



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۴۶۳

تجدیدنظر اول

۱۳۹۹

INSO

16463

1st Revision

2021

Identical with
ISO 11888:
2017

فناوری نانو - مشخصه یابی نانولوله های
کربنی چنددیواره - فاکتورهای شکل
مzosکوپی

**Nanotechnologies — Characterization
of multiwall carbon nanotubes —
Mesoscopic shape factors**

ICS: 70.120

استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۴۶۳ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۹

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روز رسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو - مشخصه یابی نانولوله های کربنی چند دیواره - فاکتورهای شکل مزوسکوپی»

رئیس:

دباغ کاشانی، فاطمه
(دکتری فیزیک)

سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه علم و صنعت ایران

دبیر:

ساجداردبیلی، فرزین
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

اداره کل استاندارد استان اردبیل

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسدی، اسداله
(دکتری بیوفیزیک)

دانشگاه محقق اردبیلی

اسلامی، رسول
(کارشناسی ارشد مترجمی زبان انگلیسی)

اداره کل استاندارد استان اردبیل

حسنی، طاهره
(کارشناسی ارشد نانو شیمی)

اداره کل استاندارد استان اردبیل

حسین پور، حسنعلی
(کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد استان اردبیل

خوش صدا، مهدی
(کارشناسی فیزیک اتمی-مولکولی)

عضو مستقل

داورپناه، حسن
(کارشناسی ارشد عمران-مهندسی سازه)

عضو مستقل

روحی، غلامحسن
(کارشناسی شیمی)

عضو مستقل

سلیمانی، اصغر
(کارشناسی ارشد برق-قدرت)

عضو مستقل

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

نایب رئیس - کمیته فنی متناظر فناوری نانو ISIRI/TC 229

سمت و/یا محل اشتغال:

اداره کل استاندارد استان اردبیل

اداره کل استاندارد استان اردبیل

عضو مستقل

دانشگاه محقق اردبیلی

دانشگاه آزاد اسلامی واحد آستارا

عضو مستقل

ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

دانشگاه تهران

دانشگاه علم و صنعت ایران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرافتخواه، شهین

(کارشناسی ارشد صنایع غذایی)

شمس آذر، خدیجه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شمس آذر، علی

(کارشناسی ارشد بیوشیمی)

صبری، مینا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

صلح‌نژاد، رضا

(دکتری شیمی معدنی)

عظیمی، زاهد

(کارشناسی ارشد مکانیک)

گل‌زردی، سمیرا

(کارشناسی ارشد نانو مواد)

محمدی‌آلوچه، رامین

(دکتری نانو فناوری)

میرکازمی، سید محمد

(دکتری مهندسی مواد و متالوژی)

ویراستار:

رشیدی، لادن

(دکتری تخصصی مهندسی شیمی - بیوتکنولوژی)

پژوهشگاه استاندارد- پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات، تعاریف و کوتاه‌نوشت‌ها
۲	۳-۱ اصطلاحات و تعاریف
۳	۳-۲ کوتاه‌نوشت‌ها
۵	۴ روش‌های آماده‌سازی نمونه
۵	۴-۱ برش به روش آسیاب گلوله‌ای (گوی‌آس)
۵	۴-۲ روش پراکنش
۵	۴-۳ آماده‌سازی نمونه برای میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)
۵	۴-۴ روش جایگزین آماده‌سازی نمونه
۶	۵ روش اجرایی آزمایشگاهی
۶	۵-۱ اندازه‌گیری SBPL با استفاده از SEM
۷	SEM ۵-۱-۱
۷	۵-۱-۲ روش‌های اندازه‌گیری SBPL
۸	۵-۲ اندازه‌گیری قطرهای داخلی و خارجی MWCNTs با استفاده از TEM
۸	۶ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (الزامی) فرمول‌ها برای اصطلاحات و تعاریف در بند ۲ و پیوست‌های ب، پ و ت
۱۵	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) گرانروی سنجی
۱۶	پیوست پ (آگاهی‌دهنده) پراکندگی نور پویا و پراکندگی نور پویا غیرقطبیده
۱۸	پیوست ت (آگاهی‌دهنده) مطالعه موردی و گزارش‌ها
۲۲	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- مشخصه‌یابی نانولوله‌های کربنی چند دیواره- فاکتورهای شکل مزوسکوپی» که نخستین بار در سال ۱۳۹۲ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در نود و یکمین اجلاس کمیته ملی فناوری نانو مورخ ۱۳۹۹/۱۱/۱۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۴۶۳: سال ۱۳۹۲ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO/TS 11888:2017, Nanotechnologies - Characterization of multiwall carbon nanotubes - Mesoscopic shape factors

نانولوله‌های کربنی چنددیواره (MWCNTs)^۱ که به‌وسیله روش رسوب‌دهی شیمیایی فاز بخار (CVD)^۲ سنتز شده‌اند به‌منظور استفاده در چندسازه‌های پلیمری و پوشش‌های رسانا به‌طور روزافزونی مورد توجه قرار گرفته‌اند. در بسیاری از موارد، نانولوله‌های کربنی چنددیواره که به روش CVD سنتز شده‌اند دارای نقاط خمش ایستا (دائمی) هستند که در امتداد محورشان به‌طور تصادفی توزیع شده‌اند. خواص فیزیکی و شیمیایی MWCNTs که تولید انبوه شده‌اند. به توزیع آماری شکل‌های مزوسکوپی و اندازه‌های MWCNT مجزا، در میان دیگر پارامترها که در تولید محصول مورد نظر هستند، بسیار وابسته است (به استاندارد ملی ایران- ایزو ۳-۸۰۰۰۴ مراجعه شود) [4][6]. بنابراین بسیار مهم است که شکل‌های مزوسکوپی MWCNTs مشخصه‌یابی شوند تا اطمینان حاصل شود که خواص نهایی برای بازه وسیعی از مواد، شامل چندسازه‌ها و سایر پراکنه‌ها و نیز برای موضوعات مربوط به محیط زیست، ایمنی و سلامتی (EHS)^۳ تجدیدپذیر است [7].

این استاندارد روش‌هایی را برای مشخصه‌یابی فاکتورهای شکل مزوسکوپی MWCNTs، شامل روش‌های اجرایی آماده‌سازی نمونه را ارائه می‌دهد. این استاندارد به ویژه برای مشخصه‌یابی MWCNTs تولید شده به‌روش CVD، یک روش آماری را ارائه می‌دهد. حین تولید MWCNTs، ساختارهای محوری به‌طور کامل خطی نیستند بلکه شامل نقاط خمش ایستا هستند.

این استاندارد روش‌هایی را برای تعیین یک کمیت آماری ارائه می‌دهد که نشان‌دهنده بیشینه طول مستقیمی است که به‌وسیله خمش ایستا تغییر شکل نداده و «طول پایای خمش ایستا» (SBPL)^۴ نامیده می‌شود. مقدار SBPL اطلاعاتی در مورد ارتباط بین شکل و اندازه مزوسکوپی MWCNTs ارائه می‌کند. اگر دو نوع MWCNTs با طول یکسان، SBPLs متفاوت داشته باشند، اندازه‌های کلی آن‌ها (برای مثال شعاع ژیراسیون^۵ یا یک قطر معادل آن مانند قطر هیدرودینامیک) نیز با یکدیگر متفاوت خواهند بود. در کاربردهای عملی، تغییرات در SBPL، واکنش‌پذیری شیمیایی و خواص فیزیکی را تحت تاثیر قرار می‌دهد [4][5][6].

رسانایی الکتریکی و پایداری ابعادی ترکیبات MWCNT - بسیار^۶ به SBPL نانولوله‌های کربنی چند دیواره‌ای که در ساخت آن‌ها استفاده می‌شوند، به شدت وابسته هستند [4][5][6]. خواص گوناگون از جمله حد آستانه نفوذ الکتریکی [8][6]، سمیت [7]، رسانایی گرمایی [9]، خاصیت رئولوژیکی (شارش‌شناختی)^۷ [10] و خاصیت نشر میدانی [11] تحت تاثیر SBPL قرار می‌گیرند. مقدار SBPL در برآورد مقدار افزودن ماتریس

1- Multiwall carbon nanotubes
2- Chemical Vapour Deposition
3- Environment, Health and Safety
4- Static Bending Persistence Length
5- Radius of gyration
6- Polymer
7- Rheological

MWCNT-بسیار، برای دستیابی به رسانایی الکتریکی (حد نفوذ)، مفید است و همچنین توصیه می‌شود با مدل‌سازی خواص مکانیکی چندسازه‌های MWCNT-بسیار با مقادیر مختلف، کمک شود. قبل از شروع هر کاری، به کاربران این استاندارد توصیه می‌شود که با آخرین رهنمود در مورد جابجایی و دفع MWCNTs به‌ویژه در ارتباط با استفاده از تجهیزات حفاظت فردی مناسب خودشان آشنا شوند. اطلاعات در مورد شیوه‌های عملی رایج در استاندارد ISO/TR 12885 در دسترس است.

فناوری نانو - مشخصه یابی نانولوله های کربنی چند دیواره - فاکتورهای شکل مزوسکوپی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، توصیف روش هایی برای مشخصه یابی فاکتورهای شکل مزوسکوپی نانولوله های کربنی چند دیواره (MWCNTs) است. روش های به کار گرفته شده شامل میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM)^۱، میکروسکوپی الکترونی عبوری (TEM)^۲، گرانروی سنجی و آنالیز پراکندگی نور هستند. این استاندارد همچنین شامل اصطلاحات مکمل مورد نیاز برای تعریف مشخصه یابی طول پایای خمش ایستا (SBPL) است. روش های اندازه گیری برای ارزشیابی SBPL ارائه می شوند که به طور معمول از چند ده نانومتر تا چند صد میکرومتر تغییر می کند. برای تعریف فاکتورهای شکل مزوسکوپی MWCNTs از عبارات ریاضی و مفاهیم معتبر ریاضی مشابه با فیزیک بسیار استفاده شده است.

۲ مراجع الزامی

این استاندارد مراجع الزامی ندارد.

۳ اصطلاحات، تعاریف و کوتاه نوشت ها

۱-۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود^۳.

یادآوری - فرمول ها برای برخی از این اصطلاحات و تعاریف در پیوست الف ارائه می شود.

1- Scanning electron microscopy

2- Transmission electron microscopy

۳- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه های <https://www.iso.org/obp> و

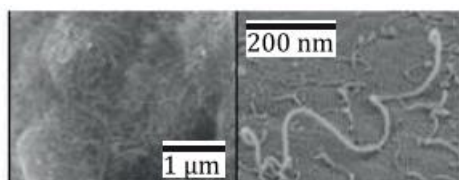
<http://www.electropedia.org/> قابل دسترس است.

۱-۱-۳

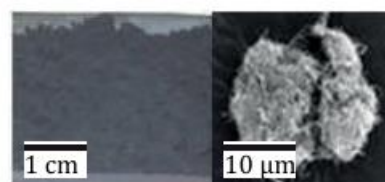
شکل مزوسکوپی

mesoscopic shape

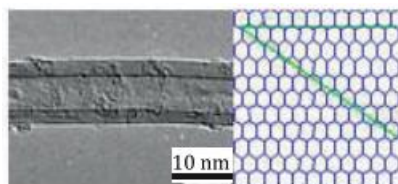
توصیفی از شکل در مقیاس قابل مشاهده برای نانولوله کربنی چند دیواره (MWCNT) مجزا است. یادآوری 1- فاکتورهای شکل مزوسکوپی اندازه و شکل متوسط MWCNTs مجزا را توصیف می‌کند، درحالی‌که شکل «ماکروسکوپی» شکل و اندازه انبوهه‌ها یا کلوخه‌های MWCNT را توصیف می‌کند. «تفکیک پذیری در مقیاس اتمی» شکل یک MWCNT را در سطح اتمی توصیف می‌کند (به شکل ۱ مراجعه شود). یادآوری ۲- به مرجع [4] مراجعه شود.



ب- مزوسکوپی (مجزا)



الف- ماکروسکوپی (انبوهه)



پ- تفکیک پذیری در مقیاس اتمی

یادآوری - به منبع ACS 2010 مراجعه شود.

شکل ۱- شکل MWCNT در مقیاس‌های گوناگون

۲-۱-۳

شکل منظم

regular shape

خاصیت داشتن یک الگوی منظم در امتداد محور لوله (MWCNTs) است.

یادآوری - هم بستگی‌ها در جهت مماس شکل تناوبی منظم برای MWCNTs را نشان می‌دهد. نانولوله‌های کربنی چند دیواره مستقیم و پیچیده شکل MWCNTs به‌طور معمول به‌عنوان MWCNTs به شکل منظم طبقه‌بندی می‌شوند.

۳-۱-۳

شکل تصادفی

random shape

خاصیت داشتن نقاط خمش ایستا یا دائمی است که به صورت تصادفی (گوسی) در امتداد محور لوله (MWCNTs) توزیع شده‌اند.

۴-۱-۳

طول پایای خمش ایستا

static bending persistence length

SBPL

l_{sp}

بیشینه‌ی طول مستقیم بدون خمش ایستا است.

۵-۱-۳

طول کران‌نما

contour length

L

کل طول یک MWCNT در امتداد محور آن است.

۶-۱-۳

متوسط وزن‌دهی شده طول کران‌نما

weighted average contour length

\bar{L}_w

متوسط طول کران‌نما است که به آن وزنی اختصاص داده شده‌است.

۷-۱-۳

فاصله بین دو انتها

end-to-end distance

R

فاصله مستقیم بین دو انتهای یک MWCNT است.

۸-۱-۳

نسبت خمش

bending ratio

D_b

نسبت میانگین مربع فاصله دو انتها به مربع طول کران نما است.

۹-۱-۳

گرانروی ذاتی

intrinsic viscosity

$[\eta]$

توصیف سهم MWCNT در گرانروی پراکنه آن است.

۲-۳ کوته‌نوشت‌ها

کوته‌نوشت	اصطلاح	معادل فارسی
CVD	Chemical Vapour Deposition	رسوب‌دهی شیمیایی فاز بخار
DDLS	Depolarized Dynamic Light Scattering	پراکندگی نور پویای غیرقطبیده
DLS	Dynamic Light Scattering	پراکندگی نور پویا
DMF	Dimethylformamide	دی‌متیل‌فرمامید
SBPL	Static Bending Persistence Length	طول پایای خمش ایستا
SEM	Scanning Electron Microscopy	میکروسکوپی الکترونی روبشی
TEM	Transmission Electron Microscopy	میکروسکوپی الکترونی عبوری

۴ روش‌های آماده‌سازی نمونه

۱-۴ برش به روش آسیاب گلوله‌ای (گوی‌آس)^۱

مقدار ۲۰۰ mg از MWCNTs و ۲۰ ml اتانول و گلوله‌هایی از جنس زیرکونیا (۵/۲ mm) را در ظرفی^۲ از جنس زیرکونیا (۱۵۰ ml) قرار داده و به مدت ۲ ساعت، با سرعت 500 r/min آسیاب گلوله‌ای کنید. پراکنه MWCNT آسیاب گلوله‌ای شده را از ظرف زیرکونیایی به درون لوله مخروطی شکل با ظرفیت 50 ml، مناسب برای سانتریفیوژ با سرعت ۵۰۰0 r/min بریزید.

پراکنه MWCNT آسیاب گلوله‌ای شده را به منظور جداسازی MWCNTs سانتریفیوژ کنید و سپس MWCNTs جداسازی شده را به مدت ۲۴ ساعت به صورت انجمادی خشک کنید. MWCNTs را در دمای ۳۰۰ °C به مدت ۳۰ دقیقه در حالی که در مواجهه با جریان هوا قرار دارد، خشک کنید تا ترکیبات فرار ناخواسته آن حذف شوند.

MWCNTs خشک شده را با هاون خرد کنید.

یادآوری - هنگامی که سرعت r/min بالاتر و زمان آسیاب گلوله‌ای بیشتر از مقادیر توصیف شده در بالا باشد، ممکن است ساختار MWCNTs تخریب شوند.

۲-۴ روش پراکنش

مقدار ۰٫۰۲ g از MWCNTs آسیاب شده را در ۲۰۰ ml دی‌متیل‌فرمامید (DMF) با استفاده از یک دستگاه التراسونیکتور^۳ دارای توان 40 w به مدت ۳ ساعت پراکنده کنید. پراکنه MWCNTs را درون لوله مخروطی شکل سانتریفیوژ با ظرفیت ۵۰ ml ریخته با سرعت ۳۰۰۰ r/min به مدت ۳۰ دقیقه سانتریفیوژ کنید. پراکنه را با یک فیلتر کاغذی (اندازه منافذ ۱۰ μm) فیلتر کنید تا همه بخش‌های پراکنش نیافته که ممکن است باقی مانده باشند، حذف شوند.

یادآوری - DMF بهترین حلال برای پراکنه CNT است (به مراجع [4,5] مراجعه شود).

۳-۴ آماده‌سازی نمونه برای SEM

از DMF بیشتر برای رقیق‌سازی پراکنه MWCNT به میزان ۱۰ برابر استفاده کنید. یک میلی‌لیتر از پراکنه ۱۰ برابر رقیق‌سازی شده را روی فیلتر سرامیکی 0,02 μm بچکانید و تحت شرایط خلاء آن را فیلتر کنید. فیلتر سرامیکی حاوی MWCNTs را در دمای 60 °C به مدت ۲۴ ساعت خشک کنید.

۱- Ball mill cutting

۲- Pot

3- Ultra-sonicator

۴-۴ روش جایگزین آماده‌سازی نمونه

رعایت کردن روش‌ها به ترتیب ارائه شده در (زیر بندهای ۱-۴، ۲-۴ و ۳-۴) برای روش ۱ (به زیربند ۱-۲-۱-۵-۱-۲-۱-۵ مراجعه شود) و روش ۳ (به زیر بند ۱-۲-۱-۵-۳-۲-۱-۵ مراجعه شود) توصیه می‌شود. MWCNTs تازه سنتز شده می‌توانند برای روش ۲ استفاده شوند (به زیربند ۱-۲-۱-۵-۲-۲-۱-۵ مراجعه شود).

۵ روش اجرایی آزمایشگاهی

۱-۵ اندازه‌گیری‌های SBPL با استفاده از SEM

SEM ۱-۱-۵

کلیات ۱-۱-۱-۵

تصاویر SEM با تفکیک‌پذیری بالا، بررسی شاخصه‌های با فاصله نزدیک را در بزرگنمایی‌های بالا امکان‌پذیر می‌سازد.

۲-۱-۱-۵ آماده‌سازی تصاویر SEM

فیلتر سرامیکی حاوی MWCNTs را به قطعه‌های کوچک برش داده و روی نگهدارنده نمونه که روی آن نوار رسانا به کار برده شده قرار دهید. نگهدارنده نمونه را تحت خلاء در دمای 40°C به مدت ۱ ساعت خشک کنید. نمونه خشک شده را با ایریدیوم^۱ به مدت ۱ دقیقه با روش کندوپاش^۲ پوشش دهید. اگر منبع ایریدیوم موجود نبود می‌توان از طلا یا پلاتین و یا کربن به عنوان پوشش استفاده کرد. سه تصویر SEM یا بیشتر در بزرگنمایی ۱۰۰۰۰ برابر بگیرید. سه تصویر نماینده یا بیشتر با تفکیک‌پذیری بالا در بزرگنمایی ۲۰۰۰۰ برابر بگیرید. این روش اجرایی برای روش ۱ (به زیربند ۱-۲-۱-۵-۱-۲-۱-۵ مراجعه شود) و روش ۳ (به زیربند ۱-۲-۱-۵-۳-۲-۱-۵ مراجعه شود) توصیه می‌شود.

به‌عنوان روش جایگزین، نمونه تازه سنتز شده MWCNT را روی نگهدارنده نمونه که روی آن نوار رسانا به کار برده شده است، قرار دهید. نگهدارنده نمونه را تحت خلاء در 40°C به مدت ۱ ساعت خشک کنید. نمونه خشک شده را با ایریدیوم به مدت ۱ دقیقه به روش کندوپاش پوشش دهید. اگر منبع ایریدیوم موجود نبود می‌توان از طلا یا پلاتین به عنوان پوشش استفاده کرد. سه تصویر SEM یا بیشتر در بزرگنمایی ۱۰۰۰۰ برابر بگیرید. سه تصویر نماینده یا بیشتر با تفکیک‌پذیری بالا در بزرگنمایی ۲۰۰۰۰ برابر بگیرید. این روش اجرایی برای روش ۲ (به زیربند ۱-۲-۱-۵-۲-۲-۱-۵ مراجعه شود) توصیه می‌شود.

یادآوری - پوشش‌دهی به روش کندوپاش بیش از ۱ دقیقه می‌تواند تغییر اندکی در خمش MWCNT ایجاد کند.

۱- Iridium

۲- Sputter

۲-۱-۵ روش‌های اندازه‌گیری برای SBPL

۱-۲-۱-۵ روش ۱

از تصاویر SEM، طول‌های کران‌نما و فاصله‌های بین دو انتهای حداقل ۱۰۰ نوع مختلف MWCNTs مجزا را تعیین کنید. داده‌ها را با استفاده از بازه‌های ۱۰۰ nm طول کران‌نما طبقه‌بندی کنید. برای هر بازه طول کران‌نما، میانگین مربع فاصله دو انتها را محاسبه کنید.

نسبت خمش برای هر بازه طول کران‌نما را با تقسیم میانگین مربع فاصله دو انتها به مربع طول کران‌نما متوسط به‌دست آورید. (به فرمول الف-3 مراجعه شود) در مواردی که طول کران‌نما بزرگتر از ۱ μm است، مقدار طول کران‌نما در تصویری که از نمای بالا گرفته شده ممکن است تا 15% کمتر از حد برآورد شود [1]. در مواردی که مقادیر درست‌تر لازم باشد مقدار فاصله دو انتها و طول کران‌نما را با استفاده از تصویر سه بعدی اندازه‌گیری کنید. این تصویر را می‌توان به وسیله تصویرهای گرفته‌شده از چند سمت به‌دست آورد [1].

نمودار نسبت خمش را بر حسب عکس طول کران‌نما رسم کنید. گرادیان را اندازه‌گیری کرده و با استفاده از فرمول الف-۴ مقدار SBPL را تعیین کنید. هنگامی که رابطه خطی بین نسبت خمش و عکس طول کران‌نما به حد مجانبی برسد، شیب حاصل دو برابر مقدار SBPL است.

یادآوری 1- برای شکل تصادفی MWCNTs فاصله دو انتها در طول کران‌نما ثابت تغییر می‌کند [1]. بنابراین مقادیر گوناگون فاصله دو انتها را می‌توان برای هر بازه طول کران‌نما اندازه‌گیری کرد. هنگامی که MWCNTs به شکل تصادفی هستند، توزیع فاصله بین دو انتهای MWCNT برای هر بازه طول کران‌نما گوسی است. برای به‌دست آوردن میانگین مربع فاصله دو انتها، مقدار میانگین مربع فاصله دو انتها محاسبه می‌شود.

یادآوری 2- به دلیل اینکه MWCNTs به خوبی پراکنده شده قبل از تصویربرداری SEM فیلتر می‌شوند، تعداد 100 عدد MWCNTs نماینده شکل MWCNTs در نمونه کافی است. این ادعا با اندازه‌گیری‌های DLS و DDLs و همچنین اندازه‌گیری گرانروی ذاتی تأیید شده است [1]. مقدار تقریبی SBPL را می‌توان با استفاده از روش 2 یا 3 به‌دست آورد.

۲-۲-۱-۵ روش ۲

از تصاویر SEM، شعاع انحناء حداقل صد لوله مجزای MWCNTs تازه سنتز شده را اندازه‌گیری کنید. سپس مقدار میانگین شعاع انحناء را محاسبه کنید. این شعاع میانگین تقریباً برابر مقدار SBPL است.

۳-۲-۱-۵ روش ۳

از تصویر SEM، حداقل ده MWCNTs با طول کران‌نمای در بازه $2 \pm 0.2 \mu\text{m}$ را انتخاب کنید. فاصله دو انتهای هر MWCNT را اندازه‌گیری کنید. مقدار تقریبی SBPL را می‌توان از میانگین مربع فاصله دو انتها و مربع طول کران‌نما متوسط به‌دست آورد (به فرمول‌های الف-3 و الف-4 مراجعه شود).

یادآوری ۱- روش ۱ درست‌ترین روش بوده ولی زمان‌بر است. مقدار SBPL که با روش ۲ برآورد شده است در مقایسه با مقدار به‌دست آمده با استفاده از روش ۱ تا ۲۰٪ انحراف دارد (روش ۲ تمایل به برآورد SBPL کمتر از مقدار واقعی دارد). مقدار SBPL که با روش ۳ برآورد شده است در مقایسه با مقدار به‌دست آمده با روش ۱، تا ۱۰۰٪ انحراف دارد. ترتیب بزرگی SBPL برای بسیاری از کاربردها مانند فیلم رسانای شفاف، الکتروود و چندسازه‌های بسیاری پیامدهایی دارد.

یادآوری ۲- مقادیر عددی SBPL که با روش‌های ۱، ۲ و ۳ به دست آمده را می‌توان با روش گرانروی سنجی (پیوست ب) و/یا روش پراکندگی نور (پیوست پ) تایید کرد.

۵-۲ اندازه‌گیری قطرهای داخلی و خارجی MWCNTs با استفاده از TEM

قطرک^۱ رقیق‌سازی شده پراکنه MWCNT/ DMF را روی توری مسی پوشش داده شده با کربن قرار دهید. توری را در دمای °C ۶۰ به مدت ۲۴ ساعت خشک کنید. تصاویر TEM را در بزرگنمایی ۱۰۰۰۰ برابر بگیرید. سه تصویر یا بیشتر با تفکیک‌پذیری بالا در بزرگنمایی ۱۰۰۰۰۰۰ برابر تا ۳۰۰۰۰۰۰ برابر از MWCNT بگیرید. به منظور به دست آوردن متوسط‌ها، برای حداقل ده MWCNTs متفاوت، قطر داخلی و خارجی را حداقل در سه موقعیت متفاوت و در امتداد محور اندازه‌گیری کنید. حداقل ۳۰ اندازه‌گیری کلی لازم است.

۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد (به پیوست ت مراجعه شود):

الف- توصیف کامل روش(های) استفاده شده برای آماده‌سازی نمونه؛

ب- قطر داخلی و خارجی متوسط (m)؛

پ- روش استفاده شده برای تعیین SBPL؛

ت- SBPL (m)؛

ث- تمام اطلاعات لازم برای ارزشیابی SBPL؛

گزارش آزمون ممکن است شامل اطلاعاتی مربوط به متوسط وزن‌دهی شده طول کران‌نما و نسبت خمش (اختیاری) باشد.

پیوست الف

(الزامی)

فرمول‌ها برای اصطلاحات و تعاریف در بند ۲ و پیوست‌های ب، پ و ت

الف-۱ فرمول‌ها برای اصطلاحات و تعاریف در بند ۲

الف-۱-۱

طول پایای خمش ایستا

static bending persistence length

SBPL

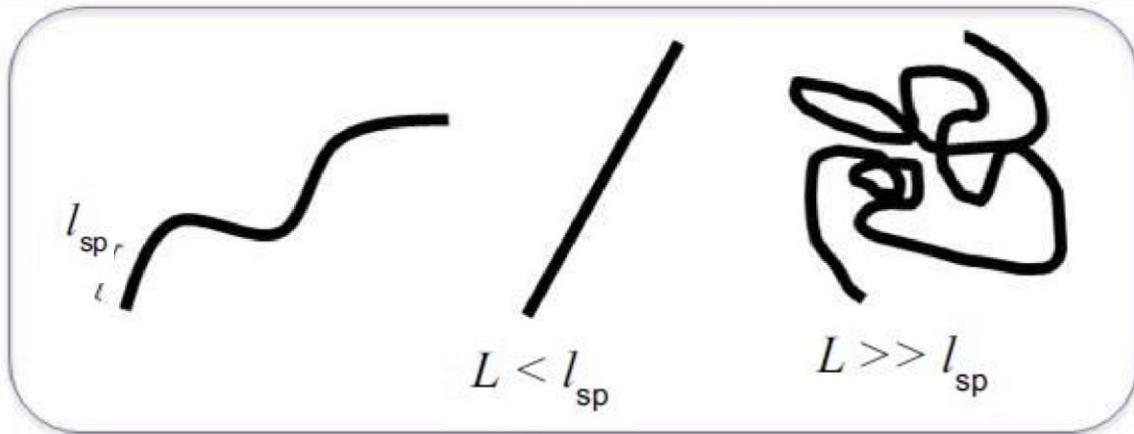
l_{sp}

بیشینه طول مستقیم بدون خمش ایستا است.

اندازه کلی MWCNTs با مقیاس شکل تصادفی برابر با مربع ریشه طول کران نما آن L ، است و این اندازه برای مواردی که $L \gg l_{sp}$ باشد، طبق فرمول الف-۱ بیان می‌شود [4,5,6].

$$\langle R^2 \rangle = 2l_{sp}L + 2l_{sp}(e^{-L/l_{sp}} - 1) \quad (\text{الف-۱})$$

l_{sp} همان SBPL است. اصطلاحات زیر برای MWCNTs با شکل تصادفی به کار می‌رود.



شکل الف-۱ SBPL یک MWCNT

الف-۱-۲

نسبت خمش

bending ratio

D_b

نسبت میانگین مربع فاصله دو انتها به مربع طول کران نما است.
 نسبت خمش، D_b از طریق تعداد نقاط خمش ایستا و توزیع آنها در امتداد محور MWCNT تعیین می شود.
 مقدار D_b طبق فرمول (الف-۲) بیان می شود [4,5,6].

$$D_b = \frac{\langle R^2 \rangle}{L^2} \cong \sum_{i=1}^k \varphi_i^2 \quad \text{(الف-۲)}$$

که در آن:

$$\varphi_i = N_i / N$$

(هر قطعه، i ، متشکل از N_i قطعات واحد است)؛
 N تعداد کل قطعات واحد در MWCNT است؛
 N_i تعداد قطعات واحد در قطعات در جهت i است؛
 $k = m + 1$ که در آن m تعداد نقاط خمش ایستا است؛
 $\langle R^2 \rangle$ میانگین مربع فاصله دو انتها است؛
 L طول کران نما است.

مقدار SBPL با فرمول (الف-۳) تعریف می شود [4,5,6]. استفاده از SBPL مناسب تر از استفاده از نسبت خمش است زیرا از آنجا که SBPL از حد مجانبی به دست می آید به طول کران نما وابسته نیست [4,5,6].
 هنگامی که D_b بر حسب $1/L$ رسم می شود، از $2l_{sp}$ از شیب خط به دست می آید. هنگامی که طول کران نما به حد کافی بلند باشد، مقدار $1/L$ به سمت صفر میل می کند.

$$D_b = \frac{\langle R^2 \rangle}{L^2} \cong \left(\frac{2l_{p0}}{L} \right) \left(\frac{1 + \cos(\theta)}{1 - \cos(\theta)} \right) = C \left(\frac{2l_{p0}}{L} \right) = \frac{2l_{sp}}{L} \quad \text{(الف-۳)}$$

که در آن:

$$C$$
 ثابت عددی است؛
 θ زاویه خمش ایستا بین جهت قطعه $(i+1)$ ام و جهت محور قطعه i ام است هنگامی که قطعه i ام و $(i+1)$ ام در همسایگی یکدیگر هستند، $(\theta = 90^\circ)$ ؛
 l_{p0} طول یک قطعه است، با فرض اینکه قطعات در MWCNT دارای طول یکسان هستند.

الف-۳-۱

متوسط وزن دهی شده طول کران نما

weighted average contour length

\bar{L}_w

متوسط طول کران نما است که به آن وزن اختصاص داده شده است.

یادآوری - متوسط وزن دهی شده طول کران نما، \bar{L}_w ، برای ارزشیابی مقدار SBPL در آزمون های DLS، SEM و آنالیز گرانروی سنجی استفاده می شود.

$$\bar{L}_w = \frac{\sum_{i=1}^N N_i L_i^2}{\sum_{i=1}^N N_i L_i} \quad \text{(الف-۴)}$$

که در آن:

N تعداد کل نانو اشیای MWCNT مجزا است؛

N_i تعداد MWCNT دارای طول L_i است؛

متوسط وزن دهی شده فاصله دو انتها، \bar{R}_w ، را می توان با ترکیب فرمول های (الف-۲) و (الف-۴) به دست آورد که برای برآورد گرانروی ذاتی در پیوست ب استفاده می شود.

الف-۱-۴

گرانروی ذاتی

intrinsic viscosity

$[\eta]$

توصیف سهم MWCNTs در گرانروی پراکنه آن است.

گرانروی ذاتی $[\eta]$ طبق فرمول (الف-۵)، (الف-۶) و (الف-۷) تعریف می شود [4,5].

$$[\eta] = 2,20 \times 10^{21} \frac{f}{M_{aw}} \langle \bar{R}_w^2 \rangle^{3/2} \quad \text{(الف-۵)}$$

$$f = [1 + 0,926 \Delta (D_b)^{1/2}]^{-1} \quad \text{(الف-۶)}$$

$$\Delta = \ln\left(\frac{2l_{sp}}{D_0}\right) - 2,431 \quad \text{(الف-۷)}$$

الف-۲ فرمول برای سایر اصطلاحات و تعاریف

الف-۲-۱

بیشینه طول پایای خمشی پویا

dynamic bending persistence length

l_p

بیشینه طول مستقیم است که در اثر انرژی گرمایی خم نشده باقی باشد. در مواردی که MWCNTs پراکنش می‌یابند، مقدار طول پایای خمش پویا بستگی به نوع حلال مورد استفاده دارد.

رابطه کراتکی-پروود^۱ برای l_p در فرمول (الف-۸) ارائه می‌شود:

$$\langle R^2 \rangle = 2l_p L + 2l_p (e^{-L/l_p} - 1) \quad (\text{الف-۸})$$

که در آن:

$\langle R^2 \rangle$ میانگین مربع فاصله‌ی دو انتها است که مقدار میانگین مربع فاصله دو انتها است؛
 L طول کران‌نما است، که طول کل یک MWCNT در امتداد محور آن است.

الف-۲-۲

طول پایای ظاهری

apparent persistence length

l_{ap}

مقدار طول پایای یک MWCNT است که به وسیله پراکندگی نور پویا اندازه‌گیری شده است. در مواردی که MWCNT در پراکنه در مواجهه با انرژی گرمایی قرار می‌گیرد، اندازه کلی و شکل آن تغییر می‌کند. طول پایای ظاهری، l_{ap} ، با مشارکت، l_{sp} ، SBPL، زاویه خمیدگی ایستا θ ، و زاویه خمیدگی پویا، $\Delta\theta$ ، طبق فرمول (الف-۹) تعیین می‌شود.
 l_{ap} را می‌توان به وسیله DLS اندازه‌گیری کرد (به پیوست پ مراجعه شود).

$$l_{ap} = l_{sp} \left(\frac{1 + \cos(\theta + \Delta\theta)}{1 - \cos(\theta + \Delta\theta)} \right) \left(\frac{1 - \cos(\theta)}{1 + \cos(\theta)} \right) \quad (\text{الف-۹})$$

زاویه خمیدگی پویا، تغییر در زاویه خمیدگی بر اثر انرژی گرمایی است. زاویه خمیدگی پویا در دمای‌های معتدل به طور معمول کمتر از 2° است. بنابراین مقدار طول پایای ظاهری را می‌توان به طور تقریبی از SBPL به دست آورد.

الف-۲-۳

وزن مولکولی ظاهری

apparent molecular weight

M_a

وزن مولکولی یک MWCNT با فرض اینکه هر MWCNT مجزا یک مولکول است، توصیف می‌شود.

۱- Kratky-Porod

وزن مولکولی ظاهری، M_a ، طبق فرمول (الف-۱۰) تعریف می‌شود:

$$M_a = \rho N_{avo} \left(\frac{\pi(\bar{D}_0^2 - \bar{D}_1^2)L}{4} \right) \quad \text{(الف-۱۰)}$$

که در آن:

ρ چگالی لایه‌های گرافن یک MWCNT مجزا است؛

N_{avo} عدد آووگادرو است؛

\bar{D}_0 قطر خارجی متوسط یک MWCNT است؛

\bar{D}_1 قطر داخلی متوسط یک MWCNT است.

الف-۲-۴

متوسط وزن‌دهی شده وزن مولکولی ظاهری

weighted average apparent molecular weight

$$\bar{M}_{aw}$$

متوسط وزن مولکولی ظاهری است که به آن، یک وزن اختصاص داده می‌شود.

متوسط وزن‌دهی شده وزن مولکولی ظاهری، \bar{M}_{aw} ، به وسیله فرمول (الف-۱۱) تعریف می‌شود.

$$\bar{M}_{aw} = \frac{\sum_{i=1}^N N_i M_{ai}^2}{\sum_{i=1}^N N_i M_{ai}} \quad \text{(الف-۱۱)}$$

که در آن:

N تعداد کل MWCNTs مجزا است؛

N_i تعداد MWCNTs دارای وزن مولکولی ظاهری، M_{ai} است؛

\bar{M}_{aw} برآورد گرانیوزی ذاتی در پیوست ب است.

الف-۲-۵

گرانروی نسبی

relative viscosity

$$\eta_r$$

نسبت گرانروی یک پراکنه به گرانروی حلال استفاده شده، است.

گرانروی نسبی، η_r ، را می‌توان به وسیله نسبت زمانی که حین آن پراکنه MWCNT از لوله موئین

گرانروی سنج می‌گذرد، t_{MWCNT} ، به زمانی که حین آن DMF خالص که حاوی هیچ MWCNT نیست از لوله

موئین گرانروی سنج عبور می‌کند، t_{DMF} ، برآورد کرد.

$$\eta_r = \frac{t_{MWCNT}}{t_{DMF}} \quad (\text{الف-۱۲})$$

الف-۲-۶

گرانروی ویژه

specific viscosity

η_s

نسبت گرانروی پراکنه به گرانروی حلال استفاده شده، منهای یک است. گرانروی ویژه، η_s ، را می‌توان از گرانروی نسبی با استفاده از فرمول (الف-۱۳) به‌دست آورد.

$$\eta_s = \eta_r - 1 \quad (\text{الف-۱۳})$$

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

گرانروی سنجی

ب-۱ کلیات

گرانروی ذاتی پراکنه MWCNT را می‌توان از متوسط وزن‌دهی شده وزن مولکولی ظاهری، \bar{M}_{aw} ، متوسط وزن‌دهی شده طول کران‌نما، \bar{L}_w و l_{sp} ، SBPL، به دست آورد. اگر مقادیر \bar{M}_{aw} و \bar{L}_w معلوم باشد، می‌توان مقدار l_{sp} را از مقدار گرانروی ذاتی اندازه‌گیری شده برآورد کرد. مقادیر SBPL حاصل از روش‌های اندازه‌گیری در زیربند ۵-۱-۲ نتایج روش گرانروی سنجی را تایید می‌کند.

ب-۲ فاکتور شکل مزوسکوپی از اندازه‌گیری گرانروی ذاتی

گرانروی سنج را با حلال DMF سه بار تمیز کنید. استفاده از گرانروی سنج با قطر لوله موئین 0.46 mm توصیه می‌شود، زیرا برای قطرهای بزرگتر تفکیک‌پذیری کافی نیست و برای قطرهای کوچکتر انبوهش MWCNT می‌تواند رخ دهد. مدت زمانی که حین آن DMF خالص بدون MWCNT از لوله موئین گرانروی سنج عبور می‌کند را اندازه‌گیری کنید. با استفاده از حلال اضافه DMF، پراکنه MWCNT (که طبق زیربند ۴-۲ آماده شده است) را از ۰.۰۰۱ درصدوزنی تا ۰.۱۰۰۵ درصد وزنی رقیق کنید. پراکنه MWCNT رقیق‌سازی شده را در گرانروی سنج بریزید. مدت زمانی که حین آن پراکنه MWCNT ۰.۱۰۰۱ درصدوزنی تا ۰.۱۰۰۵ درصد وزنی از لوله موئین گرانروی سنج عبور می‌کند را اندازه‌گیری کنید.

گرانروی‌های نسبی و ویژه پراکنه MWCNT را با استفاده از فرمول‌های (الف-۱۲) و (الف-۱۳) را محاسبه کنید. گرانروی ویژه را به مقدار غلظت MWCNT تقسیم کنید. نمودار نسبت خارج قسمت تقسیم گرانروی ویژه به مقدار غلظت MWCNT را رسم کنید. گرانروی ذاتی را با برون‌یابی خارج قسمت به مقدار صفر غلظت MWCNT تعیین کنید.

مقدار به دست آمده برای گرانروی ذاتی پراکنه MWCNT را می‌توان برای برآورد مقدار SBPL با استفاده از فرمول‌های (الف-۵)، (الف-۶) و (الف-۷) استفاده کرد. به شرط آن که متوسط وزن‌دهی شده وزن مولکولی ظاهری و متوسط وزن‌دهی شده فاصله دو انتها معلوم باشد.

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

پراکندگی نور پویا و پراکندگی نور پویای غیرقطبیده

پ-1 کلیات

ضرایب نفوذ انتقالی و چرخشی MWCNTs را می‌توان با استفاده از پراکندگی نور پویا (DLS) و پراکندگی نور پویا غیرقطبیده (DDLs) اندازه‌گیری کرد. ضرایب نفوذ را می‌توان با استفاده از طول پایای ظاهری، l_{ap} ، قطر خارجی متوسط MWCNT، \bar{D}_0 و متوسط وزن‌دهی شده طول کران‌نما، \bar{L}_w ، برآورد کرد. روش پراکندگی نور، مقادیر SBPL حاصل از روش‌های اندازه‌گیری بیان شده در زیر بند ۵-۱-۲ را تأیید می‌کند.

پ-2 فاکتور شکل مزوسکوپی از اندازه‌گیری پراکندگی نور

از روش DLS و DDLs برای اندازه‌گیری نفوذ انتقالی و چرخشی MWCNTs استفاده می‌شود. با استفاده از لیزر حالت جامد پمپ شده با دیود (DPSSL)^۱ توانی را در حدود 100 mW در $\lambda_0=532\text{ nm}$ تامین کنید. یادآوری - استفاده از توان بالاتر می‌تواند منجر به افزایش دمای نامطلوب MWCNT شود.

برای محاسبه تابع خود همبستگی زمان فوتون‌های پراکنده شده، از یک خود همبسته‌ساز رقمی با ۲۵۶ کانال با کمینه زمان تأخیر ۴۸۰ ns استفاده کنید.

تابع خود همبستگی را در چندین زاویه پراکندگی بین 30° تا 90° اندازه‌گیری کنید. قطبشگر و آشکارساز، که هر کدام دارای نسبت خاموشی^۲ ۱:۱۰۰۰۰۰ به DLS هستند، را اعمال کنید. با استفاده از واحد کنترل موتور، آشکارساز را با تفکیک‌پذیری 1° بچرخانید.

توصیه می‌شود که دمای سل DLS با دقت ۱ کلوین در بالاتر از بازه دمایی 278 k تا 393 k قابل کنترل باشد. ضرایب نفوذ انتقالی و چرخشی را می‌توان از انباشتک اول نرخ متوسط واهلش $-\Gamma$ ^۳ خود همبستگی میدان الکتریکی به‌دست آورد. هنگامی که نور فرودی و آشکارساز هر دو به طور عمودی سمت‌گیری شوند، ضریب نفوذ انتقالی از شیب منحنی رسم‌شده برای، نرخ واهلش متوسط، بر حسب مربع بزرگی^۴ بردار پراکندگی به‌دست می‌آید.

$$q=4\pi n \sin(\theta_S/2)/\lambda_0 \quad (\text{پ-1})$$

که در آن:

۱- Diode-Pumped Solid State Laser

۲- Extinction ratio

۳- First cumulant of the average decay rate

۴- Average decay rate with respect to the square scattering vector magnitude

n ضریب شکست پاشش است؛

θ_s زاویه پراکندگی است؛

λ_0 طول موج نور فرودی در خلاء کامل یا خلاء نسبی است.

به منظور اجتناب از اثر برهم کنش هیدرودینامیکی، پراکنه بسیار رقیقی از $n_M L^3 = 0,5$ برای اندازه گیری DLS توصیه شده که در آن n_M تعداد MWCNTs است. انباشتک اول نرخ واهلش متوسط، Γ ، تابع خود همبستگی میدان الکتریکی را اندازه گیری کنید. هنگامی که نور فرودی و آشکارساز هر دو به طور عمودی قرار دارند، Γ به صورت Γ_{V_V} بیان می شود. ضریب نفوذ انتقالی، D_T ، با فرمول (پ-۲) مشخص می شود.

$$\Gamma_{V_V} = q^2 D_T \quad (\text{پ-۲})$$

هنگامی که نور فرودی عمودی و آشکارساز افقی است، Γ به صورت Γ_{H_V} بیان می شود. ضریب نفوذ انتقالی و ضریب نفوذ چرخشی، D_R با فرمول (پ-۳) مشخص می شود [12].

$$\Gamma_{H_V} = q^2 D_T + 6D_R \quad (\text{پ-۳})$$

سه فاکتور مجهول برای شکل و اندازه MWCNTs عبارتند از قطر متوسط، SBPL و متوسط وزن دهی شده طول کران نما با داده های قطر متوسط حاصل از روش مستقل، SBPL و متوسط وزن دهی شده طول کران نما را می توان از مقایسه فرمول های (پ-۴)، (پ-۵)، (پ-۶) و (پ-۷) از داده های آزمایشگاهی به دست آورد [5]. در پیوست ت، داده های آزمایشگاهی با داده های محاسباتی مقایسه می شود.

(پ-۴)

$$D_T = \frac{kT}{3\pi\eta_s \bar{L}_w}$$

$$\left[1 + \ln(2L_{ap}) - 2,431 + 1,843(N / 2L_{ap})^{1/2} + 0,138(N/2L_{ap})^{-1/2} - 0,305(N/2L_{ap})^{-1}\right]$$

$$L_{ap} = L_{ap} / \bar{D}_0 \quad (\text{پ-۵})$$

$$N = \bar{L}_w / \bar{D}_0 \quad (\text{پ-۶})$$

$$D_R = \left(\frac{kT}{\eta_s}\right) \left(\frac{2}{l_{ap} \bar{L}_w^2}\right) \left[0,253\left(\frac{\bar{L}_w}{4l_{ap}}\right)^{1/2} + 0,59 \ln(2l_{ap}) - 0,227\right] \quad (\text{پ-۷})$$

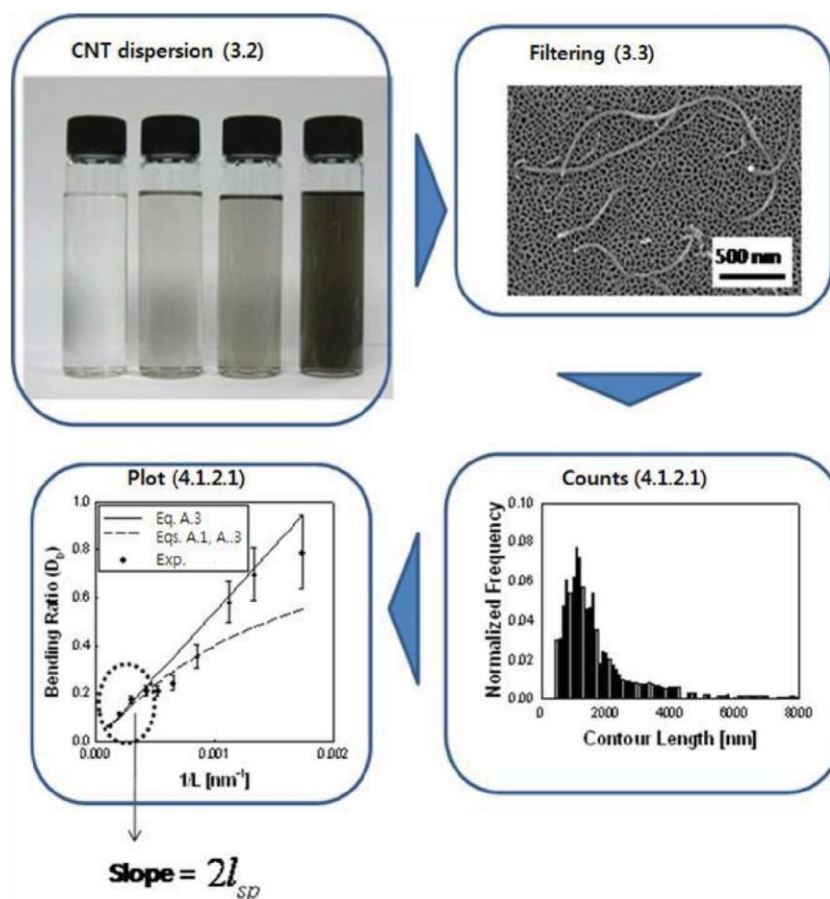
مقدار SBPL اندازه گیری شده به وسیله DLS، شکل متوسط MWCNTs را در پراکنه نشان می دهد.

پیوست ت

(آگاهی دهنده)

مطالعه موردی و گزارش‌ها

خلاصه‌ای کوتاه از اندازه‌گیری SBPL با استفاده از روش ۱ در شکل ت-۱ شرح داده می‌شود.



یادآوری - منبع: ACS 2010 مراجعه شود.

شکل ت-۱ جریان فرآیند تصویری برای اندازه‌گیری SBPL با استفاده از روش ۱

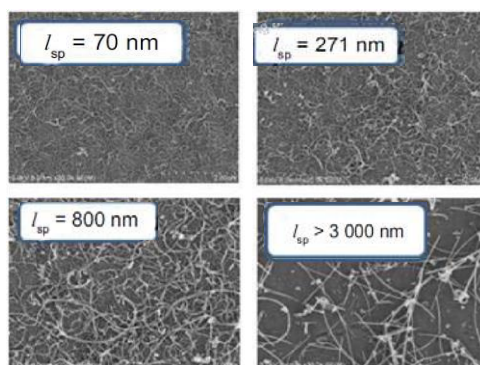
فاکتورهای شکل مزوسکوپی برای MWCNTs گوناگون را می‌توان مانند جدول ت-۱ گزارش کرد. توصیه می‌شود گزارش فاکتورهای شکل مزوسکوپی شامل قطر خارجی متوسط و SBPL، l_{sp} ، باشد. توصیه می‌شود روش اندازه‌گیری برای ارزشیابی l_{sp} گزارش شود. طول کران‌نما و نسبت خمش به‌صورت اختیاری می‌تواند گزارش شود.

از آنجایی که مقدار l_{sp} دارای اهمیت فیزیکی است، توصیه شده است که مقادیر l_{sp} به‌طور مثال به‌صورت $A \times 10^B$ ، بیان شوند که در آن A و B اعداد صحیح هستند.

جدول ت-۱ مثالی از گزارش فاکتورهای شکل مزوسکوپی

MWCNT 4	MWCNT 3	MWCNT 2	MWCNT 1	
50	35	21	9,5	قطر خارجی متوسط الف nm
$> 3 \times 10^3$	8×10^2	3×10^2	7×10^1	l_{sp} به روش 1 nm
$> 3 \times 10^3$	7×10^2	2×10^2	6×10^1	l_{sp} به روش 2 nm
$> 3 \times 10^3$	$7 \times 10^2 \sim 1 \times 10^3$	$2 \times 10^2 \sim 3 \times 10^2$	$7 \times 10^1 \sim 12 \times 10^1$	l_{sp} به روش 3 nm
2035	2045	1718	1416	طول کران نما ب \bar{L}_w
1,00	0,50	0,28	0,09	نسبت خمش Db
الف- متوسط حسابی ب- طبق فرمول (الف-۴)				

تصاویر SEM برای MWCNTs گوناگون در شکل ت-۲ نمایش داده می‌شود. همچنین شکل ت-۲ نشان می‌دهد که MWCNT پیچ و خم‌دار SBPL کوتاه‌تری دارند.



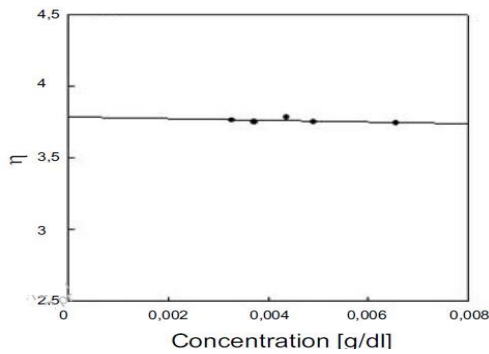
یادآوری - شکل‌های MWCNTs توسط SBPL به خوبی مشخص شده‌اند.

شکل ت-۲ تصاویر SEM از MWCNTs گوناگون

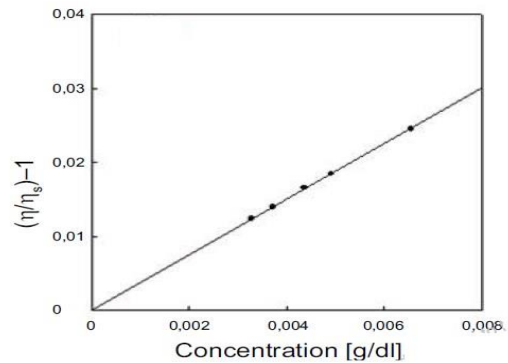
در این پیوست گرانروی ذاتی که به وسیله فرمول (پ-۱) با استفاده از فاکتورهای شکل مزوسکوپی که در جدول ت-۱ گزارش شده است، با مقادیر گرانروی ذاتی اندازه‌گیری شده، به صورت آزمایشگاهی مقایسه می‌شود. گرانروی ذاتی که از داده‌های آزمایشگاهی با استفاده فرمول (ت-۱) این پیوست به دست آمده در شکل ت-۳ نشان داده می‌شود.

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{(\eta / \eta_s) - 1}{C} \quad (1-ت)$$

خط توپر در شکل ت-۳ نشان‌دهنده نتایج محاسبه شده با استفاده از فرمول پ-۱ با مقادیر فاکتور شکل مزوسکوپی نشان داده شده در جدول ت-۱ است. مقدار اندازه‌گیری شده گرانیوی ذاتی برای MWCNT با نتایج محاسبه شده سازگار است. این نتیجه نشان‌دهنده این امر است که روش‌های مورد بحث در بند ۴ صحیح است.



ب- گرانیوی ذاتی



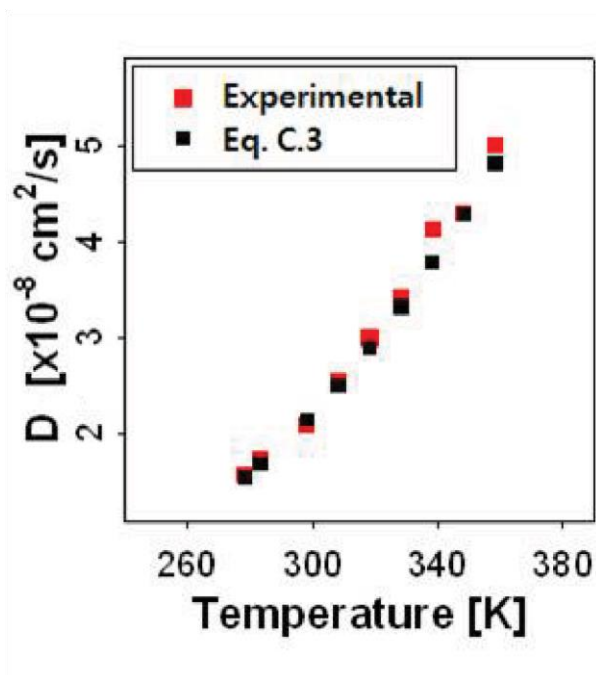
الف- گرانیوی ویژه

یادآوری ۱- منبع ACS 2010 مراجعه شود.

یادآوری ۲- به منابع [4-5] مراجعه شود.

شکل ت-۳ گرانیوی ویژه و گرانیوی ذاتی پراکنه‌های MWCNT

شکل ت-۴ نشان می‌دهد که ضریب نفوذ انتقالی پراکنه MWCNT با مقداری که با استفاده از فرمول (پ-۳) با استفاده از فاکتورهای شکل مزوسکوپی محاسبه شده منطبق است. نتایج این مطالعه همچنین نشان می‌دهد که اندازه کلی فاصله (دو انتها) MWCNT با افزایش دما کاهش می‌یابد، این کاهش به نوسانات گرمایی در نقاط خمیدگی ایستا نسبت داده می‌شود. با چشم‌پوشی از اثر نوسانات گرمایی، اندازه متوسط MWCNT به دست آمده از اندازه‌گیری DLS با اندازه حاصل از تصاویر SEM روش ۱ در زیربند (۵-۱-۲-۱) با خطای ۲۰٪ در کل بازه دما در شکل ت-۴ سازگاری دارد. این نتیجه، روش‌های ارائه شده در بند ۴ را صحت‌گذاری می‌کند.



یادآوری ۱- منبع: ACS 2010 مراجعه شود.

یادآوری ۲- به مرجع [4] مراجعه شود.

شکل ت-۴ ضریب نفوذ انتقالی پراکنه MWCNT در دماهای گوناگون

کتابنامه

- [1] ISO 9276-6, Representation of results of particle size analysis — Part 6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology
- [2] ISO/TR 12885, Nanotechnologies — Health and safety practices in occupational settings relevant to nanotechnologies
- [۳] استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۸۳۹۲-۳: سال ۱۳۹۴، فناوری نانو- واژه‌نامه - قسمت ۳: نانوآشپای کربنی
- [4] Lee H.S., Yun C.H., Kim H.M., Lee C.J. Persistence Length of Multiwalled Carbon Nanotubes with Static Bending. *J. Phys. Chem. C*. 2007, 111 pp. 18882–18887
- [5] Lee H.S., & Yun C.H. Translational and Rotational Diffusions of Multiwalled Carbon Nanotubes with Static Bending. *J. Phys. Chem. C*. 2008, 112 pp. 10653–10658
- [6] Lee H.S., Yun C.H., Kim S.K., Choi J.H., Lee C.J., Jin H.J. Percolation of Two-dimensional Multiwall Carbon Nanotube Networks. *Appl. Phys. Lett.* 2009, 95 p. 134104
- [7] Poland C.A., Duffin R., Kinloch I., Maynard A., Wallace W.A.H., Seaton A. Carbon Nanotubes Introduced into the Abdominal Cavity of Mice Show Asbestos-like Pathogenicity in a Pilot Study. *Nat. Nanotechnol.* 2008, 3 p. 423
- [8] Poorteman M., Traianidis M., Bister G., Cambier F. Colloidal Processing, Hot Pressing and Characterization of Electroconductive MWCNT-alumina Composites with Compositions near the Percolation Threshold. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2009, 29 p. 669
- [9] Deng F., & Zheng Q. Interaction Models for Effective Thermal and Electric Conductivities of Carbon Nanotube Composites. *Acta Mech. Solida Sin.* 2009, 22 (1)
- [10] Hobbie E.K. Shear Rheology of Carbon Nanotube Suspensions. *Rheol. Acta*. 2010, 49 p. 323
- [11] Jang H.S., Lee H.-R., Kim D.-H. Field Emission Properties of Carbon Nanotubes with Different Morphologies. *Thin Solid Films*. 2006, 500 p. 124
- [12] Berne B., & Pecora R. Dynamic light scattering. Chapter 8. Wiley, New York, 1976