استاندارد ملی ایران

۱۷۱۵۰

چاپ اول

اسفند ۱۳۹۲

جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

INSO
17150

1st.Edition

Mar.2014

فناوری نانو – راهنما برای توسعه مواد معرف آزمون حاوی نانواشیاء در حالت پودر خشک

Nanotechnologies — Guidance for developing representative test materials consisting of nano-objects in dry powder form

ICS:07.030

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک مادهٔ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است .

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان ، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود وکوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود .پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند درکمیتهٔ ملی طرح و بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود .بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)[1] ،کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور ، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود .

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)
4 - Contact point
5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

" فناوری نانو – راهنما برای توسعه مواد معرف آزمون حاوی نانواشیاء در حالت پودر خشک"

<u>**رئیس:**</u>	<u>**سمت و/یا نمایندگی**</u>
میرکاظمی، سید محمد (دکترا مهندسی مواد)	عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت
<u>**دبیر:**</u>	
حسن‌زاده، شهناز (کارشناس بیولوژی)	اداره کل استاندارد استان کردستان
<u>**اعضا:**</u> (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
ابراهیمی، بهرام (دکترا شیمی تجزیه)	دانشگاه آزاد اسلامی ایران – واحد سنندج
بطی، فرید (کارشناس شیمی محض)	اداره کل استاندارد استان کردستان
حسن، پوی‌پوی (کارشناس ارشد شیمی)	کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
جواهری، هومن (کارشناس ارشد شیمی)	اداره کل استاندارد استان کردستان
جهانگیر، علی (کارشناس شیمی کاربردی)	اداره کل استاندارد استان کردستان
حسینی، حمید (کارشناس ارشد شیمی تجزیه)	اداره کل استاندارد استان کردستان

کمیسیون فنی تدوین استاندارد (ادامه)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	**سمت و/یا نمایندگی**
راه‌هدایت، فیروزه (کارشناس ارشد شیمی تجزیه)	اداره کل استاندارد استان کردستان
سعید پور، سعدی (دکترا شیمی تجزیه)	دانشگاه آزاد اسلامی ایران – واحد سنندج
سیفی، مهوش (کارشناس ارشد مدیریت دولتی)	کارشناس استاندارد و ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
عبدی، کمال (کارشناس ارشد شیمی معدنی)	اداره کل استاندارد استان کردستان
محمدی، حمید (کارشناس ارشد صنایع غذایی)	اداره کل استاندارد استان کردستان
محمدی آذر، سیروان (دکترا شیمی تجزیه)	دانشگاه آزاد اسلامی ایران – واحد سنندج
نصری، فریبرز (دکترا شیمی تجزیه)	دانشگاه آزاد اسلامی ایران – واحد سنندج
یزدانی، ژیلا (کارشناس ارشد شیمی فیزیک)	اداره کل استاندارد استان کردستان

فهرست مندرجات

پیش‌گفتار

استاندارد "فناوری نانو – راهنما برای توسعه مواد معرف آزمون حاوی نانواشیاء در حالت پودر خشک" که پیش‌نویس آن درکمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۹۲/۱۱/۱۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO/TS 16195: 2013, Nanotechnologies - Guidance for developing representative test materials consisting of nano-objects in dry powder form

مقدمه

با توجه به‌این که تولید نانواشیا[1] جدید در حال رشد است و در کاربردهای صنعتی دامنه‌ی وسیع‌تری پیدا کرده‌است، نقش فیزیکی- شیمیایی، عملکرد و ایمنی آزمون (از این پس آزمون گفته می‌شود) پودر آن‌ها (به عنوان مثال: تجمع[2] غیر معلق اشیاء) بیش از پیش دارای اهمیت شده‌اند. اگرچه بسیاری از روش‌های آزمون هنوز درحال توسعه هستند و باید قابلیت اطمینان آن‌ها به صورت دوره‌ای ارزیابی شود و در صورت امکان روش‌های اندازه‌گیری جدید با استفاده از مواد مرجع گواهی شده[3] که دارای خواص کمی شده مشخص باشند، اعتباردهی[4] شود. در فقدان مواد مرجع گواهی شده، گاهی به مواد مرجع گواهی نشده با مقدار معین که خواص آن‌ها کمی نشده استناد می‌شود، اگرچه حتی در حوزه‌های در حال پیشرفت اندازه‌گیری و آزمون همانند فناوری نانو، مواد مرجع گواهی شده نیز در دسترس نمی‌باشد. در چنین مواقعی از مواد آزمون استفاده می‌شود. این مواد از نظر همگنی و پایداری در یک یا چند خاصیت ارزیابی شده‌اند و در ارتقای قابلیت تکرارپذیری روش‌های آزمون در میان آزمایشگاه‌های مختلف و نیز مقایسه پذیری نتایج آزمایش در بین روش‌های مختلف مفید خواهد بود. این استاندارد می‌تواند حداقل اطلاعات زیر را از پودرهای خشک هر یک از نانواشیاء گردآوری و در یک گزارش تصدیق شده برای تعیین ماده معرف آزمون در مقیاس نانو ارائه نماید:

- اطلاعات مربوط به توصیف فرایند ساخت؛
- اطلاعات مربوط به مدیریت کیفیت فرآیند ساخت؛
- داده‌های حاصل از اندازه‌گیری‌های خواص فیزیکی- شیمیایی که بیانگر ویژگی‌های اصلی ماده معرف آزمون می‌باشد؛ و
- داده‌های پایداری و یکنواختی مقادیر مورد اشاره دربالا.

با رعایت این استاندارد و ارائه یک گزارش تصدیق شده، تا حدی این اطمینان حاصل خواهدشد که ماده معرف آزمون، همگن، معرف آماری فرایند ساخت، تصدیق شده و پایدار است. این امر احتمال قیاس‌پذیری اندازه‌گیری‌های انجام شده بر روی ماده معرف آزمون را در آزمایشگاه‌های آزمون، از نظر ایمنی و عملکرد افزایش می‌دهد حتی در مورد ویژگی‌هایی که توسعه نیافته‌اند و همگنی و پایداری آن‌ها به صورت کمی اندازه‌گیری نشده باشد.

---

1 -Nano-Objects
2 -Accumulations
3 -Certified reference materials
4 -Validation

فناوری نانو – راهنما برای توسعه مواد معرف آزمون حاوی نانواشیاء در حالت پودر خشک

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین راهنما برای توسعه مواد معرف آزمون حاوی نانواشیاء در حالت پودر خشک به منظور توسعه روش‌های آزمون و بهبود قیاس‌پذیری داده‌ها برای کاربردهای فناوری نانو است. این راهنما شامل خصوصیات فیزیکی- شیمیایی (به ویژه اندازه، شکل، مساحت سطح، ساختار بلور و ترکیب شیمیایی توده) می‌باشد، که باید با ماده معرف آزمون اندازه‌گیری و گزارش شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین‌ترتیب آن مقررات، جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی‌که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است .

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 9276-1, Representation of results of particle size analysis - Part 1: Graphical representation

2-2 ISO/TS 80004-1:2010, Nanotechnologies - Vocabulary - Part 1: Core terms

2-3 ISO Guide 31, Reference materials - Contents of certificates, other documentation and labels

2-4 ISO Guide 35, Reference materials - General and statistical principles for certification

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلات و تعاریف زیر به کار می رود:

۳-۱

ماده معرف آزمون

RTM[1]

ماده‌ای است که به لحاظ یک یا چند ویژگی مشخص، همگن و پایدار بوده و تلویحاً فرض می‌شود که برای استفاده مورد نظر در توسعه اندازه‌گیری و روش‌های آزمونی مناسب است، که ویژگی‌های مورد هدف به غیر از همگنی و پایداری در آن نشان داده شده است.

1 -Representative test material

یادآوری۱- یک RTM ممکن است ماده‌ای مرجع برای سایر خواص باشد (نظیرخواصی که همگنی و پایداری آن‌ها نشان داده شده باشد)، و یا ماده مرجع برای ویژگی مورد هدف درنظر گرفته شده باشد.

یادآوری ۲- ماده RTM می‌تواند در توسعه روش‌های آزمون درون و/ یا بین آزمایشگاهی برای مواد مرجعی که تاکنون تولید نشده‌اند، مفید باشد.

۳-۲

ذره اولیه[1]

ذره‌ای که از مجموعه‌ای از ذرات کوچکتر تشکیل نشده باشد.

۳-۳

پایداری[2]

توانایی یک ماده معرف آزمون جهت حفظ مقدار ویژگی اظهار شده در یک محدوده مشخص، طی یک بازه زمانی مشخص و تحت شرایط مشخص نگه‌داری است (به استاندارد ISO Guide 30:1992 مراجعه کنید).

۴ مشخصات فیزیکی- شیمیایی لازم در مواد معرف آزمون نانواشیاء در حالت پودر خشک

۴-۱ کلیات

خواص فیزیکی- شیمیایی زیر جهت نشان دادن ویژگی‌های اصلی ماده معرف آزمون در حالت پودر خشک نانوشیاء ا باید مورد ارزیابی قرار گیرد.

۴-۲ خواص و روش‌های اندازه‌گیری

۴-۲-۱ اندازه و شکل نانواشیاء

٤-٢-١-١ توزیع اندازه ذرات اولیه و انبوهه آن

روش شمارش ذرهٔ مبنا باید برای اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات مواد اولیه و انبوهه آن وجود داشته باشد. یک مثال از روش اندازه‌گیری، میکروسکوپ الکترونی عبوری[3] (TEM) است. از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)[4] در صورتی‌که وضوح روش SEM برای اندازه‌گیری بزرگی ذره مورد نظر کافی باشد، می‌توان استفاده کرد. روش یا ابزار مورد استفاده برای کالیبره‌ی[5] روش اندازه‌گیری به عنوان یک شاخص قابلیت ردیابی اوزان و مقیاس‌های داده‌های بدست‌آمده باید مشخص شود.

1 - Primary particle
2 - Stability
3- Ttransmission electron microscopy
4 - Scanning Electron Microscopy
5 - calibrate

یک موضوع مهم، آماده‌سازی نمونه به ویژه، پخش ذرات کلوخه[۱] شده و رسوب دهی روی زیرپایه[۲]، بدون همپوشانی ذرات است. باید از یک روش اجرایی معین برای پخش ذرات استفاده شود و جزئیات مربوط گزارش گردد.

یکی دیگر از موضوعات مهم انتخاب ذراتی به‌عنوان نماینده برای آنالیز است. بسته به دامنه توزیع اندازه ذرات، بزرگی و شکل ذره، ممکن است، به منظور بدست آوردن قابلیت اطمینان کافی، تعداد زیادی از ذرات شمارش شوند.

اصولاً دو نوع متفاوت توزیع اندازه ذرات تعیین خواهد شد. نوع اول اندازه ذرات اولیه از ذرات آزاد اولیه و دیگری با اندازه‌گیری ذرات اولیه تشکیل دهنده انبوهه و کلوخه، تعیین خواهد شد. انواع توزیع اندازه ذرات باید گزارش شود. نتایج توزیع اندازه باید در یک جدول و با یک نمودار گرافیکی گزارش شود (مانند هیستوگرام، توزیع تراکمی یا توزیع تجمعی) به استاندارد ISO 9276-1 مراجعه کنید.

یادآوری- از استاندارد ISO 13322-1 به عنوان راهنمای جامعی برای نشان دادن تجزیه تحلیل‌ها استفاده شود (به بند ۲ کتابنامه مراجعه کنید). این استاندارد همچنین اطلاعاتی را در باره شماره ذرات اندازه‌گیری شده ارائه می‌کند.

۴-۲-۱-۲ اندازه معرف اولیه و انبوهه آن

اندازه معرف ذرات اولیه و انبوهه آن باید از توزیع اندازه تشریح شده در بند ۴-۲-۱-۱ منتج شود. ممکن است به عنوان مثال به صورت میانگین و انحراف معیار و/ یا ۱۰٪، ۵۰ ٪ و ۹۰ ٪ اندازه توزیع تجمعی گزارش شود.

توصیه می‌شود از استاندارد های ISO 9276-2 و ISO 9276–3 برای بیان اندازه معرف استفاده شود.

۴-۲-۱-۳ شکل ذرات اولیه و انبوهه آن

شکل ذرات اولیه و انبوهه آن باید از فنون تصویربرداری مانند SEM , TEM یا میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM)[۳] استنباط شود. یک شرح کیفی مختصر با استفاده از یک تعریف روشن یا فرهنگ لغات جامع تصدیق شده باید تهیه شود.

یادآوری ۱- باید توجه داشت که TEM تصویر دو بعدی از نانواشیاء و AFM , SEM شکل سطحی نانواشیاء را فراهم‌می‌کند. تصویربرداری با AFM نیازمند دقت ویژه است، زیرا شکل هندسی سوزن می‌تواند باعث ابهام قابل توجه در شکل ذره باشد.

1 - Agglomerate
2 - Substrate
3 - Atomic Force Microscopy

یادآوری ۲- مثال‌هایی برای توصیف شکل عبارتند از: کروی[1]، تخم مرغی[2]، چندوجهی[3]، بیضوی[4]، انبوهه کروی[5]، انبوهه نامنظم[6]. شرح کامل‌تر و کیفی‌تر را می‌توان به کمک فاکتورهای تعریف شده شکلی مندرج در ISO 9276-6 ارائه کرد.

۴-۲-۱-۴ تصویرهای میکروسکوپی ذرات اولیه معرف و انبوهه آن

تصاویر معرف SEM , AFM , TEM که نشان‌دهنده هر دوی ذرات اولیه و انبوهه آن هستند، باید تهیه‌شوند. برای اطمینان از معرف بودن آن‌ها چندین عکس میکروسکوپی از نمونه گرفته می‌شود تا اندازه و شکل نانو اشیاء مختلف مشخص شود. ماهیت و مقیاس بزرگ‌نمایی نمونه نیز باید معرفی شود. توصیه می‌شود وسایل قابل استفاده و روش آماده‌سازی نیز چنانچه با موارد عنوان شده دربند ۴-۲-۱-۱ مغایرت داشته باشد، در گزارش درج شود.

۴-۲-۲ مساحت سطح ویژه

مساحت سطح ویژه ماده معرف آزمون باید تعیین شود. به عنوان مثال به‌وسیله جذب سطحی گاز در روش BET[7] که شرح آن در استاندارد ISO 9277 آمده است.

۴-۲-۳ ترکیب شیمیایی توده

ترکیب شیمیایی توده ماده معرف آزمون باید اندازه‌گیری شود. بسته به نوع ماده، هر روش یا روش‌های مناسب (عیارسنجی، وزن سنجی، طیف سنجی فلورسانس اشعه ایکس، طیف سنجی جرمی- پلاسمای جفت شده القایی[8]، طیف سنجی نشر اتمی- پلاسمای هسته‌ای جفت شده القایی[9] و یا طیف سنجی جذب اتمی) را می‌توان به کار گرفت. هرجا که ممکن باشد، قابلیت ردیابی به اوزان و مقیاس‌ها باید تهیه شود.

۴-۲-۴ ساختار بلور

ساختار ترکیبی نانواشیاء تشکیل دهنده ماده معرف آزمون باید مشخصه‌یابی شود. در صورتی‌که نانواشیاء بلوری باشند، فاز بلوری آن (روتیل و آناتاز در تیتانیوم دی اکساید) باید با پراش اشعه ایکس شناسایی شود. در صورتی‌که نانواشیاء بلوری نباشند (بی‌شکل) باید در گزارش قید شود.

۴-۲-۵ ارزیابی پایداری

پایداری خواص فیزیکی- شیمیایی مشخص شده در بندهای ۴-۲-۱-۱، ۴-۲-۲ و ۴-۲-۳ مطابق با راهنمای ISO Guide 35 و اندازه‌گیری‌های متعدد در تحقیقات پایداری کلاسیک یا همزمان باید مشخص شود. در این اندازه‌گیری‌ها بسته به نوع ماده، تأثیر دمای محیط، رطوبت و یا پرتوهای الکترومغناطیسی، و تأثیر لرزش مورد

1- Spherical
2 -Spheroidal
3 -Polygonal
4- Ellipsoidal
5- Spherical aggregates
6- Fractal aggregates
7 -Named after Stephen Brunauer, P.H. Emmet and Edward Teller
8 -Inductively coupled plasma-mass spectrometry
9 -Inductively coupled plasma-atomic emission

بررسی قرارگرفته و یک محیط قابل قبول برای نگه‌داری باید بدست آید. مواد معرف آزمون که در این استاندارد شرح آن داده شده است، باید در بسته‌بندی مناسب عرضه شوند (بطری، شیشه‌های کوچک نمونه و/ یا نمونه‌های آزمون) تا میزان تغییرات شرایط زیست محیطی که بر خواص فیزیکی- شیمیایی موثر است، به حداقل ممکن برسد.

۶-۲-۴ ارزیابی همگنی

همگنی خواص فیزیکی- شیمیایی مشخص‌شده در بندهای ۴-۲-۱-۲، ۴-۲-۲ و ۴-۲-۳ باید در بین بسته‌بندی‌های مختلف (به عنوان مثال: بطری‌ها، شیشه‌های کوچک نمونه و نمونه‌های آزمون) مطابق استاندارد ISO Guide 35 ارزیابی شود. همگنی داخل یک بسته منفرد (همگنی دورن بطری) در صورت لزوم مطابق استانداردISO Guide 35 ارزیابی شود.

یادآوری- جهت راهنمایی بیشتر در نمونه‌برداری می‌توان به استاندارد ISO 14488 مراجعه نمود.

۵ اطلاعات مربوط به مدیریت کیفیت

اطلاعات مربوط به فرآیند ساخت ماده معرف آزمون و سطح کنترل کیفی آن جهت تایید ادعای همگنی و میزان معرف بودن مواد معرف آزمون ضروری است. مدارک مربوط به ادعای انطباق با الزام مدیریت کنترل کیفیت در فرآیند ساخت، شرح الزامات فنی سیستم مدیریت، شرح مدیریت سیستم اندازه‌گیری و ثبت اجرای مدیریت را نیز می‌توان به عنوان یک راهنمای اطلاعاتی ضمیمه کرد. سیستم مدیریت کیفیت باید منطبق بر استاندارد ISO 9001 و یا معادل آن به عنوان الزام استاندارد باشد.

۶ محتوای گزارش تصدیق

۶-۱ کلیات

موارد زیر باید در گزارش نهایی درج شود. عنوان‌های گزارش باید مطابق فصل پنجم راهنمای ISO Guide 31:2000 تهیه شود.

۶-۲ شرح ماده معرف آزمون

۶-۲-۱ فرآیند ساخت نانو اشیاء خام مورد استفاده در ماده معرف آزمون. شرح مختصری از روش و یا ابزارهای مورد استفاده در تولید باید ارائه شود. به عنوان مثال: تولید نانولوله کربنی با روش CVD[1]، تولید دی‌اکسید تیتانیوم با روش اسیدسولفوریک. فرآیندهای پس از تولید که می‌توانند بر خصوصیات فیزیکی- شیمیایی اثر بگذارند، نیز باید شرح داده‌شود (مثلاً خالص‌سازی با استفاده از اسیدها و بازها، اکسایش حرارتی یا آسیاب کردن با شدت بالا[2]).

1- Chemical vapor deposition
2 - Intense pulverization

۶-۲-۲ پوشش سطح. چنانچه سطح ماده معرف آزمون از ماده دیگری پوشیده و یا بوسیله ماده دیگری اصلاح شده باشد، اطلاعات مربوط به سطح باید ارائه شود (به عنوان مثال نوع ماده و ضخامت پوشش).

۶-۲-۳ ناخالصی‌ها و افزودنی‌های ماده معرف آزمون. ناخالصی‌ها و افزودنی‌هایی مانند کاتالیزورها و تثبیت کننده‌ها باید تعریف شود و مقدار آن به صورت کلی بیان شود (مانند خلوص ۹۹٫۲٪ یا ارائه فهرستی از تمامی ناخالصی‌هایی که کسر قابل توجهی از جرم را به خود اختصاص داده است، به اضافه ذکر روش و/ یا روش‌های مرجع اندازه‌گیری ناخالصی‌ها).

۶-۳ نتایج اندازه‌گیری

تصدیق گزارش باید شامل مواردی در زمینه شرایط اندازه‌گیری و نتایج خواص فیزیکی- شیمیایی مشخص شده در بند ۴-۲ باشد، همچنین شرایط اندازه‌گیری باید با شرایط ارزیابی همگنی و پایداری همسان باشد.

۶-۳-۱ اندازه و شکل نانو اشیاء

روش اندازه‌گیری شامل موارد زیر است:

- شرح کامل نحوه آماده‌سازی نمونه (خردکردن نمونه، پراکندگی، خشک کردن و گاززدایی)، کالیبراسیون، و آنالیز داده‌ها؛
- نمودار گرافیکی یا جداول نمایش توزیع اندازه ذرات اولیه و انبوهه آن؛
- مقیاس‌ها و انواع ذره از نظر اندازه مطابق با استاندارد ISO9276-1؛
- اندازه معرف ذرات اولیه و انبوهه آن؛
- شکل ذرات اولیه و انبوهه آن؛
- تعریف شکل در صورتی‌که براساس مدرک دیگری توصیف شده باشد (برای مثال: منابع ذکر شده در یادآوری۲ بخش ۴-۲-۳-۱)؛
- تصویر میکروسکوپی ذرات اولیه معرف و انبوهه آن همراه با مشخصات نمونه و مقیاس بزرگنمایی تصویر.

۶-۳-۲ مساحت سطح ویژه

- شرایط پیش آماده‌سازی و گاززدایی؛
- دستورالعمل خطای آزمایش برای تعیین جذب سطحی هم‌دما (ایزوترم) مانند حجمی یا وزنی، مکش استاتیک یا پیوسته گاز، کالیبراسیون حجم مرده یا نیروی شناوری؛
- جاذب (ماهیت شیمیایی، خلوص)؛

- مساحت سطح ویژه و روش محاسبه آن (به‌عنوان مثال آنالیز تک‌نقطه‌ای یا چندنقطه‌ای[1] با روش BET)؛
- ماده یا مواد مرجع معتبری که در آزمایش عملکرد ابزارهای اندازه‌گیری و تصدیق نتایج مورد استفاده قرار گرفته‌اند.

۶-۳-۳ ترکیب شیمیایی توده[2]

- آماده‌سازی نمونه شامل روش نمونه‌گیری و تعداد نمونه‌ها؛
- روش تجزیه و تحلیل شیمیایی شامل شرایط اندازه‌گیری و کاهش داده‌ها؛
- ترکیب شیمیایی اندازه‌گیری شده (میانگین و انحراف معیار در صورت وجود)؛
- ماده یا مواد مرجع گواهی شده مورد استفاده در کالیبراسیون.

۶-۳-۴ ساختار بلور

- تهیه نمونه؛
- منبع اشعه ایکس و طول موج آن؛
- مکان و شدت پیک اصلی پراش اشعه ایکس در هر یک از فازهای موجود؛
- روش تجزیه و تحلیل داده؛
- نوع بلور (منظم یا نامنظم).

---

1 - Single or multi-point analysis
2 - Bulk chemical composition

پیوست الف

(اطلاعاتی)

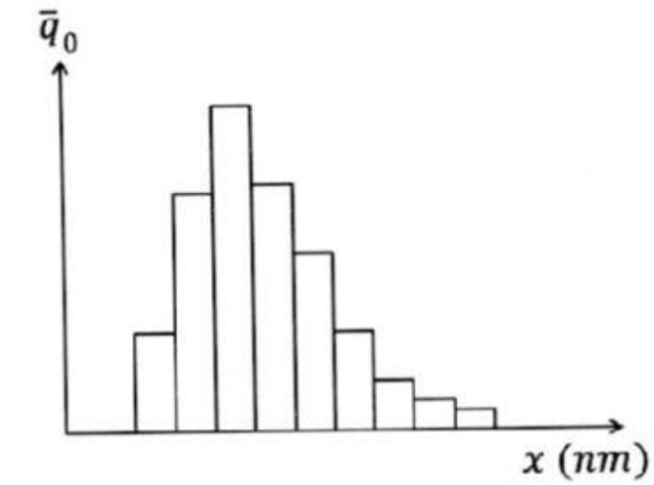
تصدیق گزارش (مثال)

الف-۱ ماده معرف آزمون

کد PTM و شماره محموله

جدول الف- ۱ خواص فیزیکی- شیمیایی

خاصیت	مقدار یا نوع	میزان همگنی
اندازه و شکل: توزیع اندازه ذره متوسط اندازه ذره (nm) شکل	 به شکل الف-۲ مراجعه شود ۳۰ ذرات تخم مرغی و چندوجهی	 - ۵[a] -
مساحت سطح ویژه (m^2g^{-1})	۱۲۰	۱۰[b]
ترکیب شیمیایی توده	به جدول الف-۲ مراجعه شود	-
نوع بلور	روتایل	-
[a] ۹۵ درصد فاصله اطمینان قطر میانگین حسابی در ۲۰۰۰ ذره مورد آزمایش [b] ۹۵ درصد فاصله اطمینان میانگین اندازه‌گیری‌های انجام شده در ۱۰ بطری		



شکل الف-۱ توزیع اندازه از کد PTM

جدول الف-۲ ترکیب شیمیایی توده از کد PTM

عنصر	غلظت ($mg\ g^{-1}$)	یکنواختی[a] ($mg\ g^{-1}$)
آلومینیوم	۳۰۰	۱۰
آهن	۵۰	۵
نیوبیوم	۲۵۰	۳۰
...	...	...
[a] ۹۵ درصد فاصله اطمینان میانگین آنالیزهای انجام‌شده در ۱۰ بسته		

الف-۲ شرح ماده

شرح کلی ماده معرف آزمون (PTM) مطابق با بندهای ۶-۱ و ۶-۲ است.

الف-۳ جزئیات اندازه‌گیری

مشخصات اندازه‌گیری مطابق با بند ۶-۳ در اینجا ارائه شده است:

الف-۳-۱ اندازه و شکل: آماده‌سازی نمونه، کالیبراسیون، تجزیه و تحلیل داده، مقیاس‌ها و انواع اندازه ذره و تصاویر میکروسکوپی.

الف-۳-۲ مساحت سطح ویژه: شرایط قبل از آماده‌سازی و گاززدایی، دستورالعمل خطای آزمون برای تعیین جذب سطحی گرمایی، ماده جذب شونده، مساحت سطح ویژه و روش محاسبه، ماده یا مواد مرجع گواهی شده.

الف-۳-۳ ترکیب شیمیایی توده: روش آنالیز شیمیایی، تهیه نمونه، ماده یا مواد مرجع گواهی شده.

الف-۳-۴ ساختار بلور: تهیه نمونه، منبع و طول موج اشعه ایکس، مکان و شدت نقاط اوج اصلی پراش اشعه ایکس، روش آنالیز داده.

الف-۴ اطلاعات مربوط به مدیریت کیفیت

الف-۴-۱ مرجع سیستم مدیریت کیفیت مورد استفاده در تولید نانوشئ.

الف-۵ نگه‌داری

الف-۵-۱ شرایط نگه‌داری.

الف-۶ تاریخ تصدیق

الف-۶-۱ تاریخ ارائه گزارش؛

الف-۶-۲ نام و نشانی مرجع تصدیق کننده گزارش.

کتابنامه

[1] ISO Guide 34:2009, General requirements for the competence of reference material producers

[2] ISO 13322-1, Particle size analysis - Image analysis methods - Part 1: Static image analysis methods

[3] ISO 9276-2, Representation of results of particle size analysis - Part 2: Calculation of average particle sizes/diameters and moments from particle size distributions

[4] ISO 9276-3, Representation of results of particle size analysis — Part 3: Adjustment of an experimental curve to a reference model

[5] ISO 3252, Powder metallurgy — Vocabulary

[6] ISO/TS 80004-3, Nanotechnologies — Vocabulary — Part 3: Carbon nano-objects

[7] ISO 9276-6, Representation of results of particle size analysis — Part 6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology

[8] Lamberty A., Schimmel H., Pauwels J. The study of the stability of reference materials by isochronous measurements. Fresenius J. Anal. Chem. 1998, **360** pp. 359–361

[9] REFNANO Final Report. Institute of Occupational Medicine, UK, 2007

[10] ISO 14488, Particulate materials — Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties

[11] ISO 9277, Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption - BET method

[12] ISO 9001, Quality management systems — Requirements