فهرست مطالب

۱	مقدمه	۱
۱	نانومقیاس	۱
۵	بررسی انواع روش‌ها	۳
۵	۱.۳ میکروسکوپ نیروی اتمی	۳
۶	۲.۳ میکروسکوپ الکترونی عبوری	۳
۷	۳.۳ میکروسکوپ الکترونی روبشی	۳
۸	۴.۳ طیف‌سنجی رامان	۳
۹	۵.۳ طیف‌سنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی	۳
۱۰	۶.۳ آنالیز گرمای سنجی	۳
۱۱	۷.۳ مساحت سطح ویژه با استفاده از روش جذب سطحی گاز	۳
۱۲	نتیجه‌گیری	۴
۱۳	جداول پیوست	۵
۱۹	کتابنامه	۶

۱ مقدمه

این گزارش، با استفاده از استانداردهای تدوین‌شده در حوزه فناوری نانو، روش‌های مشخصه‌یابی نانوماده را معرفی می‌کند. هدف از تهیه این گزارش، ایجاد یک زبان مشترک و روش‌های یکسان برای توصیف و اندازه‌گیری خواص نانوماده است تا ارتباط موثر بین پژوهشگران، صنایع و سایر ذینفعان در این حوزه تسهیل شود.

تعیین مشخصات فیزیکی:

اندازه ذرات، توزیع اندازه، شکل، ریخت‌شناسی، سطح ویژه، تخلخل و...

تعیین مشخصات شیمیایی:

ترکیب شیمیایی، خلوص، گروه‌های عاملی، پیوندهای شیمیایی و...

دامنه کاربرد گزارش

۲ نانومقیاس

نانوماده به ماده‌ای گفته می‌شود که هر بعد خارجی (ساختار سطحی)، یا ساختار داخلی آن در محدوده نانومقیاس باشد. یک نانومتر یک میلیاردم متر است و بسیار کوچک‌تر از ابعاد قابل مشاهده با چشم غیرمسلح است. به عبارت دیگر، نانوماده در مقیاس اتمی و مولکولی قرار دارند. این ابعاد بسیار کوچک، خواص فیزیکی، شیمیایی و زیستی ویژه‌ای به نانوماده می‌بخشد که آن‌ها را از مواد در مقیاس بزرگ متمایز می‌کند. این خواص منحصر به فرد، کاربردهای گسترده‌ای را برای نانوماده در صنایع مختلف، از جمله پزشکی، الکترونیک، انرژی و محیط زیست فراهم کرده است.

وقتی ابعاد مواد به مقیاس نانو می‌رسد، خواص فیزیکی و شیمیایی آن‌ها به طور قابل توجهی تغییر می‌کند. این تغییرات به دلیل افزایش نسبت سطح به حجم در مقیاس نانو رخ می‌دهد. به عنوان مثال، نانوذرات نسبت به مواد توده، واکنش‌پذیری بسیار بالاتری دارند. به طور کلی نانواشیاء به سه دسته نانولیف، نانوذره و نانوصفحه تقسیم می‌شوند (شکل ۱).



در ارزیابی نانومواد، تعیین مشخصات فیزیکی-شیمیایی نانومواد از اهمیت بالایی برخوردار است. برای تعیین یک خاصیت مورد نظر، اندازه گیری با استفاده از روش های مختلف انجام شود تا مشخصات فیزیکی و شیمیایی مواد تعیین شود و براساس نتایج حاصل از اندازه گیری های مختلف، قابلیت ارزیابی نانومواد حاصل می شود. در جدول های ۱ و ۲، روش های متداول اندازه گیری برای خواص مختلف نشان داده شده است.

جدول ۱ خاصیت شیمیایی مورد نظر و روش های اصلی متداول اندازه گیری

روش های اصلی متداول			خاصیت	تعیین مشخصات شیمیایی
اختصار	عناوین انگلیسی	عناوین فارسی		
-	Raman Spectroscopy	طیف سنجی رامان	شیمی سطح	
SIMS	Secondary-Ion Mass Spectrometry	طیف سنجی جرمی یون ثانویه		
XPS	X-Ray Photoelectron Spectroscopy	طیف سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس		
EDX	Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy	طیف سنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی	شیمی توده	
ICP-MS	Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry	طیف سنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی		
NMR	Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy	طیف سنجی تشدید مغناطیسی هسته		

در این استاندارد دو واژه Spectrometry و Spectroscopy هر دو طیف سنجی در نظر گرفته شده اند.
منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴

خاصیت فیزیکی مورد نظر و روش های اصلی متداول اندازه گیری

جدول ۲

روش های اصلی متداول			خاصیت
اختصار	عناوین انگلیسی	عناوین فارسی	اندازه
CLS	Centrifugal liquid sedimentation	ته نشینی مرکزگریز مایع	
AFM	Atomic-Force Microscopy	میکروسکوپی نیروی اتمی	
DMAS	Differential Mobility Analyzing System	سامانه آنالیز تحرک دیفرانسیلی	
DLS	Dynamic Light Scattering	پراکندگی پویای نور	
PTA	Particle Tracking Analysis	آنالیز ردیابی ذرات	
SEM	Scanning Electron Microscopy	میکروسکوپی الکترونی روبشی	
SAXS	Small-Angle X-Ray Scattering	پراکندگی پرتو ایکس زاویه کوچک	
TEM	Transmission Electron Microscopy	میکروسکوپی الکترونی عبوری	شکل
AFM	Atomic-Force Microscopy	میکروسکوپی نیروی اتمی	
SEM	Scanning Electron Microscopy	میکروسکوپی الکترونی روبشی	
TEM	Transmission Electron Microscopy	میکروسکوپی الکترونی عبوری	
BET	Brauer-Emmett-Teller	روش بروئر-امت-تالر	سطح ویژه
SAED	Selected Area Electron Diffraction	پراش الکترون ناحیه انتخاب شده	بلورینگی
XRD	X-Ray Diffraction	پراش پرتو ایکس	
-	Electrophoretic Mobility	پتانسیل الکتروسینتیک در تعلیقه ها	تحرک الکتروکوچی

تعیین
مشخصات
فیزیکی

منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴

در بین روش‌های مختلف ذکر شده، بعضی از روش‌ها، برای تعیین چند ویژگی به‌طور همزمان قابل استفاده هستند و برای مطالعه دقیق نانوماده لازم است از چند دستگاه به‌طور همزمان استفاده کرد. روش‌های اصلی و معمول اندازه‌گیری مشخصات فیزیکی و شیمیایی و کاربرد آنها در جدول ۳ نشان داده شده است.

جدول ۳ روش‌های اصلی متداول اندازه‌گیری مشخصات فیزیکی و شیمیایی و کاربرد آنها

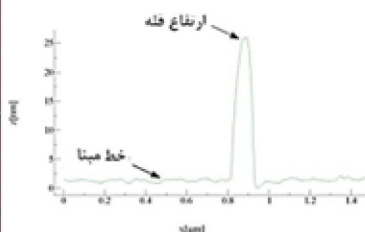
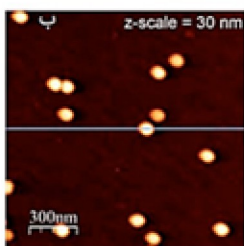
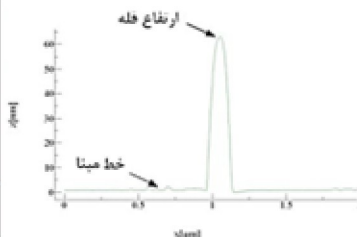
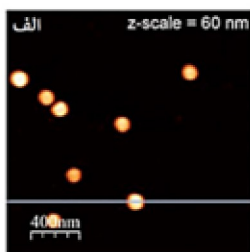
کاربرد	روش	تعیین مشخصات فیزیکی
تصویربرداری از سطح و تهیه تصاویری با وضوح بالا از سطح و ساختار داخلی نانوذرات و مشاهده مستقیم ساختار داخلی نانوماده با وضوح بسیار بالا	میکروسکوپ الکترونی عبوری	
تصویربرداری از سطح و مشاهده سطح نانو ماده با بزرگنمایی بالا	میکروسکوپ الکترونی روبشی	
اندازه‌گیری ذرات منفرد، زبری سطح و خواص مکانیکی نانو ماده	میکروسکوپ نیروی اتمی	
تعیین ساختار بلوری نانو ماده	پراش پرتو ایکس	
اندازه‌گیری اندازه ذرات نانوماده در محلول و توزیع اندازه آنها	پراکندگی پویای نور	
اندازه‌گیری بار سطحی ذرات و پیش‌بینی پایداری سوسپانسیون‌های نانوذرات	پتانسیل زتا	
برای شمارش ذرات	آنالیز ردیابی ذرات	
جداسازی ذرات بر اساس اندازه	ته‌نشینی مرکزگریز مایع	
تعیین ساختار بلوری مناطق کوچک	پراش الکترون ناحیه انتخاب شده	
اندازه‌گیری سطح ویژه مواد متخلخل	روش برونر-امت-تالر	تعیین مشخصات شیمیایی
شناسایی گروه‌های عاملی و پیوندهای شیمیایی در نانو ماده	طیف‌سنجی فروسرخ	
اندازه‌گیری غلظت عناصر فلزی در نانو ماده	طیف‌سنجی جذب اتمی	
آنالیز عنصری سطح	طیف‌سنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی	
برای آنالیز شیمیایی سطحی و تعیین حالت اکسیداسیون عناصر	طیف‌سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس	
برای آنالیز لایه‌های سطحی	طیف‌سنجی جرمی یون ثانویه	
آنالیز عنصری در محلول	طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی	

در این قسمت، تعدادی از روش‌های آنالیز با جزئیات بیشتری معرفی و نمونه‌ای از تصاویر و نمودارها نشان داده شده‌است.

۳ بررسی انواع روش ها

۱.۳ میکروسکوپ نیروی اتمی

میکروسکوپ نیروی اتمی ابزار بسیار قدرتمندی است که امکان مطالعه سطوح مواد را با جزئیات بسیار ریز و در مقیاس نانو فراهم می‌کند. این میکروسکوپ از یک تیرک با یک سوزن تیز برای روبش سطح نمونه استفاده می‌کند. تیرک از یک سر به یک عملکرد جابجایی پیزوالکتریک متصل شده که به وسیله AFM کنترل می‌شود. در سمت دیگر تیرک، سوزن قرار دارد که با سطح برهم‌کنش دارد. در فاصله بسیار نزدیک از سطح، پروب نیرویی (جاذبه یا دافعه) را دریافت می‌کند که نتیجه برهم‌کنش با سطح است و یک گشتاور خمشی را به تیرک تحمیل می‌کند. در پاسخ به این گشتاور، تیرک منحرف می‌شود و این انحراف با استفاده از انعکاس پرتو لیزری که از سطح آینه‌ای پشت تیرک به دیود نوری چند قسمتی می‌رسد، اندازه‌گیری می‌شود. انحراف تیرک به وسیله خروجی تقاضی (تفاوت در پاسخ بخش‌های بالایی و پائینی) دیود نوری چند قسمتی اندازه‌گیری می‌شود. در شکل ۲، تصویر ذرات تهیه شده با میکروسکوپ نیروی اتمی نشان داده شده است. در تصاویر سمت چپ شکل ۲ (الف) و (ب)، به ترتیب نمای سه بعدی از سطح یک نمونه با مقیاس ارتفاع ۶۰ نانومتر و ۳۰ نانومتر نشان داده شده است. در این نمونه‌ها، ذرات کروی شکل روی سطح قرار دارند. تصاویر سمت راست شکل ۲، برش مقطعی یکی از نانو ذرات تصویر سمت چپ را نشان می‌دهند. محور افقی فاصله را بر حسب نانومتر و محور عمودی ارتفاع را بر حسب نانومتر نشان می‌دهد. خط پایه، میانگین ارتفاع سطح نمونه در اطراف نانو ذره است. با اندازه‌گیری فاصله بین خط پایه و ارتفاع پیک، می‌توان ارتفاع دقیق نانو ذره را تعیین کرد.

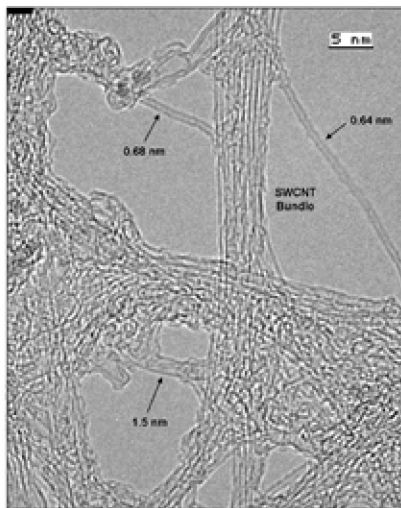


شکل ۲ تصویر میکروسکوپ نیروی اتمی نانو ذرات طلا ۶۰ نانومتر

منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۶۰۳

۲.۳ میکروسکوپ الکترونی عبوری

در میکروسکوپ الکترونی عبوری، یک باریکه پراثری از الکترون‌ها از یک نمونه شفاف الکترونی نازک در یک محیط خلا بالا عبور داده می‌شود. بخشی از الکترون‌ها از نمونه عبور می‌کنند. الکترون‌های عبوری به کمک یک سری عدسی‌های الکترونی متمرکز شده و تصویر ایجاد می‌شود. از این روش می‌توان برای تعیین اندازه جانبی و تعداد لایه‌ها در نمونه استفاده کرد. شکل ۳ تصویری از نانولوله کربنی تهیه‌شده به وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری را نشان می‌دهد. ساختارهای استوانه‌ای که در تصویر مشاهده می‌شوند، نانولوله‌های کربنی هستند. نانولوله‌ها اغلب با نیروهای بین مولکولی ضعیف بین آن‌ها به صورت دسته‌هایی در کنار هم قرار می‌گیرند. اعداد مشخص شده روی تصویر (۰/۶۴ نانومتر، ۰/۶۸ نانومتر و ۱/۵ نانومتر) به قطرهای مختلف نانولوله‌ها اشاره دارند. این اعداد نشان می‌دهند که نانولوله‌ها در این نمونه دارای قطرهای متفاوتی هستند.



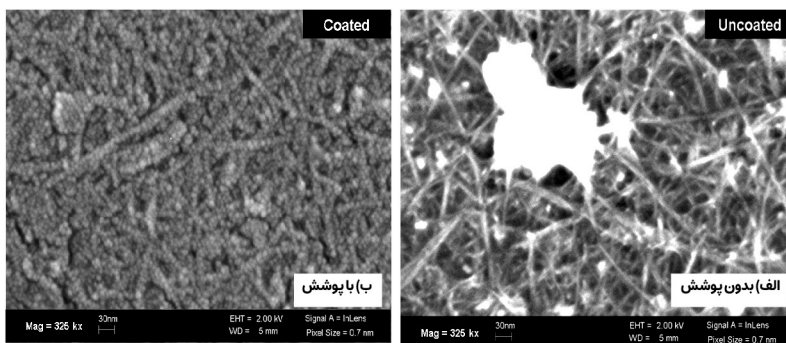
شکل ۳ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نانولوله کربنی تک‌دیواره

منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۰۹۵

۳.۳ میکروسکوپ الکترونی روبشی

با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی، روبش سطح نمونه به وسیله پرتو الکترونی انجام و تصاویر بزرگنمایی شده تولید می شود. آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی به منظور تمایز و تشخیص تفاوت های مشخصه های تصویری و ریخت شناسی نانولوله های کربنی تک دیواره از دیگر شکل های کربن و ناخالصی ها استفاده می شود ولی یک دستگاه SEM معمولی قابلیت تفکیک نانولوله های کربنی تک دیواره با وضوح بالا را ندارد. برای مواردی که نیاز به دقت و وضوح بیشتر وجود دارد، میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) مناسب تر است. میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی، باریکه الکترونی با قطر کمتر از باریکه الکترونی SEM معمولی تولید می کند و بزرگنمایی و وضوح بیشتری بدست می آید. در این نوع میکروسکوپ، مواد نارسانا را می توان بدون اعمال پوشش رسانی از طریق استفاده از ولتاژهای شتاب دهنده کم، تصویربرداری کرد.

شکل ۴ (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه های نانولوله های کربنی تک دیواره را روی زمینه نگهدارنده نمونه، بدون اعمال پوشش رسانی نشان می دهد. نقطه های روشن در میکروگراف مربوط به عایق هستند که در اثر پرتو الکترون باردار شده است. این نقطه های روشن احتمالاً به علت وجود کاتالیست باقیمانده و یا عامل پخش کننده ذرات در سطح است. در تصویر (ب) همان نانولوله کربنی تک دیواره است که درشت شدن نانولوله را در اثر پوشش کندوپاشی با پالادیوم / طلا نشان می دهد.



شکل ۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی با قدرت تفکیک بالا از

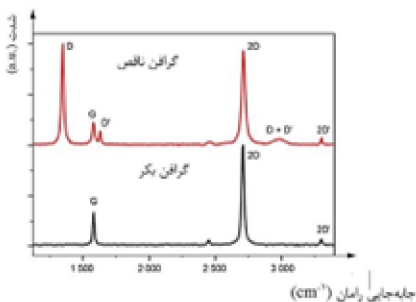
نانولوله کربنی (الف) بدون پوشش و (ب) با پوشش طلا/پلاتین

منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۰۹۵

۴.۳ طیف‌سنجی رامان

طیف‌سنجی رامان، روشی قدرتمند برای شناسایی مواد و بررسی ساختار مولکولی آن‌ها است که در آن از اثر رامان برای بررسی ترازهای انرژی مولکولی استفاده می‌شود. در این روش طیف‌سنجی، به کمک تابش گسیل شده از یک نمونه تحت تابندگی با تابش تک‌فام، مشخصه‌یابی نمونه بر اساس کاهش یا افزایش انرژی ناشی از برانگیختگی چرخشی، ارتعاشی یا فونونی انجام می‌شود و نمونه‌های جامد، مایع یا تعلیق آنالیز می‌شوند. آنالیز رامان برای بررسی خواص گرافن (واحد سازنده بسیاری از نانومواد کربنی) و مواد دوبعدی از جمله تعیین تعداد لایه‌ها، نقص بلوری، رسانایی گرمایی، غلظت بار (سطح دوپ‌کردن) و غیره به کار می‌رود.

تفسیر طیف رامان، با استفاده از باندهای D ، D' ، G ، $2D$ و $D+D'$ انجام می‌شود و سطح نقص در پودر گرافن هم با استفاده از نسبت شدت بین باند $D+D'$ و باند $2D$ ، $ID+D'/ID$ مشخص می‌شود. یکی از مفیدترین روش‌های ارزشیابی سطح نقص در گرافن، طیف‌سنجی رامان است که به ساختار نمونه‌ها حساس می‌باشد. این روش، کارآمد، غیرتماسی و به خوبی قابل درک است. حالت نقص و حالت‌های مرزی مواد گرافن بکر (دست‌نخورده)، باعث القاء مجموعه‌ای از فرآیندهای پراکندگی رامان می‌شود. برخی از فرآیندهای پراکندگی، فقط با حالت‌های نقصی که برای تحلیل سطح نقص در پودر گرافن استفاده شده‌اند، مرتبط هستند. معمولاً نقص‌ها در فیلم‌های گرافنی با نسبت شدت دو نوار اصلی، نوار D و نوار G ، در طیف‌های رامان (با نماد ID/IG) مشخصه‌یابی می‌شوند. نوار $D+D'$ فقط مربوط به نقص‌ها در پودر گرافن است، اما به لبه‌ها و حالت‌های مرزی مربوط نیست. بنابراین، به منظور مشخصه‌یابی سطح نقص در پودر گرافن، نسبت شدت نوارهای $D+D'$ و $2D$ (با نماد $ID+D'/ID$) به عنوان یک پارامتر مرتبط‌تر مطرح می‌شود. شکل ۵ نمونه‌ای از طیف رامان گرافن دارای نقص (طیف بالایی شکل ۵) و گرافن دست‌نخورده (طیف پایینی شکل ۵) است.

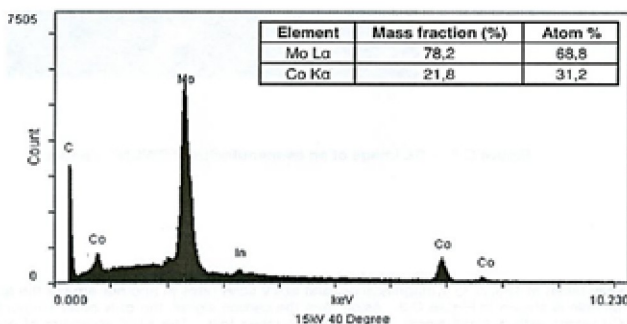


شکل ۵ طیف رامان گرافن دارای نقص (بالا) و گرافن دست‌نخورده (پایین)

منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایران شماره ۱۴-۶-۱۹۷۵۸

۵.۳ طیف سنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی

طیف سنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی، نوعی طیف سنجی پرتو ایکس است که در آن انرژی تک تک فوتون‌ها اندازه گیری می‌شود و توزیع پرتو ایکس برحسب انرژی را به صورت یک بافت نگاشت^۱ (هیستوگرام) رقمی نشان می‌دهد. این طیف سنجی برای تعیین اجزای تشکیل دهنده عنصری که با میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد آزمون قرار گرفته‌اند، استفاده می‌شود. شکل ۶ حاوی نتایج آنالیز EDX یک نمونه است. کنار سیگنال کربن، عناصر مولیبدن و کبالت نیز شناسایی شده‌اند (علاوه بر سیگنال کوچک مربوط به ورق ایندیوم که نمونه روی آن قرار گرفته است). همان طور که در شکل ۶ مشخص است، سیگنال مولیبدن و کبالت نسبتاً بزرگتر از سیگنال کربن است. آنالیز EDX باید در محدوده مناسبی از روبش انجام شود به طوری که متوسط مقدار اجزای تشکیل دهنده نمونه به دست آید. جدول بالای شکل ۶، نشان دهنده خلاصه‌ای از داده‌های آنالیز نیمه کمی EDX می‌باشد که در آن به کسرهای جرمی و درصد اتمی عناصر شناسایی شده اشاره شده است (گوشه سمت راست جدول معرف آنالیز نیمه کمی عناصر کاتالیست روی نانولوله کربنی می‌باشد (به جز کربن که از دیواره‌های نانولوله کربنی ایجاد شده است).



شکل ۶ طیف تهیه شده از طیف سنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی کاتالیست روی نانولوله کربنی،

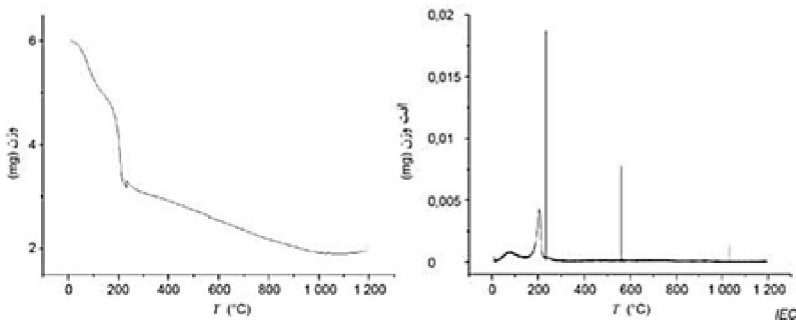
گوشه سمت راست جدول فقط آنالیز نیمه کمی عناصر کاتالیست روی نانولوله کربنی

(به جز کربن که از دیواره‌های نانولوله کربنی ایجاد شده است).

منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۰۹۵

۶.۳ آنالیز گرموزن سنجی

آنالیز گرموزن سنجی روشی است که با استفاده از آن، تغییرات وزن نمونه برحسب دما با اعمال یک برنامه دمایی کنترل شده، اندازه گیری می شود. همچنین سینتیک واکنش مربوط به تجزیه ساختاری، اکسیداسیون، خوردگی، رطوبت، جذب/دفع و آزاد شدن گاز به کمک این روش قابل ارزیابی است. آنالیز گرموزن سنجی نیازمند اندازه گیری دقیق وزن، دما و تغییرات دما می باشد. کاهش وزن ماده در اثر افزایش دما، خاصیت ذاتی اجزای تشکیل دهنده ماده است. ارتباط کاهش وزن با افزایش دما در نتیجه از دست دادن رطوبت جذب شده، باقیمانده های حلال، نیمه عمر محدود شیمیایی و یا تجزیه محصول می باشد. با استفاده از آنالیز گرموزن سنجی، مقدار ناخالصی های غیرفلزات موجود در نمونه (مانند ذرات کاتالیست فلزی)، تعیین می شود. این روش همچنین برای تعیین پایداری گرمایی (معیاری برای نوع یا انواع کربن موجود) مناسب است. آنالیز گرموزن سنجی به تنهایی نمی تواند کسر نسبی محصولات کربنی در ماده را تعیین کند. بنابراین اطلاعات به دست آمده با این روش را می توان به صورت تکمیلی همراه با اطلاعات به دست آمده از دیگر روش های آنالیز استفاده نمود. به عنوان مثال، با این روش می توان خلوص و ارزیابی کیفی نمونه ای که حاوی نانولوله کربنی تک دیواره است را تعیین نمود. آنالیز گرموزن سنجی به تنهایی نمی تواند مواد فرار را شناسایی کند، اما اگر اطلاعات حاصل از دیگر تجهیزات آنالیزی مانند طیف سنج جرمی یا طیف سنج فروسرخ به این دستگاه اضافه شود، شناسایی مواد فرار امکان پذیر است. شکل ۷، نمودار رسم شده وزن برحسب دما را در اندازه گیری FTIR-TGA نشان می دهد که از آن می توان نقاط دمای کاهش وزن مشخص را در مقادیر 75°C ، 200°C ، 233°C ، 57°C و 1000°C تعیین کرد.



شکل ۷ منحنی افت وزن (چپ) به دست آمده از اندازه گیری TGA-FTIR و متناظر منحنی

تفاضلی وزن از دست رفته (راست)

منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایران شماره ۱۸-۶-۱۹۷۵۸

۷.۳ مساحت سطح ویژه با استفاده از روش جذب سطحی گاز

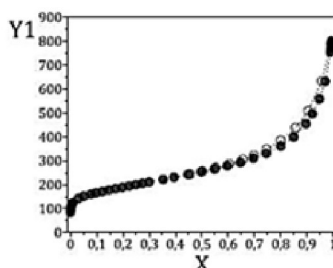
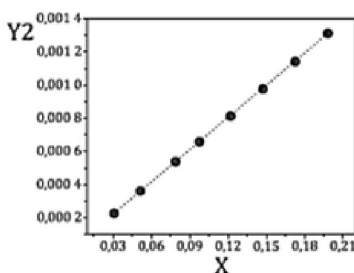
این روش برای اندازه گیری مساحت سطح ویژه پودرهای خشک با استفاده از روش BET (برونر- ایامت- تالر) استفاده می شود و سطح قابل دسترس در واحد جرم نمونه با استفاده از آن تعیین می شود. هنگامی که کلوخگی یا انبوهش رخ داده است، مساحت سطح ویژه مربوط به ذرات اولیه نبوده و برای کلوخه یا انبوهه خواهد بود.

در طول آزمایش، نمونه گاززدایی شده موجود در یک محفظه تخلیه شده تا دمای زم زایشی (۷۷ K یا ۸۷ K) خنک می شود و در فشارهای دقیقاً کنترل شده در معرض گاز نیتروژن و یا آرگون قرار می گیرد. با افزایش فشار، تعداد مولکول های گاز جذب شده روی سطح افزایش می یابد و فشار تعادل (P) با فشار اشباع (P₀) مقایسه می شود و فشار نسبی آن ها (P/P₀) همرا با مقدار گاز جذب شده به وسیله نمونه در هر فشار ثبت می شود. به طور معمول، مقدار گاز بر جذب شده در دما و فشار استاندارد (STP) گزارش می شود. برای نمونه های با سطح کم (مثلاً کمتر از ۱ m²/g)، حساسیت دستگاه اغلب کافی نیست و توصیه می شود در این موارد از گاز کریپتون در دمای نیتروژن مایع به جای آن استفاده شود.

فشار جزئی مورد استفاده برای تعیین مساحت سطح ویژه BET، به طور معمول در محدوده P/P₀ ۰/۰۵ تا P/P₀ ۰/۳ است، اما برای کربن های گرافیتی محدوده می تواند کمتر باشد (به عنوان مثال P/P₀ ۰/۰۱ تا P/P₀ ۰/۲۵).

در اندازه گیری معمول BET، شرایط گاززدایی، دمای آنالیز و گاز مورد استفاده، محدوده خطی بودن نمودار BET، مقادیر سطح مقطع عرضی گاز و جرم نمونه مورد توجه است.

مثالی از همدمایی جذب نیتروژن در ۷۷ K روی کربن گرافیتی در شکل ۸ (الف) نشان داده شده است که مساحت سطح BET برابر با ۶۷۱ m²/g، حجم تک لایه برابر با ۱۵۴ cm³/g در شرایط STP محاسبه شده است.



الف- همدمای جذب نیتروژن برای مواد گرافیتی با مساحت سطح بالا ب- نمودار BET با برازش خطی

راهنما X فشار نسبی P/P₀ Y1 مقدار بر جذب شده بر حسب cm³/g در شرایط STP Y2 1/[V(P₀/P-1)]

شکل ۸ نمونه هایی از همدمایی جذب نیتروژن برای مواد گرافیتی با مساحت سطح بالا

(نمادهای توخالی، نشان دهنده واجذب است) و نمودار BET با برازش خطی

منبع: برگرفته شده از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۲۳۱۱۱

نتیجه‌گیری

مشخصه‌یابی نانوماده فرایندی است که طی آن، خواص فیزیکی و شیمیایی در مقیاس نانو اندازه‌گیری و تحلیل می‌شود. این فرایند از اهمیت بسیار بالایی برخوردار است. اطلاعات متفاوتی نظیر اندازه، شکل ذرات، توزیع اندازه ذرات، ساختار بلوری، خواص سطح و ترکیب شیمیایی را می‌توان از طریق مشخصه‌یابی فیزیکی و شیمیایی به‌دست آورد.

روش‌های مختلفی برای مشخصه‌یابی نانومواد وجود دارند که هر کدام برای اندازه‌گیری ویژگی خاصی مناسب هستند. برخی از مهم‌ترین روش‌های اصلی متداول تعیین مشخصات فیزیکی و شیمیایی که در استانداردهای ملی بررسی شده‌اند، در جداول پیوست ۱ و ۲ نشان داده شده است.

استفاده از استانداردهای ملی در فرآیند مشخصه‌یابی نانومواد، نقش بسزایی در افزایش دقت و صحت نتایج حاصل از این آزمون‌ها دارد. این استانداردها، امکان مقایسه نتایج تحقیقات مختلف و تسهیل تبادل اطلاعات بین محققین و صنایع را فراهم می‌آورند. به عبارت دیگر، با بهره‌گیری از استانداردهای ملی، می‌توان به درک عمیق‌تری از خواص و کاربردهای مواد نانومتری دست‌یافت و از این دانش در جهت توسعه فناوری‌های نوین استفاده کرد.

با توجه به اهمیت این موضوع، گزارش حاضر به بررسی مشخصه‌یابی نانوذرات بر اساس استانداردهای ملی موجود پرداخته است. با این حال، همان‌طور که در استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۴۶۴ به آن اشاره شده است، در برخی موارد، استانداردهای اختصاصی برای مشخصه‌یابی انواع مختلف نانومواد هنوز تدوین نشده است. لذا، در این موارد، ضرورت دارد تا از استانداردهای کلی و روش‌های آزمون معتبر موجود بهره گرفته شود تا اطمینان حاصل شود که نتایج حاصل از مشخصه‌یابی، قابل اعتماد و قابل مقایسه باشند.

جدول پیوست

روش های آزمون مشخصه یابی فیزیکی نانوذرات و نمونه های بررسی شده در استانداردهای ملی					
آنالیز	ردیف	مشخصه		روش آنالیز	نمونه
فیزیکی	۱	اندازه ذره		میکروسکوپ نیروی اتمی	نانوبلورهای سلولزی
				میکروسکوپ الکترونی عبوری	تمامی نانوذرات
					نانو بلورهای سلولزی
		ذره		پراکندگی پویای نور	همه نانو مواد
					نانو مواد در سوسپانسیون
					نانو ذرات نقره
					مواد پایه گرافنی
				آزمون دامنه صوتی الکتروچنبشی (پتانسیل زتا) (با استفاده از امواج صوتی ایجاد شده در اثر اعمال ولتاژ متناوب به سوسپانسیون)	نانو ذرات نقره
				شمارنده تراکم ذره	نانوذرات در اثر و سل - ذرات کمتر از ۱۰۰ نانومتر
				دستگاه روبش تحرك ذرات به منظور اندازه گیری اندازه ذرات	
				میکروسکوپ های الکترونی	نانو ذرات پودری شکل
					همه نانو مواد
				آنالیز ردیابی مسیر حرکت نانوذره	نانومواد در سوسپانسیون
		ذرات بلورین- بلورک			همه نانو مواد
					پودر نانوکلسیم کربنات
					نانوذرات پودری شکل
					مواد بلوری و بی شکل

ادامه جدول ۱ روش‌های آزمون مشخصه‌یابی فیزیکی نانوذرات و نمونه‌های بررسی‌شده در استانداردهای ملی

شماره استاندارد ملی	نمونه	روش آنالیز	مشخصه	ردیف	آنالیز
۶۵۴۱	گرافن و مواد دوبعدی	طیف‌سنجی رامان	میانگین قطر، طول، توزیع قطر و طول نانولیف	۲	فیزیکی
۱۴-۶-۱۹۷۵۸	مواد پایه گرافنی				
۱۶۴۶۴		میکروسکوپ الکترونی روبشی			
۱۶۴۶۴		میکروسکوپ الکترونی عبوری			
۱۶۴۶۴		میکروسکوپ نیروی اتمی تهیه تصویر و اندازه‌گیری سطوح در مقیاس بسیار ریز			
۱۶۴۶۴		میکروسکوپ تونل‌زنی روبشی رویش سطح نمونه و اندازه‌گیری جریان‌ی تونلی با تغییر پتانسیل در نوک پروب			
۱۶۴۶۴		میکروسکوپ نوری میدان نزدیک روبشی (رویش یک پروب نوری بسیار کوچکتر از طول موج نور روی سطح، با پایش نور عبوری یا منعکس‌شده)			
۱۴۰۹۵	نانولوله‌های کربنی	میکروسکوپ الکترونی روبشی (تصاویر بزرگ‌نمایی‌شده از رویش سطح نمونه با پرتو الکترونی)			
۲۱۲۵۹	همه نانو مواد				
۱۹۷۸۵	نانوذرات پودری شکل				
۲۳۱۱۱-۱	گرافن				

روش های آزمون مشخصه یابی فیزیکی نانوذرات و نمونه های بررسی شده در استانداردهای ملی

آنالیز	ردیف	مشخصه	روش آنالیز	نمونه	شماره استاندارد ملی
فیزیکی	۳	ریخت شناسی ذره	میکروسکوپ پروبی روبشی	همه نانو مواد	۲-۲۱۹۵۰
				گرافن	۱-۲۳۱۱۱
				گرافن و ماده دوبعدی	۶۵۴۱
				گرافن	۱-۲۳۱۱۱
					۱۶۴۶۴
					۱۶۴۶۴
					۱۶۴۶۴
فیزیکی	۴	ویژگی های سطح	مساحت سطح و مساحت سطح ویژه	گرافن و ماده دوبعدی	۶۵۴۱
				گرافن	۱-۲۳۱۱۱
				نانوکلسیم کربنات	۱۷۲۲۲
				نانوذرات پودری شکل	۱۹۷۸۵
				تیتانیوم دی اکسید نانو	۱۷۹۹۰
				جامدات	۱۴۵۲۵
			تخلخل	همه نانو مواد	۸۷۰۶

جدول ۲ روش‌های آزمون مشخصه‌یابی شیمیایی نانوذرات و نمونه‌های بررسی‌شده در استانداردهای ملی

شماره استاندارد ملی	نمونه	روش آنالیز	مشخصه	ردیف	آنالیز
۱۶۴۶۴	-	طیف‌سنجی جرمی یون ثانویه پویا (D-SIMS) (تهیه اطلاعات عنصری و مولکولی ساده از سطح از طریق ریزسنگ‌ها)	تجزیه شیمیایی سطح	۱	شیمیایی
۱۶۴۶۴	روش نیمه کمی	زمان پرواز یون ثانویه طیف‌سنجی جرمی (TOF-SIMS)			
۱۶۴۶۴	-	طیف‌سنجی سطح با پرتو ایکس پرتو دهی شده و پرتو کاملاً منعکس‌شده (TXRF) (اندازه‌گیری توزیع فلوروسانس پرتوهای ایکس نشرشده از سطحی که با پرتوهای ایکس تحت شرایط انعکاس کامل پرتو دهی‌شده)			
۱۶۴۶۴		طیف‌سنجی فوتو الکترون ماوراء بنفش (UPS) (اندازه‌گیری توزیع انرژی از فوتو الکترون‌های نشرشده از سطحی که با فوتون‌های ماوراء بنفش پرتو دهی‌شده)			
۶۵۴۱	گرافن و مواد دوبعدی	طیف‌سنجی فوتو الکترون پرتو ایکس (XPS) (روش غیرمخرب با اندازه‌گیری توزیع انرژی اوژه و فوتو الکترون‌های نشرشده از سطح که با فوتون‌های پرتو ایکس پرتو دهی‌شده)			
۱۷۶۷۰	همه نانو مواد				
۱۹۷۸۵	نانوذرات پودری شکل				
۱۶۴۶۴		طیف‌بینی الکترونی اوژه (AES) و میکروسکوپ روبشی اوژه (SAM) (اندازه‌گیری توزیع انرژی الکترونی اوژه از یک سطح ساطع شده)			
۱۶۴۶۴		طیف‌بینی افت انرژی (EELS) (اندازه‌گیری توزیع انرژی الکترون‌ها از برهمکنش غیرالاستیک یک پرتو الکترون با اتم‌ها در برابر عبور الکترون - اطلاعاتی درباره ترکیب و پیوند شیمیایی)			
۱۶۴۶۴		تجزیه پرتو یون (IBA) (تابعی از انرژی و زاویه از یون‌های کاوشگر تک انرژی، تک بار پخش‌شده از سطح)			
۱۹۷۸۵	نانوذرات پودری شکل	طیف‌سنجی جرمی یون ثانویه (SIMS) (اندازه‌گیری نسبت جرم به بار و فراوانی یون‌های ثانویه از نمونه در نتیجه پرتاب یون‌های پرانرژی کندوپاش شده)			

روشن‌های آزمون مشخصه یابی شیمیایی نانوذرات و نمونه‌های بررسی شده در استانداردهای ملی ادامه جدول ۲

آنالیز	ردیف	مشخصه	روش آنالیز	نمونه	شماره استاندارد ملی
شیمیایی	۲	آنالیز توده شیمیایی	طیف‌سنجی جرمی تخلیه تابش (GDMS) (اندازه‌گیری خارج قسمت جرم به بار و فراوانی یون‌ها را یک تخلیه تابش که در سطح ایجاد شده)		۱۶۴۴۴
	۳	خلوص شیمیایی	طیف‌سنجی ماوراء بنفش / مرئی / فروسرخ نزدیک (UV-VIS.NR) (اندازه‌گیری قدرت پرتو تابش پیش و پس از برهم‌کنش با نمونه) (اندازه‌گیری انتقالات نوری و تحلیل این انتقالات نوری برای تعیین اطلاعات کیفی و نیمه کمی) (از پرتو دهی الکترومغناطیس استفاده و قدرت پرتو تابش پیش و پس از برهم‌کنش با نمونه اندازه‌گیری و مقایسه می‌شود)	نانولوله‌های کربنی	۱۴۷۴۳
				مواد دوبعدی	گرافن و ۶۵۴۱
				پودری شکل	نانوذرات ۱۹۷۸۵
				نانولوله‌های کربنی	۱۴۵۶۴
				مواد دوبعدی	گرافن و ۶۵۴۱
				مواد پایه گرافنی	۱۸-۶-۱۹۷۵۸
				نانولوله‌های کربنی	۱۹۳۰۰

روش‌های آزمون مشخصه‌یابی شیمیایی نانوذرات و نمونه‌های بررسی‌شده در استانداردهای ملی

شماره استاندارد ملی	نمونه	روش آنالیز	مشخصه	ردیف	آنالیز
۱۴۰۹۵	نانولوله‌های کربنی	آنالیز طیف‌سنجی پرتو ایکس براساس توزیع انرژی - روش نیمه کمی برای تحلیل ساختاری نمونه از اندازه‌گیری برهم‌کنش بین یک منبع برانگیختگی پرتو ایکس و نمونه)	آنالیز شیمیایی نمونه	۴	شیمیایی
۲۲۳۲۵	همه نانو مواد				
۱۹۷۸۵	نانوذرات پودری شکل				
۱۵۵۲۴	همه نانو مواد	پلاسمای جفت شده القایی (از پلاسما برای تولید اتم‌ها و یون‌های برانگیخته استفاده می‌کند)			
۶۳۰۲	نانوذرات نقره				
۱۹۷۸۵	نانوذرات پودری شکل				
۲۲۳۲۶	نانوذرات معدنی در محیط آبی	طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی- نمونه یونیزه شده وارد طیف‌سنج جرمی شده و براساس نسبت جرم به بار شناسایی می‌شوند.)			
۶۳۰۲	نانوذرات نقره	طیف‌سنجی جذب اتمی اندازه‌گیری کمی عناصر شیمیایی با استفاده از جذب پرتو نوری به‌وسیله اتم)			
۶۳۰۲	نانوذرات نقره				
۱۹۷۵۸-۶-۸	مواد پایه گرافنی	طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه اطلاعات کیفی ساختاری و مولکولی- بررسی طیف طول موج‌های جذب شده در نمونه تحت تأثیر تابش فروسرخ که منجر به برانگیختگی مولکول‌ها و گذار ارتعاشی شده)	تعیین گروه‌های عاملی نمونه	۵	
۲۱۳۲۸	نانوذرات طلا				
۱۹۷۵۸-۶-۱۴	مواد پایه گرافنی				

۶ کتاب نامه

- ۱ استاندارد ملی ایران ۱۰۰۹۹-۱: سال ۱۳۹۵، آنالیز اندازه ذرات - روش های آنالیز تصویری قسمت ۱- روش های آنالیز تصویری ایستا.
- ۲ استاندارد ملی ایران ایزو ۸۰۰۰۴-۱: سال ۱۴۰۲، فناوری نانو- واژه نامه - قسمت ۱: واژگان پایه.
- ۳ استاندارد ملی ایران ایزو ۸۰۰۰۴-۲: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- واژه نامه - قسمت ۲: نانو اشیاء.
- ۴ استاندارد ملی ایران ایزو ۸۰۰۰۴-۶: سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- واژه نامه - قسمت ۶: مشخصه یابی نانوشیء.
- ۵ استاندارد ملی ایران ۱۴۵۲۵: سال ۱۳۹۱، فناوری نانو تعیین مساحت سطح ویژه جامدات با جذب سطحی گاز - روش BET.
- ۶ استاندارد ملی ایران ۱۷۹۹۰: سال ۱۳۹۲، فناوری نانو- پودر تیتانیوم دی اکسید.
- ۷ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۲۲: سال ۱۳۹۲، فناوری نانو- نانوکلسیم کربنات.
- ۸ استاندارد ملی ایران ۱۴۷۴۳: سال ۱۳۹۱، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله های کربنی تک دیواره با استفاده از طیف سنجی جذبی فرابنفش مرئی- فروسرخ نزدیک.
- ۹ استاندارد ملی ایران ۲۲۸۹۳: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو- اندازه گیری توزیع های اندازه و شکل ذرات به وسیله میکروسکوپی الکترونی عبوری.
- ۱۰ استاندارد ملی ایران ۲۲۹۳۸-۱: سال ۱۳۹۹، آزمون غیرمخرب- پراش پرتو ایکس (XRD) از مواد چندبلوری و بی شکل.
- ۱۱ استاندارد ملی ایران ۱۷۶۷۰: سال ۱۳۹۲، تجزیه شیمیایی سطح- طیف بینی فوتوالکترون با اشعه X.
- ۱۲ استاندارد ملی ایران ۱۹۷۵۸-۶-۱۴: سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- نانو ساخت- مشخصه های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۱۴: مواد پایه گرافنی- سطح نقص: طیف سنجی رامان.
- ۱۳ استاندارد ملی ایران ۱۵۶۰۳: سال ۱۳۹۷، فناوری نانو- تعیین اندازه نانو ذرات با استفاده از روش میکروسکوپی نیروی اتمی- راهنما.
- ۱۴ استاندارد ملی ایران ۸۷۰۶: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو- مواد نانومتخلخل- اندازه گیری و تعیین میزان تخلخل و توزیع اندازه حفره ها در مواد جامد با استفاده از روش جذب سطحی گاز- تحلیل ماکرو حفره ها، مزو حفره ها و میکرو حفره ها.
- ۱۵ استاندارد ملی ایران ۶۳۰۲: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو- نانو ذرات نقره ضد باکتریایی- تعیین مشخصات و روش های اندازه گیری.
- ۱۶ استاندارد ملی ایران ۱۵۵۲۴: سال ۱۳۹۷، فناوری نانو- مشخصه یابی نانومواد با استفاده از پلاسما جفت شده القایی (ICP)- روش آزمون.
- ۱۷ استاندارد ملی ایران ۲۲۳۲۵: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو- تجزیه کمی عنصری نانومواد با استفاده از طیف سنجی تفکیک انرژی (EDS)- روش آزمون.

- ۱۸ استاندارد ملی ایران ۲۰۱۹۵-۲: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو- مشخصه یابی نانومواد به وسیله میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) - قسمت ۲: روش آزمون.
- ۱۹ استاندارد ملی ایران ۲۱۹۵۱-۱: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو- مشخصه یابی نانومواد با استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD).
- ۲۰ استاندارد ملی ایران ۲۱۶۲۵: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- اندازه گیری توزیع اندازه نانومواد در سوسپانسیون (تعلیقه) به روش طیف سنجی همبستگی فوتون- روش آزمون.
- ۲۱ استاندارد ملی ایران ۲۱۳۲۸: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- مشخصه یابی سطح نانوذرات طلا برای غربالگری سمیت اختصاصی نانومواد: روش IR-FT.
- ۲۲ استاندارد ملی ایران ۲۱۳۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- مشخصه یابی نانومواد با استفاده از پراکندگی نور پویا (DLS) - روش آزمون.
- ۲۳ استاندارد ملی ایران ۲۰۴۵۴: سال ۱۳۹۵، اندازه گیری توزیع اندازه ذرات نانو مواد در سوسپانسیون به روش آنالیز ردیابی مسیر حرکت نانوذره (NTA).
- ۲۴ استاندارد ملی ایران ۲۱۲۵۹: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- مشخصه یابی نانومواد با استفاده از میکروسکوپ روبشی (SEM) - روش آزمون.
- ۲۵ استاندارد ملی ایران ۶۵۴۱: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو- ماتریکس خواص و روش های اندازه گیری برای گرافن و مواد دوبعدی (۲D) مرتبط.
- ۲۶ استاندارد ملی ایران ۱۹۷۵۸-۶-۱۸: سال ۱۴۰۲، فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۱۸: مواد پایه گرافنی- گروه های عاملی TGA-FTIR.
- ۲۷ استاندارد ملی ایران ۲۳۱۱۱-۱: سال ۱۴۰۰، فناوری نانو- مشخصه یابی ساختاری گرافن- قسمت ۱: گرافن حاصل از پودرها و پراکنه ها.
- ۲۸ استاندارد ملی ایران ۱۴۵۶۴: سال ۱۳۹۱، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله های کربنی تک دیواره به روش آنالیز جرم سنجی حرارتی.
- ۲۹ استاندارد ملی ایران ۱۹۳۰: سال ۱۳۹۱، فناوری نانو- تعیین مشخصات اجزای فرار در نمونه های نانولوله کربنی تک دیواره با استفاده از آنالیز گاز خروجی / کروماتوگرافی گازی- طیف سنجی جرمی.
- ۳۰ استاندارد ملی ایران ۱۴۰۹۵: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله های کربنی تک جداره با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز طیف سنجی پرتو ایکس براساس توزیع انرژی ایکس براساس توزیع انرژی (EDX).
- ۳۱ استاندارد ملی ایران ۱۰۳۴۹: سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- توزیع اندازه ذره نانوبلورهای سلولزی.
- ۳۲ استاندارد ملی ایران ۱۹۷۸۵: سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- نانوذرات پودری شکل مشخصه ها و اندازه گیری ها.
- ۳۳ استاندارد ملی ایران ۲۲۳۲۶: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو- توزیع اندازه و غلظت نانوذرات معدنی در محیط آبی با استفاده از طیف سنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی تک ذره ای.

