



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۲۶۱۲

چاپ اول

۱۳۹۶

INSO-IEC/TS
22612
2018

Identical with
IEC/TS 17466:
2015

فناوری نانو- استفاده از طیف‌سنجی جذب
فرابنفش - مرئی در مشخصه‌یابی نقاط
کوانتومی کلوییدی کالکوژنیدی کادمیومی

**Nanotechnology- Use of UV-Vis
absorption spectroscopy in the
characterization of cadmium chalcogenide
colloidal quantum dots**

ICS:07.030

استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۶۱۲ (چاپ اول): سال ۱۳۹۶

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران-ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج-ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

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.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران 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 غیر دولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی 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 ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد 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 نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سامانه‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران 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، 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 - استفاده از طیف‌سنجی جذب فرابنفش - مرئی در مشخصه‌یابی نقاط کوانتومی

کلوییدی کالکوژنیدی کادمیومی »

رئیس:

آل علی، هدی
(دکتری فیزیک)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

اعرابی، امیر مسعود
(دکتری مهندسی مواد)

عضو هیئت علمی موسسه پژوهشی علوم و فناوری رنگ و پوشش

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابریشم کار، آزاده
(کارشناسی مهندسی صنایع غذایی)

مدیر عامل شرکت پارسیان توف سریرا

آقاجان، ناصر
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

کارشناس شرکت پارسیان توف سریرا

پارسی تبار، ریحانه
(کارشناسی ارشد مترجمی زبان)

نایب رئیس هیئت مدیره شرکت پارسیان توف سریرا

چوخابی زاده مقدم، امین
(کارشناسی ارشد نانومواد)

کارشناس ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

ساسانی قمصری، مرتضی
(دکتری فوتونیک)

عضو هیئت علمی سازمان انرژی اتمی ایران

غلامزاده، میلاد

کارشناس شرکت پارسیان توف سریرا

(کارشناسی مهندسی صنایع)

فرهمنند نژاد، محمد امین
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس پژوهشگاه فضایی ایران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

قهاری، مهدی
(دکتری مهندسی مواد)

میرزاده، ساره

(کارشناسی مهندسی صنایع)

نوروزی، وحید

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی موسسه پژوهشی علوم و فناوری رنگ و پوشش

کارشناس شرکت پارسیان توف سریرا

رئیس هیئت مدیره شرکت پارسیان توف سریرا

ویراستار:

سیفی، مهوش

(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

کارشناس استاندارد – نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ اصطلاحات، تعاریف، نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها
۱	۱-۲ اصطلاحات و تعاریف
۲	۲-۲ نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها
۳	۳ اصول آزمون
۳	۱-۳ کلیات
۳	۲-۳ طیف‌سنجی جذب فرابنفش - مرئی
۳	۳-۳ پیک‌های جذب نقاط کوانتومی در محدوده فرابنفش - مرئی
۳	۴-۳ رابطه میان قطر نقاط کوانتومی و طول موج پیک جذب نوری
۴	۵-۳ رابطه میان غلظت نقطه کوانتومی و شدت‌های پیک جذب نوری
۵	۱-۵-۳ به‌هنجارسازی مقدار عددی جذب برای نمونه‌ها با توزیع‌های اندازه پهن
۶	۲-۵-۳ استخراج ضریب خاموشی ϵ از اندازه ذره
۶	۴ آماده‌سازی نمونه
۷	۵ روش اندازه‌گیری
۷	۱-۵ طیف سنج فرابنفش - مرئی
۷	۲-۵ روش اندازه‌گیری نوری
۷	۳-۵ شرایط پیشنهادی
۸	۶ تحلیل داده‌ها و تفسیر نتایج
۸	۱-۶ تحلیل داده‌ها برای تقریب اندازه نقطه کوانتومی
۸	۲-۶ تحلیل داده‌ها برای مشخصه‌یابی غلظت نقطه کوانتومی
۸	۷ عدم قطعیت اندازه‌گیری
۹	۸ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (آگاهی دهنده) بررسی موردی برآورد کردن قطر نقاط کوانتومی CdSe با استفاده از طیف‌های جذبی فرابنفش - مرئی
۱۸	پیوست ب (آگاهی دهنده) بررسی موردی تعیین غلظت عددی نقاط کوانتومی CdSe در یک پراکنه
۲۲	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- استفاده از طیف‌سنجی جذب فرابنفش- مرئی در مشخصه‌یابی نقاط کوانتومی کلوییدی کالکوژنیدی کادمیومی» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی / منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در پنجاه و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۶/۱۲/۱۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس 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 تجدید نظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد. 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 17466: 2015 Use of UV-Vis absorption spectroscopy in the characterization of cadmium chalcogenide colloidal quantum dots

مقدمه

نانوذرات مهندسی شده مواد نیم‌رسانا با اندازه‌هایی به حدی کوچک که رفتار الکترون‌ها و حفرات تحت تاثیر محصور شدن کوانتومی^۱ قرار بگیرند، خواص منحصر به فرد نوری و الکترونیکی میان نیم‌رسانای توده و مولکول‌های مجزا از خود بروز می‌دهند. این امر عموماً به محدوده‌ای اطلاق می‌شود که قطر یک نانوذره قابل مقایسه با شعاع بوه‌ر اکسیتون^۲ برای مواد نیم‌رسانای ویژه باشد. چنین نانوذراتی عموماً نقاط کوانتومی خوانده می‌شوند. شاخصه قابل توجه این نانوذرات، وابستگی ساختار الکترونی آنها به اندازه ذرات است که حاصل از محصورشدگی کوانتومی حامل‌های بار می‌باشد و در نتیجه طول موج جذب و نشر اکسیتونی آنها نیز به اندازه ذره وابسته می‌شود. به‌ویژه، انرژی انتقال از نوار ظرفیت به رسانش و در نتیجه آغاز جذب و اولین انتقال اکسیتونی (ارجاع شده در اینجا به‌عنوان مکان اولین پیک جذب) به قطر ذره وابسته می‌باشد [1].

نقاط کوانتومی عموماً به‌صورت ساختارهای پوسته - هسته با یک پوسته لیگاندی که کنترل‌کننده انحلال و پیرو آن عامل دار شدن شیمیایی می‌باشد، عموماً به روش‌های شیمیایی با قابلیت تولید در مقیاس بالا و با قابلیت کنترل ساختار، ترکیب، شکل و اندازه، سنتز می‌شوند. نقاط کوانتومی موجود در بازار بیشتر از مواد کالکوژنید^۳ کادمیومی (CdTe, CdSe, CdS) هستند. بیشینه نشر وابسته به اندازه، پهنای نوار نشر باریک و پایداری نوری بالا، این دسته مواد مهندسی شده را به عنوان مواد جذاب در کاربردهای برجسب‌گذاری زیستی و اپتوالکترونیک مطرح کرده است [2].

طیف‌سنجی فرابنفش - مرئی (UV-Vis) به‌عنوان یک روش معمول مشخصه‌یابی نقاط کوانتومی در یک پراکنه^۴ کلوییدی مطرح است که با به‌کارگیری رابطه میان طول موج اولین پیک جذب اکسیتونی و اندازه ذره و مبتنی بر تحقیقات گسترده فیزیک نور اثبات شده در گذشته و با استفاده از روش‌های تحلیلی مربوط به مواد با توزیع اندازه باریک کالکوژنید کادمیومی (CdTe, CdSe, CdS) عمل می‌کند. خواص کلیدی همچون میانگین اندازه نانوذره و غلظت عددی می‌تواند به‌صورت تقریبی از طیف جذب اندازه‌گیری شده، محاسبه شود. این استاندارد قصد دارد تا استفاده از طیف‌سنجی فرابنفش - مرئی را برای مشخصه‌یابی پراکنه کلوییدی نقاط کوانتومی تسهیل کند.

1-Quantum confinement

2-Exciton

3-Chalcogenide

4-Dispersion

فناوری نانو- استفاده از طیفسنجی جذب فرابنفش - مرئی در مشخصه یابی نقاط کوانتومی کلوییدی کالکوژنیدی کادمیومی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه راهنمایی‌هایی برای تخمین قطر و غلظت عددی کالکوژنید کادمیومی (CdTe, CdSe, CdS) تک‌اندازه با توزیع اندازه ذره باریک در یک پراکنش کلوییدی با استفاده از طیفسنج جذب فرابنفش - مرئی است. آنالیز اندازه ذره کروی برای محدوده قطر ۳/۵ nm تا ۹ nm برای CdTe، ۱ nm تا ۸ nm برای CdSe، ۱ nm تا ۵/۵ nm برای CdS قابل‌استفاده است و برای نمونه‌هایی با توزیع‌های اندازه باریک پیشنهاد می‌شود.

۲ اصطلاحات، تعاریف، نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها

۱-۲ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می‌روند.

۱-۱-۲

نقطه کوانتومی

quantum dot

QD

نانوذره بلورین که خواص وابسته به اندازه را به دلیل اثرات محصور شدن کوانتومی در ترازهای الکترونیکی نشان می‌دهد.

[منبع: برگرفته شده از زیربند ۴-۷ استاندارد ISO/TS 27687:2008]

۲-۱-۲

محصور شدن کوانتومی

quantum confinement

شرط مرزی منجر به پدیده‌ها به هنگامیکه الکترون‌ها و حفرات در یک ماده توسط یک دیواره پتانسیلی در یک بعد (چاه کوانتومی)، در دو بعد (سیم کوانتومی) یا در سه بعد (نقطه کوانتومی) محدود می‌شود.

[منبع: برگرفته شده از زیربند ۲-۵ استاندارد ISO/TS 27687:2008]

اولین جذب اکسیتونی

first excitonic adsorption

جذب نور در نقاط کوانتومی ناشی از انتقال الکترونی از تراز پایه به اولین تراز برانگیخته اکسیتونی است.

۲-۲ نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها

جدول ۱- نمادها و کوتاه‌نوشت‌ها

نماد	عبارت انگلیسی	فارسی
QD	quantum dot	نقطه کوانتومی
TEM	transmission electron microscopy	میکروسکوپ الکترونی عبوری
TOPO	trioctylphosphine oxide	تری‌اکتیل فسفین اکسید
OPA	n-octylphosphonate	ان-اکتیل فسفات
HDA	Hexadecylamine	هگزادسیل آمین
HWHM	half width at half maximum	نیم‌پهنا در نصف بیشینه
FWHM	full width at half maximum	کل پهنا در نصف بیشینه
PPA	<i>P'-P'</i> -(di-n-octyl) pyrophosphonate	پیریم- پیریم - (دی-ان-اکتیل) پیروفسفات
UV-Vis	ultraviolet-visible	فرابنفش - مرئی
E_{1s}	energy of first excitonic transition	انرژی اولین انتقال اکسیتونی
I	intensity of light transmitted through a sample	شدت نور عبور کرده از نمونه
I_0	intensity of incident light before it passes through the sample	شدت نور فرودی قبل از عبور از نمونه
A	Absorbance	مقدار عددی جذب

d	particle diameter	قطر ذره
λ	Wavelength	طول موج
ε	molar extinction coefficient	ضریب خاموشی مولار
c	particle number concentration	غلظت عددی ذره
l	path length	طول مسیر

۳ اصول آزمون

۱-۳ کلیات

طیف جذبی (مقدار عددی جذب به صورت تابعی از طول موج) یک نمونه کلوییدی نقطه کوانتومی با توزیع اندازه باریک، پیک‌های مجزا را به دلیل ترازهای انرژی کوانتیده در نقاط کوانتومی نشان می‌دهد. در این میان، اولین جذب اکسیتونی در بردارنده اطلاعاتی در مورد اندازه ذره (از طریق طول موج بیشینه پیک)، توزیع اندازه (از طریق نیم‌پهنا در نصف بیشینه پیک) و غلظت (از طریق شدت پیک) است.

۲-۳ طیف سنجی جذب فرابنفش - مرئی

شدت نور عبور کرده از یک نمونه (I) اندازه‌گیری و با شدت نور فرودی (I_0) مقایسه می‌شود. مقدار عددی جذب، به صورت $-\log(I/I_0)$ تعیین می‌شود. نمودار مقدار عددی جذب بر حسب طول موج برای یک ترکیب خاص با نام «طیف جذب» بیان می‌شود [3]، [4].

۳-۳ پیک‌های جذب نقاط کوانتومی در محدوده فرابنفش - مرئی

طیف جذب نوری نقاط کوانتومی CdSe کلوییدی در شکل ۱ دیده می‌شود. کمترین انرژی (بلندترین طول موج) پیک اولین جذب اکسیتونی در ۵۴۵ nm به انتقال اکسیتونی از نوار ظرفیت به نوار رسانش مربوط است.

۴-۳ رابطه میان قطر نقطه کوانتومی و طول موج پیک جذب نوری

روابطی مختص کالکوژنیدها، بین میانگین عددی قطر وابسته به شکل نانوذره d (بر حسب نانومتر) که اساساً توسط آنالیز میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) برآورد شده و طول موج پیک کمترین انرژی جذب اکسیتونی در طیف جذب فرابنفش - مرئی برقرار است. فرمول‌های روابط مورد نظر و جدول‌های مربوطه مطابق زیر توصیه می‌شوند [5]:

برای CdTe :

(۱)

$$d = A + B\lambda + C\lambda^2 + D\lambda^3$$

جدول ۲- ضرایب رابطه ۱ مربوط به CdTe

ضریب	A	B	C	D
مقدار با واحد	-۱۹۴/۸۴ nm	۱۰۰۶۴	$-۱/۷۱۴۷ \times ۱۰^{-۳} \text{ nm}^{-1}$	$۹/۸۱۲۷ \times ۱۰^{-۷} \text{ nm}^{-2}$

برای CdSe:

(۲)

$$d = A + B\lambda + C\lambda^2 + D\lambda^3 + E\lambda^4$$

جدول ۳- ضرایب رابطه ۲ مربوط به CdSe

ضریب	A	B	C	D	E
مقدار با واحد	۴۱/۵۷ nm	-۰/۴۲۷۷	$-۱/۶۲۴۲ \times ۱۰^{-۳} \text{ nm}^{-1}$	$-۲/۶۵۷۵ \times ۱۰^{-۶} \text{ nm}^{-2}$	$۱/۶۱۲۲ \times ۱۰^{-۹} \text{ nm}^{-3}$

برای CdS:

(۳)

$$d = A + B\lambda + C\lambda^2 + D\lambda^3$$

جدول ۴- ضرایب رابطه ۳ مربوط به CdS

ضریب	A	B	C	D
مقدار با واحد	۱۳/۲۹ nm	$-۹/۲۳۵۲ \times ۱۰^{-۲}$	$۱/۹۵۵۷ \times ۱۰^{-۴} \text{ nm}^{-1}$	$-۶/۶۵۲۱ \times ۱۰^{-۸} \text{ nm}^{-2}$

این فرمول‌ها به کاربر اجازه می‌دهد تا اندازه میانگین نقطه کوانتومی تک اندازه را با استفاده از یک طیف جذبی اندازه‌گیری شده تقریب بزند. چنین آنالیزی برای محدوده اندازه ۳/۵ nm تا ۹ nm برای CdTe، ۱ تا ۸ nm برای CdSe و ۱ nm تا ۵/۵ nm برای CdS قابل استفاده است.

با توجه به طبیعت تقریبی فرمول‌های فوق و تقریب‌های متعدد به‌کاررفته هم در اندازه‌گیری‌های TEM و هم فرابنفش - مرئی، مقادیر d برآورد شده این‌چنین گزارش می‌شود: قطر نقطه کوانتومی معادل پیک جذب فرابنفش - مرئی (طبق استاندارد ISO/TS 17466).

۳-۵ رابطه میان غلظت نقطه کوانتومی و شدت‌های پیک جذب نوری

مطابق قانون بی-یر- لامبرت [فرمول (۴)]، ضریب خاموشی مولار ϵ (برحسب واحد لیتر بر مول بر سانتی- متر) به A در موقعیت اولین پیک اکسیتونی با غلظت ذره c برحسب مول بر لیتر و ضخامت نمونه (ضخامت کووت کوارتز مورد استفاده در اندازه‌گیری) بر حسب سانتی‌متر مرتبط می‌شود.

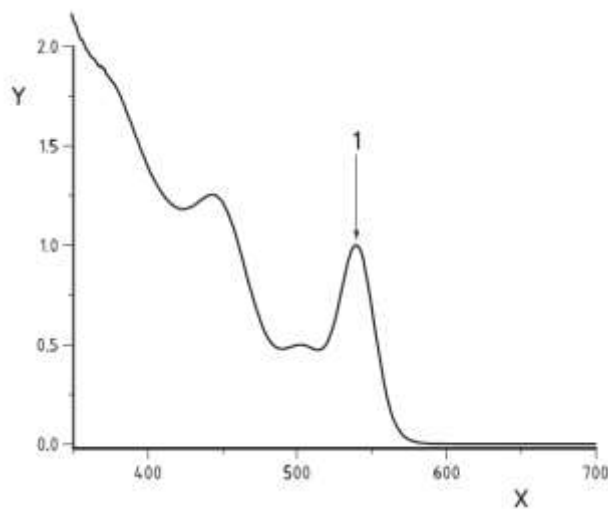
(۴)

$$A = \epsilon c l$$

غلظت نقاط کوانتومی c را اگر I و A مشخص باشد، می‌توان محاسبه کرد.

با توجه به طبیعت تقریبی فرمول ۴ و تقریب‌های متعدد به‌کار رفته در اندازه‌گیری فرابنفش - مرئی، مقادیر c برآورد شده باید این‌چنین گزارش شود: غلظت نقطه کوانتومی معادل پیک جذب فرابنفش - مرئی

(طبق استاندارد ISO/TS 17466).



راهنما:

۱ پیک اولین جذب اکسیتونی

محور X طول موج / nm

محور Y جذب

شکل ۱- طیف جذب نوری یک نمونه نقاط کوانتومی CdSe در یک پراکنه

۳-۵-۱ بهنجارسازی^۱ مقدار عددی جذب برای نمونه‌ها با توزیع اندازه پهن

در راستای اهداف این استاندارد، اگر انحراف معیار استاندارد اندازه ذرات نقاط کوانتومی کمتر از ۱۰٪ باشد، به‌عنوان تک‌اندازه در نظر گرفته می‌شوند. برای نمونه‌های با توزیع اندازه پهن‌تر، مهم است که به مسئله نتیجه پهن‌شدگی پیک جذب توجه شود و مقادیر جذب A در اولین پیک جذب اکسیتونی مطابق فرمول‌های زیر نرمال شود:

(۵)

$$A = A_m (HWHM)_m / (HWHM)_{ref}$$

در اینجا A_m جذب اندازه‌گیری شده، $(HWHM)_m$ نیم‌پهنا در نصف بیشینه اندازه‌گیری شده $(HWHM)$ در سمت کم انرژی پیک اولین جذب اکسیتونی و $(HWHM)_{ref}$ مقدار مرجع به دست آمده از یک نقطه کوانتومی گروه II/VI با اندازه ذرات ۱۸ nm، ۱۴ nm و ۱۱ nm به ترتیب برای CdTe، CdSe و CdS می‌باشند [5].

۳-۵-۲ استخراج ضریب خاموشی ϵ از اندازه ذره

همانطور که در مراجع [4] و [5] پیشنهاد شده است، وقتی انرژی اولین جذب اکسیتونی یا قطر نقاط کوانتومی مشخص باشد، ϵ می‌تواند از فرمول‌های زیر محاسبه شود:

برای CdTe:

(۶)

$$\epsilon = 10\,043 (d)^{2,12}$$

برای CdSe:

(۷)

$$\epsilon = 155\,507 + 6,67054 \times 10^{13} \exp(-E_{1s}/0,10551)$$

برای CdS:

(۸)

$$\epsilon = 21\,536 (d)^{2,3}$$

در اینجا d قطر ذره (بر حسب nm) و E_{1s} انرژی اولین انتقال اکسیتونی (بر حسب الکترون ولت) است. فرمول‌های (۶) و (۸) از مرجع [5] و فرمول (۷) از مرجع [6] آورده شده است. تبدیل میان طول موج λ بر حسب نانومتر و انرژی انتقال بر حسب الکترون ولت به صورت $\lambda \text{ (nm)} = 1240/E \text{ (eV)}$ است.

۴ آماده سازی نمونه

برای اندازه‌گیری طیف‌های جذب، یک پراکنه پایدار و یکنواخت نقاط کوانتومی مورد نیاز است. توصیه می‌شود ماده حلال با شیمی سطح نقاط کوانتومی سازگار باشد تا یک پراکنه شفاف ایجاد کرده و هیچ‌گونه تداخلی با طیف جذب نقاط کوانتومی نداشته باشد. نقاط کوانتومی موجود در بازار عموماً با استفاده از یک واکنش ارگانومتالیک شیمی تر سنتز می‌شوند و سطح نقاط کوانتومی با مولکول‌های آلی مثل TOPO، OPA، PPA و HDA پوشش داده می‌شود [7]. این مولکول‌ها از انبوه‌شدن جلوگیری می‌کنند و قابلیت پراکنش نقطه کوانتومی را حفظ می‌کنند. اگر نقاط کوانتومی آب‌گریز باشند استفاده از حلال‌های غیرقطبی همانند هگزان و کلروفرم توصیه می‌شود. اگر شیمی سطح نقطه کوانتومی با انجام یک تبادل لیگاندی تغییر کرده تا آب دوست شود، از حلال قطبی همانند آب نیز می‌توان استفاده کرد.

عموماً، نقطه کوانتومی کوچک است و در غلظت‌های پایین در حلال‌های مناسب بسیار خوب پراکنش می‌شود. توصیه می‌شود، در مورد اطمینان از دست‌یابی به یک پراکنه شفاف مرئی دقت کافی شود.

برای قانون بی-لامبرت که در این استاندارد استفاده شده است، یک پراکنه رقیق، با مقدار عددی جذب (A) کمتر از ۱ لازم است. به هنگام رقیق کردن توصیه می‌شود از انبوه‌شدن ذره به دلیل واجدبلی مولکول‌های لیگاند از نانوذرات اجتناب شود.

۵ روش اندازه‌گیری

۱-۵ طیف‌سنج فرابنفش- مرئی

از هر طیف‌سنج استاندارد کالیبره‌شده که محدوده طول‌موج فرابنفش تا مرئی را پوشش دهد، می‌توان استفاده کرد. برای نقاط کوانتومی کالکوژنید کادمیومی در محدوده اندازه مشخص شده در استاندارد، پیک اولین جذب اکسیتونی در پنجره طیفی در محدوده ۲۵۰ nm تا ۷۵۰ nm اتفاق می‌افتد که وابسته به نوع ماده هسته است. توصیه می‌شود، طیف سنج فرابنفش - مرئی با مواد مرجع همچون فیلتر نوری مرجع کالیبره شود [8].

کالیبراسیون باید قبل از آزمون انجام پذیرد و باید شامل کنترل دقت مقیاس طول موج و شدت باشد.

۲-۵ روش اندازه‌گیری نوری

مطابق روش استاندارد، برای اندازه‌گیری یک طیف جذب، با ارجاع به دستورالعمل کاربری دستگاه عمل شود. از کووت کوارتز برای نمونه محلول آزمون و از کووت یکسان حاوی حلال پراکنه کلوئیدی نقاط کوانتومی به‌عنوان مرجع برای کم کردن پس زمینه استفاده شود. اندازه‌گیری‌ها در هوا و دمای اتاق انجام شود.

۳-۵ شرایط پیشنهادی

شرایط زیر پیشنهاد می‌شود:

الف- طول موج در محدوده ۲۵۰ nm تا ۷۵۰ nm باشد.

ب- گام روبش ۰/۵ nm تا ۱ nm تنظیم شود.

پ- پهنای نوار طیفی ۱ nm یا ۲ nm باشد.

۶ تحلیل داده‌ها و تفسیر نتایج

مقادیر طول موج و جذب بیشینه، مطابق دستورالعمل سازنده برای پیک اولین جذب اکسیتونی ثبت شود.

۱-۶ تحلیل داده‌ها برای تقریب اندازه نقطه کوانتومی

با استفاده از طول موج ثبت شده برای پیک اولین جذب اکسیتونی و با به کارگیری فرمول‌های داده شده در زیربند ۳-۴ در محدوده کاربردی آنها، قطر میانگین d محاسبه شود.

یادآوری- تحلیل با بکارگیری فرمول‌ها برای قطر با محدوده‌های ۳/۵ nm تا ۹ nm برای CdTe، ۱ nm تا ۸ nm برای CdSe و ۱ nm تا ۵/۵ nm برای CdS قابل استفاده است.

۲-۶ تحلیل داده‌ها برای مشخصه‌یابی غلظت نقطه کوانتومی

روش برآورد غلظت یک نمونه نقطه کوانتومی مطابق زیر است:

الف- برآورد قطر میانگین ذره d مطابق با روش مشخص شده در زیربند ۱-۶؛

ب- محاسبه ضریب خاموشی مولار پراکنه نقطه کوانتومی، ϵ از فرمول‌های داده شده در زیربند ۳-۵؛

پ- نرمال کردن پیک مقدار عددی جذب در صورت لزوم مطابق فرمول (۵) در زیربند ۳-۵-۱؛

ت- محاسبه غلظت عددی پراکنه نقطه کوانتومی، c مطابق با قانون بی-لامبرت [فرمول (۴) در زیربند ۵-۳].

۷ عدم قطعیت اندازه‌گیری

عدم قطعیت اندازه‌گیری مقادیر اندازه و غلظت پراکنه نقطه کوانتومی که مطابق با روش جذب نوری ذکر شده به دست آمده، مطابق با روش عمومی تشریح شده در مرجع [9] تخمین زده می‌شود یا به صورت معادل سهم هریک از منشاهای عدم قطعیت زیر را شامل شود.

الف- عدم قطعیت ناشی از توزیع اندازه غیر نرمال نقاط کوانتومی در نمونه که نمی‌توان با استفاده از نرمال کردن پیک بیشینه مقدار عددی جذب در نظر گرفته شود.

ب- عدم قطعیت‌های ناشی از دقت و درستی فرمول‌ها در زیربندهای ۴-۳ و ۵-۳ قابل ذکر است که این فرمول‌ها تقریب‌هایی هستند که توسط برخی نویسندگان توصیه شده و به تنهایی اعتبار آنها کاملاً مورد تایید قرار نگرفته است. باید در نظر گرفته شود که این فرمول‌ها یک برازش^۱ داده‌های آزمایشگاهی را نشان می‌دهند، پراکندگی داده‌ها نسبت به بهترین برازش منجر به پراکندگی‌های پارامترهای A، B، C، D و E برای فرمول ۴-۳ می‌شود. در این استاندارد، سهم آنها از عدم قطعیت اندازه‌گیری بیشترین مقدار است. عدم قطعیت تخمین زده شده در ارتباط با فرمول‌های ۴-۳ و ۵-۳ به ترتیب ۱۵٪ و ۵۰٪ است.

پ- عدم قطعیت ناشی از کالیبراسیون نورسنج (درستی مقیاس طول موج و شدت) و تکرارپذیری اندازه‌گیری جذب. در حالت کالیبره بودن و نگهداری خوب دستگاه‌ها، سهم مجموع عدم قطعیت آن کم است.

ت- عدم قطعیت ناشی از تحلیل داده‌ها (شامل برآورد کردن طول موج پیک و جذب بیشینه، کسر زمینه و غیره). برای تقریب زدن اندازه‌های نقطه کوانتومی در نظر گرفته شده در این استاندارد، عدم قطعیت ۱ nm در برآورد طول موج با عدم قطعیت ۰/۰۲ nm به صورت تقریبی مطابقت دارد.

۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- داده‌های آزمایشگاهی: طول موج پیک، نیم‌پهنا در نصف بیشینه و شدت پیک جذب.

ب- نتایج:

۱- میانگین اندازه نقاط کوانتومی شامل شرح کامل از اندازه ده^۱: پیک جذب فرابنفش - مرئی معادل قطر نقطه کوانتومی (طبق استاندارد ISO/TS 17466).

۲- غلظت عددی نقاط کوانتومی شامل شرح کامل از اندازه ده: پیک جذب فرابنفش - مرئی معادل غلظت نقطه کوانتومی

پ- تمام اطلاعات مورد نیاز جهت تشخیص نمونه آزمایش شده:

۱- نام نمونه؛

۲- شماره بهر^۲؛

۳- حلال / زمینه مورد استفاده به عنوان مرجع برای پراکنه نقاط کوانتومی؛

ت- در صورت لزوم نوع دستگاه مورد استفاده و شرایط اندازه گیری:

۱- محدوده طول موج،

۲- گام روبش و پهنای باند طیفی،

۳- دمایی که اندازه گیری در آن انجام شده است.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

بررسی موردی برآورد کردن قطر نقاط کوانتومی CdSe با استفاده از طیف‌های جذبی فرابنفش - مرئی

الف-۱ کلیات

این پیوست شامل مثالی از برآورد تقریبی میانگین قطر پراکنه کلوئیدی نقاط کوانتومی CdSe با استفاده از طیف‌سنج جذبی فرابنفش - مرئی می‌باشد. برآورد اندازه با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک‌پذیری بالا (HRTEM) نیز جهت مقایسه ارائه شده است.

الف-۲ نمونه‌های نقطه کوانتومی CdSe

سه نمونه نقطه کوانتومی CdSe (نمونه‌های ۱-۳) با اندازه‌های مختلف و در نتیجه طول‌موج‌های اولین جذب اکسیتونی متفاوت تحلیل و نقطه کوانتومی CdSe در تولوئن (با خلوص آزمایشگاهی) برای طیف‌سنجی جذب فرابنفش - مرئی پراکنده شدند.

الف-۳ دستگاه‌ها

طیف‌های جذب فرابنفش - مرئی در دمای محیط با استفاده از طیف‌سنج نوری فرابنفش - مرئی با قرار دادن نمونه در کووت کوارتز با طول عبور ۱ cm اندازه‌گیری شدند. تصاویر HRTEM نقاط کوانتومی CdSe با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری TEM که در محدوده ۲۰۰ kV عمل می‌کند، گرفته شدند.

الف-۴ شرایط اندازه‌گیری طیف‌سنجی فرابنفش - مرئی

طیف‌سنج فرابنفش - مرئی با استفاده از فیلتر نوری نیوبدویم - پرازئودیمیموم کالیبره شد. شرایط اندازه‌گیری مطابق زیر بود:

الف- محدوده طول موج ۲۵۰ nm تا ۷۵۰ nm؛

ب- گام روبشی تثبیت شده در ۰/۵ nm؛

پ- پهنای باند طیفی ۲ nm؛

ت- تصحیح زمینه با استفاده از تولوئن (با خلوص آزمایشگاهی) به عنوان حلال پراکنه نقاط کوانتومی CdSe.

الف-۵ روش اندازه‌گیری طیف‌های فرابنفش - مرئی

الف- حجم مناسبی از نمونه CdSe به یک سل کوارتز با طول عبور ۱ cm اضافه شد.

ب- سل در نگهدارنده قرار گرفت و شرایط اندازه‌گیری برای طیف‌سنج فرابنفش - مرئی تثبیت شد.

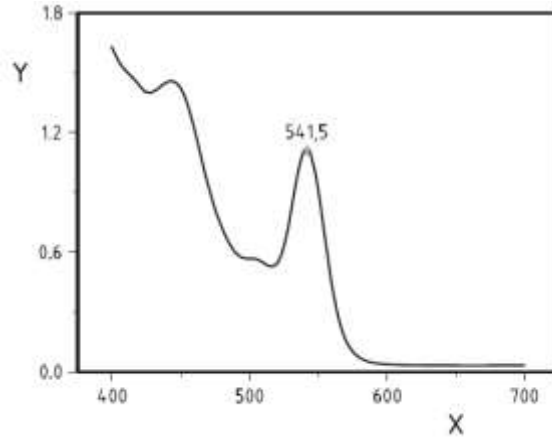
پ- روبش در محدوده ۲۵۰ nm تا ۷۵۰ nm انجام و طیف فرابنفش - مرئی ثبت شد.

ت- طول موج اولین جذب اکسیتونی هم به صورت دستی وهم با استفاده از ابزار جستجوی اتوماتیکی طیف‌سنج نوری به دست آمد. لازم به ذکر است که این اندازه‌گیری می‌تواند با استفاده از مجموعه داده‌های استخراج شده از یک بسته نرم‌افزاری نیز انجام شود.

اندازه‌گیری‌ها سه بار برای هر نمونه تکرار و مقادیر میانگین محاسبه شدند.

الف-۶ نتایج طیف‌های فرابنفش - مرئی

شکل‌های الف-۱ تا الف-۳ طیف‌های سه نمونه نقطه کوانتومی CdSe (تنها در محدوده nm ۴۰۰ تا ۷۰۰ به جهت وضوح بهتر پیک جذب) هستند.

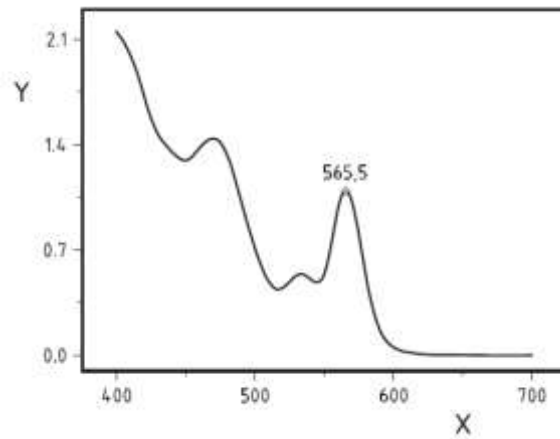


راهنما:

محور X طول موج / nm

محور Y جذب

شکل الف-۱ - طیف فرابنفش - مرئی نمونه ۱

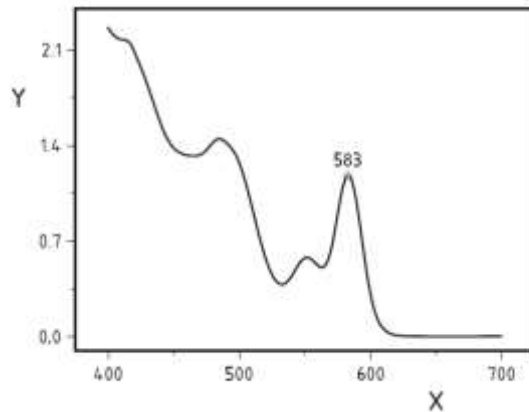


راهنما:

محور X طول موج / nm

محور Y جذب

شکل الف-۲ - طیف فرابنفش - مرئی نمونه ۲



راهنما:

محور X طول موج / nm

محور Y جذب

شکل الف-۳ - طیف فرابنفش - مرئی نمونه ۳

الف-۷ تحلیل طیف‌های فرابنفش - مرئی

میانگین قطرهای سه نمونه نقطه کوانتومی CdSe با استفاده از معادله ۲ در زیربند ۳-۴ محاسبه شد.

الف-۸ روش تحلیل میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک پذیری بالا

- یک یا دو قطره از نمونه نقطه کوانتومی CdSe روی گیره^۱ مس قرار داده شد.

- گیره به نگهدارنده منتقل و سپس نگهدارنده مطابق دستورالعمل کاربری به داخل دستگاه TEM منتقل شد.

- تصاویر مطابق دستورالعمل‌های دستگاهی گرفته شد.

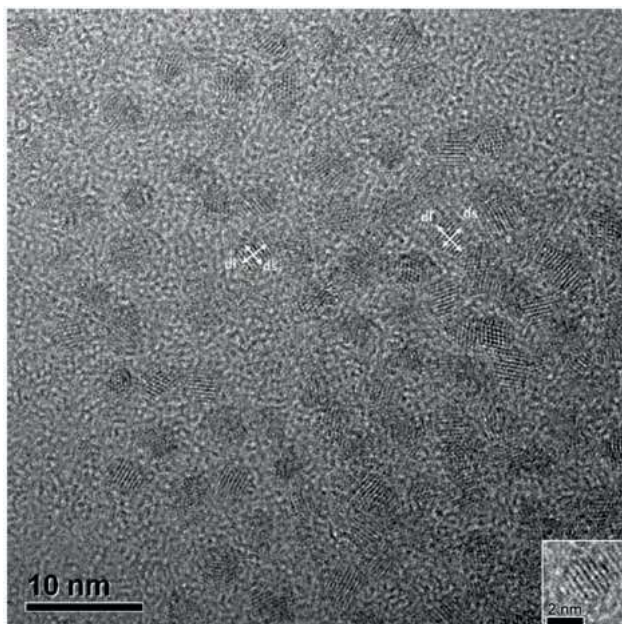
الف-۹ تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک‌پذیری بالا، تحلیل تصویر و آمار اندازه نقطه کوانتومی

شکل‌های الف-۴، الف-۵، الف-۶، الف-۷، الف-۸ و الف-۹ تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک‌پذیری بالا مربوط به میانگین توزیع قطر ذره نقطه کوانتومی برای یک نمونه نقطه کوانتومی CdSe را نشان می‌دهند. همانطور که توسط پیکان‌ها در شکل‌های الف-۴، الف-۶ و الف-۸ نشان داده شده، قطر بزرگ و کوچک هر ذره در تصاویر، اندازه‌گیری و مشخص شده است. برای هر نمونه، در حدود ۱۴۰۰ ذره شناسایی و توزیع قطر میانگین آنها و برازش گوسی^۲ آن رسم و برآورد آماری شدند^۳.

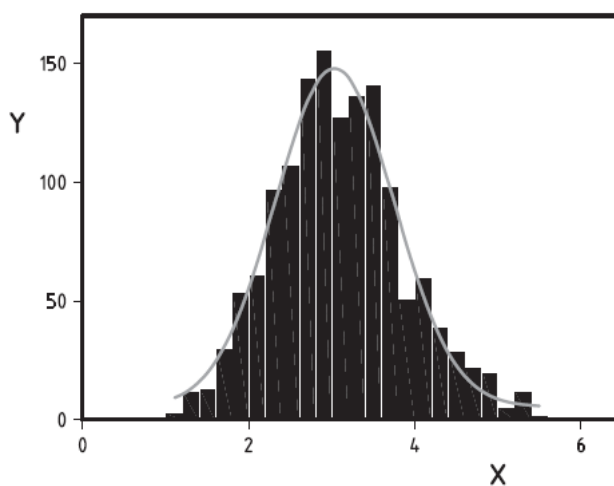
1- Copper grid

2 - Gaussian

۳- برای اطلاعات بیشتر در مورد تحلیل اندازه ذره تا تدوین استاندارد ملی به ISO 1332-1:2004 مراجعه شود.



شکل الف-۴- تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک پذیری بالا از نمونه ۱

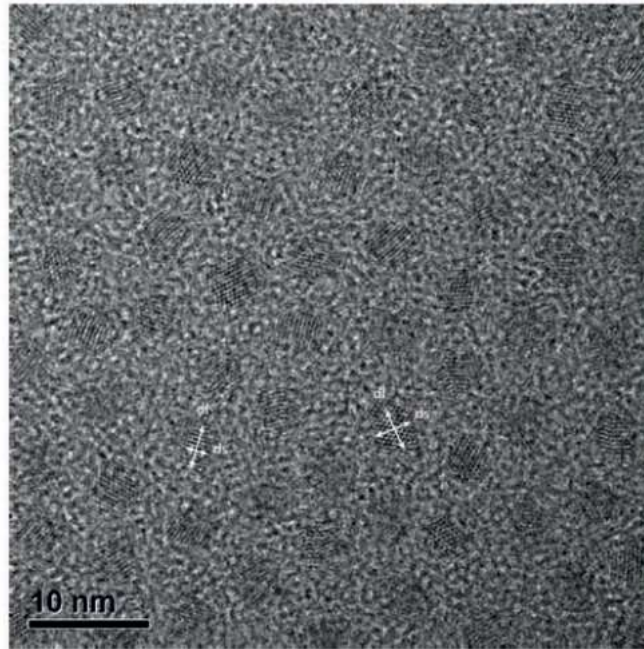


راهنما:

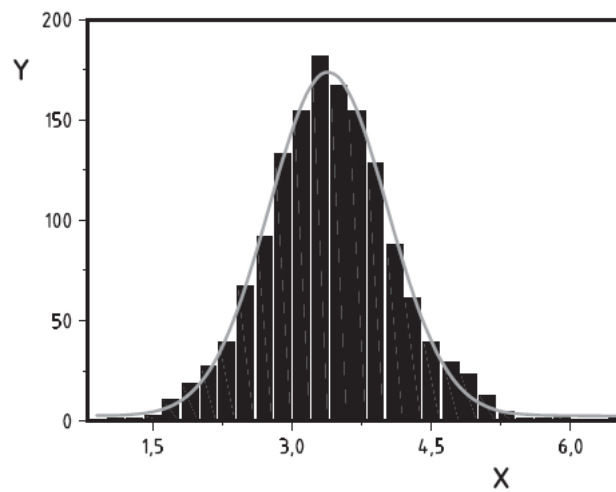
محور X d_{QD} (nm)

محور Y تعداد

شکل الف-۵- توزیع قطر ۱۳۷۷ ذره از نمونه ۱ (قطر میانگین برای هر ذره برآورده شده و در اینجا نشان داده شده است)



شکل الف-۶ - تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک پذیری بالا از نمونه ۲

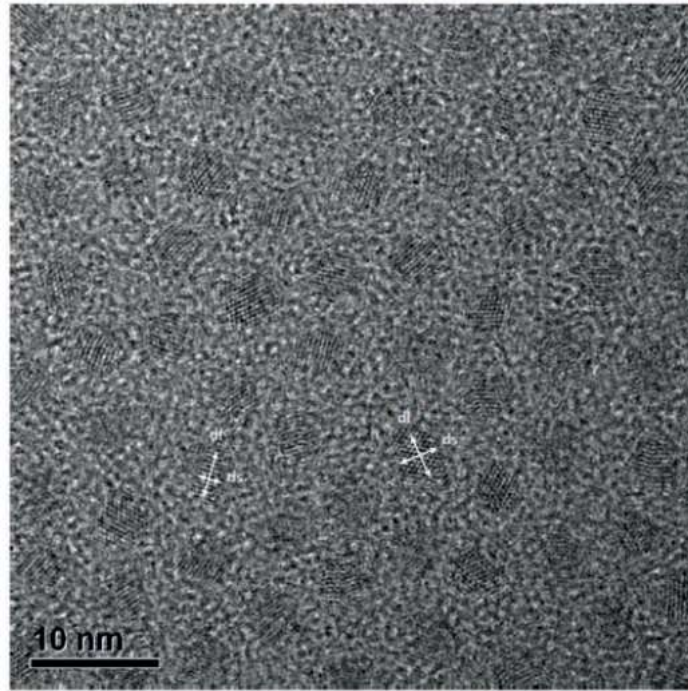


راهنما::

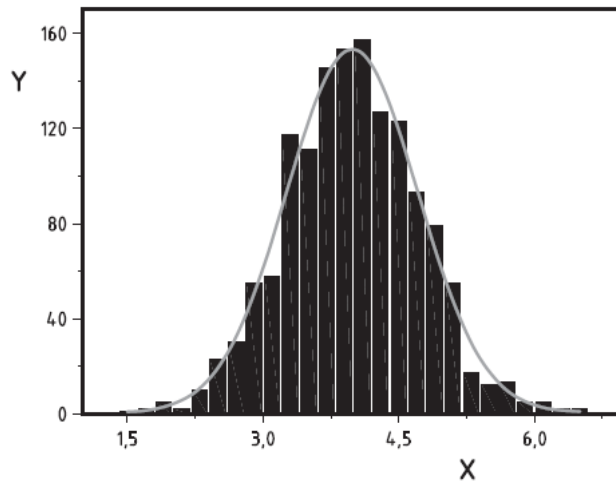
محور X d_{QD} (nm)

محور Y تعداد

شکل الف-۷ - توزیع قطر ۱۴۳۶ ذره از نمونه ۲ (قطر میانگین برای هر ذره برآورده شده و در اینجا نشان داده شده است)



شکل الف-۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک پذیری بالا از نمونه ۳



راهنما:

محور X d_{QD} (nm)

محور Y تعداد

شکل الف-۹- توزیع قطر ۱۴۰۲ ذره از نمونه ۳ (قطر میانگین برای هر ذره برآورده شده و در اینجا نشان داده شده است)

الف-۱۰- تحلیل تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری میانگین قطرهای نقطه کوانتومی CdSe به روش حسابی d اندازه گیری شده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری مطابق فرمول (الف-۱) محاسبه می شود:
(الف-۱)

$$\bar{d} = \sum \frac{(d_1 + d_2)}{2n}$$

که در آن:

d_1 قطر بزرگ (بر حسب nm) ذره، همانند آنچه به وسیله فلش‌ها در شکل‌های الف-۴، الف-۶ و الف-۸ و d_2 قطر کوچک (بر حسب nm) ذره، همانند آنچه به وسیله فلش‌ها در شکل‌های الف-۴، الف-۶ و الف-۸ دیده می‌شوند، می‌باشد.

n تعداد مجموع ذرات اندازه گیری شده است.

الف-۱۱ برآورد اندازه از طیف‌های فرابنفش - مرئی و تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری

جدول الف-۱ مقایسه قطرهای نمونه‌های نقطه کوانتومی CdSe است که از طیف‌های فرابنفش - مرئی و تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری برآورده شده است. نتایج دو روش همخوانی بسیاری دارد. برای نتایج میکروسکوپ الکترونی عبوری، هر مقدار به‌صورت متوسط بعلاوه یا منهای انحراف معیار استاندارد بیان شده است.

جدول الف-۱ - مقایسه قطرهای میانگین نقاط کوانتومی CdSe برآورد شده از طیف‌های فرابنفش - مرئی و تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری

نمونه	نمونه ۱	نمونه ۲	نمونه ۳
قطر تعیین شده از طیف‌های فرابنفش - مرئی (nm)	۲/۸۸	۳/۴۰	۳/۹۲
قطر فرت تعیین شده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری با تفکیک‌پذیری بالا (nm)	۳/۰۷±۰/۸۶	۳/۴۱±۰/۶۹	۳/۹۸±۰/۷۳

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

بررسی موردی تعیین غلظت عددی نقاط کوانتومی CdSe در یک پراکنه

ب-۱ کلیات

این پیوست مثالی را برای تخمین تقریبی غلظت عددی نقاط کوانتومی CdSe در یک پراکنه کلوییدی با استفاده از طیف سنجی جذبی فرابنفش - مرئی ارائه می‌کند. مقایسه نتایج با تحلیل ICP-MS آن نیز آورده شده است.

ب-۲ نمونه‌های نقطه کوانتومی CdSe

دو نمونه نقطه کوانتومی CdSe (نمونه‌های ۴ و ۵) با اندازه و غلظت‌های مختلف و بنابر این با طول موج‌ها و پیک‌های اولین جذب اکسیتونی متفاوت، تحلیل شدند. نقاط کوانتومی CdSe درون تولوئن (با خلوص آزمایشگاهی) پراکنش شدند تا الزامات طیف سنجی جذبی فرابنفش - مرئی تامین شود.

ب-۳ تجهیزات

طیف‌های جذب فرابنفش - مرئی طیف سنج نوری فرابنفش - مرئی در کووت کوارتز و در دمای محیط اندازه‌گیری شدند. یک دستگاه طیف سنج جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی^۱ (ICP) برای آنالیز پلاسمای جفت‌شده القایی مورد استفاده قرار گرفت.

ب-۴ شرایط اندازه‌گیری برای طیف سنجی فرابنفش - مرئی

طیف سنج فرابنفش - مرئی با فیلتر نوری استاندارد کالیبره شد. شرایط اندازه‌گیری مطابق زیر بود:

الف- محدوده طول موج ۲۵۰ nm تا ۷۵۰ nm؛

ب- گام روبشی تثبیت شده در ۵ nm؛

پ- پهناى باند طیفی ۲ nm؛

ت- استفاده از تولوئن (با خلوص آزمایشگاهی) به‌عنوان حلال پراکنه نقاط کوانتومی CdSe

ب-۵ روش اندازه‌گیری طیف‌های فرابنفش - مرئی

الف- حجم مناسبی از نمونه CdSe به یک سل کوارتز با طول عبور ۱ cm اضافه شد.

ب- سل در نگهدارنده قرار گرفت و شرایط اندازه‌گیری برای طیف سنج فرابنفش - مرئی تثبیت شد.

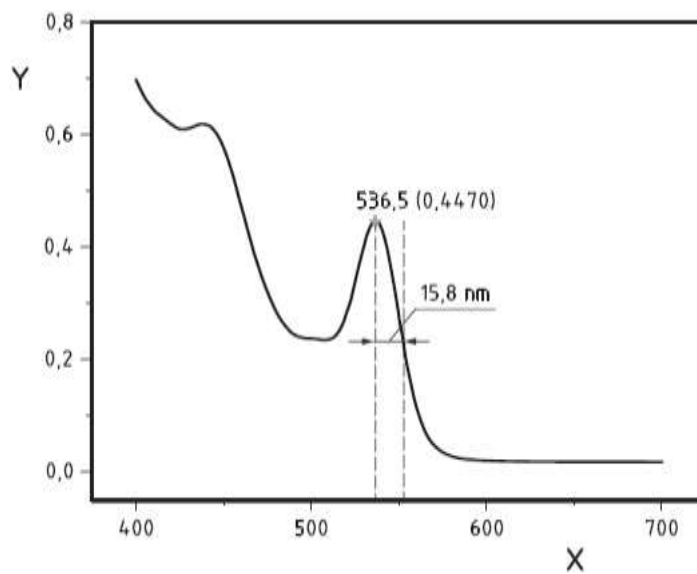
پ- روبش در محدوده ۲۵۰ nm تا ۷۵۰ nm انجام و طیف فرابنفش - مرئی ثبت شد.

ت- طول موج اولین جذب اکسیتونی هم به‌صورت دستی وهم با استفاده از ابزار جستجو اتوماتیکی

طیف‌سنج نوری بدست آمد. لازم به ذکر است که این اندازه‌گیری می‌تواند با استفاده از مجموعه داده‌های استخراج شده یک بسته نرم‌افزاری نیز انجام شود. اندازه‌گیری‌ها سه بار برای هر نمونه تکرار و مقادیر میانگین محاسبه شدند.

ب-۶ نتایج طیف‌های فرابنفش - مرئی

شکل‌های ب-۱ و ب-۲ طیف‌های فرابنفش - مرئی دو نمونه نقطه کوانتومی CdSe هستند. طیف به جهت وضوح بهتر در محدوده ۴۰۰ nm تا ۷۰۰ nm نشان داده شده است. نیم‌پهنا در نصف بیشینه نمونه ۴ و ۵ به ترتیب ۱۵/۸ nm و ۱۵/۵ nm هستند. به‌هنجارسازی مطابق ۳-۵-۱ انجام شد.

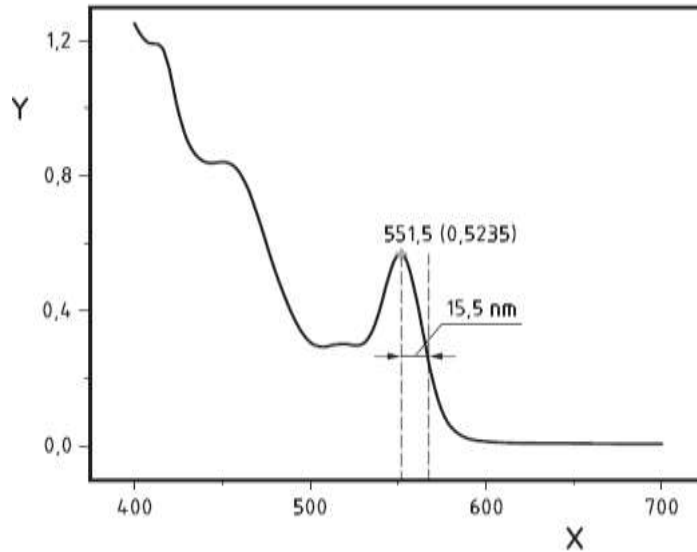


راهنما:

محور X طول موج / nm

محور Y جذب

شکل ب-۱ - طیف فرابنفش - مرئی نمونه ۴



راهنما:

محور X طول موج / nm

محور Y جذب

شکل ب-۲- طیف فرابنفش - مرئی نمونه ۵

ب-۷ تحلیل طیف‌های فرابنفش - مرئی

غلظت‌های نقطه کوانتومی CdSe مطابق فرمول‌های (۴) و (۷) در زیربند ۳-۵ محاسبه شدند. انرژی انتقالی E_{1s} (eV) از طول موج λ (nm) مربوط به پیک جذب و از رابطه λ (nm) = $1240/E_{1s}$ (eV) تعیین و مقادیر ϵ برای نمونه‌های ۴ و ۵ به ترتیب $175900 \text{ Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$ و $192600 \text{ Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$ محاسبه شدند.

ب-۸ روش پیش آماده سازی نمونه برای تحلیل طیف سنج جرمی پلاسمای جفت شده القایی

- الف - نمونه نقاط کوانتومی CdSe با مقدار جذب مشخص در بشر قرار داده شد.
- ب - تیزاب سلطانی به بشر اضافه شد تا نمونه حل و هضم شود.
- پ - محلول غلیظ شد.
- ت - نمونه بدست آمده به یک فلاسک حجمی منتقل و با استفاده از محلول رقیق شده اسید نیتریک در حجم ثابتی تنظیم شد.
- ث - پنج محلول استاندارد کادمیوم از محلول‌های استاندارد اولیه تهیه شدند.

ب-۹ تحلیل طیف سنج جرمی پلاسمای جفت شده القایی

منحنی استاندارد در دستگاه با استفاده از پنج محلول استاندارد (برآزش کردن خطی چند نقطه‌ای) قبل از اندازه‌گیری نمونه بدست آمد. داده‌ها با استفاده از محلول‌های استاندارد کننده مانند اسید نیتریک % ۲ تصحیح شدند. شدت‌های پیک سیگنال‌های عنصری ICP-MS برای آنالیز برخط کمی مورد استفاده قرار گرفت. اندازه‌گیری‌ها برای هر نمونه سه بار تکرار شد.

غلظت‌های عددی Cd اتمی به‌دست آمده به غلظت‌های عددی نانوذره‌ای با استفاده از تقسیم بر تعداد اتم‌های Cd هر نانوذره تبدیل شد با این فرض که نانوذرات چگالی یکسانی با حالت توده‌ای ماده (g/cm^3) (۵/۸۱) دارد. اندازه‌های نقاط کوانتومی CdSe با استفاده از روش الف-۷ به ترتیب $2/80 \text{ nm}$ و $3/07 \text{ nm}$ برآورد و حجم نانوذرات با فرض کروی بودن شکل محاسبه شد. تعداد اتم‌های Cd در نانوذرات برای نمونه-های ۴ و ۵ به ترتیب ۲۱۰ و ۲۸۰ هستند.

ب-۱۰ مقایسه نتایج بدست آمده از طیف‌های فرابنفش - مرئی و آنالیز ICP-MS

جدول ب-۱ غلظت‌های عددی نمونه‌های نقطه کوانتومی CdSe برآورد شده با روش فرابنفش - مرئی در نظر گرفته شده در این استاندارد و تحلیل ICP-MS مقایسه می‌کند. نتایج دو روش سازگار هستند. مقادیر اندازه‌گیری شده با محدوده عدم قطعیت برآورد شده در بند ۷ مطابقت دارند. هر مقدار به صورت متوسط بعلاوه منهای انحراف معیار استاندارد از سه برآورد مستقل بیان می‌شود.

جدول ب-۱ - مقایسه غلظت عددی نقاط کوانتومی CdSe برآورد شده از طیف‌های فرابنفش - مرئی با آنالیز

طیف سنج جرمی پلاسمای جفت شده القایی

نمونه ۵	نمونه ۴	نمونه
$3/01 \pm 0/01$	$2/87 \pm 0/01$	غلظت تعیین شده از طیف‌های فرابنفش - مرئی ($\times 10^{-6} \text{ molL}^{-1}$)
$2/83 \pm 0/03$	$2/51 \pm 0/07$	غلظت تعیین شده با استفاده از آنالیز ICP-MS ($\times 10^{-6} \text{ molL}^{-1}$)

کتابنامه

- [1] Brus L. J. Chem. Phys. 1984, **80** pp. 4403–4409
- [2] Sanderson K. Nature. 2009, **459** pp. 760–761
- [3] Braslavsky S. *Pure Appl. Chem.* 2007, 79, Issue 3, 293-465
- [4] ISO/TS 10868:2011, *Nanotechnologies — Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy*
- [5] Yu W.W., Qu L., Guo W., Peng X. Chem. Mater. 2003, **15** pp. 2854–2860
- [6] Jasieniak J., Smith L., Embden J., Mulvaney P., Califano M. J. Phys. Chem. C. 2009, **113**, 19468–19474
- [7] Morris-Cohen A.J., Donakowski M.D., Knowles K.E., Weiss E.A. J. Phys. Chem. C. 2010, **114**, 897–906.
- [8] ASTM E925-09 (2014), *Standard Practice for Monitoring the Calibration of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers whose Spectral Bandwidth does not Exceed 2 nm*
- [9] Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM 100: 2008. BIPM. Available in <http://www.bipm.org/en/publications/guides/>, and also in HTML form from the JCGM portal on ISO's website