INSO
17991
1st.Edition
2014

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۱۷۹۹۱
چاپ اول
۱۳۹۲

فناوری نانو- تعیین مشخصات نمونه‌های نانولوله کربنی چندجداره (MWCNT)

Nanotechnologies-Characterization of multiwall carbon nanotube(MWCNT) samples

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 می‌شود 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، سازمآن‌های دولتی و غیر دولتی حاصل می‌شود . 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 می‌شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمآن‌های 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 می‌شود . 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 می‌کند . 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 می‌تواند 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 می‌تواند 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 سازمآن‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره ، آموزش ، بازرسی ، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی ، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش ، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمآن‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم ، گواهینامهٔ تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند . 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- تعیین مشخصات نمونه‌های نانولوله‌کربنی چندجداره (MWCNT) »

رئیس :	**سمت و/ یا نمایندگی**
اسکندری، حسین (دکترای مهندسی مواد)	عضو هیئت علمی دانشگاه خلیج فارس بوشهر
دبیر :	
مولاپناه کناورویی، مریم (کارشناسی ارشد نانوفیزیک)	کارشناس شرکت سیراف آزمون لیان
اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
اوحدی، افشین (کارشناس ارشد مهندسی کشاورزی)	کارشناس سازمان ملی استاندارد ایران
اسلامی پور، الهه (کارشناس ارشد زیست)	کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
برسان، حمیده (کارشناس مهندسی شیمی)	رئیس اداره امور آزمایشگاههای اداره کل استاندارد بوشهر
بنازاده، علیرضا (دکترای شیمی تجزیه)	عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد
پوی پوی، حسن (کارشناس ارشد شیمی)	کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
چوخاچی زاده مقدم، امین (کارشناس ارشد نانو مواد)	کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
خدری، صابر (کارشناس عمران)	رابط تدوین اداره کل استاندارد بوشهر

ریاضی، سید محمد علی (دکترای بیو الکتریک)	عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد بوشهر
رسولی، افشین (کارشناس مکانیک)	مدیر عامل شرکت سیراف آزمون لیان
رعنایی، حسین (دکترای فیزیک)	عضو هیئت علمی دانشگاه خلیج فارس بوشهر
زارعی، عبدالحسین (کارشناس ارشد مهندسی دریا)	عضو هیئت علمی دانشگاه خلیج فارس بوشهر
صبوری، رحمت الله (دانشجوی دکترای مهندسی شیمی)	مربی دانشگاه خلیج فارس بوشهر
صنعتی، علی محمد (دکتری محیط زیست)	استادیار دانشگاه خلیج فارس بوشهر
عزیزی، علی (کارشناس صنایع غذایی)	معاون ارزیابی انطباق اداره کل استاندارد بوشهر
کیانی برازجانی، مریم (دکترای شیمی)	استادیار دانشگاه آزاد اسلامی بوشهر
گرگی، سکینه (کارشناس ارشد برق الکترونیک)	مسئول فنی شرکت سیراف آزمون لیان
محمودی، حسین (کارشناس مهندسی برق)	کارشناس اداره استاندارد بوشهر
محبوبی، حامد (کارشناس صنایع)	کارشناس شرکت شاخه زیتون لیان
مسروری، حسن (دکترای شیمی)	عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد

میر کاظمی، سید محمد (دکترای مهندسی مواد)	عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت
مهاجر، سمیه (کارشناس ارشد شیمی)	کارشناس اداره استاندارد بوشهر
هاشمی‌فرد، سید عبداللطیف (دکترای مهندسی شیمی)	استادیار دانشگاه خلیج فارس بوشهر
یوسف زاده، مریم (دکترای مهندسی نساجی)	استادیار دانشگاه صنعتی امیرکبیر

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

	آشنایی با سازمان ملی استاندارد	ب
	کمیسیون فنی تدوین استاندارد	ج
	پیش‌گفتار	ز
	مقدمه	ح
۱	هدف و دامنه کاربرد	۱
۲	مراجع الزامی	۱
۳	اصطلاحات و تعاریف و اختصارات	۲
۴	خواص اصلیMWCNT و میزان ناخالصی‌ها و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها	۳
۵	روش‌های اندازه‌گیری خواص MWCNT	۳
۵ - ۱	کلیات	۳
۵ - ۲	قطر خارجی	۴
۵ - ۳	قطر داخلی	۴
۵ - ۴	فاصله بین لایه‌ای	۴
۵ - ۵	طول	۵
۵ - ۶	بی‌نظمی در ساختار بلوری	۵
۵ - ۷	دمای اکسایش	۶
۶	روش‌های اندازه‌گیری میزان ناخالصی‌های نمونه‌های توده‌ای MWCNT ها	۶
۶ - ۱	کلیات	۶
۶ - ۲	میزان ماده کربنی که به شکل MWCNT ها نیست	۶
۶ - ۳	میزان فلز	۷
۶ - ۴	میزان هیدروکربن پلی آروماتیک	۷
۶ - ۵	میزان مواد فرار تا دمای حدود ۱۰۰ °C	۸
۶ - ۶	میزان مواد فرار در دماهای بالاتر از ۱۰۰ °C	۸
۶ - ۷	میزان خاکستر	۹
۷	گزارش آزمون	۹
	پیوست الف (اطلاعاتی) کتابنامه	۱۰

پیش‌گفتار

استاندارد " فناوری نانو- تعیین مشخصات نمونه‌های نانولوله‌کربنی چندجداره [1](**MWCNT**) " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۲/۱۲/۱۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO/TR 10929: 2012, Nanotechnologies-Characterization of multiwall carbon nanotube (MWCNT) samples

1- multiwall carbon nanotube

مقدمه

نانولوله‌های‌کربنی چندجداره (MWCNTs)[1] موادی هستند که در بسیاری از حوزه‌های صنعتی استفاده می شوند. این مواد به علت خواص منحصر به فرد الکترونیکی، الکترومغناطیسی، گرمایی، نوری و مکانیکی مفید هستند. امکان استفاده از نانولوله‌های‌کربنی چندجداره در کاربردهای متنوع از جمله صفحات نمایش بر پایه گسیل میدانی[2]، موادکامپوزیتی مستحکم، حسگرهای چند منظوره[3] و عناصر مدارهای منطقی[4] جدید در مقیاس نانو مورد مطالعه قرار گرفته است. در همه موارد مشخصه‌یابی مناسب نمونه‌های MWCNT جهت تولید محصولات مطلوب ضروری می‌باشد.

1- Multiwall carbon nanotubes
2- Field-emission based display panels
3- Multifunctional sensors
4- Logic circuits

فناوری نانو- تعیین مشخصات نمونه‌های نانولوله‌کربنی چندجداره (MWCNT)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین خواص اصلی نانولوله‌های‌کربنی چندجداره (MWCNT) و میزان ناخالصی آنهاست به طوری که مشخصات نمونه‌های توده‌ای[1] MWCNTs را تعیین کند و روش‌های اصلی اندازه‌گیری موجود را، برای تعیین این عوامل در صنعت بیان نماید.

این استاندارد زمینه مناسبی جهت تحقیق، توسعه و تجاری‌سازی این مواد را فراهم می‌کند. این استاندارد در مورد آماده‌سازی نمونه و پروتکل‌های اندازه‌گیری کاربرد ندارد.

۲ مراجع الزامی

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

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست . در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است ، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن‌ها مورد نظر است .

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۲-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۰۹۵ : سال ۱۳۹۰ ، تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک جداره با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز طیف سنجی پرتو ایکس بر اساس توزیع انرژی (EDX)- فناوری نانو

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۵۶۴ : سال ۱۳۹۱ ، تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک جداره به روش آنالیز جرم سنجی حرارتی- فناوری نانو

۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۴۶۳ : سال ۱۳۹۲، تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی چند جداره – فاکتورهای شکل مزوسکوپی- فناوری نانو

2-4 ISO/TS 27687: 2008 , Nanotechnologies – Terminology and definitions for nano-objects – Nanoparticle, nanofibre and nanoplate

2-5 ISO/TS 8004-1: 2010, Nanotechnologies- vocabulary- part 1 : core terms

2-6 ISO/TS 8004-3:2010 , Nanotechnologies- vocabulary- part 3 : carbon nano-objects

2-7 ISO/TS 10797 : 2012 , Nanotecnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using transmission electron microscopy

2-8 ISO/TS 13278: 2011, Nanotechnologies – Determination of elemental impurities in sample of carbon nanotubes using inductively coupled plasma mass spectrometry

2-9 ISO/TS 11251: 2010 , Nanotecnologies – Characterization of volatile components in single – wall carbon nanotube sample using evolved gas analysis/gas chromatograph-mass spectrometry

1 - Bulk

۳ اصطلاحات و تعاریف و اختصارات

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استانداردهای بند ۲-۱، ۲-۲ و ۲-۳ ، اختصارات زیر نیز به کار می رود.

AAS	طیف سنجی جذب اتمی [۱]
DTA	آنالیز گرمایی تفاضلی [۲]
EDS	طیف سنجی پرتو ایکس براساس توزیع انرژی [۳]
EGA-GCMS	آنالیز گاز خروجی – طیف سنجی جرمی کروماتوگرافی گازی [۴]
GC-MS	کروماتوگرافی گازی – طیف سنجی جرمی[۵]
HPLC-MS	کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا- طیف سنجی جرمی [۶]
ICP-AES/OES	پلاسمای جفت شده القایی- طیف بینی نشر اتمی / طیف بینی گسیل نوری[۷]
ICP-MS	پلاسمای جفت شده القایی- طیف سنجی جرمی [۸]
SEM	میکروسکوپ الکترونی روبشی[۹]
TEM	میکروسکوپ الکترونی عبوری[۱۰]
TGA	آنالیز گرما وزن سنجی[۱۱]
XRD	پراش‌سنجی پرتو ایکس[۱۲]
XRF	آنالیز فلوئورسانس پرتو ایکس[۱۳]

1 - Atomic absorption spectrometry
2 - Differential thermal analysis
3 -Energy dispersive X-ray spectrometry
4- Evolved gas analysis-gas chromatograph mass spectrometry
5 -Gas chromatography- mass spectrometry
6- High performance liquid chromatophy – mass spectrometry
7- Inductivily coupled plasma –atomic emission spectroscopy/optical emission spectroscopy
8 - Inductivily coupled plasma- mass spectrometry
9 - Scanning electron microscopy
10 -Transmission electron microscopy
11 -Thermogravimetric analysis
12-X-ray diffractometry
13-X-ray fluorescence analysis

۴ خواص اصلیMWCNT و میزان ناخالصی‌ها و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

خواص اصلی MWCNT و میزان ناخالصی آن‌ها برای تعیین مشخصات نمونه‌های توده‌ای MWCNTs در جدول ۱ آورده شده است. مشخصات و مواد ناخالصی در این جدول به همراه روش یا روش‌های قابل دسترس صنعتی ارائه شده است.
نمونه‌برداری و همگنی نمونه‌ها باید مورد توجه قرار گیرد، اما این موارد در این جا ذکر نشده است.

جدول ۱- خواص اصلیMWCNT و میزان ناخالصی‌ها و روش‌های اندازه‌گیری آن‌ها

دسته	خاصیت/ میزان	روش
خواص پایه	قطر خارجی	TEM, SEM
	قطر داخلی	TEM
	فاصله بین لایه‌ای	XRD,TEM
	طول	SEM, TEM
	بی‌نظمی ساختار بلوری	طیف بینی رامان، TEM
	دمای اکسایش	TGA/DTA
ناخالصی‌ها	میزان ماده کربنی که به شکل MWCNT نباشد	SEM, TEM, XRD, TGA
	میزان فلز	ICP-AES/OES, AAS.ICP-MS,XRF,SEM/EDS
	میزان هیدروکربن پلی آروماتیک	HPLC-MS, GC-MS
	میزان مواد فرار تا حدود ۱۰۰ °C	TGA, EGA-GCMS ,روش کاهش وزن
	میزان مواد فرار برای دمای بالاتر از ۱۰۰ °C	TGA, EGA-GCMS ,روش کاهش وزن
	میزان خاکستر	روش کاهش وزن ، TGA

۵ روش‌های اندازه‌گیری خواص MWCNT

۵-۱ کلیات

روش‌های اندازه‌گیری صنعتی موجود برای تعیین خواص MWCNTs به صورت نمونه‌های توده‌ای در ادامه آمده است. آماده‌سازی نمونه و پروتکل‌های اندازه‌گیری در این استاندارد ذکر نشده است.

۵- ۲ قطر خارجی[1]

قطر خارجی MWCNTs، قطر خارجی‌ترین لایه گرافنی است که لوله از آن ساخته شده‌است. قطر خارجی MWCNT را می‌توان با استفاده از TEM و SEM و با کمک روش‌های آنالیز تصویر اندازه‌گیری کرد. قابلیت کاربرد SEM به قدرت تفکیک‌پذیری دستگاه SEM بستگی دارد. برای اندازه‌گیری‌های TEM و SEM به روش‌های مناسب نمونه‌برداری، آماری و کالیبراسیون نیاز است.

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۰۹۵ و استاندارد ISO/TS 10797 راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT[2] (نانولوله‌کربنی تک جداره) ارائه می‌نماید و مرجعی برای اندازه‌گیری‌های قطر خارجی به وسیله TEM و SEM می‌باشد.

۵- ۳ قطر داخلی [3]

قطر داخلی MWCNTs ، قطر داخلی‌ترین لایه گرافنی است که لوله از آن ساخته شده‌است. قطر داخلی را می‌توان با استفاده از TEM و با کمک روش‌های آنالیز تصویر اندازه‌گیری کرد. برای اندازه‌گیری‌های TEM به روش‌های مناسب نمونه‌برداری، آماری و کالیبراسیون نیاز است.

استاندارد ISO/TS 10797 راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می‌نماید و مرجعی برای اندازه‌گیری‌های قطر داخلی به وسیله TEM می‌باشد.

۵- ۴ فاصله بین لایه‌ای[4]

ماهیت ساختاری MWCNTs، به وسیله فاصله میان لایه‌های گرافن، که دیواره‌های همجوار را در یک MWCNT تشکیل می‌دهند، بیان می‌شود. فاصله بین لایه‌ای MWCNTs را می توان با به کار گیری روش پراش پرتو ایکس و TEM با استفاده از روش‌های مناسب نمونه‌برداری و آماری نمونه توده‌ای MWCNT ها اندازه‌گیری کرد.

---

1 - Outer diameter

2 – Single wall carbon nanotube

3 -Inner diameter

4 - Interlayer distance

استاندارد ISO/TS 10797 راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می‌نماید و مرجعی برای اندازه‌گیری‌های فاصله بین لایه‌ای به وسیله TEM می‌باشد.

۵- ۵ طول

طول یک MWCNT فاصله طولی میان دو انتهای آن است، یا فاصله ریشه یک شاخه تا نوک آن برای ساختارهای دارای انشعاب[1] می‌باشد. طول MWCNT ها را می‌توان با استفاده از SEM و با کمک روش‌های آنالیز تصویر اندازه‌گیری کرد. هم‌چنین برای لوله‌های نازک کوتاه که در محدوده بیشینه تصویر TEM قرار می‌گیرند، می‌توان از TEM استفاده کرد. برای اندازه‌گیری‌های TEM و SEM به روش‌های مناسب نمونه‌برداری، آماری و کالیبراسیون نیاز است. اندازه‌گیری طول MWCNT می‌تواند به شدت چالش برانگیز باشد زیرا احتمال قرارگیری تصویر هر دو انتهای یک MWCNT در یک تک تصویر با استفاده از TEMو یا SEM بسیار کم است.

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۰۹۵ و استاندارد ISO/TS 10797 راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می نماید و مرجعی برای اندازه‌گیری‌های طول به وسیله TEM و SEM می‌باشد.

۵- ۶ بی‌نظمی[2] در ساختار بلوری

بی‌نظمی در ساختار بلوری MWCNTs، از انحراف هندسی و شیمیایی آرایش اتمی در یک MWCNT منظم ناشی می‌شود. نمونه‌ای از این بی‌نظمی‌ها، نقص‌های موجود در ساختار گرافیتی و نواحی نامنظم کربن‌های بی‌شکل[3] هستند. چنین بی‌نظمی‌هایی می‌تواند بر خواص MWCNT نظیر خواص الکتریکی، گرمایی، مکانیکی و شیمیایی تاثیر بگذارد. درجه بی‌نظمی می‌تواند به طور کیفی توسط طیف رامان MWCNTs تعیین شود. نسبت شدت نوار D (در حدود $1360\ cm^{-1}$) بر روی نسبت نوار G (در حدود $1540\ cm^{-1}$) ، (نسبت *D/G*)، که از طیف رامان با استفاده از یک لیزر مرئی به دست می‌آید، اطلاعاتی در مورد درجه بی‌نظمی MWCNTs می‌دهد. نوار D به نقایص موجود در ساختار گرافیتی و ساختارهای نامنظم، به عنوان مثال کربن‌های بی شکل اشاره دارد. نوار G ناشی از ساختار گرافیتی منظم است. مقادیر پایین‌تر نسبت *D/G* ،بی‌نظمی کمتر در ساختار بلوری MWCNTs رابیان می‌کند. روش‌های مناسب نمونه‌برداری، آماری و کالیبراسیون برای اندازه‌گیری‌ها مورد نیاز می‌باشد.

---

1 - Ramified structures

2 – Disorder

3 - Amorphous

درجه بی‌نظمی هم‌چنین می‌تواند به صورت کیفی توسط مشاهده تصویر TEM با قدرت تفکیک‌پذیری اتمی تعیین شود.

۵- ۷ دمای اکسایش[1]

دمای اکسایش MWCNTs اطلاعاتی را در مورد میزان نقص ارائه می‌دهد. دماهای اکسایش پایین‌تر نشان‌دهنده نقص‌های بیشتر در ساختار بلوری MWCNTs است. برای اندازه‌گیری دمای اکسایش، یک نمونه توده‌ای MWCNTs در یک محیط اکسیدکننده، از دمای اتاق تا یک دمای بالای معین، (به طور مثال $^{\circ}C$ ۹۰۰ و یا بیشتر) حرارت داده شده و دمای اکسایش با استفاده از ترکیب تجهیزات TGA و DTA اندازه‌گیری می‌شود. دمای اکسایش از نقطه عطف گرمازا در نمودار DTA و در بیشینه مشتق نمودار کاهش وزن TGA تعیین می‌شود. زمانی که نمونه شامل مقادیر زیادی از ناخالصی‌ها باشد، امکان دارد دماهای اکسایش چندگانه‌ای در منحنی‌های[2] اندازه‌گیری شده وجود داشته باشد که این دماهای اکسایش چندگانه، ناشی از وجود ناخالصی‌های متفاوت هستند. توصیه می‌شود مجموعه کامل نتایج مطابق بند ۷، با صرف نظر کردن از تعیین دمای اکسایش گزارش شوند. یک برنامه دمایی پویا به نمونه خطی آن ارجحیت دارد.

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۵۶۴راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می‌نماید و مرجعی برای اندازه‌گیری‌های دمای اکسایش به وسیله TGA می‌باشد.

۶ روش‌های اندازه‌گیری میزان ناخالصی‌های نمونه‌های توده‌ای MWCNTs

۶- ۱ کلیات

روش‌های اندازه‌گیری صنعتی موجود برای تعیین میزان ناخالصی‌های نمونه توده‌ای MWCNTs مشخص شده اند. آماده‌سازی نمونه و پروتکل‌های اندازه‌گیری در این استاندارد ذکر نشده است.

۶- ۲ میزان ماده کربنی که به شکل MWCNTs نیست

مواد کربنی، از قبیل کربن‌های بی‌شکل و پولک‌های[3] گرافیتی که به شکل MWCNTs نیستند و در نمونه توده‌ای موجود می‌باشند، می‌توانند با استفاده از SEM، TEM، XRD و TGA مشخص شوند. میزان مواد کربنی

1 - Oxidation temprature
2- Profiles
3 - Flakes

که به شکل MWCNTs نیستند به صورت کیفی از طریق SEM، TEM، XRD و TGA با به کار گیری روش‌های مناسب آماری و نمونه‌برداری، تخمین زده می‌شوند.

استاندارد ملی ایران به شماره ۱۴۰۹۵ راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می‌نماید و مرجعی برای اندازه‌گیری‌های میزان مواد کربنی متفاوت با MWCNT است که به وسیله SEM و EDS انجام می‌شود.

۶- ۳ میزان فلز[1]

ترکیبات فلزی به احتمال زیاد از کاتالیست‌ها و زیرپایه‌های[2] استفاده شده در تولید MWCNTs ناشی شده اند. منظور از میزان فلز، تعیین نوع فلز و میزان حضور آن در نمونه توده‌ای MWCNTs است. میزان فلز را می‌توان به وسیله ICP-AES/OES، AAS، ICP-MS، XRF و SEM/EDS با کمک مواد مرجع مناسب اندازه‌گیری کرد. این روش‌ها برای ترکیبات فلزی متنوعی استفاده می‌شوند.
استاندارد ISO/TS 10797 راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می‌نماید و مرجعی جهت اندازه‌گیری‌های میزان فلز به وسیله ICP- MS می‌باشد.

۶- ۴ میزان هیدروکربن پلی آروماتیک[3]

هیدروکربن‌های پلی آروماتیک نوعی ترکیبات غیر فرار هستند که به احتمال زیاد در طی تولید MWCNTs به نمونه توده‌ای وارد شده‌اند. روش‌های کروماتوگرافی برای اندازه‌گیری میزان هیدروکربن پلی آروماتیک قابل اجرا هستند. می‌توان هیدروکربن‌های پلی آروماتیک را به وسیله روش استخراجی سوکسله[4] از نمونه‌های توده‌ای خارج کرد. استفاده از HPLC-MS و تزریق مایعGC-MS جهت جداسازی هیدروکربن پلی آروماتیک و بررسی محتویات با کمک مواد مرجع مناسب، استفاده می‌شود.

1 - Metal content
2 -Substrates
3 -Polyaromatic
4 -Soxhlet

۶- ۵ میزان مواد فرار[1] تا دمای حدود ۱۰۰ °C

یک نمونه توده‌ای MWCNTs را در یک محیط بی‌اثر[2] از دمای اتاق تا حدود ۱۰۰ °C حرارت داده و در آن دما نگه‌داشته‌می‌شود تا زمانی که ترکیبات فرار کاملا آزاد شوند. با فرض اینکه هیچ واکنش شیمیایی در نمونه رخ ندهد، میزان مواد فرار به وسیله کاهش وزن نمونه در طول گرمادهی محاسبه می‌شود. میزان مواد فرار معمولا به صورت درصد کاهش وزن، در نتیجه حرارت دادن بیان می‌شود. هنگامی که ترکیب اصلی آزاد شده آب باشد اغلب مقدار رطوبت نامیده می‌شود. همچنین امکان استفاده از دستگاه ترکیبی EGA-GCMS برای بررسی گاز خروجی وجود دارد.

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۵۶۴و استاندارد ISO/TS 11251 راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می‌نماید و مرجعی برای اندازه‌گیری‌های میزان مواد فرار به ترتیب به وسیله TGA و EGA-GCMS می‌باشد.

۶- ۶ میزان مواد فرار برای دماهای بالاتر از ۱۰۰ °C

به یک نمونه توده‌ای MWCNTs در یک محیط بی‌اثر از دمای اتاق تا دمای دلخواه به طور مثال ۹۰۰ °C حرارت داده شده و در همان دما نگه داشته می‌شود تا جایی که ترکیبات فرار کاملا آزاد شود. با فرض اینکه هیچ واکنش شیمیایی در نمونه توده‌ای رخ ندهد، میزان مواد فرار به وسیله وزن کاهش یافته نمونه در حین حرارت دیدن محاسبه می‌شود. TGA می‌تواند برای اندازه‌گیری میزان مواد فرار مورد استفاده قرار گیرد. معمولا میزان مواد فرار به صورت درصد کاهش وزن نمونه در اثر حرارت دیدن بیان می‌شود. هم‌چنین امکان استفاده از دستگاه ترکیبی EGA-GCMS برای بررسی گاز خروجی وجود دارد.

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۵۶۴و استاندارد ISO/TS 11251 راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می‌نماید و مرجعی جهت اندازه‌گیری‌های میزان مواد فرار به ترتیب به وسیله TGA و EGA-GCMS می‌باشد.

1 -Volatile content
2 - Inert environment

۶- ۷ میزان خاکستر[1]

یک نمونه توده‌ای MWCNTs در یک محیط اکسید کننده[2] از دمای اتاق تا بالای دمای احتراق (حدود $^{\circ}C$ ۱۰۰۰ یا بالاتر) حرارت داده شده و تا زمانی که احتراق کامل شود در این دما نگه داشته می‌شود. میزان خاکستر، وزن باقیمانده نمونه بعد از اعمال حرارت است. روش TGA می‌تواند به عنوان روشی برای اندازه‌گیری میزان خاکستر استفاده شود. میزان خاکستر معمولا به صورت درصد وزن باقیمانده از نمونه اصلی، پس از حرارت دیدن بیان می‌شود.

یادآوری- به طور معمول ، کاتالیست فلزی استفاده شده جهت رشد MWCNTs در دماهای مذکور اکسید می‌شود، که این اکسید ترکیب اصلی میزان خاکستر است و ممکن است به افزایش وزن منجر شود.

۷ گزارش آزمون

گزارش تعیین خواص باید شامل موارد ذیل باشد:

الف - خواص و مقادیر ارزیابی شده مطابق جدول ۱
ب - روش‌های اندازه‌گیری هر کدام از خواص و مقادیر آن
پ - نتایج کمی و/ یا کیفی حاصل از اندازه‌گیری‌ها
ت - شناسایی نمونه آزمون شده به طور مثال نام نمونه و شماره بهر[3]
ث - اطلاعاتی در مورد اعتبار و قابلیت اعتماد داده‌ها
ج - سایر اطلاعات تکمیلی ، به طور مثال انحراف از روش‌های داده شده در این استاندارد

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۴۶۳ راهنمایی را برای تعیین مشخصات SWCNT ارائه می‌نماید و مراجعی جهت تعیین فاکتورهای شکل مزوسکوپیک[4] به وسیله SEM و TEM می‌باشد.

1 - Ash content
2- Oxidizing
3- Lot number
4- Mesoscopic

پیوست الف

(اطلاعاتی)

کتابنامه

[1] ISO/TS 10797, Nanotecnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using transmission electron microscopy

[2] ISO/TS 10798, Nanotecnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis

[3] ISO/TS 11251, Nanotecnologies – Characterization of volatile components in single – wall carbon nanotube sample using evolved gas analysis/gas chromatograph-mass spectrometry

[4] ISO/TS 11308, Nanotecnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using thermogravimetric analysis

[5] ISO/TS 11888, Nanotecnologies – Characterization of multiwall carbon nanotubes-Mesoscopic shape factors

[6] ISO/TR 12885, Nanotecnologies – Health and safety practices in occupational settings relevant to nanotechnologies

[7] ISO/TS 13278, Nanotechnologies – Determination of elemental impurities in sample of carbon nanotubes using inductively coupled plasma mass spectrometry

[8] IWASHITA, N., Park, C.R., FUJIMOTO, H., SHIRAISHI, M., INAGAKI, M., Specification for a standard procedure of X-ray diffraction measurement on carbon materials , Carbon 42, 2004,pp.701-714