



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲۲۸۹۳

چاپ اول

۱۳۹۹

INSO

22893

1st Edition

2021

Identical with
ISO 21363:

2020

فناوری نانو — اندازه‌گیری توزیع‌های
اندازه و شکل ذرات به‌وسیله
میکروسکوپی الکترونی عبوری

**Nanotechnology — Measurements of
particle size and shape distributions
by transmission electron microscopy**

ICS: 07.120

استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۸۹۳ (چاپ اول): سال ۱۳۹۹

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: ۸-۳۱۰۶۰۳۱(۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴۰۳۲۸(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

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

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 و نشر استانداردهای ملی را به 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 استانداردهاییکه 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 استانداردهای 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه و شکل ذرات به‌وسیله

میکروسکوپی الکترونی عبوری»

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

عضو هیئت علمی- پژوهشگاه علوم و فنون رنگ

اعرابی، امیرمسعود
(دکتری مهندسی مواد و متالورژی)

دبیر:

عضو هیئت علمی- دانشگاه علم و صنعت ایران

میرکاظمی، سید محمد
(دکتری مهندسی مواد و متالورژی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس- کارگروه استاندارد و ایمنی ستاد فناوری نانو

اسلامی پور، الهه
(کارشناسی ارشد زیست شناسی)

معاون مدیر امور پژوهشی و مستندسازی- پژوهشگاه مواد و انرژی

ترک نیک، فاطمه سادات
(دکتری مهندسی مواد)

عضو هیئت علمی- دانشگاه علم و صنعت ایران

دباغ کاشانی، فاطمه
(دکتری فیزیک)

عضو هیئت علمی- دانشگاه شهید بهشتی

میرزاجانی، فاطمه
(دکتری فیتوشیمی)

عضو هیئت علمی- دانشگاه علم و صنعت ایران

نوروزیان علم، شهاب
(دکتری مهندسی برق- الکترونیک)

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

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

ویراستار:

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

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات، تعاریف و نمادها
۲	۱-۳ اصطلاحات اصلی - ذرات
۷	۲-۳ اصطلاحات اصلی - تصویرگیری و آنالیز تصویر
۹	۳-۳ اصطلاحات اصلی - نمادها و تعاریف آماری
۱۲	۴-۳ اصطلاحات اصلی - اندازه‌ده
۱۸	۵-۳ اصطلاحات اصلی - اندازه‌شناسی
۲۲	۶-۳ اصطلاحات اصلی - میکروسکوپی الکترونی عبوری
۲۴	۷-۳ نمادهای آماری، اندازه‌دهها و توصیفگرها
۲۴	۱-۷-۳ نمادهای آماری
۲۵	۲-۷-۳ اندازه‌دهها و توصیفگرها
۲۶	۴ نیازهای طرف ذی‌نفع برای روش‌های اجرایی اندازه‌گیری TEM
۲۷	۵ آماده‌سازی نمونه
۲۷	۱-۵ کلیات
۲۸	۲-۵ منابع نمونه
۲۸	۳-۵ استفاده از یک نمونه نماینده
۲۸	۱-۱-۵ کلیات
۲۹	۲-۱-۵ نمونه‌های پودری
۲۹	۳-۱-۵ پراکنه‌های نانوذره در مایعات
۳۰	۴-۵ کمینه‌سازی کلوخگی ذره در پراکنه نمونه
۳۰	۵-۵ انتخاب پایه نگهدارنده
۳۱	۶ فاکتورهای دستگاه
۳۱	۱-۶ چیدمان دستگاه
۳۱	۲-۶ کالیبراسیون
۳۱	۱-۲-۶ کلیات
۳۱	۲-۲-۶ استانداردهای کالیبراسیون
۳۲	۳-۲-۶ روش اجرایی کالیبراسیون

صفحه	عنوان
۳۴	۳-۶ تنظیم شرایط عملیات TEM برای کالیبراسیون
۳۶	۷ تصویرگیری
۳۶	۱-۷ کلیات
۳۶	۲-۷ تنظیم بزرگنمایی عملیاتی مناسب
۳۷	۳-۷ مساحت ذره کمینه
۳۸	۴-۷ تعداد ذرات قابل شمارش برای توزیع اندازه و شکل ذرات
۳۸	۵-۷ پس‌زمینه یکنواخت
۳۹	۶-۷ روش اجرایی اندازه‌گیری
۳۹	۱-۶-۷ کلیات
۳۹	۲-۶-۷ توسعه یک نمونه آزمون
۴۰	۳-۶-۷ تأثیرات بزرگنمایی
۴۰	۴-۶-۷ قاب‌ها (میکروگراف‌ها)
۴۰	۷-۷ بازنگری پروتکل‌های تصویرگیری
۴۱	۸ آنالیز ذره
۴۱	۱-۸ کلیات
۴۱	۲-۸ آنالیز ذره مجزا
۴۱	۳-۸ اندازه ذره خودکار
۴۲	۴-۸ مثال- روش اجرایی آنالیز خودکار ذره
۴۳	۹ تحلیل داده‌ها
۴۳	۱-۹ کلیات
۴۴	۲-۹ رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت - آشکارسازی ذرات در تماس با یکدیگر، ذرات غیرانتخابی، آلاینده‌های تصویر و آلاینده‌ها
۴۶	۳-۹ ارزیابی کیفیت داده‌ها- تکرارپذیری، دقت میانی و تجدیدپذیری
۴۸	۴-۹ برآزش توزیع‌ها به داده‌ها
۵۰	۵-۹ ارزیابی عدم قطعیت اندازه‌گیری برای نمونه‌ها تحت شرایط تکرارپذیری، دقت میانی یا تجدیدپذیری
۵۰	۱-۵-۹ آمارگان کل برای پارامترهای برآزش‌شده- سه مجموعه داده یا بیشتر
۵۱	۲-۵-۹ عدم قطعیت اندازه‌گیری پارامترهای برآزش‌شده
۵۲	۳-۵-۹ مثال- اندازه‌گیری عدم قطعیت برای توصیفگر اندازه
۵۲	۶-۹ آنالیز دومتغیره
۵۳	۱۰ گزارش‌دهی

صفحه	عنوان
۵۷	پیوست الف (آگاهی دهنده) مرور کلی مطالعات موردی
۵۹	پیوست ب (آگاهی دهنده) نانوذرات کره وار گسسته
۶۲	پیوست پ (آگاهی دهنده) مخلوط اندازه
۷۵	پیوست ت (آگاهی دهنده) مخلوط شکل
۸۰	پیوست ث (آگاهی دهنده) انبوهه‌های بی شکل
۸۴	پیوست ج (آگاهی دهنده) انبوهه‌های نانوبلورین
۸۸	پیوست چ (آگاهی دهنده) نانوالیاف با سطوح مقطع نامنظم
۹۶	پیوست خ (آگاهی دهنده) نانوذرات با نمودهای ویژه بلور
۱۰۴	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد « فناوری نانو- اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه و شکل ذرات به‌وسیله میکروسکوپی الکترونی عبوری» 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 ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در نود و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۳۹۹/۱۲/۱۸ 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 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 21363: 2020, Nanotechnologies- Measurements of particle size and shape distributions by transmission electron microscopy

مقدمه

روش‌های اجرایی مشخصه‌یابی نانوذرات اغلب شامل اندازه، شکل، ساختار سطحی (یا بافت) و شیمی سطح هستند ولی محدود به این موارد نمی‌شوند. این اندازه‌گیری‌ها همراه با اطلاعات فازی، مانند فاز بلوری، ریخت‌شناسی ماده را تشکیل می‌دهند. این استاندارد روی دو خصیصه^۱ ریخت‌شناسی، توزیع‌های اندازه و شکل، برای نانوآشپاء گسسته، کلوخه‌ای و انبوهیده (موادی با حداقل یک بعد در نانومقیاس ($1\text{ nm} > \text{یک بعد طولی} > 10\text{ nm}$) تمرکز دارد. میکروسکوپی الکترونی عبوری به‌عنوان یک ابزار استاندارد برای اندازه‌گیری‌های نانومقیاس، شکل‌های دوبعدی از تصاویر ذرات^۲ را ارائه می‌کند. این گردش کار^۳ کلی برای اندازه‌گیری و ارزشیابی توزیع اندازه و شکل ذرات در نانومقیاس شامل آماده‌سازی نمونه، فاکتورهای دستگاهی، تصویرگیری، آنالیز ذرات، آنالیز داده‌ها و گزارش‌دهی است. هفت مطالعه موردی^۴ برای نشان دادن چگونگی کاربرد پروتکل عمومی برای ریخت‌شناسی‌های ذرات مختلف و انواع نمونه‌ها گنجانده شده‌است. سه نمونه آزمون ذرات گسسته گزارش می‌شود: کره‌وار (نانوکره‌های طلا)، مخلوط دوشیوه‌ای^۵ از اندازه‌های ذرات (سیلیکاهای کلونیدی) و مخلوطی از شکل‌های ذرات (نانومیل‌های طلا و نانومکعب‌های طلا). دو نمونه آزمون انبوهه گزارش می‌شود: انبوهه‌های خوشه‌ای بی‌شکل^۶ (کربن سیاه) و انبوهه‌هایی از بلورک‌های اولیه (تیتانیا). روش‌های اندازه‌گیری نیز برای نمونه‌های با نسبت منظری کم و نانوذرات با نمودهای ویژه بلور^۷ ارائه می‌شود. به‌منظور مقایسه‌های میان آزمایشگاهی (ILCs)^۸ [42]، چندین مطالعه موردی پشتیبانی‌شده از طریق همکاری‌های میان آزمایشگاهی، تحت راهنمایی‌های پروژه ورسای (VAMAS)^۹، درباره استانداردها و مواد پیشرفته انجام شد.

سه نوع توصیفگر برای اندازه و شکل در نظر گرفته می‌شوند. توصیفگرهای اندازه شامل آن‌هایی هستند که به‌وسیله اندازه‌گیری‌های خطی و سطحی تعیین می‌شوند. توصیفگرهای شکل شامل توصیفگرهای کشامدی^{۱۰} مانند نسبت‌های دو توصیفگر طول و توصیفگر زبری^{۱۱} می‌شوند که نشان‌دهنده بی‌نظمی‌های سطحی نانوذرات است.

این پروتکل، بر آنالیز کمی و کیفی کیفیت داده‌ها توسط کاربر، تأکید دارد. مقایسه‌های کیفی مجموعه‌های داده، شامل تعیین شباهت‌ها یا تفاوت‌های بین میانگین‌های توصیفگر تک یا میانگین‌های چند متغیره است. مقایسه‌های کمی مجموعه‌های داده، برپایه تفاوت‌ها یا شباهت‌های بین پارامترهای مدل‌های

-
- 1- Attribute
 - 2- Particle projection
 - 3- Workflow
 - 4- Case studies
 - 5- Bimodal
 - 6- Amorphous aciniform
 - 7- Crystal habits
 - 8- Interlaboratory Comparisons
 - 9- Versailles Project on Advanced Materials and Standards
 - 10- Elongational
 - 11- Ruggedness

مرجعی است که بر توزیع‌های توصیفگر برازش شده‌است. حداقل دو پارامتر (میانگین و تغییرپذیری^۱) و عدم قطعیت آن‌ها نیاز است که یک توزیع توصیفگر را تعریف کند. در برخی از موارد، این دو پارامتر کمی و عدم قطعیت آن‌ها ممکن است برای مشخصه‌یابی توزیع‌های اندازه و شکل ذرات کافی نباشند. روش‌های دیداری‌سازی داده‌ها، مانند انحراف باقی‌مانده و نمودارهای چندک^۲ و همبستگی‌های^۳ داده‌ها، همچون جفت‌های توصیفگرهای شکل و اندازه یا آنالیز فرکتال (برخال)، می‌توانند شیوه‌های مکملی را برای ارزشیابی و متمایز کردن نمونه‌های آزمون، ارائه کند. در مجموع، معیارهای کیفی و کمی به همراه ابزارهای دیداری‌سازی و همبستگی، به کاربران اجازه می‌دهد که پروتکل‌ها را متناسب با اهداف کیفی و کمی آن‌ها تنظیم کنند.

1- Spread
2- Quantile
3- Correlations

فناوری نانو- اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه و شکل ذرات به‌وسیله میکروسکوپی الکترونی عبوری

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین چگونگی اندازه‌گیری و آنالیز تصاویر گرفته‌شده به‌وسیله میکروسکوپی الکترونی برای دستیابی به توزیع‌های اندازه و شکل در نانومقیاس است.

این استاندارد به‌طور گسترده برای نانواشیاء و همچنین ذرات با اندازه‌های بزرگ‌تر از ۱۰۰ nm کاربرد دارد. بازه دقیق کاری این روش، به عدم قطعیت موردنیاز و عملکرد میکروسکوپ الکترونی عبوری بستگی دارد. این مؤلفه‌ها می‌توانند طبق الزامات شرح داده‌شده در این استاندارد ارزشیابی شوند

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده‌است. بدین ترتیب آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده‌باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده‌است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 9276-3, Representation of results of Particle Size analysis- Part3: Adjustment of an experimental curve to a reference model

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۳-۸۲۰۱ : سال ۱۳۹۲، نمایش آنالیز اندازه ذره- قسمت ۳: تطبیق منحنی تجربی با مدل مرجع، با استفاده از استاندارد ISO 9276-3: 2008 تدوین شده‌است

2-2 ISO 9276-6: 2008, Representation of results of particle size analysis- Part6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology

2-3 ISO 29301, Microbeam analysrs-Analytical electron microscopy- Methods for calibrating image magnification by using reference materials with periodic structures

۳ اصطلاحات، تعاریف و نمادها

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود^۱:

۱-۳ اصطلاحات اصلی - ذرات

۱-۱-۳

نانوشیء

nano-object

هر قطعه مجزا از یک ماده با یک، دو یا سه بعد خارجی در *نانو مقیاس* (۳-۱-۲) است.

[منبع: زیربند ۲-۲، استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

۲-۱-۳

نانومقیاس

nanoscale

بازه طول تقریباً بین ۱ nm تا ۱۰۰ nm است.

[منبع: زیربند ۲-۱، استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، تغییر یافته - یادآوری حذف شده است.]

۳-۱-۳

ذره

particle

قطعه کوچکی از ماده با مرزهای فیزیکی معین است.

[منبع: زیربند ۳-۱، استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، تغییر یافته - یادآوری ۱، ۲ و ۳ حذف شده است.]

۱- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های <http://www.iso.org/obp> و <http://www.electropedia.org/> قابل دسترس است.

۴-۱-۳

ذره سازنده

constituent particle

جزء قابل تشخیص و یکپارچه از یک ذره (۳-۱-۳) بزرگتر است.

[منبع: زیربند ۳-۳، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، تغییر یافته- یادآوری حذف شده است.]

۳-۱-۵

کلوخه

agglomerate

مجموعه‌ای از ذرات (۳-۱-۳) که به شکلی ضعیف یا نسبتاً قوی به یکدیگر متصل شده‌اند، به طوری که مساحت سطح خارجی حاصل از آنها، مشابه مجموع مساحت سطوح تک تک اجزای تشکیل دهنده باشد.

یادآوری ۱- نیروهایی که کلوخه‌ها را نزدیک به یکدیگر نگه می‌دارند نیروهای ضعیفی هستند، به عنوان مثال، نیروهای واندروالس یا درهم‌تافتگی‌های فیزیکی ساده.

یادآوری ۲- کلوخه‌ها به عنوان ذرات ثانویه نیز در نظر گرفته می‌شوند و ذرات اصلی منشاء، ذرات نوع اول نامیده می‌شوند.

[منبع: زیربند ۳-۴، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

۳-۱-۶

انبوهه

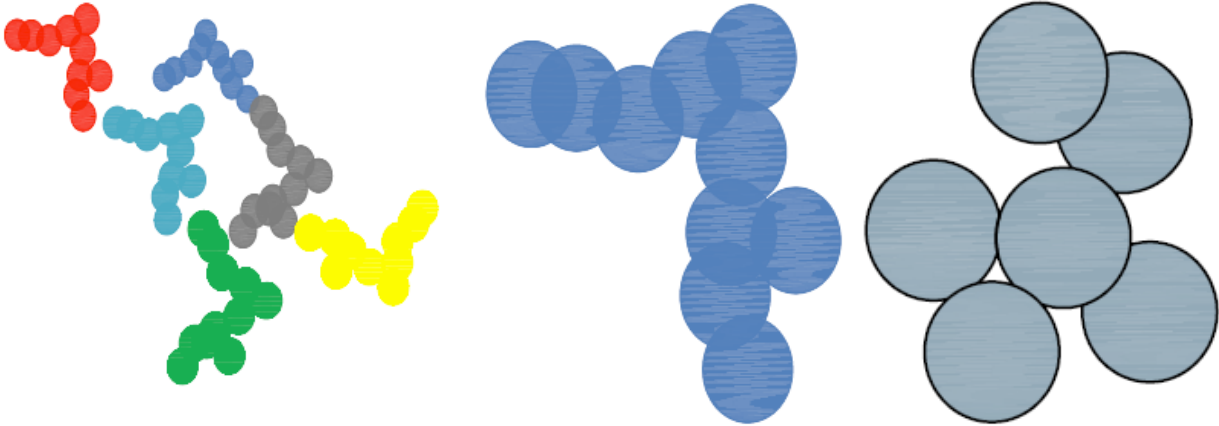
aggregate

ذره (۳-۱-۳) متشکل از ذراتی با پیوندهای قوی یا جوش خورده که مساحت سطحی خارجی حاصل از آنها ممکن است به طور قابل ملاحظه‌ای کمتر از مجموع مساحت سطوح محاسبه شده تک تک اجزای تشکیل دهنده باشد.

یادآوری ۱- نیروهایی که انبوهه‌ها را کنار یکدیگر نگه می‌دارد، نیروهای قوی هستند (به عنوان مثال پیوندهای کووالانسی) یا نیروهای حاصل از تفجوشی یا درهم‌تافتگی فیزیکی پیچیده.

یادآوری ۲- انبوهه‌ها به عنوان ذرات ثانویه نیز در نظر گرفته می‌شوند و ذرات اصلی منشاء، ذرات اولیه نامیده می‌شوند.

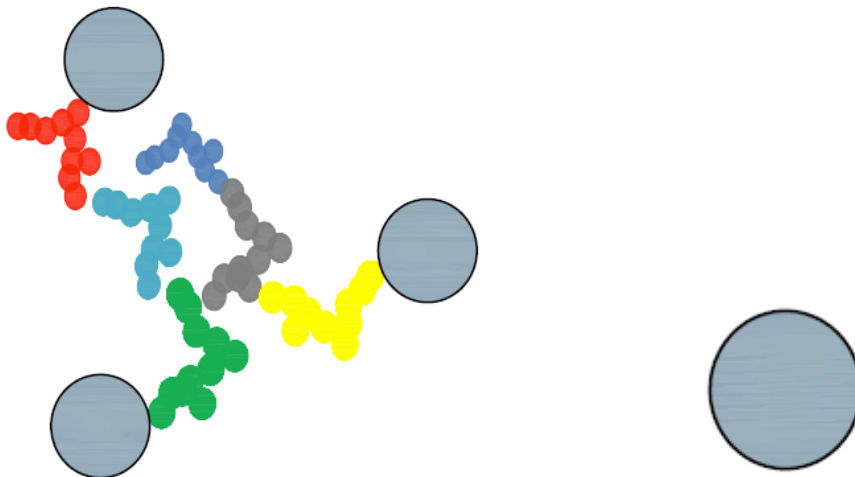
یادآوری ۳- تعاریف (۳-۱-۶) تا (۳-۱-۱۰) المان‌های کلوخه‌ها و انبوهه‌ها را تعریف می‌کنند که برخی از آن‌ها در شکل ۱ نمایش داده شده‌اند. ذرات سازنده در یک انبوهه به هستاری^۱ گسسته (انبوهه) به‌طور محکم جوش می‌خورد، درحالی‌که ذرات سازنده در کلوخه به شکل ضعیفی متصل شده و به‌طور معمول تحت تنش مکانیکی و برشی، به آسانی پراکنده می‌شوند.



پ- کلوخه‌ای از انبوهه‌ها

ب- ذرات اولیه در یک انبوهه

الف- ذرات اولیه در یک کلوخه



ث- کلوخه ذرات اولیه و انبوهه‌ها هردو باهم

ت- نانوشیء (اگر کمتر از ۱۰۰ nm باشد) یا ذره

شکل ۱- طرحواره نمایش المان‌های کلوخه‌ها و انبوهه‌ها

[منبع: زیربند ۳-۵، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، تغییر یافته- در تعریف «ممکن است به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای کم‌تر از مجموع مساحت تک‌تک اجزای سازنده تشکیل‌دهنده باشد» با «به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای کم‌تر از مجموع مساحت محاسبه‌شده سطوح تک‌تک اجزای سازنده تشکیل‌دهنده است» جایگزین شده‌است. در یادآوری ۱، «پیوندهای یونی» در مثال و عبارت نهایی «یا در غیراین صورت، ذرات اولیه به‌هم‌چسبیده قبلی» حذف شده‌است. یادآوری ۳ و شکل ۱ اضافه شده‌است.]

۷-۱-۳

نانوذره

nanoparticle

نانوشیء (۱-۱-۳) با تمام سه بعد خارجی در نانومقیاس (۱-۲-۳) است که در آن طول بلندترین و کوتاه‌ترین محورهای نانوشیء به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای با یکدیگر تفاوت نداشته باشند.

[منبع: زیربند ۴-۴، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۸۰۰۰۴-۱۲: سال ۱۳۹۵، تغییر یافته- «سه» اضافه شده و یادآوری حذف شده است.]

۸-۱-۳

نانومیله

nanorod

نانولیف (۳-۱-۹) توپُر است.

[منبع: زیربند ۴-۷، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۸۰۰۰۴-۲: سال ۱۳۹۵]

۹-۱-۳

نانولیف

nanofibre

نانوشیء (۳-۱-۱) با دو بعد خارجی مشابه در نانومقیاس (۳-۱-۲) است که بعد سوم آن به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای بزرگتر است.

[منبع: زیربند ۴-۵، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۸۰۰۰۴-۲: سال ۱۳۹۵، تغییر یافته- «مشابه» اضافه شده و یادآوری ۱، ۲ و ۳ حذف شده است.]

۱۰-۱-۳

نانوفاز

nanophase

ناحیه‌ای که از نظر فیزیکی یا شیمیایی متمایز است یا اصطلاحی جمع^۱ است برای نواحی هم جنس در یک ماده که از لحاظ فیزیکی متمایز هستند و این نواحی متمایز دارای یک، دو یا سه بُعد نانومقیاس هستند.

1- Collective term

یادآوری - نانواشیائی که در فاز دیگری جاسازی^۱ شده‌اند یک نانوفاز را می‌سازند.

۱۱-۱-۳

نانوپراکنه

nanodispersion

ماده‌ای که در آن *نانواشیاء* (۱-۱-۳) یا یک *نانوفاز* (۱-۱-۳) در یک فاز پیوسته از ترکیب‌بندی متفاوت، پراکنده شده‌اند.

[منبع: زیربند ۳-۱۴، استاندارد ملی ایران شماره ۴-۱۸۳۹۲: سال ۱۳۹۳]

۱۲-۱-۳

اندازه ذره

particle size

x

بُعد یک ذره (۳-۱-۳) است که با روش اندازه‌گیری ویژه و تحت شرایط اندازه‌گیری ویژه تعیین می‌شود.

یادآوری ۱- روش‌های مختلف آنالیز بر پایه اندازه‌گیری خواص مختلف فیزیکی است. اندازه ذره، مستقل از خاصیتی از ذره که در عمل اندازه‌گیری می‌شود، می‌تواند به صورت یک بعد خطی، مساحت یا حجم، گزارش شود.

یادآوری ۲- نماد x برای مشخص کردن اندازه ذره خطی استفاده می‌شود. هر چند مشخص شده‌است که نماد d نیز به طور گسترده استفاده می‌شود. بنابراین نماد x ممکن است با نماد d جایگزین شود.

[منبع: زیربند ۴-۲، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۸۲۰۱: سال ۱۳۸۴، به‌عنوان یک مدخل در اصطلاحات و تعاریف ارائه شده‌است.]

۱۳-۱-۳

توزیع اندازه ذرات

particle size distribution

توزیع ذرات (۳-۱-۳) به صورت تابعی از *اندازه ذرات* (۳-۱-۳) است.

[منبع: زیربند ۳-۱-۲، استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۶، تغییر یافته - یادآوری حذف شده‌است.]

۱۴-۱-۳

شکل ذره

particle shape

شکل هندسی بیرونی یک ذره (۳-۱-۳) است.

یادآوری- توصیف شکل به دو توصیفگر نرده‌ای^۱ یعنی طول و تغییرپذیری، نیاز دارد.

[منبع: زیربند ۳-۱-۳، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴، سال ۱۳۹۶، تغییر یافته- یادآوری اضافه شده است.]

۱۵-۱-۳

توزیع شکل ذره

particle shape distribution

توصیفگر توزیع یک شکل ذره (۱۴-۱-۳) ویژه برای یک جامعه آماری^۲ نمونه است.

۲-۳ اصطلاحات اصلی- تصویرگیری و آنالیز تصویر

۱-۲-۳

میدان دید

field of view

میدان قابل مشاهده به وسیله دستگاه مشاهده‌گر است.

[منبع: زیربند ۳-۶، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵، تغییر یافته- یادآوری ۱ حذف شده است.]

۲-۲-۳

قاب اندازه‌گیری

measurement frame

سطح انتخاب شده از میدان دید (۱-۲-۳) است که در آن، ذرات (۱-۱-۳) برای آنالیز تصویر، اندازه‌دهی و شمارش می‌شوند.

1- Scalar
2- Population

[منبع: زیربند ۳-۱۰، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵]

۳-۲-۳

تصویر دوتایی

binary image

تصویر رقمی شده^۱ متشکل از آرایه‌ای از پیکسل‌ها (۳-۲-۴) با مقادیر صفر یا یک است که به‌طور معمول مقدار آن با نواحی تاریک و روشن روی صفحه نمایش یا با استفاده از دو رنگ متمایز، نشان داده می‌شوند.

[منبع: زیربند ۳-۲، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵]

۴-۲-۳

پیکسل

pixel

کوچکترین جزء تصویر که می‌تواند به‌صورت منحصربه‌فرد پردازش شود و به‌وسیله مختصات فضایی توصیف و با مقادیر رنگی کدبندی شده‌است.

[منبع: زیربند 3.6، استاندارد ISO 12640-2: 2004، تغییر یافته- یادآوری ۱ حذف شده‌است.]

۵-۲-۳

تفکیک پذیری-پیکسل

pixel-resolution

تعداد پیکسل‌های (۳-۲-۴) تصویربرداری بر فاصله واحد آشکارساز است.

[منبع: زیربند 3.24، استاندارد ISO 29301: 2017، تغییر یافته- یادآوری ۱ حذف شده‌است.]

۶-۲-۳

شمار پیکسل

pixel count

کل تعداد پیکسل‌ها (۳-۲-۴) در هر فایل، طول یا مساحت، بسته به یکای استفاده شده‌است.

[منبع: زیربند ۳-۱۹۱، استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۴۰۵: سال ۱۳۹۵]

۷-۲-۳

میکروگراف (ریزنگار)

micrograph

ضبط تصویر شکل گرفته به وسیله میکروسکوپ است.

[منبع: زیربند 2.94، استاندارد ISO 10934-1: 2002]

۸-۲-۳

آلایه تصویر

artefact

artifact

اعوجاج ناخواسته یا شاخصه‌های افزوده شده در داده‌های اندازه‌گیری شده ناشی از ایده‌آل نبودن تجهیزات است.

[منبع: زیربند 5.6، استاندارد ISO 18115-2: 2013]

۳-۳ اصطلاحات اصلی - نمادها و تعاریف آماری

۱-۳-۳

ضریب تغییرات

coefficient of variation

C_v

نسبت انحراف معیار به میانگین حسابی^۱ است.

یادآوری ۱- به‌طور معمول به‌صورت درصد گزارش می‌شود.

یادآوری ۲- برای مثال، ضریب تغییرات برای یک میانگین نمونه می‌تواند چنین نمایش داده شود:

$$c_v = \frac{S \times 100}{\bar{x}}$$

که در آن \bar{x} توصیفگر میانگین و S توصیفگر انحراف معیار چندین مجموعه داده هستند. این «آمارگان کل»^۲ برای ارزشیابی داده‌های توصیفگر به‌منظور مقایسه میان آزمایشگاهی استفاده می‌شود.

1- Arithmetic

2- Grand statistics

[منبع: زیربند ۳-۱-۱۱، استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۳۹۷: سال ۱۳۸۹، تغییر یافته- یادآوری‌های ۱ و ۲ اضافه شده است.]

۳-۳-۲

خطای استاندارد برآورد

standard error of estimation

σ_{est}

مقیاس پراکندگی متغیر (خروجی) وابسته در اطراف خط حداقل مربعات حاصل از برازش منحنی یا آنالیز رگرسیون (وایازش) است.

یادآوری ۱- خطای استاندارد برآورد می‌تواند چنین تعیین شود:

$$\sigma_{\text{est}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n - k}}$$

که در آن:

n تعداد نقاط داده؛

k تعداد ضرایب در معادله است.

یادآوری ۲- خطای استاندارد میانگین می‌تواند چنین تعیین شود:

$$\sigma_{\text{est}, \bar{x}} = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

یادآوری ۳- خطای استاندارد، انحراف معیار توزیع نمونه‌برداری یک آماره است. مثال برای میانگین یک نمونه است. خطای استاندارد میانگین برآورد این نکته است که میانگین نمونه چه مقدار به میانگین جامعه آماری نزدیک است. این مقدار با افزایش اندازه نمونه کاهش می‌یابد.

[منبع: زیربند 7.31، استاندارد ISO 722: 2011، تغییر یافته- اصطلاح پذیرفته شده «انحراف معیار باقی مانده» حذف شده است. یادآوری‌های ۱، ۲ و ۳ جایگزین یادآوری‌های ۱ و ۲ شده است.]

۳-۳-۳

خطای استاندارد نسبی

relative standard error

RSE

خطای استاندارد تقسیم بر آماره آن است.

یادآوری ۱- این کمیت برحسب درصد بیان می‌شود.

یادآوری ۲- برای مثال، محاسبه خطای استاندارد نسبی میانگین به صورت فرمول زیر است:

$$RSE_{\bar{x}} = \frac{100 \cdot \sigma_{est,x}}{\bar{x}}$$

۴-۳-۳

سوگیری (اریبی) اندازه‌گیری

measurement bias

برآورد خطای اندازه‌گیری سامانمند^۱ است.

یادآوری ۱- هنگامی که آماره به‌طور سامانمند متفاوت از پارامتر جامعه آماری است که برآورد می‌شود، سوگیری وجود دارد.

مطالعه میانگین قدرمطلق تفاضل میانگین اندازه‌گیری شده و مقدار گواهی شده است. سوگیری میانگین نرمال این مقدار $\Delta m = |c_m - c_{cm}|$ قدرمطلق تفاضل مقدار اندازه‌گیری شده میانگین و مقدار گواهی شده است. سوگیری میانگین نرمال این مطالعه میانگین قدرمطلق تفاضل میانگین اندازه‌گیری شده و میانگین ماده مرجع گواهی شده خواهد بود.

$$\text{سوگیری} = \frac{\sum_{i=1}^n \Delta_{m,i}}{n}$$

[منبع: زیربند 2.28، راهنمای ISO/IEC Guide 99: 2007، تغییر یافته - یادآوری‌های ۱ و ۲ اضافه شده است.]

۵-۳-۳

باقی‌مانده

residual

اختلاف بین مقدار مشاهده شده متغیر پاسخ و مقدار برآورده شده آن است.

۶-۳-۳

انحراف معیار باقی‌مانده

residual standard deviation

توصیف پراکندگی مقادیر اطلاعات حول خط رگرسیون محاسبه شده است.

یادآوری - این کمیت یک معیار شایستگی^۲ است که دقت (۳-۵-۵) کالیبراسیون را توصیف می‌کند.

1- Systematic
2- Figure of merit

[منبع: زیربند ۲-۵، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۳۳۱: سال ۱۳۸۹]

۷-۳-۳

نمودار چندک

quantile plot

روش نگاشتاری (گرافیکی)^۱ مقایسه دو توزیع است که چندک‌های توزیع (داده‌های) تجربی روی محور Y رسم می‌شود، درحالی‌که توزیع (مرجع) نظری با میانگین و واریانس (وردایی)^۲ یکسان با توزیع تجربی روی محور X رسم می‌شود.

۴-۳ اصطلاحات اصلی - اندازه‌دهه‌ها

۱-۴-۳

اندازه‌ده

measurand

کمیت موردنظر برای اندازه‌گیری است.

[منبع: زیربند 2.3، راهنمای ISO/IEC Guide 99: 2007، تغییر یافته - یادآوری‌ها حذف شده است.]

۲-۴-۳

توصیفگر تصویر

image descriptor

توصیفگر استخراج شده از یک تصویر است.

[منبع: زیربند 2.1، استاندارد ISO/IEC 15938-13: 2015]

۳-۴-۳

قطر فِرِت

Feret diameter

فاصله بین دو خط مماس موازی رسم شده در دو طرف مقابل تصویر یک ذره است.

1- Graphical
2- Variance

استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۸۹۳ (چاپ اول): سال ۱۳۹۹

یادآوری - قطر فِرت بیشینه (۳-۴-۴) در این استاندارد استفاده می‌شود.

[منبع: زیربند ۳-۱-۵، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵، تغییر یافته - یادآوری اضافه شده است.]

۴-۴-۳

قطر فِرت بیشینه

maximum Feret diameter

طول بیشینه یک شیء بدون در نظر گرفتن سمت گیری آن است.

[منبع: زیربند ۲-۱، استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۵۹۷: سال ۱۳۹۴، تغییر یافته - یادآوری حذف شده است.]

۵-۴-۳

قطر فِرت کمینه

minimum Feret diameter

طول کمینه یک شیء بدون نظر گرفتن سمت گیری آن است.

۶-۴-۳

محیط

perimeter

طول کل کران‌نمای^۱ شیء است.

[منبع: زیربند ۲-۳، استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۵۹۷: سال ۱۳۹۴]

۷-۴-۳

قطر دایره‌ای معادل

equivalent circular diameter

قطر دایره‌ای است که سطح یکسانی با شکل تصویر شده یک ذره (۳-۱-۳) در صفحه دارد.

مثال: ecd چنین است:

$$e_{cd} = \sqrt{\frac{4A}{\pi}}$$

که در آن A مساحت ذره است.

[منبع: زیربند ۳-۱، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۴، تغییر یافته- یادآوری ۱ حذف شده و مثال اضافه شده است.]

۸-۴-۳

قطر محیطی معادل

equivalent perimeter diameter

d_{epd}

قطر دایره‌ای که محیط (۳-۴-۶) یکسان با شکل تصویر شده ذره (۳-۱-۳) دارد.

یادآوری- این قطر می‌تواند به صورت زیر محاسبه شود:

$$d_{epd} = \frac{P}{\pi}$$

که در آن P طول محیط است.

۹-۴-۳

غلاف محدب (کوژ)

convex hull

کوچک‌ترین مجموعه محدب (کوژ) حاوی یک شیء هندسی معین است.

[منبع: زیربند ۴-۱-۲، استاندارد ISO 19123: 2005]

۱۰-۴-۳

نسبت منظری

aspect ratio

نسبت قطر فرت کمینه (۳-۴-۵) به قطر فرت بیشینه (۳-۴-۴) آن است.

یادآوری - به‌عنوان مثال، می‌تواند به صورت زیر محاسبه شود:

$$\text{نسبت منظری} = \frac{X_{F_{\min}}}{X_{F_{\max}}}$$

که در آن:

$X_{F_{min}}$ قطر فِرتِ کمینه؛
 $X_{F_{max}}$ قطر فِرتِ بیشینه است.

[منبع: زیربند 4.5، استاندارد ISO 26824: 2013، تغییر یافته - یک یادآوری جایگزین یادآوری‌های ۱ و ۲ اصلی شده است.]

۱۱-۴-۳

نسبت بیضی

ellipse ratio

نسبت طول‌های محورهای بیضی لختی لژاندر^۱ است.

یادآوری - به‌عنوان مثال نسبت بیضی می‌تواند نسبت محورهای فرعی به اصلی بیضی لژاندر تطبیق داده شده بر ذره (۳-۱-۳) باشد؛ بنابراین فاکتور شکل بیضی گون به‌صورت زیر است:

$$\text{نسبت بیضی} = \frac{X_{L_{min}}}{X_{L_{max}}}$$

که در آن:

$X_{L_{min}}$ طول محور فرعی بیضی لختی لژاندر؛
 $X_{L_{max}}$ طول محور اصلی بیضی لختی لژاندر است.

[منبع: زیربند 4.4، استاندارد ISO 26824: 2013، تغییر یافته - یادآوری اضافه شده است.]

۱۲-۴-۳

گسترده‌گی

تودینگی

extent bulkiness

نسبت مساحت ذره به حاصلضرب قطر فِرتِ (۳-۴-۳) و قطر فِرتِ کمینه (۵-۴-۳) است.

یادآوری - به‌عنوان مثال، گسترده‌گی می‌تواند به‌صورت زیر محاسبه شود:

$$\text{گسترده‌گی} = \frac{A}{X_{F_{min}} \cdot X_{F_{max}}}$$

که در آن:

$X_{F_{min}}$ قطر فِرتِ کمینه؛

1- Legendre ellipse of inertia

$X_{F_{max}}$ قطر فِرْت بیشینه است.

[منبع: زیربند 8.1.3، استاندارد ISO 9276-6: 2008، تغییر یافته- به یک مدخل در اصطلاحات و تعاریف تبدیل شده است. تعریف اضافه شده است.]

۱۳-۴-۳

فشردگی

compactness

درجه تشابه مساحت تصویر شده A از ذره (۳-۱-۳) با یک دایره، با در نظر گرفتن شکل کلی ذره (۳-۱-۳) دارای قطر فِرْت بیشینه (۳-۴-۳)، است.

یادآوری- به عنوان مثال فشردگی می تواند به صورت زیر محاسبه شود:

$$\text{فشردگی} = \frac{\sqrt{\frac{4.A}{\pi}}}{X_{F_{max}}}$$

که در آن:

A مساحت ذره؛

$X_{F_{max}}$ قطر فِرْت بیشینه است.

[منبع: زیربند 8.1.3، استاندارد ISO 9276-6: 2008، تغییر یافته- تبدیل به اصطلاحات و تعاریف شده است. در تعریف، عبارت «ذره (یا مساحت تصویر شده آن)» با «مساحت تصویر شده A از ذره» جایگزین شده و «با قطر فِرْت بیشینه» اضافه شده است.]

۱۴-۴-۳

کوژی (تحدب)

convexity

نسبت محیط (۳-۴-۳) غلاف کوژی (۳-۴-۹) بسته محدودکننده^۱ ذره (۳-۱-۳) به محیط آن است.

یادآوری- به عنوان مثال، کوژی می تواند به صورت زیر محاسبه شود:

$$\text{کوژی} = \frac{P_C}{p}$$

که در آن:

P_C طول محیط غلاف کوژی (بسته) محدودکننده ذره؛

1- Envelope bounding

P طول محیط است.

[منبع: زیربند 8.2، استاندارد ISO 9276-6: 2008، تغییر یافته- به یک مدخل در اصطلاحات و تعاریف تبدیل شده است. تعریف اضافه شده است.]

۱۵-۴-۳

دایره‌ای بودن

circularity

C

درجه تشابه مساحت تصویر شده ذره (۳-۱-۳)، بر پایه محیط (۳-۴-۶) آن، با دایره است.

یادآوری- به عنوان مثال، دایره‌ای بودن می‌تواند به صورت زیر محاسبه شود:

$$C = \frac{x_a}{x_p} = \sqrt{\frac{4 \cdot \pi \cdot A}{P^2}}$$

که در آن:

x_a قطر معادل مساحت یک ذره؛

x_p قطر معادل محیط یک ذره؛

A مساحت ذره؛

P طول محیط است.

[منبع: زیربند 4.12، استاندارد ISO 26824: 2013، تغییر یافته- «مساحت تصویر شده ذره» جایگزین «مساحت تصویر شده ذره A» شده است. «بر پایه محیط آن» جایگزین «با در نظر گرفتن صافی محیط آن P» شده است. فرمول و یادآوری جایگزین شده است.]

۱۶-۴-۳

گردی

roundness

مربع فشردگی (۳-۴-۱۳) است.

۱۷-۴-۳

یکپارچگی

solidity

نسبت مساحت تصویر شده A به مساحت غلاف کوژی (۳-۴-۹) A_c (بسته) است.

یادآوری- به عنوان مثال، یکپارچگی می‌تواند چنین محاسبه شود:

$$\text{یکپارچگی} = \frac{A}{A_C}$$

[منبع: زیربند 4.13، استاندارد ISO 26824: 2013، تغییر یافته - یادآوری حذف شده است]

۳-۵ اصطلاحات اصلی - اندازه‌شناسی

۳-۵-۱

شرایط تکرارپذیری اندازه‌گیری

repeatability conditions of measurement

شرایط اندازه‌گیری از میان مجموعه‌ای از شرایط، شامل روش اجرایی اندازه‌گیری یکسان، کاروران^۱ یکسان، سامانه اندازه‌گیری یکسان، شرایط عملیاتی یکسان، مکان یکسان و تکرار اندازه‌گیری‌ها روی اشیاء یکسان یا مشابه، در دوره زمانی کوتاه است.

[منبع: زیربند 2.20، استاندارد ISO/IEC Guide 99: 2007، تغییر یافته - اصطلاح مجاز «شرط تکرارپذیری» و یادآوری‌ها حذف شده است.]

۳-۵-۲

شرط دقت میانی اندازه‌گیری

intermediate precision condition of measurement

شرط اندازه‌گیری از میان مجموعه‌ای از شرایط، شامل روش اجرایی اندازه‌گیری یکسان، مکان یکسان، تکرار اندازه‌گیری‌ها روی اشیاء یکسان یا مشابه در دوره زمانی طولانی است، ولی سایر شرایط ممکن است تغییر کند.

[منبع: زیربند 2.22، استاندارد ISO/IEC Guide 99:2007، تغییر یافته - اصطلاح مجاز «شرط دقت میانی» و یادآوری‌ها حذف شده است.]

۳-۵-۳

شرط تجدیدپذیری اندازه‌گیری

reproducibility condition of measurement

شرط اندازه‌گیری از میان مجموعه‌ای از شرایط، شامل مکان‌ها، کاروران، سامانه‌های اندازه‌گیری و اندازه‌گیری‌های تکراری متفاوت روی اشیاء یکسان یا مشابه است.

1- Operators

یادآوری ۱- سامانه‌های اندازه‌گیری مختلف ممکن است از روش‌های اجرایی مختلفی استفاده کنند.
یادآوری ۲- توصیه می‌شود تا حد امکان ویژگی‌های مربوط به شرایط تغییر یافته و تغییر نیافته باشند.

[منبع: زیربند 2.24، راهنمای ISO/IEC Guide 99:2007، تغییر یافته- اصطلاح مجاز «شرط تجدید پذیری» حذف شده است.]

۴-۵-۳

درستی اندازه‌گیری

measurement accuracy

نزدیکی توافق بین مقدار کمیّت اندازه‌گیری شده و مقدار کمیّت صحیح یک/ اندازه‌ده (۳-۴-۱) است.

یادآوری ۱- مفهوم «درستی اندازه‌گیری» یک کمیّت نیست و با مقدار عددی بیان نمی‌شود. هر چه عدم قطعیت اندازه‌گیری کوچکتر باشد، گفته می‌شود آن اندازه‌گیری درست‌تر است.

یادآوری ۲- بهتر است اصطلاح «درستی اندازه‌گیری» برای «صحت اندازه‌گیری»^۱ استفاده نشود و بهتر است اصطلاح «دقت اندازه‌گیری» برای «درستی اندازه‌گیری» استفاده نشود، هر چند که این اصطلاح به هر دو مفهوم مربوط است.

یادآوری ۳- گاهی «درستی اندازه‌گیری» به‌عنوان نزدیکی توافق مقادیر اندازه‌گیری شده‌ای درک می‌شود که به اندازه‌ده نسبت داده شده‌اند.

[منبع: زیربند 2.13، راهنمای ISO/IE Guide 99: 2007، تغییر یافته- اصطلاح مجاز «درستی اندازه‌گیری» و «درستی» حذف شده است. در یادآوری ۱، «عدم قطعیت اندازه‌گیری» جایگزین «خطای اندازه‌گیری» شده است.]

۵-۵-۳

دقت

precision

دقت اندازه‌گیری

نزدیکی توافق بین نشانگرها^۲ یا مقادیر کمیّت اندازه‌گیری شده حاصل از تکرار اندازه‌گیری‌ها روی اشیاء یکسان یا مشابه تحت شرایط مشخص است.

یادآوری ۱- دقت اندازه‌گیری به‌طور معمول به صورت عددی به‌وسیله سنجه‌های^۳ عدم دقت، مانند انحراف معیار، واریانس یا ضریب تغییرات (۳-۳-۱)، تحت شرایط معین اندازه‌گیری بیان می‌شود.

1- Measurement trueness
2- Indications
3- Measures

یادآوری ۲- «شرایط مشخص» می‌تواند، به‌عنوان مثال، شرایط تکرارپذیری اندازه‌گیری (۳-۵-۱)، شرایط دقت میانی اندازه‌گیری (۳-۵-۲) یا شرایط تجدیدپذیری اندازه‌گیری (۳-۵-۳) باشد (به استاندارد ملی ایران شماره ۳-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۴ مراجعه شود).

یادآوری ۳- دقت اندازه‌گیری برای تعریف تکرارپذیری اندازه‌گیری، دقت اندازه‌گیری میانی و تجدیدپذیری اندازه‌گیری استفاده می‌شود.

یادآوری ۴- گاهی «دقت اندازه‌گیری» به اشتباه به معنای درستی اندازه‌گیری (۳-۵-۴) استفاده می‌شود.

[منبع: زیربند 2.15، راهنمای ISO/IEC Guide 99: 2005، تغییر یافته- «دقت» اصطلاح مرجح و «دقت اندازه‌گیری» اصطلاح مجاز شده است.]

۶-۵-۳

عدم قطعیت اندازه‌گیری استاندارد مرکب

combined standard measurement uncertainty

عدم قطعیت اندازه‌گیری استاندارد است که با استفاده از عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری استاندارد مجزای مربوط به کمیت‌های ورودی در یک مدل اندازه‌گیری به‌دست می‌آید.

یادآوری- در موارد همبستگی کمیت‌های ورودی در مدل اندازه‌گیری، باید هنگام محاسبه عدم قطعیت اندازه‌گیری استاندارد، مرکب کوواریانس‌ها (هم‌وردائی‌ها)^۱ در نظر گرفته شود؛ همچنین به زیر بند 2.3.4 راهنمای ISO/IEC Guide 98-3: 2008 مراجعه شود.

۷-۵-۳

عدم قطعیت اندازه‌گیری گسترده

expanded measurement uncertainty

U

حاصل ضرب عدم قطعیت اندازه‌گیری استاندارد مرکب و فاکتوری بزرگ‌تر از عدد یک است.

یادآوری ۱- فاکتور به نوع توزیع احتمال کمیت خروجی در یک مدل اندازه‌گیری و احتمال پوشش^۲ انتخابی بستگی دارد.

یادآوری ۲- اصطلاح «فاکتور» در این تعریف به فاکتور پوشش اشاره دارد.

یادآوری ۳- عدم قطعیت اندازه‌گیری گسترده، در پاراگراف ۵ توصیه‌نامه بین‌المللی INC-1 (1980) (به راهنمای بیان عدم قطعیت اندازه‌گیری (GUM)^۳ مراجعه شود) به‌عنوان «عدم قطعیت کلی» و در استانداردهای IEC فقط «عدم قطعیت» مصطلح است.

1- Covariances

2- Coverage

3- Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement

[منبع: زیربند 2.35، راهنمای ISO/IEC Guide 99: 2007، تغییریافته - اصطلاح مجاز «عدم قطعیت گسترده» حذف شده است. نماد U اضافه شده است.]

۸-۵-۳

ارزشیابی نوع A عدم قطعیت اندازه گیری

Type A evaluation of measurement uncertainty

ارزشیابی یک جزء از عدم قطعیت اندازه گیری از طریق تحلیل آماری، مقادیر کمیّت اندازه گیری شده که تحت شرایط اندازه گیری تعریف شده به دست می آید.

[منبع: زیربند 2.28، راهنمای ISO/IEC Guide 99: 2007، تغییریافته - اصطلاح مجاز «ارزشیابی نوع A» و یادآوری حذف شده است.]

۹-۵-۳

ارزشیابی نوع B عدم قطعیت اندازه گیری

Type B evaluation of measurement uncertainty

ارزشیابی یک جزء از عدم قطعیت اندازه گیری که با روشی غیر از ارزشیابی نوع A عدم قطعیت اندازه گیری (۸-۵-۳) تعیین می شود.

[منبع: زیربند 2.29، راهنمای ISO/IEC Guide 99: 2007، تغییریافته - اصطلاح مجاز «ارزشیابی نوع B»، یادآوری و مثالها حذف شده است.]

۱۰-۵-۳

ماده مرجع

reference material

RM

ماده ای به اندازه کافی همگن و پایدار که با توجه به یک یا چند خاصیت مشخص ایجاد شده است تا برای استفاده مورد نظر آن در یک فرایند اندازه گیری مناسب باشد.

[منبع: زیربند 2.1.1، راهنمای ISO Guide 30: 2015، تغییریافته - یادآوریها حذف شده است.]

۱۱-۵-۳

ماده مرجع گواهی شده

certified reference material

CRM

ماده مرجع (RM) (۳-۵-۱۰) مشخصه‌یابی شده با یک روش اجرایی اندازه‌شناختی معتبر، برای یک یا چند خاصیت مشخص همراه با یک گواهی RM است. این گواهی RM، مقدار خاصیت مشخص، عدم قطعیت مرتبط با آن و بیانیه ردیابی اندازه‌شناختی را ارائه می‌کند.

[منبع: زیربند 2.1.2، راهنمای ISO Guide 30: 2015، تغییر یافته - یادآوری‌ها حذف شده است.]

۳-۶ اصطلاحات اصلی - میکروسکوپی الکترونی عبوری

۳-۶-۱

میکروسکوپی الکترونی عبوری

transmission electron microscopy TEM

روشی است که با استفاده از یک باریکه الکترونی که از نمونه عبور کرده و با آن برهم‌کنش می‌کند، تصاویر بزرگنمایی شده یا الگوهای پراش نمونه را تولید می‌کند.

[منبع: زیربند ۳-۵-۶، استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۶]

۳-۶-۲

میکروسکوپی الکترونی عبوری روبشی

scanning transmission electron microscopy STEM

روشی است که تصاویر بزرگنمایی شده و یا الگوهای پراش نمونه را به وسیله یک باریکه الکترونی که به خوبی کانونی شده، تولید می‌کند. این باریکه سطح نمونه را روبش کرده و از میان آن عبور و با آن برهم‌کنش می‌کند.

[منبع: زیربند ۳-۵-۷، استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۶، تغییر یافته - یادآوری‌ها حذف شده است.]

۳-۶-۳

ولتاژ شتاب‌دهنده

acceleration voltage

اختلاف پتانسیل اعمال شده بین رشته^۱ و آند به منظور شتاب‌دادن الکترون‌های انتشار یافته از منبع است.

1- Filament

[منبع: زیربند 3.3، استاندارد ISO 22309: 2011، تغییر یافته - یادآوری حذف شده است.]

۴-۶-۳

حالت میدان روشن - میکروسکوپی الکترونی عبوری

روش TEM - میدان روشن

bright – field transmission electron microscopy **bright – field TEM**

روشنایی^۱ و تصویربرداری الکترونی روش TEM است که در آن باریکه الکترونی مستقیم از میان نمونه عبور می‌کند و تصویر روی صفحه کانونی پشتی فقط به وسیله موج عبوری با انتخاب موج به وسیله دریچه شیئی تشکیل می‌شود.

یادآوری ۱- به طور کلی بخش‌هایی از نمونه که ضخیم‌تر هستند یا عدد اتمی (Z) بیشتری دارند در پس‌زمینه روشن‌تر، تیره‌تر ظاهر می‌شوند. در این حالت، تباین (وضوح)^۲، هنگامی که به صورت کلاسیک در نظر گرفته شود، به صورت مستقیم به وسیله انسداد و جذب الکترون‌ها در نمونه شکل می‌گیرد. نواحی ضخیم‌تر نمونه یا نواحی با عدد اتمی بیشتر، تیره‌تر ظاهر خواهند شد، در حالی که نواحی بدون نمونه در مسیر باریکه، روشن ظاهر می‌شوند، بنابراین به آن اصطلاح «میدان روشن» اطلاق می‌شود.

یادآوری ۲- این اصطلاح در واژه‌نامه میکروسکوپی الکترونی آنالیزی که توسط ISO/TC 202/SC1 در دست آماده‌سازی است نیز وجود دارد.

[منبع: زیربند ۳-۳، استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۸۵: سال ۱۳۹۳]

۵-۶-۳

حالت میدان تاریک - روش میکروسکوپی الکترونی عبوری

روش TEM - میدان تاریک

dark field transmission electron microscopy **dark – field TEM**

روشنایی و تصویربرداری الکترونی روش TEM است که در آن باریکه الکترونی مستقیم از میان نمونه عبور کرده و تصویر روی صفحه کانونی پشتی فقط به وسیله موج پراش یافته (پراشیده)^۳ با انتخاب موج به وسیله دریچه شیئی تشکیل می‌شود.

یادآوری ۱- بخش‌های بلورین نمونه، الکترون‌های باریکه مستقیم را به مکان‌های مجزا در صفحه کانونی پشتی پراکنده می‌کنند. با قرار دادن دریچه‌ها در صفحه کانونی پشتی بخش‌های مطلوب امواج بازتابی می‌توانند انتخاب شوند. پس فقط آن

1- Illumination
2- Contrast
3- Diffracted wave

بخش‌هایی از نمونه که سبب پراکنده شدن الکترون‌ها به امواج بازتابی می‌شوند، تصویر خواهند شد. اگر امواج بازتابی شامل باریکه پراکنده نشده نباشند، یعنی هنگامی که هیچ پراکندگی نمونه در پیک‌های انتخابی وجود نداشته باشد، تصویر تاریک ظاهر خواهد شد. بنابراین اصطلاح «میدان تاریک» به آن اطلاق می‌شود.

یادآوری ۲- دستگاه‌های TEM نوین اغلب مجهز به نگهدارنده‌های نمونه‌ای هستند که امکان کج کردن نمونه در جهت‌های مختلف برای به دست آوردن شرایط پراش ویژه را به کاربر می‌دهد. موجی که سبب پراکندگی و بازتاب (برای مثال بازتاب براگ) در نمونه بلورین می‌شود، تصویر میدان تاریک تشکیل خواهد داد. این تصویر به وسیله انتخاب موج پراشی ویژه از میان دریچه‌های شیئی که روی صفحه کانونی پشتی عدسی‌های شیئی قرار دارند، تشکیل می‌شود.

یادآوری ۳- تصویربرداری میدان تاریک حلقوی زاویه بزرگ (HAADF)^۱ به تغییرات عدد اتمی در اتم‌های نمونه بسیار حساس بوده و تصاویری را تشکیل می‌دهد که تباین Z- نامیده می‌شود. این تصاویر اطلاعات مفیدی را در مورد وجود فلزات در نانولوله‌های کربنی و باقی‌مانده‌های کاتالیزگر^۲، حتی هنگامی که این ذرات (۳-۱-۳) فلزی کوچک در کربن بی‌شکل یا پایه^۳ کاتالیزگر جاساز شده باشد، ارائه می‌دهد. در غیراین صورت، این ذرات (۳-۱-۳) در حالت تصویر میدان روشن غیرقابل مشاهده خواهند بود.

یادآوری ۴- این اصطلاح در واژه‌نامه میکروسکوپی الکترونی آنالیزی که توسط ISO/TC 202/SC1 در دست آماده‌سازی است، وجود خواهد داشت.

[منبع: زیربند ۳-۴، استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۸۵: سال ۱۳۹۳، تغییر یافته]

۷-۳ نمادهای آماری، اندازه‌ده‌ها و توصیفگرها

۱-۷-۳ نمادهای آماری

C_V	ضریب تغییرات
$q(x)$	توزیع تفاضلی (توزیع چگالی)
$Q(x)$	توزیع تجمعی
P	آمار بازگشته از تحلیل واریانس و تحلیل دو متغیره
RSE	خطای استاندارد نسبی
S	انحراف معیار توصیفگر، x یا پارامتر توصیفگر
s^2	واریانس توصیفگر یا پارامتر توصیفگر
σ_{est}	خطاهای استاندارد برآورد
x	مقدار توصیفگر یا پارامتر توصیفگر
\bar{x}	میانگین توصیفگر یا پارامتر توصیفگر
$X(x)$	تبدیل توصیفگر (به‌طور مثال $X(x)=x$ برای توزیع نرمال، $X(x)=\ln x$ برای توزیع لگاریتم نرمال)
$Y(Q)$	تبدیل Q رسم شده روی محور y ، یعنی $Y = \text{عکس توزیع}$. دیگر تبدیل‌ها در جدول ۱، استاندارد ملی ایران شماره ۳-۸۲۰۱: سال ۱۳۹۲ فهرست شده است.

1- High-Angle Annular Dark-Field
2- Catalyst
3- Support

یادآوری - اندازه‌گیری‌های کمیّت و انواع توزیع‌ها در استاندارد ملی ایران شماره ۱-۸۲۰۱: سال ۱۳۸۴ تعریف شده‌است.

۳-۷-۲ اندازه‌دهها و توصیفگرها

یادآوری - اندازه‌دهها و توصیفگرها برای اندازه‌گیری‌های اندازه و شکل می‌تواند به‌طور مستقیم متناسب با طول (رده ۱) یا متناسب با مربع طول (رده ۲) باشد.

۳-۷-۲-۱ توصیفگرهای اندازه و نمادها - رده ۱

P	طول محیط
P_c	طول محیط غلاف کوژی، (بسته) محدودکننده ذره
X_a	قطر معادل مساحت ذره [همچنین به‌عنوان «قطر دایره‌ای معادل (EDC)» شناخته می‌شود].
$X_{F_{max}}$	قطر فِرْت بیشینه؛ متناظر با «طول» ذره
$X_{F_{min}}$	قطر فِرْت کمینه؛ متناظر با «عرض» ذره
$X_{L_{max}}$	طول محور اصلی بیضی لختی لژاندر
$X_{L_{min}}$	طول محور فرعی بیضی لختی لژاندر
X_p	قطر معادل محیط ذره

$$X_p = \frac{P}{\pi}$$

۳-۷-۲-۲ توصیفگرهای اندازه و نمادها - رده ۲

A	مساحت ذره
A_c	مساحت غلاف کوژی (بسته) محدودکننده ذره
L^2	مساحت محاسبه‌شده به‌وسیله حاصلضرب دو طول

یادآوری - قطر معادل حجم، X_v و قطر معادل سطح، X_s ، به‌دلیل آن‌که آنها توصیفگرهای سه بعدی هستند، در نظر گرفته نشده‌است.

۳-۷-۲-۳ نمادهای توصیفگر شکل - رده ۱

AR نسبت منظری

ER نسبت بیضی

یادآوری ۱- به‌جای تعریف معکوس که در سایر متون علمی بسیار رایج است، توصیفگرهای شکل کشامدی ISO برای آنالیز تصویر به‌گونه‌ای تعریف می‌شود که مقادیر آن در بازه صفر تا یک مقیاس شود. تعاریف ISO بازه متغیر توصیفگر را محدود می‌کند که سبب می‌شود احتمال و چگالی تجمعی، فشرده‌تر رسم شوند.

C دایره‌ای بودن

یادآوری ۲- به جای تعریف معکوس که در سایر متون علمی بسیار رایج است، توصیفگرهای شکل کشامدی ISO برای آنالیز تصویر به گونه‌ای تعریف می‌شود که مقادیر آن در بازه صفر تا یک مقیاس شود. تعاریف ISO بازه متغیر توصیفگر را محدود می‌کند که سبب می‌شود احتمال و چگالی تجمعی فشرده‌تر رسم شوند.

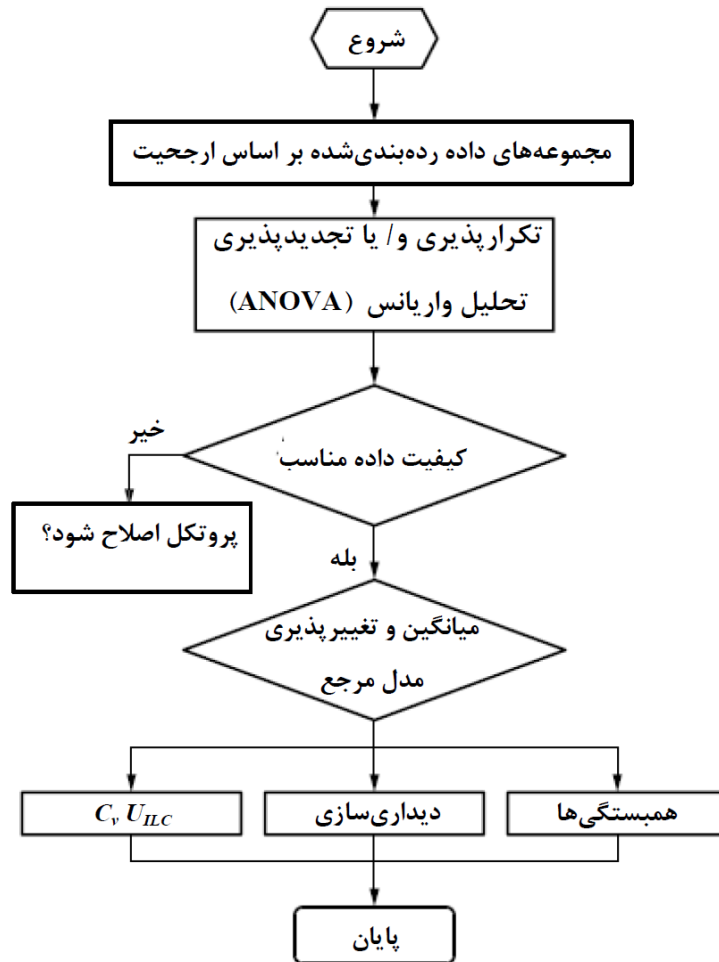
۴ نیازهای طرف ذی‌نفع برای روش‌های اجرایی اندازه‌گیری TEM

این استاندارد به نیازهای جامعه کاربران برای توزیع‌های اندازه و شکل به شرح زیر اشاره دارد:

- الف- توصیه می‌شود مواد موجود تجاری اندازه‌گیری شوند؛
- ب- گرفتن داده‌ها، اندازه‌گیری و آنالیز آن‌ها، تا جایی که عملی است، خودکار انجام شود؛
- پ- توصیه می‌شود گردش کارها سبب تسهیل تصمیمات درمورد تصویرگیری، اندازه‌گیری ذره و آنالیز داده‌ها شود؛
- ت- توصیه می‌شود مثال‌های مطالعه موردی موضوعات زیر را شرح دهد:
 - ۱- شناسایی ذراتی که در تماس با یکدیگر هستند، ذرات غیرانتخابی و آلاینه‌های تصویر؛
 - ۲- انتخاب توصیفگر اندازه و شکل با تکرارپذیری و تجدیدپذیری بالا؛
 - ۳- برآورد عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری برای پارامترهای توزیع، یعنی میانگین و تغییرپذیری؛
 - ۴- تفکیک بین نمونه‌ها با استفاده از توصیفگرهای اندازه و شکل؛
 - ۵- استفاده از ابزارهای دیداری‌سازی برای تکمیل نتایج عدم قطعیت اندازه‌گیری.

شکل ۲ گردش کار برای اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه و شکل ذره را شرح می‌دهد که به نیازهای طرف ذی‌نفع اشاره دارد. مهم است که هر ذره‌ای که بررسی آن موردنظر نیست، شناسایی شود. حذف کردن ذراتی که در تماس با یکدیگر هستند، ضروری است یا ارجحیت دارد. توصیه می‌شود تکرارپذیری داده‌ها، دقت میانی یا تجدیدپذیری با توجه به کاربرد مقادیری^۱ شود. برازش توزیع‌های داده‌ها، مقادیری برای میانگین و تغییرپذیری توزیع‌های مرجع ارائه می‌کند که می‌توان برای آن عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری را برآورد کرد. در برخی از موارد، نتایج عددی مجزا (میانگین، تغییرپذیری و عدم قطعیت‌های آن‌ها) به تنهایی نمی‌تواند بین مدل‌ها و یا داده‌ها تفکیک قائل شود.

ابزارهای دیداری‌سازی و همبستگی می‌تواند اطلاعات مکملی را در مورد نمونه آزمون ارائه دهد.



شکل ۲- گردش کار برای اندازه‌گیری توزیع‌های شکل و اندازه ذره به وسیله TEM

۵ آماده‌سازی نمونه

۵-۱ کلیات

مراحل اجرایی (آماده‌سازی نمونه، چیدمان دستگاه و کالیبراسیون و تصویرگیری) بسیار به یکدیگر وابسته هستند. همه این مراحل در تولید مجموعه‌های داده با کیفیت بالا از توصیف‌گرهای اندازه و شکل سهیم هستند. ابزارهای آماری مانند تحلیل واریانس، برازش مدل‌های توزیع به داده‌ها و تحلیل دومتغیره^۱، می‌توانند به پژوهشگر کمک کنند تا روش اجرایی برای فراهم کردن درستی یا عدم قطعیت اندازه‌گیری موردنیاز برای نمونه ویژه را تنظیم کند.

اغلب نیاز است که تعداد زیادی از نانوذرات، تصویر و آنالیز شوند تا توزیع اندازه ذرات به دست آید. هنگامی که نرم‌افزار آنالیز تصویر استفاده شود، می‌توان زمان آنالیز ذره را کاهش و کیفیت داده‌ها را افزایش داد. هنگامی که روش‌های اجرایی برای نمونه‌های ناشناخته توسعه می‌یابند، مرور دقیق کل فرایند برای

1- Bivariate

تعیین آن که کدامیک از عوامل برای نمونه در دسترس فوری بسیار مهم است، می‌تواند مفید باشد. هنگامی که از نرم‌افزار آنالیز تصویر استفاده می‌شود، آنالیز تسهیل خواهد شد. نرم‌افزارهای تجاری و متن باز^۱ هر دو در دسترس هستند. تصاویر باید کیفیت کافی داشته باشند به گونه‌ای که ذرات مجزا بتوانند تفکیک شوند و ابعاد آنها اندازه‌گیری شود. هدف مهم آماده‌سازی نمونه، تولید توزیع‌های یکنواخت از ذرات در سراسر زیرلایه‌های نگهدارنده است.

۲-۵ منابع نمونه

نمونه‌ها به‌طور معمول به‌صورت پودر یا تعلیق تأمین می‌شوند. نمونه‌های پودری برای ارزشیابی TEM قبل از رسوب روی یک زیرلایه، در مایعات پراکنده می‌شوند. به‌منظور تصویربرداری ذرات گسسته، اغلب نیاز است که تعلیق‌ها رقیق شوند. اهداف کلیدی آماده‌سازی نمونه عبارتند از:

- الف- از یک نمونه نماینده پودری یا مایع استفاده کنید؛
- ب- کلوخگی در پراکنه مورد استفاده به‌عنوان نگهدارنده نمونه را کمینه کنید؛
- پ- پیوستگی ذره-ذره روی پایه را کمینه کنید؛
- ت- نمونه را به‌صورت یکنواخت در سراسر پایه توزیع کنید (به استاندارد ISO 9276-3 مراجعه شود)؛
- ث- یک پایه که تباین بین ذره و پس‌زمینه را بهبود بخشد، انتخاب کنید.

اطلاعات مربوط به اثر سلامت نانوذرات گوناگون همچنان در حال تکمیل است. این احتمال وجود دارد که برخی از نانومواد برای سلامتی مخاطره‌آمیز باشند، درحالی‌که برخی دیگر ممکن است مخاطره‌آمیز نباشند یا ممکن است پس از مواجهه، سبب تأثیرات سوء بر سلامت نشوند. توصیه می‌شود آماده‌سازی نمونه با پوشیدن تجهیزات حفاظت فردی مناسب از جمله دستکش یک‌بار مصرف، عینک‌های ایمنی، روپوش‌های آزمایشگاهی، دستگاه تنفس فیلتردار و غیره انجام شود. توصیه می‌شود آماده‌سازی نمونه در هواپر تهویه فیوم (دژ دود)^۲ مجهز به فیلترهای هوای مناسب انجام شود.

۳-۵ استفاده از یک نمونه نماینده

۱-۳-۵ کلیات

نانوذرات می‌توانند حین فرایندهای ساخت برای نانومواد مهندسی‌شده در چندین حالت کلوئیدی وجود داشته باشند. به‌عنوان مثال فرایندهای رسوب بخار شیمیایی یا رسوب بخار فیزیکی می‌توانند «جوانه‌هایی»^۳ را تولید کنند که ممکن است به هواسل‌های نانوذرات تبدیل شوند. نانوذراتی که به‌وسیله مایع به‌سرعت سرد می‌شوند، می‌توانند منجمد شوند، قبل از انجماد سطوح آنها با یکدیگر جوش خورده و منجر به محصولات انبوهیده شوند که ابعاد بزرگ‌تر از میکرومتر دارند ولی از ذرات بسیاری تشکیل شده‌اند. از آن‌جا که ذرات

1- Open source
2- Vented fume hood
3- Seeds

اولیه اصلی اغلب در انبوهه قابل تشخیص نیستند، اصطلاح «ذرات جزء سازنده»^۱ استفاده می‌شود تا ذرات قابل تشخیص در داخل یک انبوهه را توصیف کنند.

۵-۳-۲ نمونه‌های پودری

از آن جاکه ماده می‌تواند تحت ارتعاش و نیروهای انتقالی بازتوزیع شود، نیاز است که نمونه‌های پودری به دقت برداشته شوند. همچنین نیاز است که نمونه‌ها به دقت جابه‌جا شوند، به‌ویژه اگر آن‌ها انبوهیده باشند و بتوانند با عملیات مکانیکی شکسته شوند. استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰: سال ۱۳۸۶ و استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۹۲۲: سال ۱۳۸۸، رهنمودهایی را در مورد چگونگی برداشتن و جابه‌جایی نمونه‌های پودری ارائه می‌دهند. اغلب پودرها و نانوذرات در فاز گازی به‌طور منفی باردار شده‌اند، بنابراین بارگذاری نمونه‌های خشک روی سطوح زیرلایه که معمولاً به‌طور منفی باردار شده‌اند، اغلب منجر به کلوخه‌های بزرگ می‌شود که تصویربرداری از آن‌ها مشکل است. نمونه‌های پودری به‌طور معمول برای تصویربرداری TEM با پراکنش آن‌ها در فاز مایع آماده شده، سپس روی زیرلایه اندازه‌گیری یا توری رسوب‌دهی می‌شوند.

۵-۳-۳ پراکنه‌های نانوذرات در مایعات

در دیگر سامانه‌های ساخت، پیش‌سازهای^۲ نانوذرات، ابتدا در فاز مایع در ابعاد کلوئیدی پراکنش یافته و به دنبال آن به سُل‌های مایع تبدیل می‌شوند. پراکنه‌های کلوئیدی پایدار در فاز مایع به‌طور معمول به‌منظور جلوگیری از کلوخگی به روش‌های پایدارسازی ایستابرقی^۳ و یا ریختاری^۴ نیاز دارند. به‌منظور کاهش تماس نانوذرات با یکدیگر باید پراکنه‌های نانوذرات تغلیظ‌شده روی توری یا زیرلایه اندازه‌گیری رقیق شوند. پایداری پراکنه کلوئیدی بر اینکه آیا آن‌ها به‌صورت ذرات گسسته یا کلوخه، انبوهه یا لخته^۵ باقی می‌مانند، تأثیر می‌گذارد. پایداری کلوئیدی، به شیمی سطح ذره، پوشش‌ها یا محصولات افزایشی^۶ روی ذرات، شیمی حلال و لیگندهای آلی و معدنی در فاز سیال بستگی دارد. مانند آن‌چه در برخی از مطالعات موردی نشان داده شده‌است، سونیک کردن می‌تواند در پراکنش برخی از نانوذرات در مایعات مؤثر باشد.

۵-۴ کمپینه‌سازی کلوخگی ذره در پراکنه نمونه

نیروهایی که بر پایداری سامانه‌های کلوئیدی تأثیر می‌گذارند شامل موارد زیر هستند:

الف- دافعه حجم مستثنی^۷؛

ب- برهم‌کنش ایستابرقی؛

پ- نیروهای وان‌دروالس؛

-
- 1- Constituent particle
 - 2- Precursors
 - 3- Electrostatic
 - 4- Steric
 - 5- Flocculate
 - 6- Adducts
 - 7- Excluded volume repulsion

ت- نیروهای آنتروپی؛

ث- برهمکنش‌های ریختاری.

دافعه متقابل بارهای الکتریکی مشابه روی کلوئیدهای حاوی نانوذره منجر به پایدارسازی ایستابرقی می‌شود. لایه‌های دوتایی الکتریکی می‌توانند در فصل مشترک نانوذره/ مایع تشکیل شوند. نانوذرات به دلیل اندازه کوچک، می‌توانند مساحت‌های سطح بسیار بزرگ بر حجم (جرم) داشته باشند، بنابراین نیروهای دافعه سطحی می‌توانند به نیروهای شناوری غلبه کنند که ممکن است منجر به ته‌نشینی ذرات بسیار ریز شوند. پایدارسازی ریختاری کلوئیدها هنگامی رخ می‌دهد که پوشش‌ها، مانند بسپارها^۱ یا چندپارها^۲، به سطوح نانوذرات می‌چسبند. این پوشش‌ها مانع از نیروهای جاذبه‌ای می‌شوند که به‌واسطه نزدیکی به اندازه کافی نانوذرات ایجاد خواهد شد و بنابراین از کلوخگی جلوگیری می‌کنند.

بسیاری از محصولات نانوذرات تجاری، پوشش‌های سطحی دارند یا سطح آن‌ها عامل‌دار می‌شود. این عمل به‌گونه‌ای طراحی می‌شود که پراکنش آن‌ها را در محیط‌های ویژه، کنترل کند. ناپایداری کلوئیدهای نانوذره در پراکنه‌های مایع می‌تواند به‌واسطه سازوکارهای گوناگونی رخ دهد. روش‌های رایج برای کنترل کردن نیروهای جاذبه بین ذرات، انتخاب مایع پراکنش و عامل پراکنش است (به استاندارد ISO 14887 و مرجع [22] مراجعه شود). اگر مایع انتخابی کلوخگی را کاهش دهد یا از آن جلوگیری کند، انتخاب مایع پراکنش به‌طور معمول ارجحیت دارد، زیرا عوامل پراکنش نانوذرات را پوشش می‌دهند. عامل پراکنش ممکن است بسته به نسبت اندازه بین نانوذرات و این عامل، روی تصویربرداری سطوح ذرات و سطح مقطع‌ها تأثیر بگذارد. همچنین، کمک پراکنش‌ها^۳ می‌توانند از نانوذرات واجذب شوند یا ممکن است به‌وسیله تغییرات دما و ترکیب‌بندی فاز مایع سبب کلوخگی ذرات شوند؛ بنابراین آن‌ها باید با دقت انتخاب شوند.

۵-۵ انتخاب پایه نگهدارنده

چندین روش معمول برای رسوب‌دهی نانوذرات روی زیرلایه‌های اندازه‌گیری در دسترس است (به مرجع [22] مراجعه شود). یک پایه مرجح دارای اکثر مشخصات زیر است:

الف- در میدان دید انتخابی، تخت است؛

ب- شدت پس‌زمینه در سراسر میدان دید کم و یکنواخت (میدان روشن) است؛

پ- تباین خوبی بین ذرات و پس‌زمینه وجود دارد.

انواع مختلف نمونه‌ها اغلب نیاز به راهبردهای مختلف آماده‌سازی نمونه دارند؛ استانداردهای معمول به‌کاربرده شده بر پایه توری-روی قطره^۴ و پیکربندی روی-توری^۵ هستند. ترکیب‌بندی ذره، شیمی سطح ذره، حلال پراکنش، شرایط بازی یا اسیدی، اصلاحات پایه نگهدارنده و فاکتورهای دیگر در کیفیت پایه

-
- 1- Polymers
 - 2- Oligomers
 - 3- Dispersing aids
 - 4- Grid-on-drop
 - 5- On-grid configuration

نگهدارنده و روش‌های نگهداشتن آزمون سهیم هستند. بنابراین در گزارش آنالیز، آماده‌سازی آزمون، شامل همه مواد مصرفی و مواد شیمیایی باید با جزئیات بسیار، توضیح داده شوند.

۶ فاکتورهای دستگاه

۱-۶ چیدمان دستگاه

زیربند 6.3 استاندارد ISO 29301: 2017 رهنمودی در مورد شرایط عملیاتی کار با میکروسکوپ‌های الکترونی ارائه می‌دهد. پارامترهای دستگاه TEM باید به‌گونه‌ای انتخاب شوند [22] تا تصاویر با کیفیت بالا با تباین خوب بین پس‌زمینه و ذره را فراهم کنند. برای سهیم شدن نانوذرات در تباین تصویر TEM، آن‌ها باید الکترون‌ها را پراکنده کنند، این عمل به ترکیب‌بندی نمونه و سمت‌گیری فاز بلورین بستگی دارد.

۲-۶ کالیبراسیون

۱-۲-۶ کلیات

بند ۱۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵، توصیه‌های عمومی در مورد کالیبراسیون و ردیابی اندازه‌شناختی ارائه می‌دهد.

۲-۲-۶ استانداردهای کالیبراسیون

از آنجاکه دستگاه‌های TEM بازه وسیعی از بزرگنمایی‌ها و حالات عملیاتی زیادی دارند، ممکن است بزرگنمایی دقیق در مجموعه‌ای از تنظیمات دستگاه تا ۱۰٪ متفاوت از بزرگنمایی بیان‌شده باشد. کالیبراسیون دستگاه با واحد طول سیستم بین‌المللی یکاها (SI)^۱ (متر) در شرایط نوری مشابه با آن‌چه برای آنالیز استفاده می‌شود، ارجحیت دارد. کالیبرنت‌ها باید همه الزامات یک ماده مرجع گواهی‌شده (CRM) را برآورده کنند، یعنی آن‌ها باید همگن و پایدار، همراه با یک مقدار (مقادیر) گواهی‌شده، عدم قطعیت مرتبط و بیانیه ردیابی اندازه‌شناختی، یک گواهی ماده و غیره باشند. توصیه می‌شود استانداردها به‌صورت دوره‌ای اجراء شوند تا عملیات صحیح دستگاه را با توجه به ویژگی‌های سازنده تصدیق کنند و روش‌های اجرایی اندازه‌گیری صحت‌گذاری^۲ شود. مثال‌هایی به‌صورت نمونه در جدول ۱ نشان داده شده‌است. مطمئن شوید که از تاریخ انقضاء نمونه استاندارد استفاده‌شده نگذشته باشد.

1- International system of units
2- Validate

جدول ۱- نمونه‌هایی از استانداردهای کالیبراسیون

ماده	اندازه استاندارد nm
توری، توری خطی یا توری شبکه‌ای ^۱	۲۱۶۰ خط بر میلی‌متر
پلی‌استایرن، طلا و نانوذرات سیلیکا	۲ تا ۱۰۰
بلورهای آنزیم (زی‌مایه) ^۲ کاتالاز ^۳ (بلورهای کاتالاز جگر گاو فاصله شبکه‌ای ^۴ ۸٫۷۵ nm و ۶٫۸۵ nm دارند [23])	>۱۰

¹ Cross-Grating
² Enzyme
³ Catalase
⁴ Lattice spacing

هنگامی که یک روش کالیبراسیون برای روش اجرایی آنالیز اندازه ذرات TEM انتخاب می‌شود، بهتر است به جای اینکه استانداردهای پهنای خط که مرسوم‌تر هستند، برای کالیبراسیون انتخاب شوند، اولویت به مواد مرجع گواهی‌شده ذره-پایه داده شود. به‌عنوان مثال ممکن است کالیبراسیون برحسب فاصله شبکه‌ای، فقط برای بزرگنمایی مورد استفاده در تصویربرداری ذره مفید باشد. این بزرگنمایی‌ها می‌توانند برای تعدادی از ذرات مناسب نباشند. توصیه می‌شود صحنه‌گذاری کالیبراسیون به‌طور منظم واریسی شود. توصیه می‌شود چنین کنترل کیفیتی، با استانداردها/مواد مرجع گواهی‌شده‌ای انجام شود که متفاوت با مواردی باشد که برای کالیبراسیون استفاده می‌شود. علاوه بر آن، واریسی‌های تصدیق و همچنین آنالیزهای اندازه ذره (روال)^۱ باید تحت شرایط مشابهی (در اصطلاح برحسب بزرگنمایی، جریان پروب، ولتاژ شتاب و غیره) انجام شود که حین کالیبراسیون استفاده می‌شود.

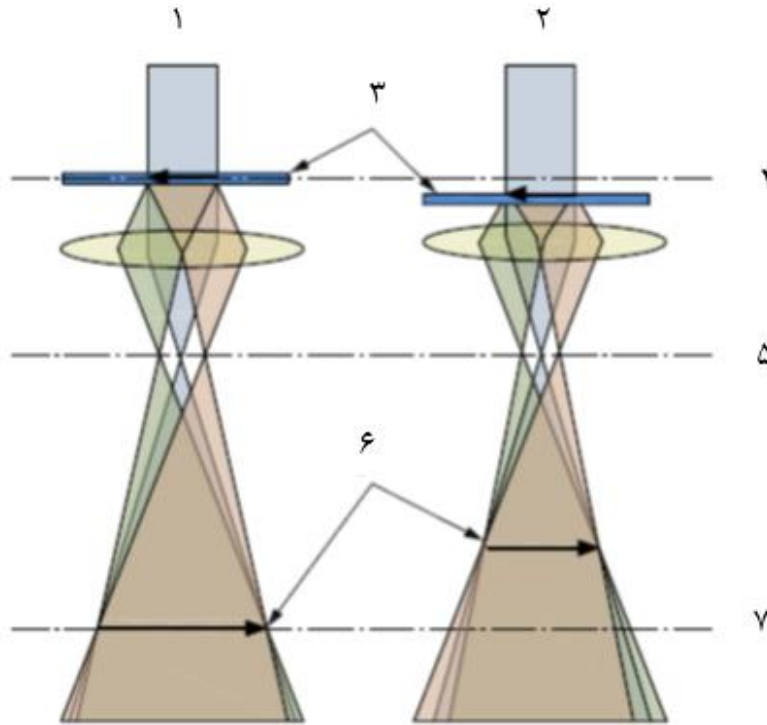
۳-۲-۶ روش اجرایی کالیبراسیون کلی

از آن‌جاکه کالیبراسیون به شدت به شرایط نوری الکترون بستگی دارد، کالیبراسیون باید تحت شرایط بهینه عدسی، با استفاده از یک ماده مرجع گواهی‌شده مناسب انجام شود. بنابراین توصیه می‌شود اندازه‌گیری اندازه ذره تحت شرایط یکسان کالیبراسیون با ماده مرجع (RM)، به‌طور مثال، جریان عدسی شیئی و سایر پارامترهای عدسی و ارتفاع آزمون انجام شود.

عدسی شیئی باید با محور مرکز افقی خود کالیبره شود. آزمون باید با استفاده از حرکت محور Z-تنظیم شود. عملکردهای لرزاننده^۲ می‌تواند به‌عنوان کمک برای کانونی‌کردن استفاده شود. هنگامی که نمونه روی محور مرکز افقی عدسی شیئی مستقر می‌شود، تصویر در صفحه تصویر اول، خطای کمینه را در طول خود دارد (به شکل ۳ مراجعه شود). هنگامی که نمونه روی محور افقی عدسی شیئی مستقر می‌شود، کج کردن نمونه حول این محور با کج کردن صفحه تصویر اول یکسان است، پس تصویر نمونه روی پرده فلورسنت

1- Routine
2- Wobbler

حرکت نمی‌کند. اگر محل استقرار نمونه روی محور مرکز افقی عدسی شیئی نباشد، خطاهایی در ابعاد اندازه‌گیری شده آن ایجاد خواهد شد. کالیبراسیون ماده مرجع و اندازه‌گیری‌های نمونه هر دو باید با آزمونه‌های مستقرشده روی محور مرکز افقی عدسی شیئی انجام شود.



راهنما:

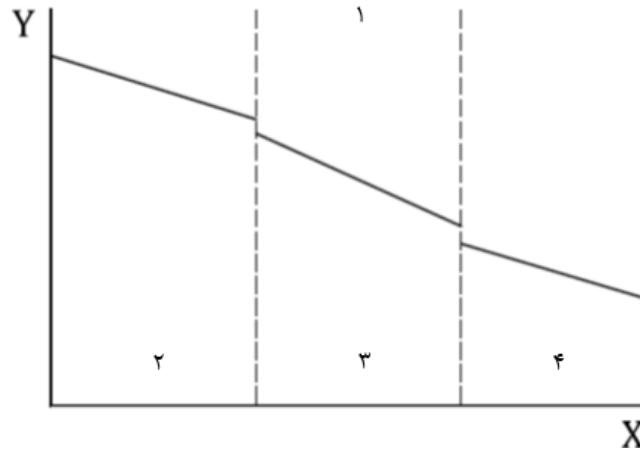
- | | |
|---|------------------|
| ۱ | روی محور |
| ۲ | خروج از محور |
| ۳ | آزمونه |
| ۴ | محور مرکز افقی |
| ۵ | صفحه کانونی پشتی |
| ۶ | تصویر |
| ۷ | صفحه تصویر اول |

یادآوری - سمت چپ: هم‌محورسازی مناسب، سمت راست: نمونه از محور مرکز افقی عدسی شیئی جابه‌جا شده‌است.

شکل ۳- مثالی از خطای اندازه‌گیری ناشی از عدم انطباق صفحه آزمونه و محور مرکز افقی عدسی شیئی

نیاز است که عدسی‌های تصویرساز فعال شوند تا اندازه‌گیری دقیقی در سراسر بازه اندازه کل توزیع ذرات انجام شود. بازه‌های عدسی به مدل TEM بستگی خواهد داشت، به‌عنوان مثال، بزرگنمایی کم، برابر $100000 <$ و بزرگنمایی زیاد، برابر $100000 \geq$ در هر بازه، خطی بودن مقیاس‌گذاری به‌دست خواهد آمد. هرچند، ناپیوستگی‌هایی بین خطوط کالیبراسیون برای عدسی‌های مختلف وجود دارد، نیاز است کالیبراسیون مقیاس برای هر عدسی تصویرساز استفاده شود تا تصویر به‌دست آید. شکل ۴ چنین تفاوت‌هایی را در خطوط کالیبراسیون مقیاس‌گذاری برای مورد سامانه سه عدسی تصویرساز نمایش می‌دهد. معادلات کالیبراسیون بین هر سامانه عدسی تغییر می‌کند که منجر به ناپیوستگی‌ها (دورافت‌ها) بین

خطوط برای عدسی‌های مختلف می‌شود. جزئیات کالیبراسیون مقیاس در استاندارد ISO 29301 ارائه شده‌است.



راهنما:

- | | |
|---|----------------------|
| ۱ | سامانه عدسی تصویرساز |
| ۲ | بزرگنمایی کم |
| ۳ | بزرگنمایی میانه |
| ۴ | بزرگنمایی زیاد |
- X بزرگنمایی
Y مقیاس بر پیکسل

شکل ۴- مقیاس گذاری خطی بین بزرگنمایی و اندازه پیکسل / مقیاس برای سامانه‌های عدسی تصویرساز مختلف

۳-۶ تنظیم شرایط عملیات TEM برای کالیبراسیون

روش اجرایی استاندارد ISO 29301 را استفاده کنید تا در حد امکان اطمینان حاصل شود که شرایط عملیاتی TEM، یکسان است.

- الف- توصیه می‌شود خلاء در ستون TEM کمتر از 10^{-4} pa و پایدار باشد.
ب- ولتاژ بالا به کار ببرید و اجازه دهید تا پایدار شود.

یادآوری- مخزن‌های ۱۰۰ kv پر شده با روغن، حدود ۲/۵ ساعت و مخزن‌های پر شده با گاز، حدود ۴۵ دقیقه زمان نیاز دارد تا پایدار شود. دستگاه‌های ولتاژ بالاتر به‌طور معمول با ولتاژ بالایی کار می‌کنند که به‌صورت پیوسته اعمال می‌شود، بنابراین دوره پایدارسازی به‌طور معمول موردنیاز نیست.

- پ- اگر نیاز است از ابزار ضد آلودگی استفاده کنید.
ت- یک ناحیه آزمون موردنظر (ROI)^۱ را برای کالیبراسیون انتخاب کنید که تمیز و عاری از آسیب باشد، از ارتفاع مرکز افقی عدسی شیئی ROI اطمینان حاصل کنید و اگر ضروری است، ارتفاع ROI را تنظیم کنید.

1- Region of Interest

ث- به منظور کمینه کردن اثر پسماند مغناطیسی عدسی‌ها، بزرگنمایی TEM را روی مقدار هدف برای کالیبراسیون مطابق با توالی یکسان تنظیم کنید. به عنوان مثال، در ابتدا بزرگنمایی بالاتر نسبت به بزرگنمایی موردنظر را انتخاب کنید. سپس، بزرگنمایی هدف را تنظیم کنید.

ج- برانگیزش^۱ عدسی شیئی را به مقدار تجدیدپذیر مطلوب تنظیم کنید. شرایط استاندارد توصیه می‌شود.
چ- ارتفاع آزمون را تنظیم کنید تا تصویر بزرگنمایی شده روی پرده فلورسنت، نمایشگر تلویزیون یا صفحه رایانه شخصی (PC)^۲ کانونی شود.

یادآوری ۲- اگر TEM موردبخت با کارکرد^۳ کنترل ارتفاع آزمون تجهیز نشده باشد، این روش اجرایی می‌تواند حذف شود.

ح- آستیگماتی^۴ را در بزرگنمایی نسبتاً بالاتر از مقدار موردنظر تصحیح کرده و مرکز ولتاژ شتاب‌دهنده را تنظیم کنید. به عنوان مثال، اگر کالیبراسیون موردنظر $100 \times k$ است، بزرگنمایی را برای هم‌محورسازی در بازه 150 k تا 200 k تنظیم کنید.

خ- حالت مشاهده TEM به حالت پراش الکترونی ناحیه انتخابی (SAED)^۵ یا حالت پراش الکترونی باریکه همگرا (CBED)^۶ از حالت تصویر کلید زده می‌شود. همچنین، اطمینان حاصل کنید که دریچه شیئی برداشته شده است.

یادآوری ۳- برای حالت SAED، ضروری است که دریچه ناحیه انتخابی را روی ناحیه موردنظر آزمون قرار دهید تا الگوی SAED روی افزاره مشاهده (پرده فلورسنت/نمایشگر تلویزیون/صفحه PC) انداخته شود.

د- سامانه عدسی جمع‌کننده را تنظیم کنید تا شرایط روشنایی تقریباً موازی فراهم شود.

ذ- اگر نمونه تک‌بلور باشد، محور منطقه ضریب شکست کم بلور را موازی با محور نوری یعنی روشنایی محور منطقه میزان کنید.

یادآوری ۴- این روش اجرایی برای مشاهده آزمون با تفکیک‌پذیری بالا است. برای اندازه‌گیری اندازه و شکل نانوذرات، این روش اجرایی می‌تواند حذف شود.

ر- دریچه شیئی را قرار دهید، آن را حول محور نوری الکترون مرکزدهی کنید. همچنین حالت مشاهده TEM را دوباره به حالت تصویر کلیدزنی کنید.

ز- بزرگنمایی مقدار موردنظر کالیبراسیون را بازگردانید و جریان برانگیزش عدسی شیئی را دوباره روی شرایط برانگیختگی استاندارد تنظیم کنید.

س- اگر TEM مجهز به کارکرد واهلش^۷ است، این کارکرد را برای واهلیده کردن پسماند مغناطیسی عدسی شیئی به کار برید.

1- Excitation

2- Personal Computer

3- Function

4- Astigmatism

5- Selected- Area Electron- Diffraction

6- Convergent- Beam Electron- Diffraction

7- Relaxation

ش- ارتفاع آزمونه را تنظیم کنید تا به صورت تخمینی تصویر بزرگنمایی شده کانونی شود.

یادآوری ۵- اگر TEM مورد بحث مجهز به کارکرد کنترل ارتفاع آزمونه نیست، این روش اجرایی می تواند حذف شود.

ص- کانونی کردن بسیار خوب را با تغییر جریان برانگیختگی عدسی شیئی تنظیم کنید.

یادآوری ۶- در صورت لزوم، کارکرد لرزاننده تصویر می تواند برای کانونی کردن تصویر استفاده شود.

ض- اگر TEM مجهز به کارکرد تصحیح کانونی کردن خودکار است، این کارکرد را خاموش کنید تا شرط تحت-کانونی کردن مرتبط با کارکرد لرزاننده تصویر بهینه شود.

ط- وضعیت روشنایی سامانه عدسی جمع کننده (اندازه لکه و درخشش^۱) با مرجع را به بازه پویای هر آشکارساز تنظیم کنید تا تباین تصویر در کل بازه پویا به دست آید. توصیه می شود سامانه عدسی جمع کننده تحت شرایطی عمل کند که به روشنایی موازی نزدیک شود. به عنوان روش جایگزین، توصیه می شود سامانه عدسی جمع کننده تحت شرایطی عمل کند که همگرایی باریکه، دیگر تأثیری بر کانون تصویر نداشته باشد. ثبت کردن تصاویر چندتایی تحت درجات متغیر همگرایی باریکه، به یافتن چنین شرایطی کمک می کند.

۷ تصویرگیری

۱-۷ کلیات

توزیع های اندازه ذرات که از تصاویر TEM تولید می شود براساس تعداد یا شمارش هستند. بسیاری از مطالعات پیشین روی تعداد ذرات برای آنالیز تعیین میانگین (متوسط) اندازه ذرات بر پایه توزیع های اندازه نرمال تمرکز داشته اند. از لحاظ نظری و در غیاب خطاهای سامانمند^۲ و سوگیری، عدم قطعیت مرتبط با مقدار میانگین اندازه ذره به طور معکوس متناسب با ریشه مربع تعداد ذرات آنالیز شده است. پیوست الف استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۴ آنالیز عدم قطعیت اندازه گیری را به صورت ویژه برای توزیع های لگاریتم نرمال که یک مدل رایج برای توصیفگرهای اندازه سامانه های نانوذرات است، ارائه می دهد. استانداردهای دیگر و سایر راهنمایی ها [23] نیز به آنالیز عدم قطعیت اشاره دارند.

۲-۷ تنظیم یک بزرگنمایی عملیاتی مناسب

توصیه می شود که بزرگنمایی TEM با در نظر گرفتن بازه اندازه های ذرات که آنالیز می شوند و نرم افزار تصویرگیری که برای آنالیز استفاده می شود [24]، تنظیم شود. توصیه می شود میدان دید به اندازه کافی بزرگ باشد تا بزرگ ترین ذرات را شامل شود، در عین حال، تفکیک پذیری کافی برای تمایز قائل شدن کوچک ترین ذرات از نوفه را داشته باشد. یک ذره مربع شکل با بُعد طول ۱۰ nm و مساحت 100 nm^2 را که برای آن تفکیک پذیری ۰/۵ nm/pixel است، در نظر بگیرید. اختلاف یک پیکسل در اندازه گیری بُعد طول در

1- Brightness
2- Systematic

قطر، ۵٪ خطا به دست می‌دهد. اختلاف ۴ پیکسل در اندازه‌گیری مساحت، اختلاف ۱٪ در مساحت ذره را می‌دهد. استاندارد ASTM برای کربن سیاه [24] یک نقطه آغازین برای تنظیم بزرگنمایی عملیاتی ارائه می‌دهد. جدول ۲ عدم قطعیت در اندازه‌گیری قطر بر حسب درصد را برای اختلاف یک پیکسل در گزارش طول ذره، نشان می‌دهد. توجه کنید که خطاهای اندازه‌گیری طول می‌توانند حین تصویرگیری یا آنالیز ذرات رخ دهند. کاروران می‌توانند بزرگنمایی عملیاتی را برای رسیدن به عدم قطعیت اندازه‌گیری موردنیاز برای توصیفگر با استفاده از مراحل ارائه‌شده در این استاندارد تعیین کنند.

جدول ۲- نقاط آغازین پیشنهادی برای تنظیم بزرگنمایی دستگاه برای نانوذرات مختلف اندازه‌دهی شده [24]

عدم قطعیت در اندازه‌گیری قطر برای اختلاف یک پیکسل در تصویر ٪		تفکیک‌پذیری $\frac{\text{nm}}{\text{pixel}}$		بازه اندازه ذرات nm	
بالا	پایین	بالا	پایین	بالا	پایین
۱۰	۱۱	۲۱۰	۱۱۵	۲۱	۱۴
۱۰	۹	۲۱۵	۲۱۰	۲۶	۲۲
۸	۹	۳۱۰	۲۱۵	۳۷	۲۷
۸	۸	۴۱۰	۳۱۰	۴۹	۳۸
۸	۸	۵۱۰	۴۱۰	۶۲	۵۰
۶	۸	۶۱۰	۵۱۰	۱۰۰	۶۳
۶	۶	۱۲۱۰	۶۱۰	۱۹۹	۱۰۱
۵	۶	۲۰۱۰	۱۲۱۰	۴۰۰	۲۰۰

۳-۷ مساحت ذره کمینه

برای کاهش اختلافات شمارش پیکسل یک دایره به کم‌تر از ۵٪، تعداد پیکسل ضروری بر ذره باید در بازه ۱۰۰ پیکسل تا ۲۰۰ پیکسل، مطابق با استاندارد ISO 9276-6 باشد. در یک سطح بزرگنمایی ویژه، تعداد پیکسل‌ها بر نانومتر می‌توانند برآورد شوند که این موضوع، برآورد تعداد پیکسل‌ها بر نانومتر مربع را امکان‌پذیر می‌سازد. بنابراین اغلب حین تصویرگیری، امکان تعیین آن که آیا عدم قطعیت روی ذرات کوچک‌تر قابل قبول است یا خیر و همچنین تنظیم بزرگنمایی اگر نیاز باشد، وجود دارد. اگر توزیع اندازه ذرات پهن باشد، ممکن است تنظیم تفکیک‌پذیری برای ارائه درستی برای ذرات کوچک ضروری باشد. در برخی از موارد، ممکن است ضروری باشد که تصاویر در دو بزرگنمایی مختلف گرفته شود تا داده‌ها با درستی‌های اندازه خوب برای ذرات بزرگ و کوچک تولید شوند.

۴-۷ تعداد ذرات قابل شمارش برای توزیع اندازه و شکل ذرات

یک عامل اصلی تأثیرگذار بر عدم قطعیت اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه ذرات، تعداد ذراتی است که نیاز است تصویرگیری و اندازه‌گیری شوند تا درجه اعتماد در داده‌های توزیع و هر مدل توزیع برازش‌شده به داده‌ها بهبود یابد. هنگامی که هیچ تجربه قبلی برای نمونه خاص وجود ندارد، این استاندارد یک مقدار توصیفگر

داده‌گیری هدف برای ۵۰۰ ذره در مجموعه داده اول را پیشنهاد می‌دهد. این داده‌گیری ابتکاری برای برخی از مطالعات موردی در پیوست‌ها گزارش شده‌است.

یادآوری - خطای آماری بین مقادیر توصیفگر میانگین جامعه آماری و نمونه به‌وسیله ماسودا^۱ و گوتن^۲ برای توزیع‌های قطر ذرات لگاریتم نرمال [25] آنالیز شده‌است. تعداد ذراتی که برای آنالیز موردنیاز است به انحراف معیار توصیفگر نمونه، خطای نسبی توصیفگر برای کاربردهای مطلوب و این که کدام سطح احتمالی برای میانگین توصیفگر بر پایه خطای نسبی انتخابی قابل قبول خواهد بود، بستگی دارد، چه توزیع توصیفگر بر اساس شمارش باشد چه بر اساس جرم. سپس مجموعه داده اول می‌تواند با استفاده از روش ماسودا و گوتن (به معادله ۲۰ و/یا شکل ۶ مرجع [25] مراجعه شود) یا با تعیین عدم قطعیت اندازه‌گیری با استفاده از (زیربند ۹-۵) آنالیز شود. اندازه‌های مجموعه‌های داده بعدی می‌تواند بر پایه عدم قطعیت‌ها یا سطح احتمال موردنیاز برای خطای نسبی انتخابی میانگین توصیفگر باشد.

۷-۵ پس‌زمینه یکنواخت

توصیه می‌شود تصاویر از جایی داده‌برداری شوند که پس‌زمینه با شدت یکنواخت است و تباین خوبی بین ذرات و پس‌زمینه وجود دارد. ممکن است انجام پروتکل تصویرگیری روی چندین قاب قبل از آنالیز همه ذرات ضروری باشد. توصیه می‌شود راهنماهای زیر در نظر گرفته شود:

الف - انتخاب شرایط عملیات برای کمینه کردن رانش^۳؛

ب - جمع‌آوری تصاویر در یک ولتاژ شتاب‌دهنده مناسب، به‌طور مثال، ۱۲۰ kv؛

پ - تنظیم نسبت تفکیک‌پذیری تصویر به قطر ذره میانگین برای کنترل عدم قطعیت اندازه‌گیری؛

مثال: برای قطر ذره اسمی ۳۰ nm اندازه‌گیری‌شده در تفکیک‌پذیری ۰٫۵ nm/pixel، هر پیکسل ۱٫۶٪ در یک قطر ذره اندازه متوسط سهم خواهد داشت. ذرات کوچک‌تر حساسیت‌های بزرگ‌تری برای عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری خواهند داشت.

ت - از تنظیمات کالیبراسیون تجدیدپذیر برای اجرای نرمال‌سازی عدسی (به قصد کمینه کردن پسماند) در بزرگنمایی انتخابی برای تصویربرداری اطمینان حاصل کنید؛

ث - ذرات به شکل نامنظم یا ذرات با گوشه‌های تیز را مستثنی نکنید؛

ج - همه ذراتی را که به‌نظر می‌رسد به‌وسیله قاب‌ها برش داده‌شده، از فرایند آنالیز خارج کنید؛

چ - حداقل ۵۰ ذره در قاب‌هایی که به‌خوبی در سراسر توری جای گرفته‌اند را شمارش و گزارش کنید؛

خ - اطلاعات اندازه ذره را برای همه ذرات انتخابی در هر قاب، گزارش کنید.

درحالی‌که بسیاری از برنامه‌های نرم‌افزاری آنالیز تصویر شامل روش‌های جداسازی ذرات در تماس با یکدیگر هستند، استفاده از آن‌ها ممکن است سبب تغییر در توزیع‌های اندازه و شکل شوند. هنگامی که چنین الگوریتمی برای توزیع‌های اندازه نانوکره‌های طلا استفاده شد [26]، میانگین گزارش‌شده توزیع قطر دایره‌ای

1- Masuda
2- Goton
3- Drift

معادل (ECD)^۱ و تغییرپذیری این توزیع، کاهش یافت. از سوی دیگر، حذف سامانمند همه ذرات در تماس با یکدیگر ممکن است منجر به انتخاب غیرنماینده^۲ از ذرات شمارش شده شود.

تأثیرات اندازه نمونه روی عدم قطعیت اندازه‌گیری قطر ذره متوسط با تعداد ذرات بیش‌تر منجر به عدم قطعیت اندازه‌گیری پایین‌تر، به‌خوبی مطالعه شده‌است [25] [27] [28] [29] [30]. توصیه می‌شود عدم قطعیت اندازه‌گیری برای پارامترهای توزیع، انحراف معیار و میانگین نمونه برای تعداد بیش‌تر ذرات، پایین‌تر باشد. تعداد کمینه پیشنهادشده ذرات برای آنالیز توزیع‌های اندازه و شکل، بر پایه تجربه مطالعات قبلی ۵۰۰ ذره است.

دو انتخاب برای آنالیز تصویر وجود دارد: انجام آنالیز ذره مجزا (به‌عنوان مثال طرح کلی ذره) یا آنالیز تصویر خودکار. آنالیز تصویر خودکار به‌طور کلی هنگامی ارجحیت دارد که امکان‌پذیر باشد. آنالیز ذره مجزا در استاندارد ISO 13322-1 توصیف شده و در پیوست‌های ج، چ و خ استفاده می‌شود.

۶-۷ روش‌های اجرایی اندازه‌گیری

۱-۶-۷ کلیات

توصیه می‌شود آنالیز، نماینده نمونه باشد. به‌طور کلی توصیه می‌شود که هر نمونه در سه نسخه آنالیز شود. توصیه می‌شود آنالیز آماری داده‌ها نمایش داده‌شود خواه نمونه‌ها به‌درستی نماینده کل باشند یا نباشند [31]. دستگاه TEM، شکل‌های تصویرشده ذرات، ترکیب‌بندی ذره، ساختار داخلی و ریخت‌شناسی سطح را که همه می‌توانند در ظاهر تصویر^۳ سهم داشته باشند، ثبت می‌کند.

۲-۶-۷ توسعه یک نمونه آزمون

یک نمونه آزمون بخشی است که به‌طور مستقیم از یک نمونه آزمایشگاهی (ماده به‌طور مستقیم از متقاضی دریافت می‌شود) یا زیرنمونه (بخش نماینده گرفته‌شده از نمونه آزمایشگاهی و منتقل‌شده به یک پیال^۴ جدید بدون آماده‌سازی نمونه) برداشته می‌شود. فرایند آماده‌سازی نمونه روی آن انجام می‌شود تا آزمون تولید شود که نمونه آزمون نگهداری‌شده روی یک توری^۵ TEM است. مراحل آماده‌سازی نمونه می‌تواند شامل جدایش‌ها مانند فیلتراسیون یا سانتریفیوژ کردن، پراکنش‌ها در مایعات با استفاده از انرژی مکانیکی مانند سونیک کردن و حذف حلال مانند خشکانش^۶ باشد. همه مراحل می‌توانند بر ریخت‌شناسی ذرات روی توری TEM تأثیر بگذارد. درحالی‌که روش‌های آنالیز داده این استاندارد روی عدم قطعیت توصیفگرهای اندازه و شکل برای پروتکل‌های آماده‌سازی نمونه مشخص نشان داده شده‌است، این روش‌ها همچنین

1- Equivalent Circular Diameter
2- Non-representative selection
3- Image appearance
4- Vial
5- Grid
6- Drying

می‌توانند برای توسعه پروتکل‌هایی استفاده شوند که عدم قطعیت اندازه‌گیری را برای نمونه‌های ویژه کمینه می‌کنند.

۳-۶-۷ تاثیرات بزرگنمایی

توصیه می‌شود یک TEM پایدار و به‌درستی تنظیم‌شده در بزرگنمایی عمل کند که اجازه می‌دهد ذرات بسیاری در میدان دید قابل مشاهده باشند و تضمین کند که هر ذره با تعداد زیادی از پیکسل‌ها ثبت می‌شوند. به‌عنوان مثال، نمونه‌های نانوذرات با $d_{avg} = 50 \text{ nm}$ ، تصویرشده با بزرگنمایی تقریباً ۵۰۰۰۰ و ثبت‌شده روی دوربین CCD^۱ با ابعاد پیکسلی (ماتریس مربعی) $14 \mu\text{m}$ ، قطر حدود ۱۸۰ پیکسل خواهد داشت. یک دوربین CCD با 2048×2048 پیکسل حاوی حدود ۱۲۰ ذره در داخل میدان دید یک میکروگراف تک خواهد بود [31].

۴-۶-۷ قاب‌ها (میکروگراف‌ها)

میکروگراف‌های کافی را ثبت کنید تا کمینه ۵۰۰ ذره در نمونه از کمینه دو ناحیه عمیقاً جداشده^۲ از توری تصویر شود. توصیه می‌شود که زمان‌های ثبت تصویر به اندازه کافی طولانی باشد به‌گونه‌ای که نسبت اختلاف سطح خاکستری میانگین بین ذرات و پس‌زمینه به سطح نوفه، یعنی انحراف معیار سطح خاکستری از پس‌زمینه، حداقل ۵:۱ باشد. همچنین توصیه می‌شود زمان‌های ثبت کوتاه نگه‌داشته شود (۱ ثانیه تا ۲ ثانیه) تا سهم رانش پایه کمینه شود [31]. رانش مشاهده‌شده حین تصویرگیری به‌طور معمول به سبب ترکیب اثر رانش پایه و باریکه است.

۷-۷ بازنگری پروتکل‌های تصویرگیری

بازبینی مجدد پروتکل‌های تصویرگیری و پروتکل‌های آنالیز ذره پس از کار اولیه روی آنالیز داده‌های خام، یعنی رده‌بندی داده خام بر اساس ارجحیت (به زیربند ۹-۱ مراجعه شود) می‌تواند مفید باشد (به بند ۸ مراجعه شود). رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت به‌طور خاص هنگامی مفید است که نمونه بتواند برای بار اول به‌وسیله یک آزمایشگاه معین آنالیز شود. همه مطالعات موردی گزارش‌شده در پیوست‌ها از طریق رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت انجام می‌شود تا مراحل پروتکلی که عدم قطعیت اندازه‌گیری پارامترهای برآزش‌شده را کاهش می‌دهد شناسایی کرده و درک عمیق‌تری از توزیع توصیفگری که میکروگراف‌های ذره را نمایش می‌دهد، ارائه شود.

1- Charged Coupled Device
2- Two widely separated regions

۸ آنالیز ذره

۸-۱ کلیات

از آنجاکه برای توزیع اندازه ذرات با کیفیت بالا تعداد ذرات زیادی مورد نیاز است، کار وقتی تسهیل می‌شود که از آنالیز خودکار استفاده شود. نرم‌افزارهای تجاری و متن باز در دسترس هستند.

۸-۲ آنالیز ذره مجزا

استاندارد ISO 13322-1 رهنمودی در مورد روش‌های اجرایی شمارش، لبه‌های اندازه‌گیری‌ها، برش ذرات به وسیله لبه قاب اندازه‌گیری، ذرات در تماس با یکدیگر، اندازه‌گیری‌ها، کالیبراسیون و قابلیت ردیابی و اعوجاج برای آنالیز ذره (دستی) مجزا ارائه می‌دهد.

۸-۳ آنالیز ذره خودکار

اغلب داده‌های گزارش‌شده در مطالعات موردی با استفاده از نرم‌افزار ImageJ آنالیز شده‌است که یک رایگان‌افزار^۱ از موسسه ملی بهداشت^۲ کشور آمریکا [32] [33] است. تعدادی از بسته‌های نرم‌افزاری تجاری نیز در دسترس است. اولین هدف اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه ذرات، تبدیل میکروگراف‌های رقمی از تصویر مقیاس خاکستری به یک تصویر دوتایی، شامل ذرات گسسته و پس‌زمینه است. مقدار هر پیکسل باید به وسیله تعیین حد آستانه تصویر و جدول‌بندی پیکسل‌های عددی برای هر ذره طبقه‌بندی شود. عملیات آستانه‌گذاری^۳ تصویربرداری منوط به سوگیری کاربر بوده و خودکارسازی مرجح است. هنگامی که مقادیر پس‌زمینه در سراسر تصویر یکنواخت نباشد، روش‌های خودکار ممکن است شکست بخورد. کاربر به انتخاب دستی مقادیر حد آستانه برای نواحی مختلف تصویر، نیاز خواهد داشت [31].

پس از آن که تعیین حد آستانه کامل شد، ذرات می‌توانند شناسایی شوند. یک ذره متشکل از تعداد زیادی پیکسل‌های مجاور است که معیارهای آستانه‌گذاری را برآورده می‌کنند. ممکن است برخی از پیکسل‌های پس‌زمینه با معیارهای دوتایی وجود داشته باشند که از معیارهای آستانه‌گذاری بیشتر شوند. این پیکسل‌ها به‌طور معمول تکین^۴ یا تعداد کمی هستند که بهتر است برای آنالیز حذف شوند. در ImageJ، کارکردها «از بین بردن لکه در زمینه»^۵، «ساییدن»^۶ و «پهن کردن»^۷ وجود دارد. اعمال ترکیبی از این مراحل به‌طور معمول، آلیه‌های تصویر ایجادشده به وسیله نرم‌افزار عامل روی پیکسل‌ها را حذف می‌کند. بهتر است با مقایسه دیداری تصویر اصلی و تصویر پرداخت‌شده تأیید شود که آلیه‌های تصویر مناسبی حذف شده‌است. به‌صورت مشابه ممکن است برخی از پیکسل‌ها در مجموعه نانوذره وجود داشته باشند که زیر حد آستانه

1- Freeware

2- National Institute of Health (NIH)

3- Thresholding

4- Singular

5- Despeckle

6- Erode

7- Dilate

هستند. این حفره‌ها به وسیله نرم‌افزار پُر خواهند شد تا آنالیز را امکان‌پذیر سازند. برخی از مثال‌های ویژه در مورد آنالیز خودکار، حاصل همکاری موسسه ملی استاندارد و فناوری آمریکا (NIST)^۱ با آزمایشگاه مشخصه‌یابی فناوری نانو آمریکا (NLC)^۲ (PCC-15 [34])، موسسه ملی ایمنی و بهداشت شغلی در همکاری با موسسه علمی دیون^۳ (به صفحه ۵ تا ۱۰ مرجع [35] مراجعه شود) و یک راهنمای بهین‌روش^۴ از آزمایشگاه ملی فیزیک آمریکا (به صفحه ۳۶ تا ۴۰ مرجع [22] مراجعه شود) ارائه شده است.

۸-۴ مثال - روش اجرایی آنالیز خودکار ذره

در این استاندارد فرض بر این است که همه تصاویر در قالب رقمی گرفته شده‌است. مراحل روش اجرایی برای یک نرم‌افزار متن‌باز ویژه به قرار زیر است^۵:

- الف - رونوشت‌های^۶ کاری از همه تصاویر/قاب‌ها را ایجاد کنید (تصاویر اصلاح‌نشده اصلی را حفظ کنید).
- ب - نرم‌افزار ImageJ را باز کرده و پرونده قاب^۷ را باز کنید.
- پ - مقیاس اندازه‌گیری را با استفاده از میله مقیاس یا اندازه‌گیری دیگر اندازه پیکسل، بازگرداندن مقیاس اولیه قبل از ادامه دادن، تنظیم کنید.
- ت - تصویر را برش بزنید تا میله‌های مقیاس و آلیه‌های تصویر دیگر که ممکن است روی تباین یا آنالیز ذره تأثیر بگذارند، حذف شوند.
- ث - درخشش و تباین را واریسی و تصحیح کنید تا اطمینان حاصل کنید که همه تصاویر بافت‌نگاشت‌های^۸ مرکزدهی‌شده و به‌اندازه کافی پهن دارند که حداقل ۸۰٪ سطوح خاکستری ممکن در تصویر را پوشش می‌دهند.
- ج - عملیات آستانه‌گذاری ممکن است منجر به پرونده‌های قاب با آلیه‌های تصویر پیکسل تک یا کیفیت ضعیف تصویر شود، به‌عنوان مثال ذرات درشت^۹ یا پس‌زمینه ناهموار ناشی از روشنایی باریکه الکترونی غیریکنواخت. در مورد اول، فرایندهای از بین بردن لکه در پس‌زمینه و ساییدن/پهن کردن را اعمال کنید تا این آلیه‌های تصویر حذف شود و تغییرات را ذخیره کنید. در مورد کیفیت ضعیف تصویر، کارور می‌تواند لبه‌های ذرات را برای پس‌زمینه ناهموار^{۱۰} به‌وسیله به‌کاربردن فیلترهای خاص تمیز یا تصحیح کند. تغییر شکل (دگرگونی)^{۱۱} تصویر را ارزیابی کرده و تغییرات را ذخیره کنید.

1- National Institute of Standard and Technology

2- Nanotechnology Characterization Laboratory

3- Dune Scientific

4- Good Practice Guide

۵- نرم‌افزار متن‌باز ImageJ در وبگاه <http://imagej.nih.gov/ij/download.html> در دسترس است.

6- Copies

7- Frame file

8- Histograms

9- Rough

10- Uneven

11- Transformation

چ - توصیه می‌شود ذرات در تماس با یکدیگر به وسیله الگوریتم‌های جدایش خودکار، بدون تعیین این که آیا میانگین‌ها و تغییرپذیری توزیع‌های توصیف‌کننده حاصل، فراتر از عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری قابل قبول تغییر می‌کند یا خیر، بررسی نشوند. ذرات در تماس با یکدیگر ممکن است به وسیله اعمال فاکتورهای اندازه و شکل بر داده‌های خام از مجموعه داده‌های خام، قابل جداسازی باشند.

ح - فهرست اندازه‌دهی مطلوب (مانند مساحت، توصیفگر شکل، قطر فرت، بیضی برآزش) را تنظیم کنید. فهرست موجود در مورد توصیفگر اندازه و شکل به وسیله نرم‌افزار تغییر خواهد کرد. به طور کلی انتخاب تعداد بیش‌تری از توصیفگرها نسبت به آنچه ممکن است نیاز شود، مفید است، زیرا اغلب توصیفگرهای تکرارپذیر ممکن است آن چیزی نباشند که به طور رایج برای ذرات ویژه گزارش می‌شود. توصیفگرهای اندازه و شکل چندتایی می‌توانند برای شناسایی تصویر و مسائل اندازه‌گیری و همچنین کمک به مشخصه‌یابی نمونه ذره تحت مطالعه، استفاده شوند.

خ - تصویر ذرات را آنالیز کنید (تنظیمات ویژه ImageJ بهتر است شامل: نشان دادن طرح‌های کلی، نمایش نتایج، در برگرفتن حفرات و مستثنی کردن لبه‌ها باشد)؛

د - هر پرونده تصویر که طرح‌های کلی ذره و توالی اعداد^۱ آن‌ها (filename.tif) و صفحه گسترده (Result.Xls)، با همه مقادیر توصیفگر برای همه ذرات به علاوه تعداد ذرات و تعداد قاب را ذخیره کنید.

یادآوری - رهنمود مکمل می‌تواند بر پایه یافته‌های حاصل از مطالعات موردی ارائه شود. چندین مطالعه موردی، روش‌های اجرایی ارزیابی داده درون آزمایشگاهی و میان آزمایشگاهی را نشان می‌دهد (به عنوان مثال، تحلیل واریانس (ANOVA) که برای سامان دادن پروتکل‌هایی برای مقادیر عدم قطعیت اندازه‌گیری کم می‌تواند استفاده شود).

۹ تحلیل داده‌ها

۹-۱ کلیات

چندین کاربرد اصلی برای تحلیل آماری داده‌های اندازه ذره، از جمله تحلیل داده‌های اندازه ذره، ارزیابی واریانس داده‌ها تحت تکرارپذیری، دقت میانی، شرایط تجدیدپذیری اندازه‌گیری، برآزش مدل‌های مرجع بر توزیع‌های اندازه، ارزیابی آمارگان کل برای مطالعه کامل هستند. جدول ۳ روش‌های مورد استفاده در این استاندارد را خلاصه کرده است. عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری از ضرایب واریانس تعیین شده از پارامترهای برآزش شده هر مجموعه داده در ILC محاسبه می‌شود. هفت مطالعه موردی از توزیع‌های اندازه و شکل به وسیله TEM در پیوست ب تا خ ارائه شده است. یافته‌های کلیدی این مطالعات موردی در پیوست الف خلاصه شده‌اند.

جدول ۳- روش‌های آنالیز آماری

روش آماری	آمارگان گزارش شده
تحلیل واریانس	مقادیر-p: هیچ اختلافی بین مقادیر متوسط توصیفگر برای یک مجموعه داده ویژه و مقدار میانگین کل توصیفگر برای همه مجموعه‌های داده وجود ندارد.
تحلیل واریانس دوجه دو	مقادیر-p: هیچ اختلافی بین مقادیر متوسط توصیفگر برای جفت مجموعه داده وجود ندارد.
آنالیز دومتغیره	مقادیر-p، مقادیر انرژی: مقایسه دوجه دو توزیع‌های تجمعی توصیفگر؛ هیچ اختلافی بین توزیع‌های توصیفگر جفت مجموعه داده و مقایسه دوجه دو توزیع‌های توصیفگر اندازه و شکل وجود ندارد؛ هیچ اختلافی بین توزیع‌های توصیفگر جفت مجموعه داده وجود ندارد.
مدل‌های مرجع برازش شده توزیع‌های اندازه	احتمال بیشینه و روش‌های رگرسیون غیرخطی، پارامتر میانگین برازش شده و تغییرپذیری به اضافه خطاهای استاندارد آن‌ها برآورد می‌شود.
کولموگروف ^۱ سمیرنوف ^۲	مقادیر $D_{m,n}$: اختلافات غیرپارامتری بین توزیع‌های تجمعی؛ توزیع جفت‌ها با اختلاف بزرگ‌تر در مقدار مطلق از زیرینه ^۳ متفاوت فرض شد.
^۱ Kolmogorov ^۲ Smirnov ^۳ برای زیرمجموعه‌ای مانند A از یک مجموعه مرتب S، کوچک‌ترین عضوی از S که از هیچ عضو A کوچک‌تر نباشد، زیرینه (supremum) نامیده می‌شود.	

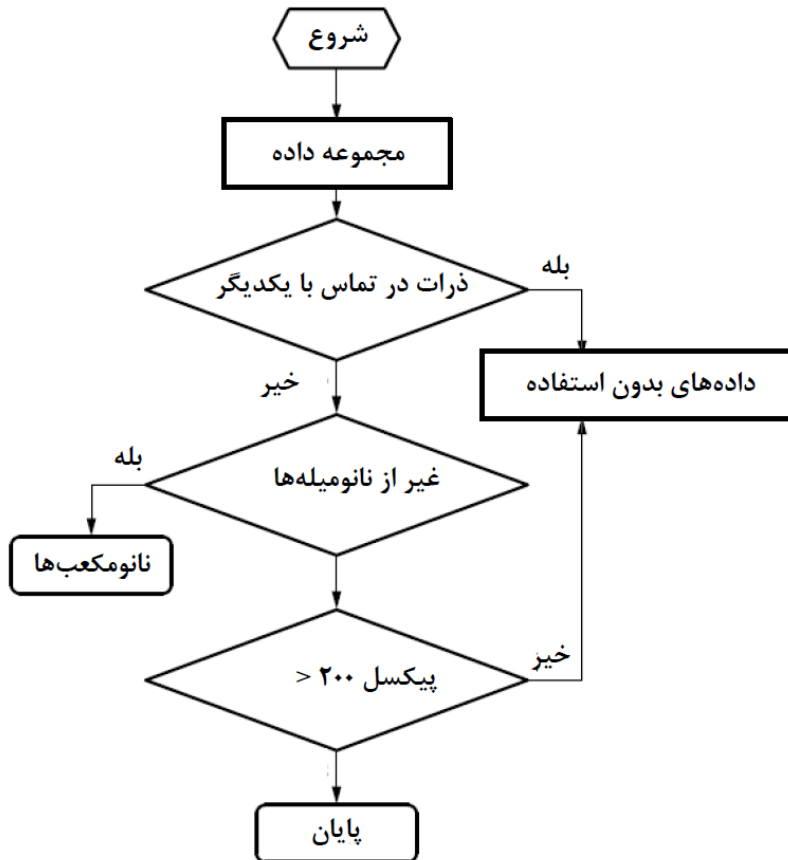
۹-۲ رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت- آشکارسازی ذرات در تماس با یکدیگر، ذرات غیرانتخابی، آلاینده‌های تصویر و آلاینده‌ها^۱

پیش از آنالیز کامل مجموعه داده‌ها، انجام غربالگری داده‌ها یا «رده‌بندی براساس ارجحیت^۲» مفید است. به‌عنوان مثال توصیه می‌شود ذرات در تماس با یکدیگر و ذرات غیرانتخابی از مجموعه داده حذف شود، بهتر است آلاینده‌های تصویر شناسایی و حذف شوند، توصیه می‌شود که آلاینده‌ها شناسایی و به‌صورت جداگانه آنالیز شوند. گردش کارهای رده‌بندی داده‌های خام براساس ارجحیت می‌تواند در دستیابی به تصویر توزیع شکل و اندازه ذرات به‌کار روند. مثالی از گردش کار رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت در شکل ۵ نشان داده شده‌است. نقطه آغازین، داده‌های خام هستند که با استفاده از ImageJ تولید می‌شوند و نقطه پایان، مجموعه داده کاهش‌یافته فقط از داده‌های نانومیله هستند که با قید مساحت کمینه (پیکسل >۲۰۰) مطابقت داده شده‌اند. داده‌های خام شامل نانوذرات هدف (نانومیله‌ها) به‌علاوه نانومکعب‌ها و برخی از ذرات غیرانتخابی اضافی هستند. در این مطالعه موردی، شمارش ذرات در تماس با یکدیگر نامطلوب است. کاوشی انجام شد تا با استفاده از یک بازه تعریف‌شده، مقادیر را برای یک توصیفگر ویژه شناسایی کند. ذرات داخل

1- Contaminants
2- Triage

این بازه از مجموعه داده استخراج شده و در نظر گرفته نمی‌شوند. کاوش دوم برای آشکارسازی ذرات غیر از نانومیله و دیگر ذرات غیرانتخابی انجام شد.

مجموعه داده نانومکعب برای آنالیز بعدی نگه‌داشته می‌شود. در نهایت، داده‌های نانومیله باقی‌مانده دسته‌بندی می‌شوند تا ذرات با مساحت کم‌تر از ۲۰۰ پیکسل حذف شوند. محصول نهایی این گردش کار می‌تواند باقی‌مانده مسیر آنالیز داده‌ها را طی کند.



شکل ۵- مثال رده‌بندی نمونه نانومیله طلا بر اساس ارجحیت (به پیوست ت مراجعه شود)

توزیع‌های مورد استفاده رایج، نیاز به حداقل دو پارامتر دارند: یکی از پارامترها میانگین (یا اندازه) و دیگری تغییرپذیری (یا شکل) داده‌ها را توصیف می‌کند. برای هر کاربرد، خطای نسبی استاندارد (RSE) برای انحراف معیار و میانگین توزیع، تعداد تصاویر نانوذره مورد نیاز را تنظیم می‌کند. در این استاندارد، روش‌های توزیع‌های برازش منحنی به داده‌های اندازه ذره، RSEs را برای هر توصیفگر (میانگین و تغییرپذیری) ارائه می‌کند (به زیربند ۹-۲ مراجعه شود). با فرض آن که توزیع برازش شده، یک توصیف خوب داده‌ها را ارائه می‌کند، پژوهشگران می‌توانند اثر تعداد ذرات آنالیز شده را بر RSEs نمونه‌هایشان تعیین و تعداد ذرات شمارش شده را تنظیم کنند تا مجموعه داده‌ها را برای درستی مورد نیاز توسعه دهند.

برای توصیفگر اندازه و شکل، استاندارد ISO 9276-6:2008 یک مجموعه از توصیفگر اندازه، تناسب و مزوشکل که به طور معمول برای تعریف ریخت‌شناسی ذره استفاده می‌شوند و آن‌هایی که باید استفاده شوند را ارائه می‌دهد. ذرات باید به وسیله توصیفگر اندازه و/یا شکل مشخصه‌یابی شوند. جامعه‌های آماری ذرات، اغلب بازه‌های توصیفگر شکل/اندازه منحصربه‌فرد دارند که راهی برای شناسایی و جداسازی کلوخه‌ها، انبوهه‌ها، آلیاژه‌های تصویر و/یا ذرات خارجی^۱ از مجموعه داده‌های ذرات گرفته‌شده را ارائه می‌دهد.

۹-۳ ارزیابی کیفیت داده‌ها- تکرارپذیری، دقت میانی و تجدیدپذیری

هدف کلیدی تحلیل واریانس، شناسایی ذرات، قاب‌ها یا مجموعه داده‌ها است تا به طور معمول به وسیله بازرسی دیداری و داده‌های آستانه‌گذاری شده^۲ آن بررسی شود. از تحلیل واریانس می‌توان برای ارزیابی تکرارپذیری درون آزمایشگاهی، دقت میانی و تجدیدپذیری میان آزمایشگاهی استفاده کرد. در تفکیک‌پذیری‌های عادی مشخص، به طور معمول تعداد کمی از نانوذرات در هر قاب مشاهده معین وجود دارند؛ ممکن است تعداد ۲۰ ذره تا ۱۰۰ ذره معمول باشد. برای این تعداد نقاط، مقادیر توصیفگر میانگین برای هر قاب می‌تواند محاسبه شود. هرچند محتمل است که برآوردهای منطقی برای پارامترهای توزیع اندازه، یعنی میانگین و تغییرپذیری توزیع، بتواند از یک قاب محاسبه شود. در جدول ۴ فرضیه‌ها و سنجه‌های صفر برای هر یک از انواع ارزیابی‌ها به طور خلاصه ارائه شده‌است. آماره مقدار-p به‌عنوان سنجه برای هر کدام استفاده شده‌است و برای این استاندارد، از رایگان افزار برای روش تحلیل واریانس استفاده شد^۳.

جدول ۴- ارزیابی کیفیت داده‌ها با تحلیل واریانس

سنجه	فرضیه صفر	ارزیابی کیفیت داده
اگر $p < 0.05$ باشد، فرضیه صفر رد می‌شود.	آیا همه تصاویر، میانگین توصیفگر یکسان مانند میانگین کل خود دارند؟	تکرارپذیری درون آزمایشگاهی همان کارور، همان روز
اگر $p < 0.05$ باشد، فرضیه صفر رد می‌شود.	آیا همه مجموعه‌های داده، میانگین توصیفگر یکسان مانند میانگین کل خود دارند؟	دقت میان آزمایشگاهی کارور مختلف یا روز مختلف
اگر $p < 0.05$ باشد، فرضیه صفر رد می‌شود.	آیا همه مجموعه‌های داده، میانگین توصیفگر یکسان مانند میانگین کل خود دارند؟	تجدیدپذیری میان آزمایشگاهی- آزمایشگاه‌های مختلف، کارور مختلف

شکل ۶ گردش کار برای ارزیابی تکرارپذیری درون آزمایشگاهی، حین رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت را نشان می‌دهد. در این مورد فرضیه صفر آن است که یک میانگین توصیفگر ویژه برای هر تصویر با میانگین کل برای همه تصاویر یکسان باشد، هنگامی که همه تصاویر آنالیز شوند (A_1 از میان A_n) یک

1- Foreign particles
2- Thresholded data

۳- به وبگاه <http://shiny.as.uky.edu/anova-app/> مراجعه شود.

هماد^۱ یا میانگین کل توصیفگر برای مجموعه داده کل تعیین می‌شود و میانگین‌های توصیفگر برای هر قاب با میانگین کل مقایسه می‌شوند. یک نمونه خروجی نرم‌افزار، نمودار جعبه‌ای^۲ نشان‌دهنده میانگین کل، مقدار میانگین توصیفگر برای هر قاب، نمودار جعبه‌ای برای هر قاب (به‌طور معمول یک جعبه نشان‌دهنده % ۷۵ از مقادیر توصیفگر؛ $s \pm 1/5$) و نقاط کرانه است. در صورت نیاز، نقاط کرانه در تصاویر قاب می‌توانند دیده‌شوند تا اطمینان حاصل شود که آن‌ها نانوذرات مطلوب هستند و آلاینده‌های تصویر و آلاینده‌ها نیستند.

به‌طور کلی توصیه می‌شود ذره و داده‌های مرتبط آن گزارش شود و از مجموعه داده کنار گذاشته نشود مگر این‌که:

- الف - مشخص شود که تصویر ذره مخدوش است؛
- ب - تعیین شود که ذره آلاینه تصویر بوده است؛ یا
- پ - تعیین شود که ذره در طبقه/نوعی قرار دارد که با آن‌چه که تلاش می‌شده تا شمارش شود، متفاوت است؛

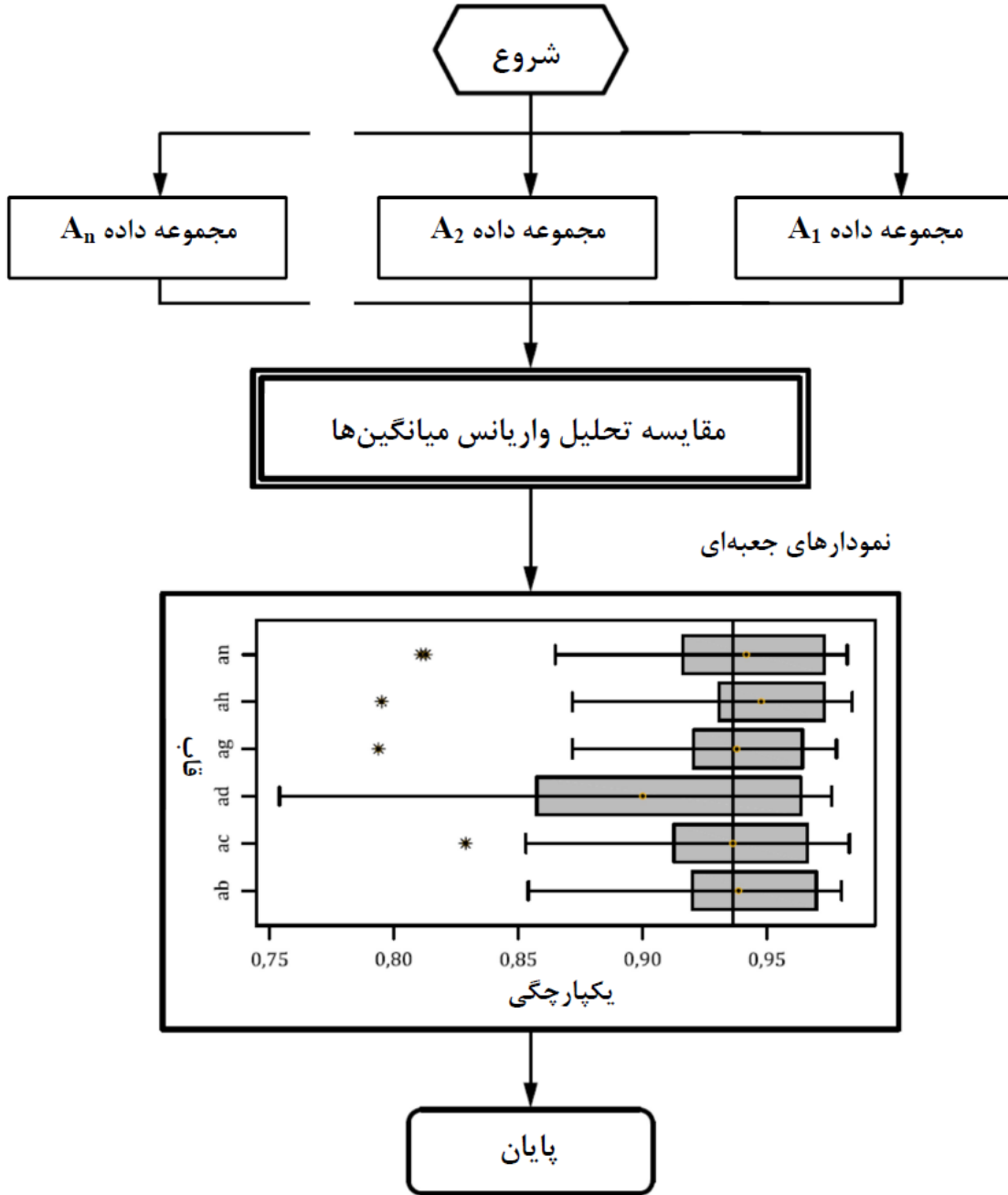
به‌طور کلی بهتر است یک تصویر و داده‌های آن گزارش شود و توصیه نمی‌شود که از مجموعه داده خارج شود مگر این‌که:

ت - کالیبراسیون یا دیگر تنظیمات عملیاتی دستگاه متفاوت با استاندارد باشد.

آماره‌ای که نشان می‌دهد ذره «کرانه» است دلیل کافی نیست که سبب حذف ذره شود. این آنالیز می‌تواند برای همه توصیفگرهای ثبت‌شده تکرار شود. تکرارپذیری توصیفگرهای گوناگون می‌تواند با رتبه‌بندی مقادیر p آن‌ها یا به‌وسیله تعیین کسری از قاب‌هایی که میانگین‌های توصیفگر مشابه میانگین کل دارند، مقایسه شود. هر دو روش کمک می‌کنند تا نشان دهند که کدام توصیفگرها برای مجموعه داده به‌خوبی شناخته شده‌اند.

درخت تصمیم شکل ۶ می‌تواند برای دقت میانی و ارزشیابی‌های تجدیدپذیری به‌کار رود. برای مورد دوم، مجموعه داده A_i اعضای از ILC هستند. علاوه‌بر آن، مقایسه دوطرفه‌ای مجموعه‌های داده نیز اطلاعاتی در مورد تشابه میانگین داده‌ها، ارائه می‌دهد. آزمون آماری فقط دلیل کافی برای حذف داده‌ها نیست.

1- Ensemble
2- Boxplot



یادآوری- این نمودار جعبه‌ای آنالیز تکرارپذیری توصیفگرهای یکپارچگی برای شش قاب تصویر انبوهه کربن سیاه را نشان می‌دهد.

شکل ۶- گردش کار تحلیل واریانس برای آنالیز تکرارپذیری و تجدیدپذیری

۴-۹ برآزش توزیع‌ها به داده‌ها

ممکن است مدل‌های مرجع مرجح برای توصیفگرهای نمونه‌ها ناشناخته باشند. روش‌های رگرسیون غیرخطی می‌توانند برآوردهایی برای پارامترهای توزیع مرجع و خطاهای استاندارد آن‌ها را ارائه دهند. مدل مرجع مرجح برای مجموعه داده ویژه، به‌طور معمول برآوردهای پارامتر با پایین‌ترین خطاهای استاندارد

نسبی را خواهند داشت. روش‌های این استاندارد می‌تواند برای انتخاب بهترین توزیع مرجع یا برای شناسایی توصیفگرهایی استفاده شوند که خطای استاندارد نسبی کم دارند.

توصیفگرهای اندازه، ابعاد ذرات را گزارش می‌کنند، درحالی‌که توصیفگرهای شکل، شکل‌های ذرات را گزارش می‌کنند. هر توصیفگر به مدل مرجع یا دو پارامتر برازش می‌شود: یک پارامتر که مقدار مشخصه برای توصیفگر اندازه/شکل را گزارش می‌کند و یک پارامتر تغییرپذیری که تغییرپذیری مدل توزیع برازش‌شده را گزارش می‌کند.

سه مدل مرجع که به‌طور معمول به داده‌های توزیع اندازه ذرات تجمعی^۱ برازش می‌شوند، نرمال، لگاریتم نرمال و وایبول^۲ هستند. توجه کنید که برای هر کدام از این مدل‌های مرجع، محاسبات پارامترهای میانگین و تغییرپذیری، متمایز و متفاوت هستند. برای راحتی مقدار مشخصه توصیفگر، «میانگین» و پهنای مشخصه توزیع، «تغییرپذیری» نامیده می‌شود. به‌طور معمول، مدل‌های مرجع برازش‌شده به توزیع‌های تجمعی ارجحیت دارد. هنگامی که داده‌ها متصل می‌شوند توزیع‌های احتمال تفاضلی، اطلاعات را از دست می‌دهند که اغلب جزئیات نزدیک به دنباله‌های توزیع‌ها را نامفهوم می‌کنند. به‌طور کلی مقادیر پارامتر از برازش‌های توزیع تجمعی، خطاهای استاندارد نسبی کم‌تری نسبت به آن‌هایی دارند که برای توزیع‌های تفاضلی کنار گذاشته شده‌اند

سه روش رگرسیون غیرخطی (مطابق با استاندارد ISO 9276-3) باید استفاده شود تا توزیع تجمعی را به داده‌ها برازش کرده و مقادیر پارامترهای برازش‌شده را بهینه کنند. این سه روش عبارتند از:

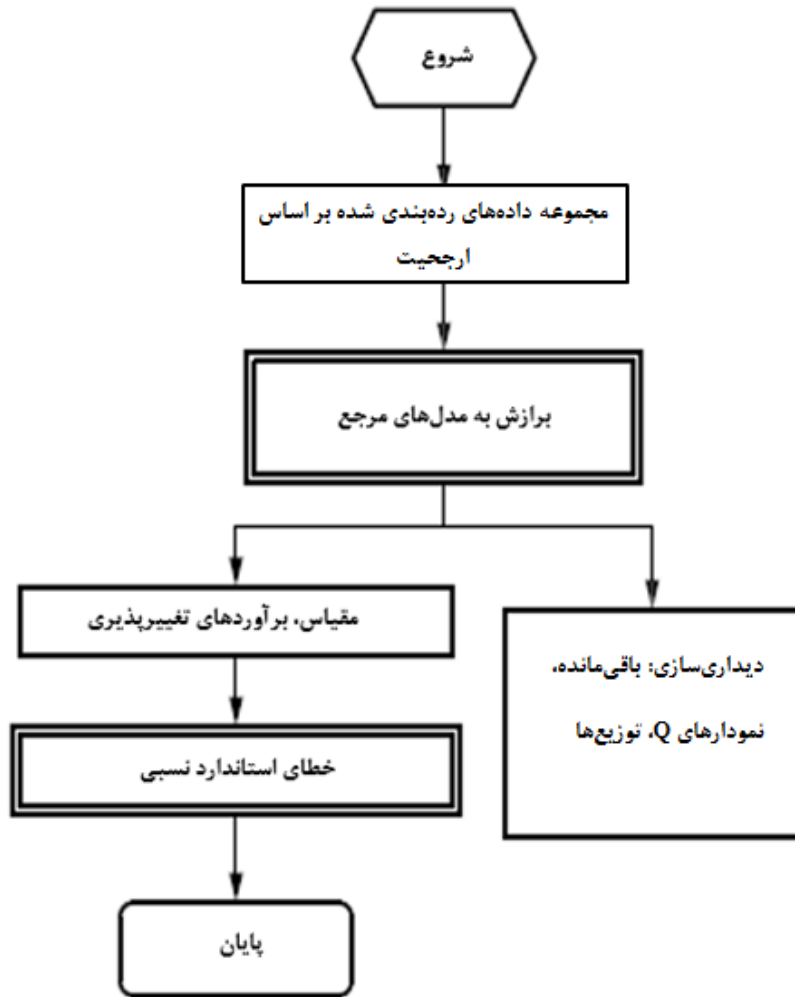
- الف - کمینه کردن واریانس بین داده‌ها و مدل مرجع؛
- ب - تنظیم انحرافات باقی‌مانده بین داده‌ها و مدل مرجع به صفر؛
- پ - تبدیل سه مدل مرجع به توابع خطی (رگرسیون شبه خطی)؛

نرم‌افزار آماری تجاری می‌تواند مقدار R^2 را برای برازش مرجع، برآورد پارامتر [به‌عنوان مثال، میانگین (\bar{x}) و انحراف (های) استاندارد]، خطای استاندارد برآورد پارامتر $[u_s \text{ و } u_{\bar{x}}]$ ارائه دهد. خطای استاندارد نسبی (RSE، خطای استاندارد تقسیم بر آماره آن) مقیاسی از کیفیت پارامتر است. مقادیر کم‌تر خطای استاندارد نسبی بهتر است.

نرم‌افزار رایگان برای برازش توزیع‌ها به داده‌ها استفاده شد^۳. این روش یک رهیافت آنالیز سازگار برای همه مجموعه داده‌ها ارائه می‌دهد. شکل ۷ گردش کار برازش مدل مورد استفاده برای مطالعات موردی این استاندارد را نشان می‌دهد (به پیوست ب تا خ مراجعه شود).

1- Cumulative particle size distribution data
2- Weibull

۳- به وبگاه <http://Shiny.as.uky.edu/Curve-fitting-app> مراجعه شود.



شکل ۷- گردش کار برای برازش مدل‌های توزیع اندازه و شکل ذرات به داده‌های اندازه‌گیری شده

مجموعه داده مورد استفاده برای برآورد پارامترهای میانگین و تغییرپذیری می‌تواند از یک آزمایشگاه یا یک روز آزمون، یا هم‌گذاری شده^۱ به وسیله ترکیبی از همه مجموعه داده‌ها در مطالعه، در سراسر روزهای آزمون و/یا آزمایشگاه‌های مختلف باشد. با استفاده از ابزار رایگان افزار کاربر می‌تواند یکی از سه مدل مرجع مختلف را انتخاب کرده و بهترین پارامترهای برازش شده را به وسیله یکی از دو روش برآورد کند. رگرسیون غیرخطی یا احتمال^۲ بیشینه، خطای استاندارد نسبی پارامترهای میانگین و تغییرپذیری می‌تواند برای هر روش برآورد و برای هر مدل، محاسبه شود. هنگامی که یک مدل مرجع برای هر دو توصیفگر، خطای نسبی به‌طور قابل ملاحظه کم‌تری دارد، می‌تواند انتخاب مرجع باشد.

۵-۹ ارزیابی عدم قطعیت اندازه‌گیری برای نمونه‌ها تحت شرایط تکرارپذیری، دقت میانی یا تجدیدپذیری

۱-۵-۹ آمارگان کل برای پارامترهای برازش شده - سه مجموعه داده یا بیشتر

1- Assembled
2- Likelihood

برآوردهای پارامترهای برازش شده برای هر توصیفگر می‌تواند به وسیله روش ارائه شده در زیربند ۹-۳ برای هر مجموعه داده تولید شود. با فرض آن که مقادیر پارامتر برازش شده به صورت نرمال توزیع شده‌اند، «آمارگان کل» برای همه مجموعه داده‌ها محاسبه می‌شود: میانگین، انحراف معیار و ضریب واریانس برای هر پارامتر برازش شده یک توصیفگر. توصیه می‌شود ضریب واریانس کل برای هر پارامتر برازش شده به عدم قطعیت اندازه‌گیری نسبی مرتبط شود. این رهیافت بین همگنی ماده (نمونه به نمونه) و دقت روش (تکرارپذیری، دقت میانی یا تجدیدپذیری) تفاوتی قائل نمی‌شود.

۹-۵-۲ عدم قطعیت اندازه‌گیری پارامترهای برازش شده

رهیافت‌های متفاوتی برای ارزشیابی عدم قطعیت اندازه‌گیری [36] [37] [39]، دقت و سوگیری روش‌ها وجود دارند. رهیافت راهنمای ISO/ IEC Guide 98-3 برای اندازه‌گیری عدم قطعیت تعریف اندازه‌ده‌ها، شناسایی همه منابع مرتبط عدم قطعیت‌ها در آزمون، کمی‌سازی هر منبع اثرگذار عدم قطعیت با یک توزیع احتمال، محاسبه عدم قطعیت مرکب (ادغامی)^۱ و برآورد عدم قطعیت گسترده در یک سطح اطمینان مشخص است. برخی از مراجع جزئیات بیشتری را در مورد عدم قطعیت اندازه‌گیری برای اندازه‌گیری اندازه ذرات به تنهایی ارائه می‌کنند [27] [28] [29] [30]. در این استاندارد، از رهیافت سازگار -GUM^۲ از براون^۳ و همکاران پیروی می‌شود.

اجزای نوع A عدم قطعیت، شامل آن‌هایی می‌شود که به وسیله روش‌های آماری ارزشیابی می‌شوند مانند آزمون‌های تکرار شونده یا آزمون‌های روی مواد مرجع گواهی شده. اجزای نوع B عدم قطعیت به وسیله میانگین‌ها ارزشیابی می‌شود، مانند خطاهای کالیبراسیون یا تأثیرات واریانس‌های دما. اجزاء نوع A به قرار زیر هستند:

الف - درجه نزدیکی اندازه‌گیری به مقدار مرجع؛

ب - دقت (درجه‌ای که اندازه‌گیری‌های مختلف، نتایج یکسان می‌دهند).

دقت به طور معمول به دو جزء تقسیم می‌شود: تکرارپذیری (تغییرپذیری که برای کارور یکسان و دستگاه یکسان مشاهده می‌شود) و تجدیدپذیری (تغییرپذیری که برای فرایند یکسانی که به وسیله کاروران مختلف با دستگاه‌های مختلف انجام شده، مشاهده می‌شود) مانند مطالعات موردی در پیوست‌ها. هنگامی که یک ماده مرجع (RM) برای توصیفگر گواهی شده خود در حال بررسی است، صحت^۴ می‌تواند محاسبه شود [اختلاف بین مقدار گواهی شده و مقدار توصیفگر میانگین (سوگیری)].

1- Combined (pooled) standard uncertainty

2- GUM-compliant approach

3- Braun

4- Trueness

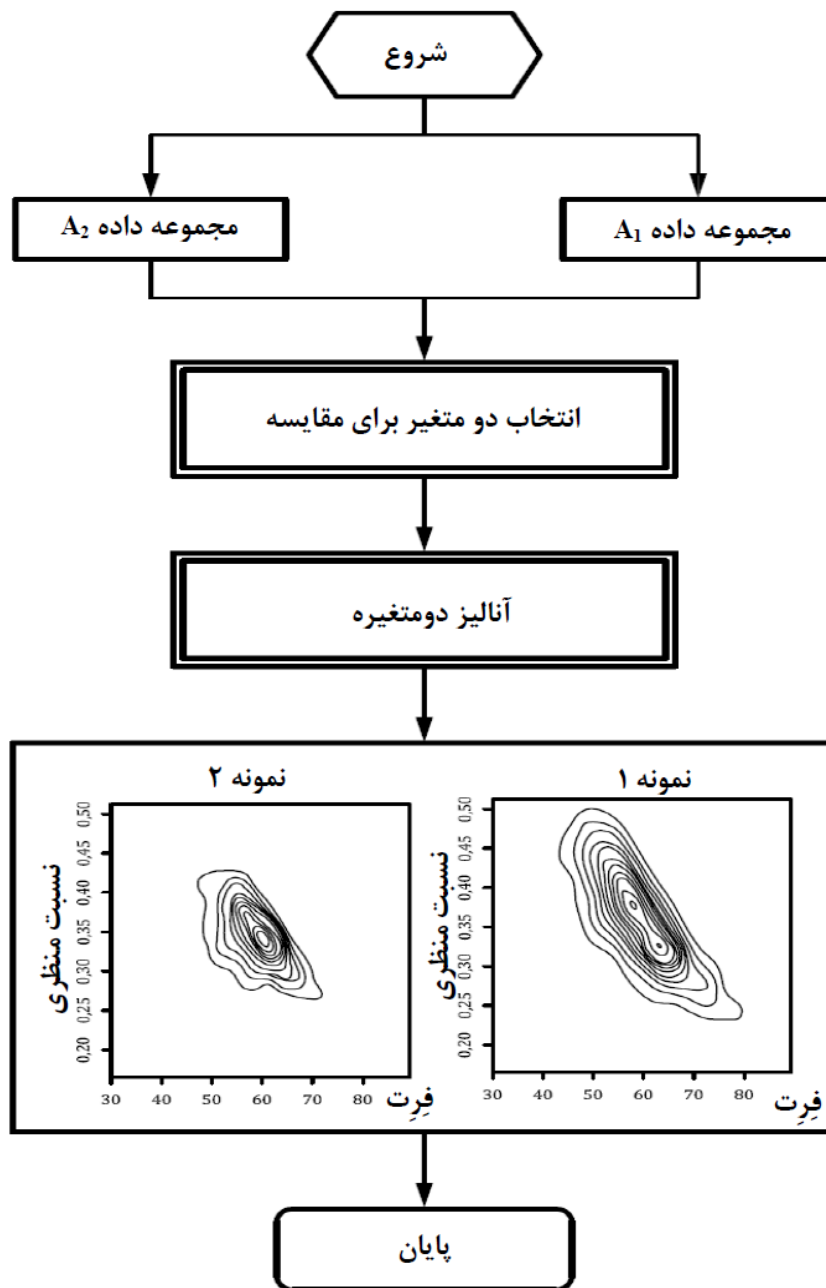
۹-۵-۳ مثال - اندازه‌گیری عدم قطعیت برای یک توصیفگر اندازه

برای توصیفگر اندازه، عدم قطعیت اندازه‌گیری ادغامی، $u_c(x)$ ، برپایه تجدیدپذیری میان آزمایشگاهی، $u(ir)$ ، صحت، $u(t)$ و خطای کالیبراسیون دستگاه، $u(c)$ ، است. $u(t)$ و $u(ir)$ اجزای عدم قطعیت نوع A هستند، درحالی‌که $u(c)$ جزء عدم قطعیت نوع B است. همان‌گونه‌که با فرمول (۱) نشان داده شده‌است، عدم قطعیت اندازه‌گیری ادغامی، ریشه جمع مربعات اجزای مجزا است.

$$u_c(x) = \sqrt{u(ir)^2 + u(t)^2 + U(c)^2} \quad (1)$$

۹-۶ آنالیز دومتغیره

آنالیز دومتغیره می‌تواند برای مقایسه مجموعه داده دوبعدی مستقل از مدل مفروض استفاده شود ولی منجر به محاسبات عدم قطعیت اندازه‌گیری نمی‌شود. هرچند این نوع آنالیز، مقیاس‌های آماری از تشابه توزیع را ارائه می‌دهد که در برخی از موارد ممکن است مفید باشد. چندین مطالعه موردی شامل ذرات با تغییرات شکل و اندازه در پیوست‌ها ارائه شده‌است. درنظر گرفتن هر دو نوع توصیفگر برای مشخصه‌یابی هر ماده‌ای مهم است. شکل ۸ گردش کار را برای آنالیز دومتغیره نشان می‌دهد [40]. این روش، یک آزمون غیرپارامتری برای توزیع‌های یکسان در بعد بالا است که فرضیه مرکب توزیع‌های یکسان هنگامی که توزیع‌ها نامعلوم است را می‌آزماید. انواع مختلفی از مقایسه‌های دومتغیر می‌تواند با این روش آنالیز شوند: توزیع‌های تجربی (داده‌های توزیع تجمعی-توصیفگر) و داده‌های توصیفگر-توصیفگر (اندازه-اندازه، اندازه-شکل یا شکل-شکل). روش دومتغیره برای مقایسه آماری داده‌ها بسیار مفید است ولی سنجه‌هایی ارائه نمی‌کند که بتواند برای محاسبه عدم قطعیت اندازه‌گیری توصیفگرها استفاده شود.



یادآوری- این آنالیز دو متغیره نسبت منظری را بر حسب قطر فرت برای دو نمونه نانومیله طلای مختلف ($p < 0.001$ برای این جفت نمونه) مقایسه می کند.

شکل ۸- گردش کار برای آنالیز دو متغیره جفت مجموعه داده

۱۰ گزارش دهی

جدول ۵ مثالی از الگوی گزارش دهی برپایه گردش کار و راهنماهای درخت تصمیم این استاندارد است. بخش های الگو شامل: صفحه عنوان^۱، آماده سازی نمونه، عوامل دستگاهی، تصویرگیری و آنالیز ذره و آنالیز

داده‌ها است. نوشته‌های میانی خاکستری روشن پاسخ‌های مثال یا پیام‌واره‌های توضیحی هستند. الگوی گزارش‌دهی واقعی باید با نمونه و کاربرد آن سازگار شود.

جدول ۵- الگوی گزارش‌دهی مثال (تمام مثال‌ها با رنگ خاکستری سایه زده شدند)

صفحه عنوان

المان طرح	پاسخ
عنوان مطالعه	
هدف مطالعه	
آزمایشگاه	
نویسنده	
داده‌های عرضه‌شده	

آماده‌سازی نمونه

مورد	توضیحات
شناسه نمونه	
تاریخ دریافت	
زیرلایه	
نوع نمونه	پودر، پراکنه
شرایط نمونه	پراکنه شفاف از نظر نوری، پراکنه کدر و ...
عمل‌آوری نمونه	
دوبخش کردن/ تقسیم نمونه	
پیش‌عمل‌آوری توری	
رسوب ذره	
شرایط نگهداری کنترل‌شده ^۱	
شستشو	
رنگانه‌زنی ^۲	
خشکانش ^۳	
زیرلایه	نوع زیرلایه، پیش‌عمل‌آوری زیرلایه و...
روش قراردهی	
روش خشکانش	
¹ Incubation ² Staining ³ Drying	

جدول ۵ - (ادامه)

عوامل دستگاهی

مورد	توضیحات
سازمان	
کارور	
تاریخ‌های آنالیز	
سازنده دستگاه TEM	
مدل دستگاه	
ولتاژ عملکرد	
تنظیمات جریان باریکه	
برانگیزش عدسی شیئی	
دریچه پراش	
استانداردهای کالیبراسیون	
جدیدترین تاریخ کالیبراسیون	

تصویرگیری و آنالیز داده

مورد	توضیحات
تصویرگیری	
نرم‌افزار/ روش	نرم‌افزار/ داده‌برداری دستی یا خودکار
شرایط اندازه‌گیری	بزرگنمایی، nm/pixel، اندازه قاب، نسبت سیگنال به نوفه
توصیفگرهای نگه‌داشته شده ^۱	موردبندی ^۲ همه اندازه‌دهی‌های آنالیزشده، تعداد ذرات گزارش شده، تعداد قاب‌ها
آنالیز ذره	
شرایط آستانه‌گذاری	
مساحت کمینه ذره (پیکسل >۲۰۰)	
تعداد قاب‌ها/ ذرات	
^۱ Descriptors retained	
^۲ Itemize	

آنالیز داده‌ها

مورد	توضیحات
رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت	
نرم‌افزار/ روش	
آشکارسازی ذرات در تماس با یکدیگر	توصیفگر، بازه‌های آشکارسازی و تمایزبخشی را گزارش کنید
آشکارسازی آلاینه‌های تصویر	توصیفگر، بازه‌های آشکارسازی و تمایزبخشی را گزارش کنید

جدول ۵- (ادامه)

ذرات نگه‌داشته‌شده	توصیفگر، بازه‌های آشکارسازی و تمایزبخشی را گزارش کنید.
مورد	توضیحات
بازده میانگین %	ذرات نگه‌داشته‌شده را بر حسب درصد گزارش کنید
مورد	توضیحات
دیگر مراحل رده‌بندی براساس ارجحیت	
تکرارپذیری، دقت میانی یا تجدیدپذیری	
نرم‌افزار/ روش	نرم‌افزار/ تحلیل واریانس؛ آنالیز دومتغیره؛ سایر
تکرارپذیری، دقت میانی یا تجدیدپذیری	مقدار p برای آنالیز میانگین کل؛ % مقادیر p مشابه برای آنالیز دوبه‌دو را گزارش کنید
انتخاب توصیفگر	روش گزارش برای انتخاب توصیفگر، اگر اجرائش باشد
توزیع‌های برآزش شده به داده‌ها	
نرم‌افزار/ روش	نرم‌افزار/ رگرسیون غیرخطی؛ احتمال بیشینه؛ سایر
مدل مرجع مرجع	توزیع نرمال، لگاریتم نرمال، وایبول یا دیگر توزیع‌ها را گزارش کنید
مقادیر پارامتر	برآوردها و خطاهای استاندارد، % C_v را گزارش کنید
عدم قطعیت اندازه‌گیری	
خطای استاندارد باقی‌مانده توصیفگر	خطای استاندارد باقی‌مانده توصیفگر را، اگر محاسبه شده، گزارش کنید
U_{ip} یا U_{ILC}	عدم قطعیت اندازه‌گیری میان آزمایشگاهی را، اگر محاسبه شده، گزارش کنید
انحرافات باقی‌مانده؛ همبستگی‌ها	
نرم‌افزار/ روش	
انحراف معیار باقی‌مانده	اگر محاسبه شده گزارش کنید
نمودارها؛ انحرافات باقی‌مانده، چندک، سایر موارد	نمودار انحراف باقی‌مانده، نمودار چندک، ... که نشان‌دهنده بازه‌ای است که روی آن مدل بر داده‌ها برآزش شده، گزارش کنید
همبستگی‌ها	همبستگی‌های توسعه‌یافته بین توصیفگرها را گزارش کنید

پیوست الف
(آگاهی‌دهنده)
مرور کلی مطالعات موردی

الف - کلیات

روش‌های اجرایی همراه با جزئیات که با مطالعات چرخشی رابین^۱ صحنه‌گذاری شد (به پیوست‌های ب، پ، ت و ث مراجعه شود). با راهنمایی‌های VAMAS برای ILCs و استاندارد ISO 5725-1 مطابقت دارد. یافته‌های کلیدی گزارش شده در هر پیوست مطالعه موردی در جدول الف-۱ ارائه می‌شود.

جدول الف - ۱ - یافته‌های کلیدی گزارش شده در هر پیوست مطالعه موردی

پیوست	یافته‌های کلیدی
پیوست ب، نانوذرات کره‌وار گسسته	کیفیت داده‌ها برای تصویرگیری خودکار ارزیابی شده است؛ عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری برای میانگین‌ها و تغییرپذیری‌های توزیع گزارش شده است
پیوست پ، مخلوط اندازه	معیارها برای جداسازی داده‌های دوشیوه‌ای به خوشه‌ها و ارزشیابی دقت میانی خوشه‌های جداسازی شده، نمایش داده شده است
پیوست ت، مخلوط شکل	معیارها برای شناسایی نانومیله‌های در تماس با یکدیگر و کمی‌سازی تفاوت‌ها در توزیع‌های اندازه و شکل، نمایش داده شده است
پیوست ث، انبوهه‌های بی‌شکل ^۱	عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری میانگین‌های توزیع توصیفگر انبوهه به این ترتیب هستند: کشامدی شکل > اندازه > زبری. کره‌وار، بیضی‌وار، انبوهه‌های خطی و شاخه‌دار به‌طور غیریکنواخت توزیع شده که منجر به توزیع‌های چند شیوه‌ای می‌شود
پیوست ج، انبوهه‌های نانوبلورک	طرح کلی دستی نانوبلورک‌ها گزارش شده است. روش کالیبراسیون و نرم‌افزار تصویربرداری روی کیفیت برخی از توصیفگرهای شکل و اندازه تأثیر نمی‌گذارد. توصیفگرهای اندازه اغلب با توزیع‌های لگاریتم نرمال بهتر نمایش داده می‌شوند. مدل‌سازی دوشیوه‌ای توزیع اندازه یکی از مثال‌های روش‌های دیداری‌سازی مورد استفاده برای درک بهتر است
پیوست چ، نانوالیاف با سطوح مقاطع نامنظم	سه روش اندازه‌گیری دستی با داده‌ها برای لیفچه‌های نانوبلورهای سلولزی است که ذرات با نسبت منظری کم هستند
پیوست خ، نانوذرات با نمودهای ویژه بلور	تجدیدپذیری برای تصاویر دوبعدی ذرات سه بعدی به وسیله تحلیل واریانس برای سه نوع دستگاه، آنالیزهای چندتایی یک توری و آنالیز سه تصویر ذره یکسان به وسیله شش آزمایشگاه مقایسه شده است

¹Amorphous

الف-۲ نانوذرات کره‌وار گسسته (به پیوست ب مراجعه شود)

RM 8012 یک ماده مرجع برای نانوذرات کره‌وار طلا است که اغلب برای کالیبراسیون‌های TEM استفاده می‌شود.

الف-۳ مخلوط اندازه (به پیوست پ مراجعه شود)

سیلیکای کلئیدی برای دوغاب‌های پرداخت کاری^۱ به‌عنوان افزودنی به مواد آرایشی و به‌عنوان یک جزء در نانوچندسازه‌ها استفاده می‌شود. نمونه ماده مرجع گواهی‌شده (ERM-FD 102)، یک مخلوط دوشیوه‌ای سیلیکاهای کلئیدی تجاری [36] [37] بود.

الف-۴ مخلوط شکل (به پیوست ت مراجعه شود)

تشدید پلاسمونی طولی تنظیم‌پذیر نانومیله‌های طلا به ریخت‌شناسی آن‌ها مرتبط است [43]. دو مخلوط از نانومیله‌های طلا به اضافه نانومکعب‌های طلا که گمان می‌شد خواص عملکردی مختلفی دارند [44]. نمونه‌ها، مشابه ماده استاندارد گواهی‌شده ملی در چین بود.

الف-۵ انبوه‌های بی‌شکل (به پیوست ث مراجعه شود)

انبوه‌های کربن سیاه ریخت‌شناسی خوشه‌مانند دارند که در آن گره‌ها^۲ (شاخصه‌های جزء سازنده که «ذرات اولیه» نامیده شده‌اند) به شکل خوشه‌های «شبه-انگور» انبوهیده شده‌اند. شرکت Cabot^۳ نمونه مرجع کربن سیاه، SRB8، را تأمین کرد که برای پروتکل موجود (ASTM B3844-14a) در دسترس بود.

الف-۶ انبوه‌های نانوبلورک (به پیوست ج مراجعه شود)

اکسیدهای فلزی نانوبلورین به‌طور رایج استفاده می‌شوند و هنگام ساخت در فرایند فاز بخار، تقریباً همیشه انبوهیده هستند. اندازه و شکل بلورک‌های جزء سازنده پودرهای تیتانیای انبوهیده برای عملکرد محصول ضروری است. شرکت تایکو یک نمونه تجاری را تأمین کرد.

الف-۷ ذرات با نسبت منظری کم (به پیوست چ مراجعه شود)

توزیع‌های اندازه و شکل نانوذرات با نسبت منظری کم برای تعدادی از کاربردهای آن‌ها بسیار مهم است. روش‌های اندازه‌گیری برای لیفچه‌های ابتدایی^۴ ماده مرجع گواهی‌شده سلولزی توسط شورای ملی تحقیق کانادا^۵ تأمین شد.

الف-۸ نانوذرات با نموده‌های ویژه بلور

نانوذرات تیتانیای دوهرمی، ریخت‌شناسی‌های بلورک سه بعدی به‌خوبی تعریف‌شده را دارند [47] و به‌عنوان ماده مرجع بالقوه برای توزیع‌های اندازه و شکل هر دو در نظر گرفته می‌شود.

1- Polishing slurries
2- Nodules
3- Cabot
4- Elementary fibrils
5- National Research Council- Canada

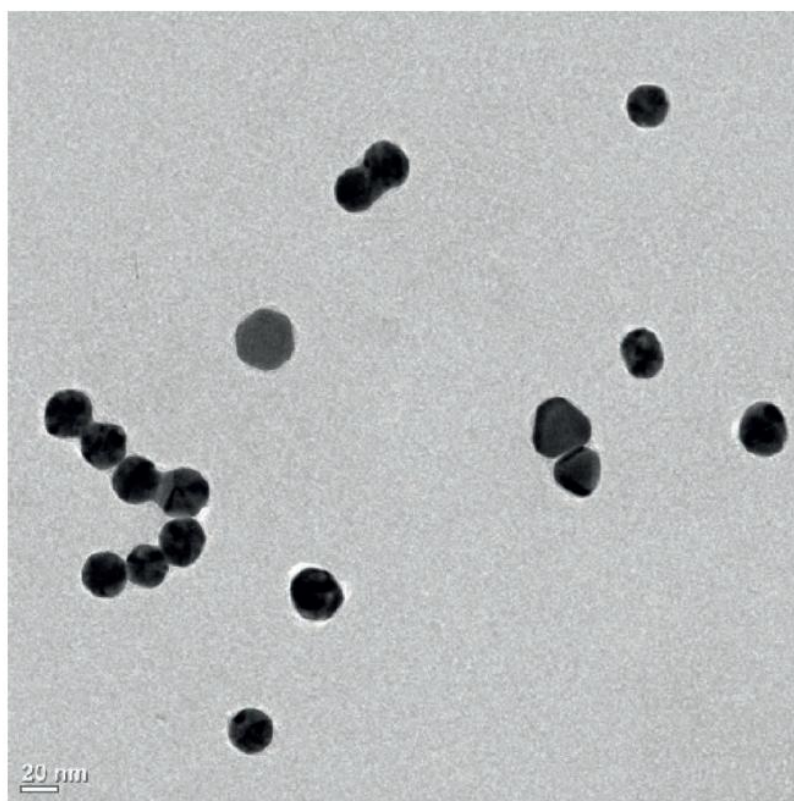
پیوست ب
(آگاهی‌دهنده)
نانوذرات کره‌وار گسسته

ب-۱ مرجع

یک گزارش کامل از روش و نتایج توسط رایس^۱ و همکاران ارائه شده است [26].

ب-۲ پیشینه و اهداف طرح

RM8012 (اندازه اسمی ۳۰ nm) یک ماده مرجع است که به وسیله NIST آماده می‌شود. شکل ب-۱ یک نمونه قاب TEM با نانوذرات طلا را نشان می‌دهد. تعدادی از ذرات در تماس با یکدیگر هستند. از آنجاکه نانوذرات طلا وجه‌دار هستند، همه آن‌ها پروفایل گرد ندارند. پروتکل شامل تصویرگیری خودکار، آنالیز ذره خودکار، آنالیز آماری داده‌های خام و پارامترهای برازش‌شده توزیع و فراهم آوردن یک چارچوب برای اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه ذرات می‌شد.



شکل ب-۱- تصویر TEM نمونه RM8012

ب-۳ نکات برجسته

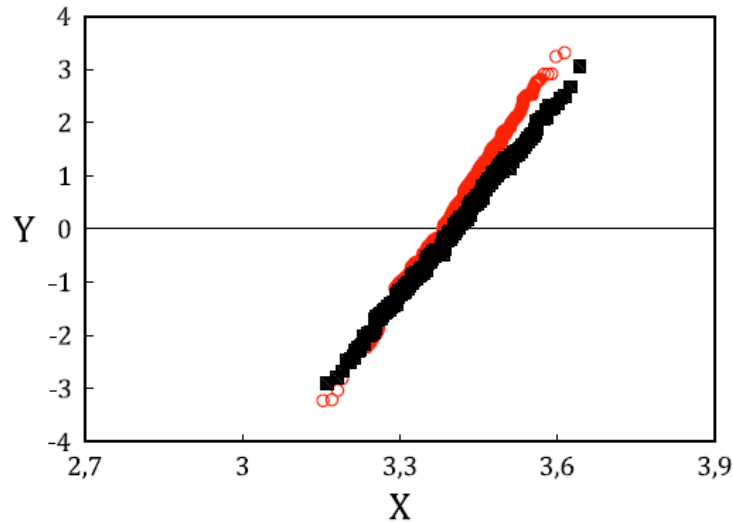
تکرارپذیری درون آزمایشگاهی ECDs، قطرهای فرت و نسبت‌های منظری که با استفاده از داده‌های قاب تحلیل واریانس ارزیابی شد، رضایت‌بخش بود. جدول ب-۱، عدم‌قطعیت‌های اندازه‌گیری (U_{ILC}) پارامتر مدل برازش شده برای دو توزیع لگاریتم نرمال و نرمال برای یک ILC [26] را نشان می‌دهد. پارامترهای میانگین مدل‌های لگاریتم نرمال برازش شده به توزیع‌ها، عدم‌قطعیت‌های اندازه‌گیری پایین‌تر از آنچه برای مدل نرمال به دست می‌آید را دارد: به ترتیب $U_{ILC} = 1/6\%$ و $5/5\%$. پارامترهای تغییرپذیری (پهنای توزیع) برای هر مدل، توزیع ضرایب واریانس و عدم‌قطعیت‌های اندازه‌گیری مشابهی دارد. عدم قطعیت اندازه‌گیری میانگین حسابی (متوسط‌ها) حتی بالاتر از آن مقداری است که برای مقادیر توزیع نرمال برازش شده وجود دارد.

جدول ب-۱- عدم‌قطعیت‌های اندازه‌گیری پارامترهای مدل برازش شده برای توصیفگر ECD

آماره	پارامتر میانگین	پارامتر تغییرپذیری
توزیع لگاریتم نرمال	X, ln (nm)	S, ln (nm)
C _v برحسب %	۰٫۷۶ %	۶٫۰ %
U _{ILC} برحسب %	۱٫۶ %	۱۲٫۶ %
توزیع نرمال	X برحسب nm	S برحسب nm
C _v برحسب %	۲٫۶ %	۵٫۸ %
U _{ILC} برحسب %	۵٫۵۱ %	۱۲٫۳ %

یک زیرروال^۱ ImageJ برای جدایش ذرات در تماس با یکدیگر، توزیع‌های اندازه با پارامترهای میانگین کوچک‌تر و پارامترهای تغییرپذیری باریک‌تر را ارائه کرد. شکل ب-۲ توزیع قطر فرت بیشینه برای ذراتی که در تماس با یکدیگر نیستند به تنهایی (مربع‌های سیاه) و ذرات در تماس با یکدیگر و ذراتی که در تماس با یکدیگر نیستند به صورت جدا شده به وسیله الگوریتم واترشد^۲ (دایره‌های توخالی قرمز) را نشان داد. مقدار میانگین برای داده‌های ذرات غیرتماسی، چندین درصد بالاتر از آن چیزی است که به وسیله داده‌های جدا شده به دست می‌آید. علاوه بر آن تغییرپذیری توزیع ذراتی که در تماس با یکدیگر نیستند، پهن‌تر از آن چیزی است که از داده‌های ذرات در تماس با یکدیگر به دست می‌آید. در این مورد، استفاده از الگوریتم واترشد برای جدا کردن ذرات در تماس با یکدیگر منجر به توزیع‌های مختلف از نظر کمی می‌شود.

1- Subroutine
2- Watershad



راهنما:

$X = \ln(x, ECD)$ (اندازه ذره)	■ ذراتی که در تماس با یکدیگر نیستند
$Y = \frac{1}{s} X - \ln\left(\frac{x_{50,r}}{s}\right)$	○ ذراتی که در تماس با یکدیگر هستند

شکل ب-۲- نمودار چندک توزیع‌های قطر فِرِت بیشینه ذراتی که در تماس با یکدیگر نیستند و توزیع‌های ذراتی که در تماس با یکدیگر هستند (جداشده با یک الگوریتم نرم‌افزاری)

توصیف‌گرهای اندازه، عدم‌قطعیت‌های اندازه‌گیری مشابه دارند. هر دو قطر ECD و قطر فِرِت نمایش‌های مشابهی از توزیع اندازه نمونه آزمون ارائه خواهند داد. مدل‌های لگاریتم نرمال، مقادیر عدم‌قطعیت اندازه‌گیری کم‌تری برای پارامترهای میانگین و تغییرپذیری توزیع اندازه نسبت به مقادیر مشابه حاصل از مدل‌های مرجع نرمال ارائه می‌دهند. در حالی که نمونه برای قطر معادل میانگین خود (که یک توزیع نرمال فرض می‌شود) گواهی می‌شود، عدم‌قطعیت برای مقدار میانگین توزیع لگاریتم نرمال کم‌تر است.

پیوست پ
(آگاهی‌دهنده)
مخلوط اندازه

پ-۱ هدف

نانوذرات می‌توانند توزیع اندازه و/یا شکل چندشویه‌ای داشته‌باشند، خواه به‌عنوان نتیجه فوری روش فراوری نانوذره یا نتیجه مخلوط کردن نانوذرات با اندازه و شکل‌های مختلف. این پیوست مثال‌هایی از چگونگی عمل‌آوری داده‌های شکل و اندازه میکروسکوپی الکترونی حاصل از چنین موادی را ارائه می‌دهد. برای مثال، ممکن است جدا کردن کسرهای (یا «حالت‌ها» یا «خوشه‌های») مختلف در یک ماده ذره‌ای قبل از انجام آنالیز کسرهای حجمی یا جرمی مجزا، مهم باشد.

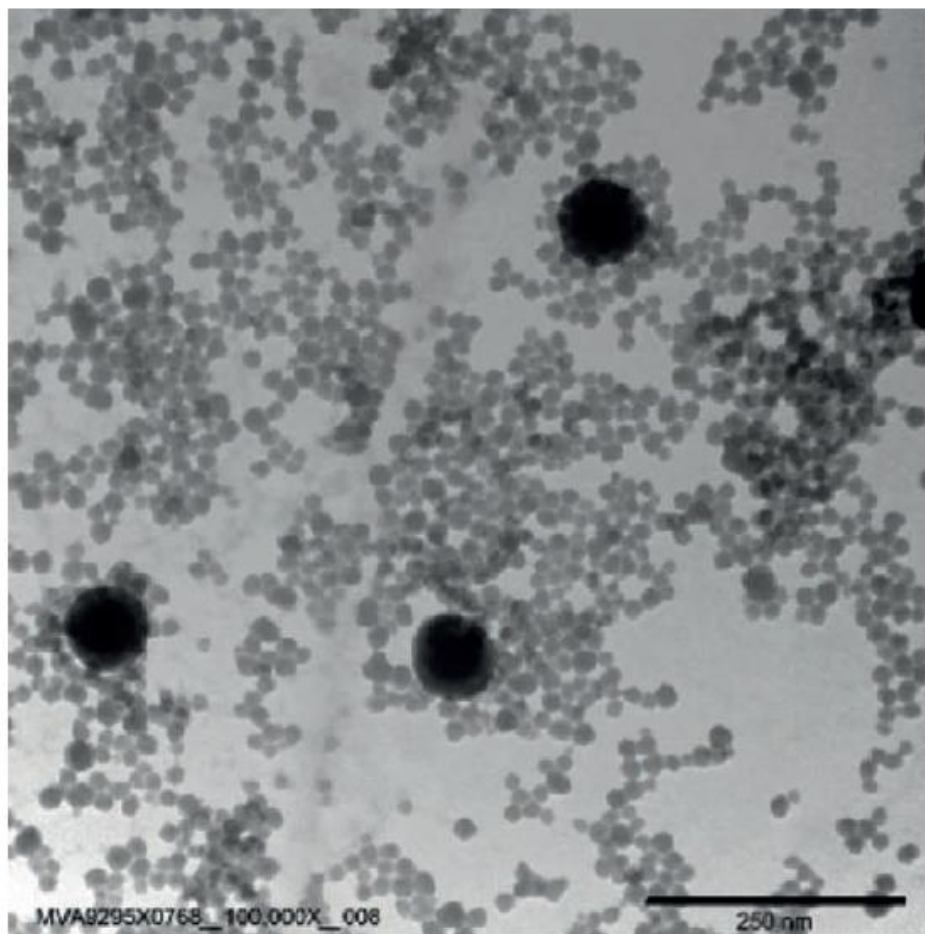
پ-۲ پیشینه و اهداف طرح

ماده‌ای که برای تشریح رهیافت‌های ممکن انتخاب شد، ERM-FD102 [36]، یک ماده مرجع گواهی‌شده تولیدشده توسط مرکز تحقیقات مشترک کمیسیون اروپا^۱ است. ERM-FD102 با مخلوط کردن دو سیلیکای کلوئیدی تجاری با اندازه‌های اسمی مختلف 20 nm و 80 nm آماده شد. برای هر دو حالت در توزیع اندازه ذرات ماده مرجع گواهی‌شده، گواهی‌نامه ماده مرجع گواهی‌شده [36] چندین اندازه ذرات گواهی‌شده را برای هر دو حالت اصلی توزیع اندازه ذرات ماده مرجع گواهی‌شده ارائه می‌دهد. این اندازه ذرات تعریف‌شده بر پایه روش، شامل آنالیز میکروسکوپی الکترونی، بودند (به شکل پ-۱ مراجعه شود). از آنجاکه اندازه حالت‌های اصلی با نسبت حدود $4 \approx$ متفاوت است، بزرگنمایی‌های مختلفی در مشخصه‌یابی میکروسکوپی الکترونی ماده مرجع گواهی‌شده استفاده شد تا توزیع‌های اندازه نماینده برای هر دو حالت به‌دست آید. هر آزمایشگاه میکروسکوپی الکترونی شرکت‌کننده در مطالعه مشخصه‌یابی ماده مرجع گواهی‌شده، شش مجموعه داده در دوره زمانی سه روزه، با حداقل 300 ذره بزرگ در هر مجموعه داده به‌دست آوردند.

EDC میانه به‌وسیله میکروسکوپی الکترونی، گواهی‌شده برای دو حالت بزرگ‌تر در ERM-FD102، $83/3\text{ nm}$ با عدم‌قطعیت اندازه‌گیری گسترده $2/3\text{ nm}$ است. این مقدار، مقدار میانه در بازه اندازه‌گیری 60 nm تا 120 nm است [36]. پهنای پیک متناظر در توزیع اندازه ذره گواهی‌شده.

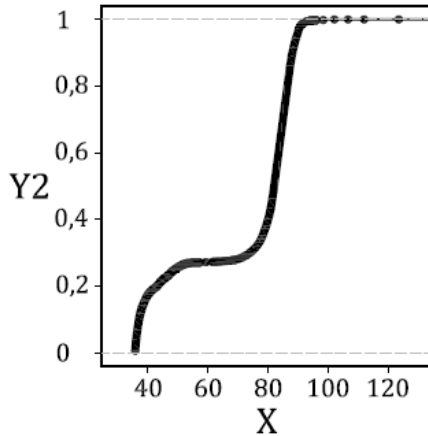
تصاویر AFM ماده یکسان (ERM-FD102) [37] حضور ذرات با اندازه متوسط بین ذرات بزرگ‌تر (به‌طور اسمی 80 nm) و ذرات کوچک (به‌طور اسمی 20 nm) را نیز نشان داد. تصاویر TEM گرفته‌شده برای اندازه‌گیری خوشه ذره بزرگ نیز ذرات سیلیکا با اندازه متوسط در بازه $40\text{ nm} \approx$ را نیز نشان می‌دهد. شکل پ-۲ بافت‌نگاشت و توزیع تجمعی داده‌های TEM یک آزمایشگاه گزارش‌دهنده (آزمایشگاه یک) را نشان

می‌دهد. تعداد کل ذرات بزرگ گزارش شده در بازه ۳۵ nm تا ۱۲۵ nm، تعداد ۲۸۰۱ ذره بود که ۷۶۱ عدد از آن‌ها اندازه ECD کم‌تر از ۶۰ nm داشتند؛ این مقدار متناظر با کمینه نمایان بین دو پیک بافت‌نگاشت است. همه توزیع‌های توصیفگر اندازه برای ERM-FD102 دو شیوه‌ای هستند. سه نوع توصیفگر گزارش شد: اندازه (شامل مساحت، محیط، قطر فِرِت، قطر فِرِت کمینه و ECD)، شکل کشامدی (شامل نسبت منظری و فشردگی) و زبری / بی‌نظمی مرزی (شامل عامل شکل و یکپارچگی).

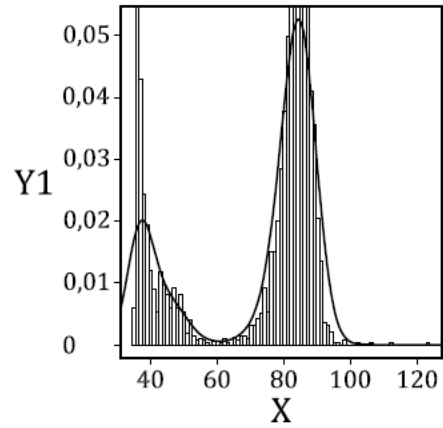


یادآوری - استفاده شده با مجوز مرکز تحقیقات مشترک کمیسیون اروپا (JRC)

شکل پ-۱- تصویر TEM مخلوط نانوذرات سیلیکای کلوئیدی



ب- توزیع تجمعی



الف- توزیع چگالی

راهنما:

X ECD بر حسب nm

Y_1 توزیع چگالی

Y_2 توزیع تجمعی

یادآوری- بافت‌نگاشت (سمت راست؛ توزیع چگالی به صورت منحنی سیاه پیوسته و توزیع تجمعی (سمت چپ؛ نقاط به صورت دایره‌ای توپر، توزیع تجمعی به صورت منحنی سیاه پیوسته)

شکل پ-۲- توزیع‌های چگالی و تجمعی از آنالیز تصاویر ذره با اندازه بزرگ ECD (آزمایشگاه یک)

جدول پ-۱، شناسه‌های^۱ نمونه، تعداد ذرات شمارش‌شده بین ۳۵ nm تا ۱۲۵ nm، تعداد ذرات با ECD بزرگ‌تر از ۶۰ nm، کسر ذرات با $ECD < 60 \text{ nm}$ را نشان می‌دهد. همه مجموعه‌های داده بیش از ۳۰۰ ذره بزرگ آنالیزشده (هدف پروتکل) را گزارش دادند به جز برای D3S1 که ۷۱ ذره بزرگ را گزارش داد. میانگین ذرات با اندازه متوسط 27.2% بود.

جدول پ-۱- شش مجموعه داده برای مقایسه دقت میانی

شمارش ذره			مجموعه داده		
ECD < 60 nm, %	ECD > 60 nm	همه	ID	نمونه	روز
۲۷,۸ %	۳۴۱	۴۷۲	D1S1	۱	۱
۱۹,۷ %	۳۳۰	۴۱۱	D1S2	۲	۱
۲۷,۹ %	۳۶۷	۵۰۹	D2S1	۱	۲
۲۷,۶ %	۳۶۹	۵۱۰	D2S2	۲	۲
۳۵,۲ %	۲۷۱	۴۱۸	D3S1	۱	۳
۲۴,۷ %	۳۶۲	۴۸۱	D3S2	۲	۳
	۷۶۱	۲۸۰۱	کل		

پ-۳ نکات برجسته

پ-۳-۱ کلیات

این آنالیز به این سوالات پاسخ می‌دهد:

- ۱- کدام روش‌ها می‌توانند تشابه‌ها یا تفاوت‌های بین توزیع‌های اندازه دو شیوه‌ای را تعیین کنند؟
- ۲- کدام روش‌ها ممکن است به بهترین وجه بین ذرات بزرگ (به‌طور اسمی $80 \text{ nm} \approx$) و ذرات با اندازه متوسط (به‌طور اسمی $40 \text{ nm} \approx$) تفاوت قائل شوند؟
- ۳- دقت‌های میانی (به جدول ۴ مراجعه شود) توزیع‌های اندازه، کشامدی و زبری چه هستند؟

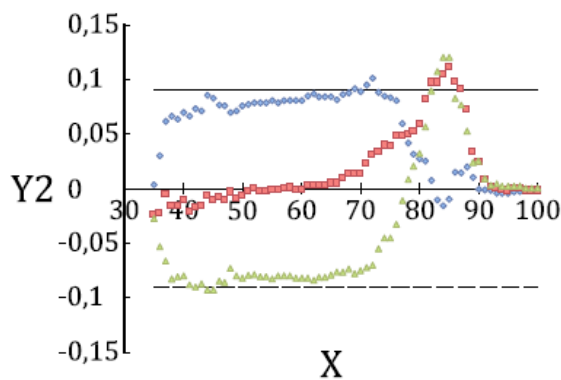
جواب سوال اول، مراحل رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت را معین می‌کند. جواب سوال دو می‌تواند به صورت خودکار داده‌ها را به دو خوشه ذره با اندازه متوسط جدا کند. جواب‌های دقت میانی برای ذرات بزرگ می‌تواند با مقادیر عدم قطعیت اندازه‌گیری ماده مرجع گواهی‌شده [36] [37] مقایسه شود.

پ-۳-۲ رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت

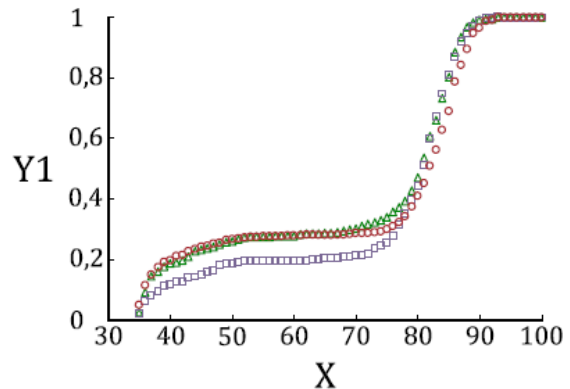
در مطالعه مشخصه‌یابی ERM-FD102، آزمایشگاه‌ها شش مجموعه داده گرفته‌شده در دوره سه روزه (دو داده در یک روز) را گزارش دادند. اگر فردی بخواهد معادل بودن یا قابلیت مقایسه دو توزیع دو شیوه‌ای اندازه‌گیری‌شده را قضاوت کند، مقایسه میانگین‌های نمونه به‌وسیله تحلیل واریانس کلی به‌طور خاص به این موضوع مرتبط نیست. به‌جای آن، تحلیل واریانس دوبه‌دو برای هر ۱۵ جفت ممکن از شش مجموعه داده $D_i S_j$ (به‌عنوان مثال، مانند آن‌چه در جدول پ-۱ نشان داده شده‌است) انجام شده‌است. مقایسه‌های دوبه‌دو تحلیل واریانس ECD (اندازه)، نسبت منظری (شکل کشامدی) و یکپارچگی (شکل زبری) $p > 0.05$ را برای ۱۱ جفت از ۱۵ جفت، ۱۵ جفت از ۱۵ جفت و ۹ جفت از ۱۵ جفت ارائه داد که به‌عنوان (ECD) خیلی خوب، (نسبت منظری) عالی، دقت میانی (یکپارچگی) خوب ارزشیابی شد. از آنجاکه میانگین‌های مجموعه داده بین قطرهای اسمی ذرات با اندازه بزرگ و متوسط، میانی هستند، این مقادیر میانگین به کسرهای تعداد هر دسته گزارش‌شده در جدول پ-۱ حساس هستند.

روش‌هایی که توزیع‌ها را به‌صورت مستقیم مقایسه می‌کند، مانند آنالیز دومتغیره و آنالیز کولموگروف-سمیرنوف (K-S)، برای مقایسه این مجموعه‌های داده بسیار مناسب‌تر هستند. آزمون K-S برای تعیین مستقیم آن‌که آیا دو توزیع تجمعی غیرمشابه هستند یا خیر، طراحی شده‌است، بدون ارجاع به هیچ مدل خاصی که بتواند داده‌ها را توصیف کند. توزیع تجمعی برای هر مجموعه داده با استفاده از ۱۰۰ گام برابر روی کل بازه داده‌ها برای هر توصیفگر کنار گذاشته شد. تفاوت‌های بین دو منحنی در هر پله، $D_{m,n}$ ، با آماره زیرینه مقایسه شد (به جدول ۳ مراجعه شود [44] [48]). اگر تفاوت از زیرینه بیشتر شود، تشخیص داده می‌شود که توزیع‌های تجمعی متفاوت است. شکل پ-۳-الف توزیع‌های تجمعی برای سه مجموعه داده A، B و C را نشان می‌دهد.

مقادیر زیرینه این سه جفت مشابه بود، $0/09 \approx$ پس فقط یک مجموعه از مقادیر زیرینه (هم + و هم -) در شکل پ-۳، ب، رسم شد. به وسیله آزمون K-S، همه این سه مجموعه داده مساحتی دارند که از زیرینه بیشتر است و تشخیص داده می شود که متفاوت است. این تاحدی ناشی از تفاوت های بین تعداد ذرات با اندازه متوسط در مجموعه های داده گوناگون است که از $20\% \approx$ تا 35% تغییر می کند. به نظر می رسد اگر تعداد نقاط داده ها افزایش می یافت، چنین تفاوت هایی می توانست کاهش یابد. آزمون K-S برای این توزیع های دوشیوه ای نسبت به آزمون تحلیل واریانس ارجحیت دارد زیرا اطلاعات بهتری در مورد تفاوت های بین توزیع ها ($D_{m,n}$) و به صورت ویژه، در مورد این که چگونه این تفاوت ها در امتداد بازه توصیفگر تغییر می کند را ارائه می دهد.



ب- تفاوت های دوبه دو منحنی تجمعی



الف- توزیع های ECD تجمعی

راهنما:

X ECD بر حسب nm
 Y_1 توزیع تجمعی
 Y_2 $D_{m,n}$

▲ نمونه A
 □ نمونه B
 ○ نمونه C

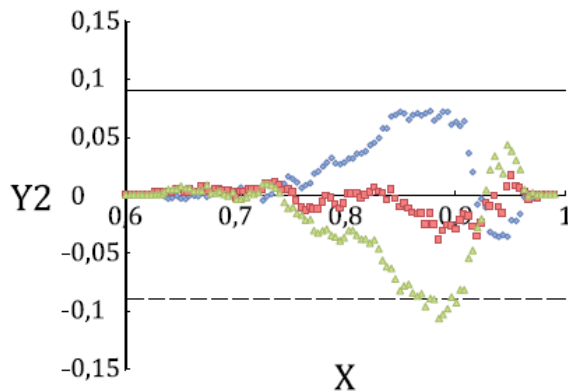
یادآوری ۱- توزیع های ECD تجمعی سه نمونه مختلف، A (مثلث های توخالی سبز)، B (مربع های توخالی صورتی) و C (دایره های توخالی قرمز)، نشان دهنده این است که نمونه های A و C مشابه هستند.

یادآوری ۲- آنالیز کولموگروف-سمیرنوف نشان می دهد که هر سه جفت تفاوت های بزرگ تر از زیرینه دارند و از نظر آماری متفاوت هستند.

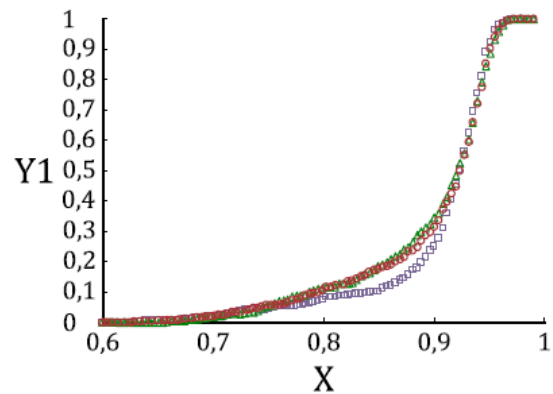
شکل پ-۳- آنالیز تکرارپذیری سه مجموعه داده دوشیوه ای ECD

نمودارهای مشابه برای توزیع های شکل کشامدی (نسبت منطقی) در شکل پ-۴، الف و ب نشان داده شده است. توزیع های نسبت منطقی برای همه ذرات تصویر شده، چندشیوه ای هستند. توزیع نسبت منطقی، قابلیت تغییر قابل توجهی برای مقادیر بزرگ تر از $0/9$ دارد (به شکل پ-۴- الف مراجعه شود). این موضوع به سبب دو عامل است: تفاوت ها در توزیع نسبت منطقی برای دو خوشه و تفاوت ها در کسرهای هر خوشه در توزیع کل از نمونه به نمونه. دو مجموعه داده با کسرهای مشابه از خوشه های متوسط، A و C (به ترتیب با $27/8\%$ و $27/9\%$)، مقادیر $D_{m,n}$ دارند که به خوبی روی همه مقادیر بازه های نسبت منطقی داخل

زیرینه‌ها هستند. تشخیص داده می‌شود که دو مجموعه از این سه مجموعه داده توزیع‌های نسبت منظری مشابه دارند.



ب- تفاوت‌های دوبه‌دوی منحنی تجمعی K-S



الف- توزیع‌های نسبت منظری تجمعی

راهنما:

- ▲ نمونه A
- نمونه B
- نمونه C

یادآوری ۱- توزیع‌های ECD تجمعی سه نمونه مختلف، A (مثلث‌های توخالی سبز)، B (مربع‌های توخالی صورتی) و C (دایره‌های توخالی قرمز) نشان‌دهنده این هستند که نمونه‌های A و C مشابه هستند.

یادآوری ۲- آنالیز کولموگروف-سمیرنوف نشان می‌دهد که همه جفت‌ها، A-C (مثلث‌های سبز) تفاوت‌های بزرگ‌تر از زیرینه دارند و از نظر آماری متفاوت هستند.

شکل پ-۴- آنالیز تکرارپذیری سه مجموعه داده نسبت منظری

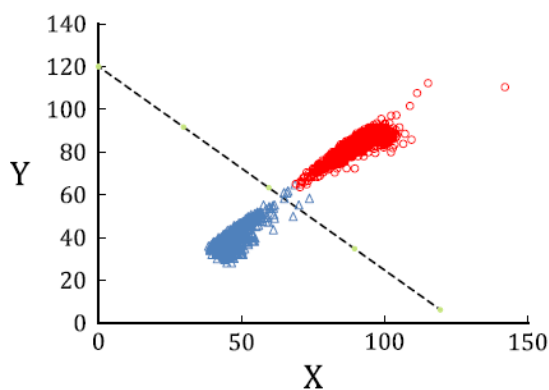
پ-۳-۳ تفاوت قائل شدن بین خوشه‌های ذرات با اندازه بزرگ و متوسط

پ-۳-۳-۱ کلیات

دو خوشه داده‌ای که در شکل پ-۲ نشان داده شده‌است با چندین راه از جمله یک مقدار کمینه در توزیع ECD که در بازه ۶۰ nm است، می‌تواند جدا شود. رهیافت‌های جایگزین، هم‌اندازه و هم‌شکل ذرات سیلیکای کلئیدی را در نظر می‌گیرند. ذرات سیلیکای کلئیدی برای شکل کره‌وار خود شناخته شده‌اند. با این حال، در این پیوست سه روش برای در نظر گرفتن همبستگی اندازه و شکل نشان داده شده‌است. روش اول، همبستگی اندازه-اندازه با قطر فِرِت بیشینه را به‌عنوان متغیر مستقل و قطر فِرِت کمینه را به‌عنوان متغیر وابسته در نظر می‌گیرد. دو روش دیگر قطر ECD را به‌عنوان متغیر مستقل با یکی از دو توصیفگر کشامدی (نسبت منظری) یا زبری (یکپارچگی) شکل به‌عنوان متغیر وابسته، استفاده می‌کنند.

همبستگی اندازه-اندازه: شکل پ-۵، نمودار قطر فِرِت کمینه را به‌صورت تابعی از قطر فِرِت نشان می‌دهد. دو خوشه با استفاده از خط‌چین به‌صورت تجربی جدا شده‌اند تا فرایند دسته‌بندی کردن را خودکار کنند. در این مورد، تعدادی خط می‌توانند برای انجام جدایش از عمودی تا افقی استفاده شوند. مدل‌های خطی

($\text{minFerret} = a \times \text{Ferret} + b$) برای هریک از خوشه‌ها شیب‌های متفاوتی را ارائه می‌کند ولی همبستگی‌ها مقادیر R^2 برابر ۰٫۷۶ و ۰٫۶۶ دارند؛ معادلات آن‌ها در این پیوست گزارش نشد زیرا آن‌ها روش قانع‌کننده‌ای برای تمایز قائل‌شدن بین دو خوشه ذرات را ارائه نمی‌کنند.



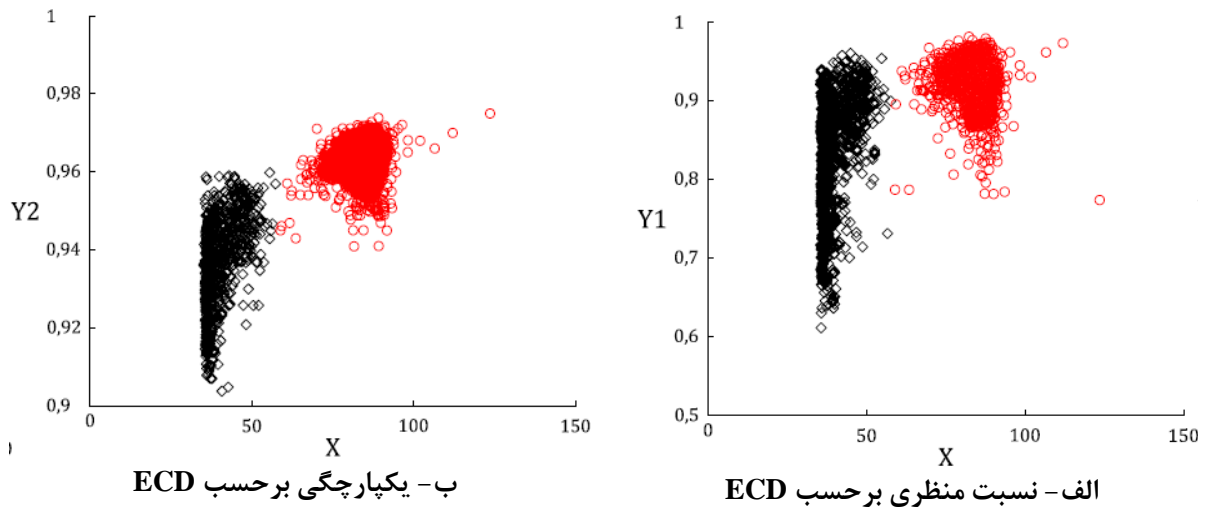
راهنما:

- | | |
|--------------------------|-------------------------|
| ○ (دره ۲۰۳۴) - ذرات بزرگ | X فِرِت بر حسب nm |
| △ (دره ۷۶۷) - ذرات متوسط | Y فِرِت کمینه بر حسب nm |
| --- | مرز خوشه |

شکل پ-۵- آنالیز خوشه اندازه-اندازه

پ-۳-۳-۲ همبستگی کشامدی-اندازه

یک روش جایگزین، همبسته کردن نسبت منظری با قطر ECD است. نتیجه در شکل پ-۶، الف، نشان داده شده است. این نمودار تفاوت‌های ریخت‌شناسی بین دو خوشه را نشان می‌دهد. خوشه ذره بزرگ بازه نسبت منظری کوچک‌تر، ۰٫۷۷ \approx تا ۰٫۹۸ دارد. خوشه ذره با اندازه متوسط نسبت منظری ۰٫۶۱ \approx تا ۰٫۹۶ دارد. بنابراین ذرات بیشتری از خوشه با اندازه متوسط نسبت به ذرات خوشه بزرگ کشامده شده‌اند. هرچند خوشه‌ها نمی‌توانند فقط با استفاده از توزیع‌های نسبت منظری خود جدا شوند، زیرا هم‌پوشانی قابل‌ملاحظه‌ای از بازه‌های آن‌ها وجود دارد. بازه‌های هم‌پوشانی در بازه پهنی از توزیع منظری سهمیم هستند که در شکل پ-۴، الف، دیده می‌شوند. به‌علاوه، به‌نظر نمی‌رسد خوشه با اندازه متوسط $\text{ECD} < 35 \text{ nm}$ دیده شود؛ این موضوع به‌طور کامل‌تر در زیربند پ-۳-۴ بحث می‌شود.



راهنما:

○ (۲۰۳۴ ذره) - ذرات
 ◇ (۷۶۷ ذره) - ذرات با اندازه متوسط
 Y₂ یکپارچگی
 ECD X بر حسب nm
 Y₁ نسبت منظری

شکل پ-۶- همبستگی بین ECD و دو توصیفگر شکل (کشامدی و زبری)

پ-۳-۳-۳ همبستگی اندازه-زبری

شکل پ-۶، همبستگی بین یکپارچگی و ECD برای این دو خوشه را نشان می‌دهد. یکپارچگی، مقیاسی از زبری سطح یا بی‌نظمی مرز است. مقادیر یکپارچگی برای هر دو خوشه نسبتاً بالا است، هرچند هنوز تفاوتی در توصیفگرهای زبری وجود دارد. خوشه‌ها با استفاده از یکپارچگی به‌تنهایی نمی‌توانند از یکدیگر متمایز شوند. هرچند یکپارچگی همراه با ECD، ابزار تمایز متقاعدکننده‌ای بین دو خوشه است. انتخاب‌ها می‌تواند برای مرزهای بین خوشه‌ها در هر کدام از این همبستگی‌ها به‌منظور جدایش‌های خودکار کمی‌سازی شود.

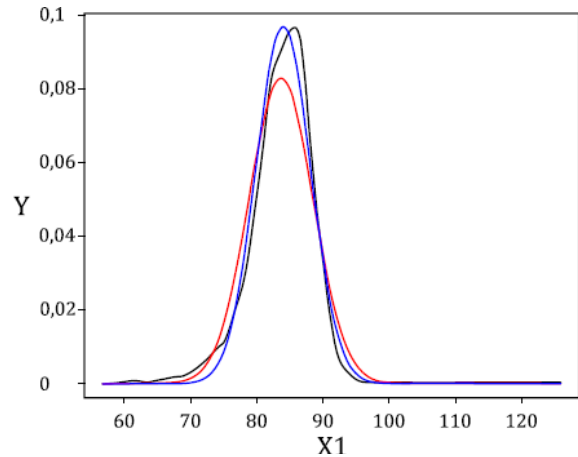
پ-۳-۴ دقت میانی آزمایشگاهی

مقادیر دقت میانی برای پارامترهای مدل‌های مرجع برازش‌شده به توزیع‌های تجمعی خوشه‌های با اندازه بزرگ و متوسط جداشده به‌وسیله روش شکل پ-۵، می‌تواند محاسبه شود. جدول پ-۲ و پ-۳ پارامترهای برازش‌شده به‌ترتیب برای ECD، نسبت منظری و یکپارچگی برای خوشه‌های با اندازه بزرگ و متوسط را نشان می‌دهد. مقدار متوسط برای ECD، خوشه با اندازه بزرگ ۸۴/۱ nm و تغییرپذیری داده‌ها ۴/۰ است. مقدار میانگین، تناظر خوبی با مقدار میانی گزارش‌شده برای ذرات اندازه بزرگ (۸۳/۳ nm) دارد. هیچ مقدار گواهی‌شده‌ای برای تغییرپذیری این توزیع یا پارامترهای برازش‌شده نسبت منظری و یکپارچگی وجود ندارد. عدم قطعیت میانگین ECD برابر ۲/۳٪ بوده و عدم قطعیت میانگین‌های نسبت منظری و یکپارچگی کمتر از این مقدار هستند. عدم قطعیت مرتبط با تغییرپذیری داده‌ها، بسیار بزرگ‌تر است.

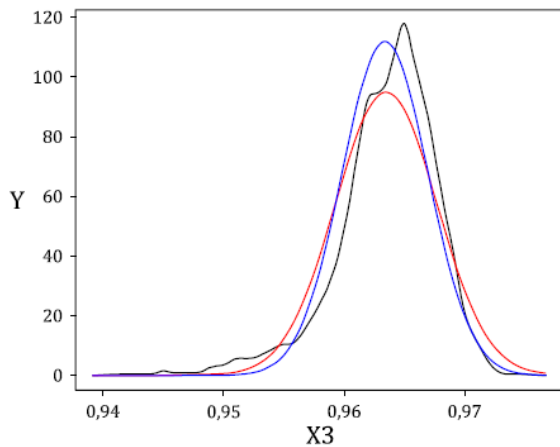
جدول پ-۲- ذرات بزرگ جداسازی شده- پارامترهای برازش شده برای میانگین و تغییرپذیری توزیع های ECD، نسبت منظری و یکپارچگی (۲۰۴۰ تصویر)- مدل مرجع نرمال

یکپارچگی		نسبت منظری		ECD Nm		نمونه
				تغییرپذیری	میانگین	
۰٫۰۰۳۵	۰٫۹۶۳	۰٫۰۲۱۷	۰٫۹۳۵	۴٫۰۱	۸۳٫۹	D1S1
۰٫۰۰۳۴	۰٫۹۶۳	۰٫۰۲۰۷	۰٫۹۳۲	۴٫۲۵	۸۲٫۹	D1S2
۰٫۰۰۳۶	۰٫۹۶۳	۰٫۰۲۲۶	۰٫۹۳۵	۴٫۰۵	۸۴٫۹	D2S1
۰٫۰۰۳۹	۰٫۹۶۳	۰٫۰۲۴۴	۰٫۹۳۰	۳٫۶۱	۸۵٫۳	D2S2
۰٫۰۰۳۶	۰٫۹۶۴	۰٫۰۲۱۷	۰٫۹۳۲	۴٫۰۸	۸۳٫۶	D3S1
۰٫۰۰۳۳	۰٫۹۶۳	۰٫۰۲۱۱	۰٫۹۳۲	۴٫۱۲	۸۳٫۶	D3S2
۰٫۰۰۳۶	۰٫۹۶۳	۰٫۰۲۲۰	۰٫۹۳۲	۴٫۰۲	۸۴٫۱	متوسط
۰٫۰۰۰۲	۰٫۰۰۰۱	۰٫۰۰۱۳	۰٫۰۰۲۰	۰٫۲۱۷	۰٫۹۰۹	Stdev ^۱
۵٫۸۴	۰٫۰۱	۶٫۰۲	۰٫۲۲	۵٫۳۹	۱٫۰۸	Cv برحسب %
۱۲٫۶	۰٫۰۲	۱۳٫۰	۰٫۴۷	۱۱	۲٫۳۴	U برحسب %
۰٫۰۰۰۴	۰٫۰۰۰۲	۰٫۰۰۲۹	۰٫۰۰۴۴	۰٫۴۷	۱٫۹۶	U، مقدار
^۱ انحراف معیار						

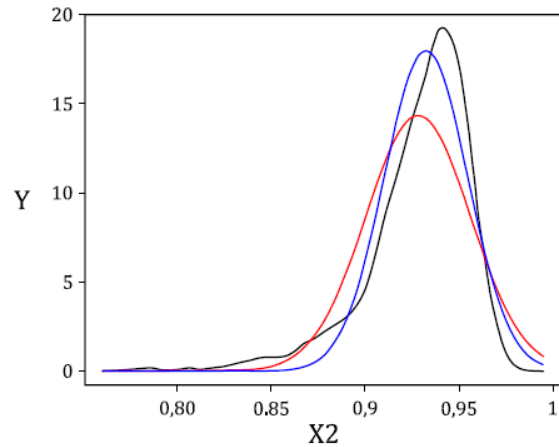
شکل پ-۷، الف تا پ، توزیع های چگالی هموار مجموعه های داده ترکیبی از کسر ذرات بزرگ در ERM-FD102، همراه با مدل های دارای پارامترهای برازش شده با استفاده از رگرسیون غیرخطی یا برآوردهای احتمال بیشینه را نشان می دهد. همه برازش ها بر پایه مدل های مرجع نرمال است. داده های ECD به وسیله توزیع نرمال، با تفاوت های اندکی در مقدار پیک به علاوه لبه جلویی توزیع، نسبتاً به خوبی توضیح داده شده است. داده های نسبت منظری، چند شیوه ای هستند؛ انحرافات قابل ملاحظه ای بین داده ها و مدل در لبه مقدم، بیشینه و لبه انتهایی بازه توصیفگر وجود دارد. داده های یکپارچگی نیز چند شیوه ای هستند ولی تناظر اندکی بهتر، بین داده ها و مدل ها وجود دارد.



الف - توزیع ECD در حالت برازش شده



ب - توزیع یکپارچگی در حالت برازش شده



ب - توزیع نسبت منظری در حالت برازش شده

راهنما:

nm ECD X_1 برحسب
 X_2 نسبت منظری
 X_3 یکپارچگی
 Y توزیع چگالی هموار

توزیع چگالی هموار داده‌ها
 برازش رگرسیون غیرخطی
 برازش احتمال بیشینه

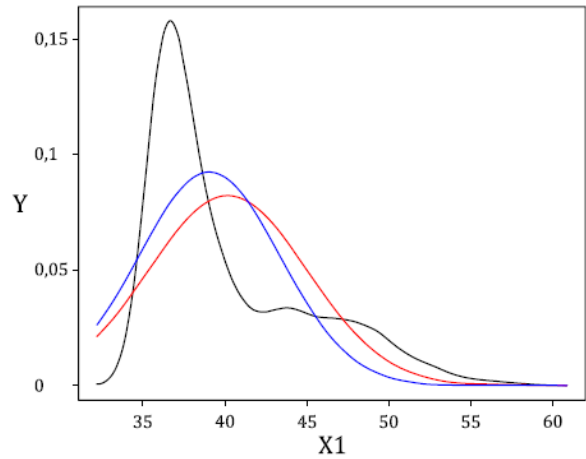
شکل پ-۷- مدل مرجع نرمال برازش شده به توزیع‌های توصیفگر خوشه با اندازه بزرگ

جدول پ-۳، عدم قطعیت مرتبط با سه پارامتر توصیفگر انتخابی برای داده‌های خوشه با اندازه متوسط جداسازی شده را نشان می‌دهد. شکل‌های پ-۸، الف تا پ، توزیع‌های برازش شده با داده‌های مرتبط را نشان می‌دهند. توزیع ECD عدم قطعیت $\approx 5\%$ دارد و داده‌ها به‌طور قابل ملاحظه‌ای به سمت چپ منحنی‌های مدل تک‌شیوه‌ای متمایل شدند. همانگونه که در شکل‌های پ-۷ و پ-۸ نشان داده شده است، این متمایل شدن به این دلیل است که داده‌ها برای پیک با اندازه متوسط حذف شده‌اند. همانگونه که قبلاً اشاره شد، از آزمایشگاه‌های همکار درخواست کرد تا فقط داده‌های مربوط به کسرهای بزرگ و کوچک را گزارش دهند. میانگین نسبت منظری دو خوشه با اندازه متوسط از نظر آماری کم‌تر از اندازه میانگین خوشه با اندازه

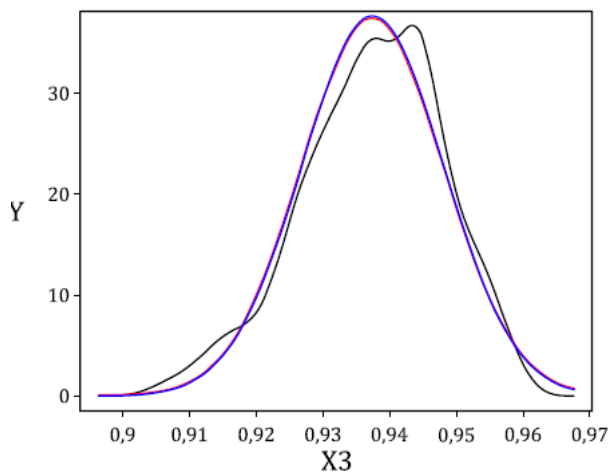
بزرگ است، یعنی میانگین‌ها بسیار بیش‌تر از دو انحراف معیار از هم دور هستند. همچنین میانگین یکپارچگی خوشه با اندازه متوسط از نظر آماری کم‌تر از میانگین یکپارچگی داده‌های خوشه با اندازه بزرگ است.

جدول پ-۳- داده خوشه با اندازه متوسط جداسازی‌شده- پارامترهای برازش‌شده برای میانگین و تغییرپذیری توزیع‌های ECD، نسبت منظری و یکپارچگی (۷۶۱ تصویر)- مدل مرجع نرمال

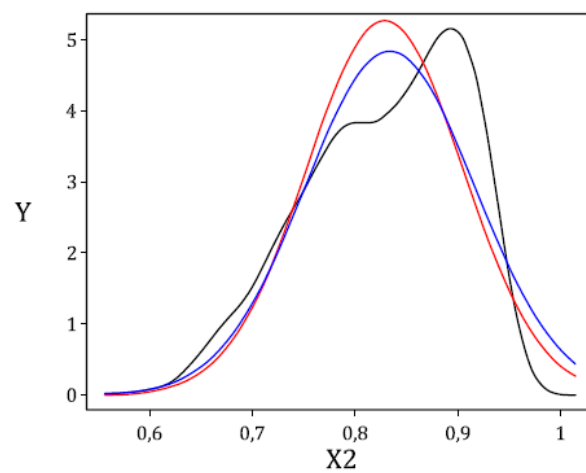
یکپارچگی		نسبت منظری		ECD Nm		نمونه
تغییرپذیری	میانگین	تغییرپذیری	میانگین	تغییرپذیری	میانگین	
۰٫۰۰۹۲	۰٫۹۴۰	۰٫۰۸۶۳	۰٫۸۳۱	۴٫۶۷	۳۹٫۳	D1S1
۰٫۰۱۰۸	۰٫۹۳۹	۰٫۰۹۶۹	۰٫۸۳۷	۵٫۸۳	۴۰٫۴	D1S2
۰٫۰۰۹۵	۰٫۹۳۶	۰٫۰۸۲۵	۰٫۸۲۷	۳٫۴۵	۳۸٫۴	D2S1
۰٫۰۰۹۵	۰٫۹۳۷	۰٫۰۶۸۸	۰٫۸۳۹	۳٫۳۵	۳۸٫۴	D2S2
۰٫۰۱۲۱	۰٫۹۳۴	۰٫۰۷۶۶	۰٫۸۴۵	۳٫۱۹	۳۸٫۴	D3S1
۰٫۰۱۱۴	۰٫۹۳۸	۰٫۰۸۹۵	۰٫۸۱۵	۵٫۳۲	۴۰٫۰	D3S2
۰٫۰۱۰۴	۰٫۹۳۸	۰٫۰۸۳۶	۰٫۸۳۲	۴٫۳۰	۳۹٫۲	متوسط
۰٫۰۰۱۲	۰٫۰۰۲۲	۰٫۰۰۹۷	۰٫۰۱۰۷	۱٫۱۳	۰٫۸۹۶	Stdev
۱۱٫۵	۰٫۲۳	۱۱٫۷	۱٫۲۸	۲۶٫۳	۲٫۲۹	Cv بر حسب %
۲۴٫۷	۰٫۵۰	۲۵٫۲	۲٫۷۷	۵۶٫۸	۴٫۹۵	U بر حسب %
۰٫۰۰۲۷	۰٫۰۰۴۷	۰٫۰۲۱۱	۰٫۰۲۳۰	۲٫۴۴	۱٫۹۴	U، مقدار



الف- توزیع ECD در حالت برازش شده



ب- توزیع یکپارچگی در حالت برازش شده



ب- توزیع نسبت منظری در حالت برازش شده

راهنما:

X₁ ECD بر حسب nm
X₂ نسبت منظری
X₃ یکپارچگی
Y توزیع چگالی هموار

— توزیع چگالی هموار داده‌ها
— برازش رگرسیون غیرخطی
— برازش احتمال بیشینه

شکل پ-۸- مدل مرجع نرمال برازش شده به توزیع‌های توصیفگر خوشه با اندازه متوسط

پ-۴ نتیجه‌گیری

آماره کولموگروف-سمیرنوف در تعیین تفاوت‌های دوه‌دو بین توزیع‌های تجمعی دو شیوه‌ای مؤثر است. این آماره نشان‌دهنده آن است که آیا دو مجموعه داده متفاوت است یا خیر و در ضمن بازه داده‌هایی را که در آن بیشینه تفاوت‌ها رخ می‌دهد، شناسایی می‌کند. این روش می‌تواند به پژوهشگران در رده‌بندی داده‌های خام بر اساس ارجحیت برای شناسایی اصلاحات بالقوه در پروتکل‌ها، یعنی مؤلفه‌هایی که می‌توانند منجر به تکرارپذیری، دقت میانی و/یا تجدیدپذیری بیشتر شوند، کمک کند.

داده‌های میکروسکوپی الکترونی حاصل از کسر بزرگ مخلوط ERM-FD102 ذرات سیلیکای کلوئیدی می‌تواند با استفاده از توصیفگر اندازه (ECD)، به خوشه‌های با اندازه بزرگ و متوسط جداسازی شوند. نمودارهای دومتغیره می‌توانند به دیداری‌سازی تفاوت‌ها در توصیفگرهای اندازه، کشامدی و زبری کمک کنند. این موضوع می‌تواند تمایز قائل‌شدن ریخت‌شناسی‌های خوشه را با نمایش آن‌که کدام توصیفگرها یکسان یا متفاوت هستند، بهبود بخشد. در این مورد دیداری‌سازی نیز تأیید می‌کند که برخی از ذرات با اندازه متوسط از داده‌ها حذف شده و در نظر گرفته نشده‌اند. پژوهشگران می‌توانند با ملاحظه این‌که آیا داده‌های اضافی موردنیاز است، تصمیم‌گیری کنند.

توزیع‌های نسبت منظری و یکپارچگی به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای بین این دو خوشه متفاوت هستند و می‌توانند به‌عنوان روشی برای تفاوت قائل‌شدن به‌کار روند. قابل‌ذکر است که نقطه کم‌تر بازه نسبت منظری برای خوشه با اندازه متوسط، $0.61 \sim$ ، به‌طور قابل‌ملاحظه‌ای کم‌تر از نقطه مشابه برای خوشه با اندازه بزرگ، $0.77 \sim$ است. این تفاوت‌های ریخت‌شناسی می‌تواند بیشتر بررسی شود.

پیوست ت
(آگاهی‌دهنده)
مخلوط شکل

ت-۱ مرجع

نمونه‌هایی که برای این پیوست ارزشیابی شد توسط مرکز ملی علم و فناوری نانوی پکن^۱ در چین فراهم شد و مشابه با GSB02-2994-2013، ماده استاندارد گواهی‌شده ملی در چین است. یک ILC به‌منظور توسعه گردش کار برای تفاوت قائل‌شدن نمونه‌ها استفاده شد.

ت-۲ پیشینه و اهداف طرح

نمونه‌ها با استفاده از فرایند سنتز به‌واسطه جوانه ساخته شدند، محصولات نانوذرات حاصل از چنین فرایندهایی اغلب حاوی مقادیر اندکی از ذرات جوانه هستند که مطابق با نظریه رشد نکردند. شکل ت-۱ یک مثال از قاب STEM را نشان می‌دهد که نانومیله‌ها و دیگر شکل‌هایی را که در این استاندارد اصطلاح «نانومکعب‌ها» برای آن‌ها به‌کار می‌رود، نمایش می‌دهد. به‌طور نمونه ریخت‌شناسی‌های نمونه نانومیله طلا روی محل‌های استقرار پلاسمون‌های سطحی طولی آن‌ها تأثیر می‌گذارد، پس ممکن است حذف «غیرنانومیله‌ها» از محصولات نهایی مطلوب باشد [50]. علاوه بر آن تعدادی ذره در این قاب در تماس با یکدیگر هستند. میزان ذرات در تماس با یکدیگر حین آنالیز داده‌ها می‌تواند توزیع‌های توصیفگر را در مقایسه با مجموعه‌های داده‌ای که از آن چنین هم‌تافت‌هایی^۲ حذف شده‌است، تحریف کند [26]. کاربران اغلب به‌روش‌های خودکار برای شناسایی، آنالیز و/یا حذف ذرات غیرموردنظر از مجموعه داده‌ها تمایل دارند.

یافته‌های کلیدی مطالعه در این پیوست چنین خلاصه‌شده‌اند:

- ۱- روشی برای شناسایی و جداسازی ذرات در تماس با یکدیگر (مصطلح «هم‌تافت‌ها») به زیربند ت-۳ ۱- مراجعه شود.
- ۲- روشی برای تفاوت قائل‌شدن بین ریخت‌شناسی‌های نمونه که برای تفاوت قائل‌شدن بین نمونه‌ها با خصایص عملکردی مختلف (نمونه ۱ و نمونه ۲) استفاده شد، به زیربند ت-۳-۲ مراجعه شود.

1- Beijing
2- Complexes

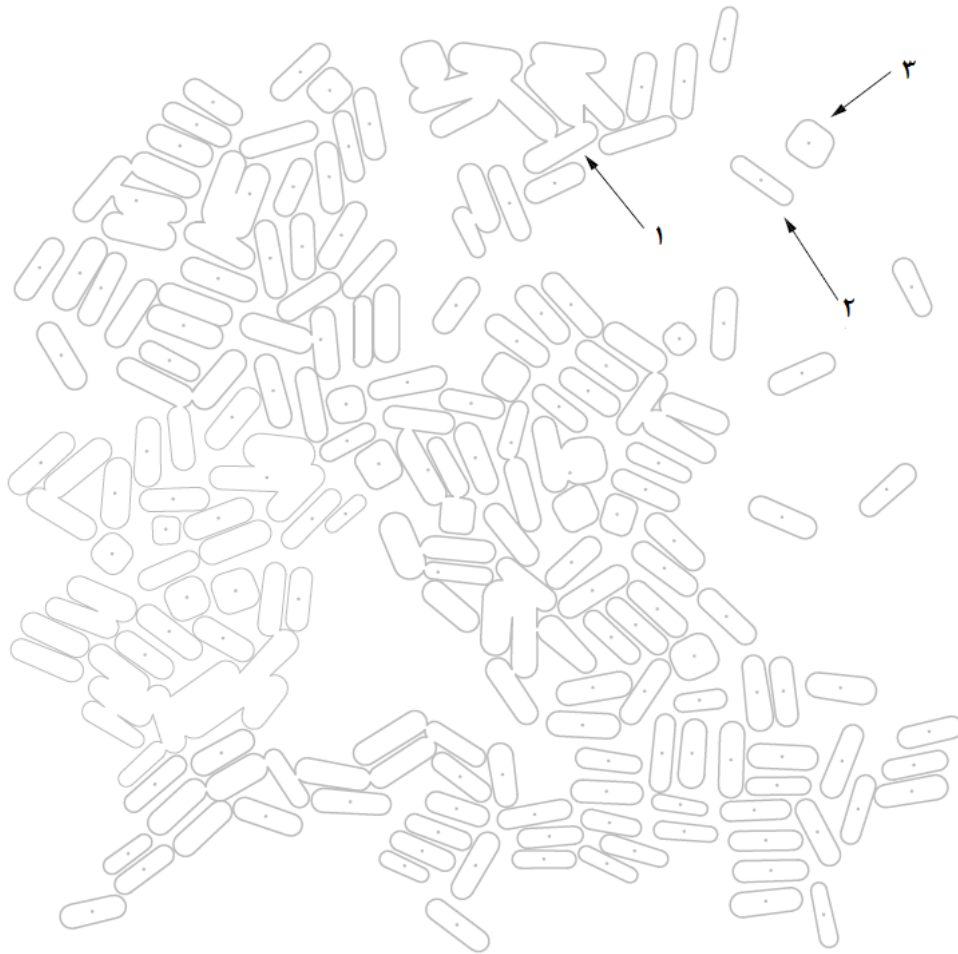


شکل ت-۱- تصویر STEM در چگالی بالا از نانومیله‌های طلای کلوئیدی

ت-۳ نکات برجسته

ت-۳-۱ روشی برای شناسایی و جداسازی هم‌تافت‌های ذرات در تماس با یکدیگر یک روش ابتکاری برای شناسایی توصیفگرها و بازه‌های توصیفگر که بین ذرات گسسته و در تماس با یکدیگر و نانومیله‌ها و نانومکعب‌ها تفاوت قائل می‌شود، توسعه یافت.

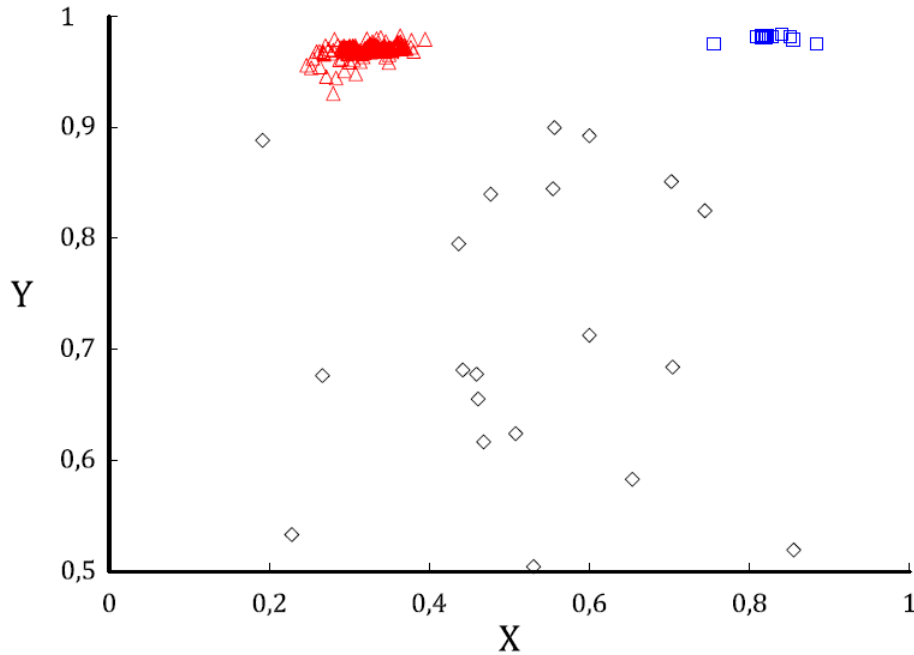
شکل ت-۲، طرح‌های کلی ذرات یک قاب خاص را نشان می‌دهد. در این تصویر، ۱۴۲ ذره با توجه به هم‌تافت بودن، نانومیله‌های گسسته و نانومکعب‌های گسسته دسته‌بندی شدند. تحلیل واریانس داده‌های یکپارچگی نشان‌دهنده این است که این توصیفگر می‌تواند بین ذرات گسسته و هم‌تافت تفاوت قائل شود. تحلیل واریانس داده‌های نسبت منظری نشان‌دهنده این است که توصیفگر می‌تواند بین نانومیله‌ها و نانومکعب‌ها تفاوت قائل شود. شکل ت-۳، نمودار دومتغیره یکپارچگی به صورت تابعی از نسبت منظری برای داده‌های شکل ت-۲ را نشان می‌دهد.



راهنما:

- ۱ ذرات در تماس با یکدیگر
- ۲ نانومیله گسسته
- ۳ نانومکعب گسسته

شکل ت-۲- طراحی طرح کلی ImageJ نانوذرات طلا روی پایه TEM [44]



راهنما:
 □ نانومکعب‌ها
 △ نانومیله‌ها
 ◇ ساختارهای هم‌تافت
 یادآوری - داده‌های شکل ت-۲.

X نسبت منظری
 Y یکپارچگی

شکل ت-۳- نمودار دو متغیره یکپارچگی بر حسب نسبت منظری

نانومیله‌های گسسته و نانومکعب‌ها، یکپارچگی‌های بزرگ‌تر از ۰٫۹، یعنی بی‌نظمی‌های سطح کمی دارند. هرچند، نسبت‌های منظری آن‌ها به‌طور واضحی متفاوت هستند. نسبت‌های منظری ذرات غیرنانومیله، بازه‌ای از ۰٫۷۵ تا ۰٫۹۵ دارند، درحالی‌که نانومیله‌ها خودشان نسبت منظری کم‌تر از ۰٫۵ دارند. ذرات هم‌تافت در تماس با یکدیگر، نسبت منظری در بازه ۰٫۲ تا ۰٫۸۵ داشتند ولی یکپارچگی آن‌ها کم‌تر از ۰٫۹۰ بود. ذرات هم‌تافت به‌وسیله دسته‌بندی توصیفگر یکپارچگی از مجموعه داده‌ها حذف شدند و تنها ذرات گسسته برای آنالیز نگه‌داشته شدند. نانومکعب‌ها به‌وسیله دسته‌بندی مقادیر نسبت منظری و نگه‌داشتن فقط داده‌های نانومیله از نانومیله‌ها جداسازی شدند. از آن‌جا که سطوح نانومکعب در سراسر مجموعه‌های داده از ۱٪ تا ۴٪ تغییر می‌کند، در این موارد توسعه آمارگان روی ریخت‌شناسی عملی نیست. نانومکعب‌های بیشتری نیاز است تا عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری معنادار برای این شکل‌ها، تصویر شود.

ت-۳-۲ تفاوت قائل شدن بین نمونه‌های نانومیله

جدول ت-۱ مقایسه تحلیل واریانس داده‌های میان آزمایشگاهی برای چندین توصیفگر شکل کشامدی و اندازه را نشان می‌دهد. واضح است میانگین اندازه و شکل مشابه نیستند تا بتوان بین نمونه‌ها تفاوت قائل شد. هرچند، اگر تغییرپذیری توزیع‌ها در نظر گرفته شود، ممکن است تفاوت‌ها مشخص شوند. توزیع‌ها، تغییرپذیری متفاوتی دارند، همانگونه که نمایش داده شده‌است، با روش کولموگروف-سمیرونوف به‌وسیله

نمودارهای چندک‌ها یا عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری، مقادیر میانگین کل، تغییرپذیری‌های نسبت منظری نمونه‌های ۱ و ۲ به ترتیب ۰٫۰۶۴۹ و ۰٫۰۴۰۶ هستند. عدم قطعیت‌های این مقادیر به ترتیب ٪ ۵٫۷ و ٪ ۳٫۰ هستند، پس حتی با در نظر گرفتن دو انحراف معیار بالا و پایین میانگین‌ها، تغییرپذیری‌های نسبت منظری از نظر آماری متفاوت از یکدیگر هستند.

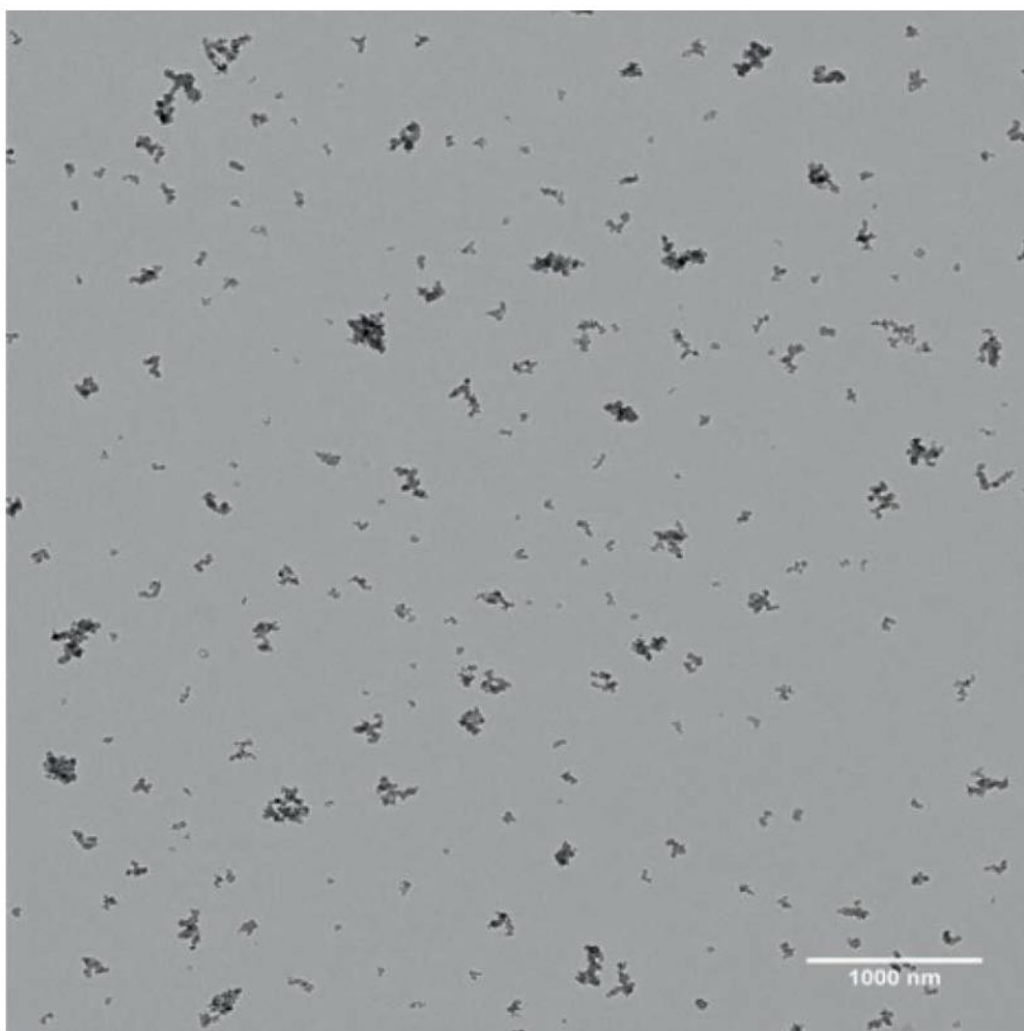
جدول ت-۱- مقادیر p مقایسه تحلیل واریانس توصیفگرها برای نمونه‌های ۱ و ۲ [44]

مقادیر p		توصیفگر
تغییرپذیری	میانگین	
<۰٫۰۰۱	۰٫۷۸۶	فِرْت
۰٫۰۱۸۸	۰٫۳۸۴	فِرْت کمینه
<۰٫۰۰۱	۰٫۰۹۶	نسبت منظری
<۰٫۰۰۱	۰٫۷۷۶	فشردگی

پیوست ث
(آگاهی‌دهنده)
انبوهه‌های بی‌شکل

ث-۱ مرجع

کربن سیاه ماده صنعتی متشکل از انبوهه‌های خوشه‌مانند (خوشه شبه-انگور ذرات انبوهیده) است. توزیع اندازه و ریخت‌شناسی انبوهه اغلب برای انتخاب کربن‌های سیاه برای کاربردهای ویژه به کار می‌رود. شرکت کابوت نمونه SRB8 (به شکل ث-۱ مراجعه شود) یک کربن سیاه مرجع ASTM را برای ILC انبوهه‌های کربن سیاه، تأمین کرد [45].



یادآوری - تأمین‌شده به‌وسیله شرکت کابوت.

شکل ث-۱- نمونه کربن سیاه خوشه‌مانند، SRB8

ت-۱ پیشینه و اهداف طرح

همانگونه که در شکل ت-۱ نشان داده شده است، شکل‌های گوناگونی از انبوهه برای کربن سیاه وجود دارد که به صورت کره‌وار، بیضی‌وار، شاخه‌دار و خطی دسته‌بندی شده‌اند. استاندارد ASTM D3849-14a [24] دو توصیفگر انبوهه، محیط انبوهه و مساحت انبوهه را برای آنالیز آن استفاده می‌کند. این توصیفگرها مبنای اندازه‌گیری را برای شش پارامتر مشتق شده، ارائه می‌دهند:

۱- قطر انبوهه معادل سطح؛

۲- فاکتور انبوهه؛

۳- اندازه (گره) ذره میانگین برای انبوهه تک؛

۴- حجم انبوهه؛

۵- حجم ذره؛

۶- تعداد ذرات در انبوهه.

در آزمون‌های چرخشی رابین قبلی، مشخص شد که این پروتکل نتایج ناسازگار می‌دهد که ممکن است از توصیفگرهای مرتبط با پارامتر انبوهه ناشی شده باشد. به دلیل طبیعت فرکتال انبوهه‌ها، اندازه‌گیری‌های محیط نسبت به مساحت‌های تصویر شده، به تفکیک‌پذیری تصویر بسیار حساس‌تر هستند. بنابراین برخی از سوالات کلیدی برای جامعه آماری کربن سیاه شامل موارد زیر است:

۱- تکرارپذیری‌ها/ تجدیدپذیری‌های اندازه‌گیری‌های توصیفگر اندازه و شکل انبوهه چه هستند؟

۲- چگونه شکل‌های مختلف انبوهه روی توزیع‌های توصیفگر تأثیر می‌گذارد؟

ت-۳ نکات برجسته

ت-۳-۱ عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری توصیفگرهای انبوهه کربن سیاه

عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری برای پارامترهای میانگین و تغییرپذیری مدل‌های مرجع برآزش شده به داده‌های توزیع محاسبه شد. جدول ت-۱ برآرودهای عدم قطعیت اندازه‌گیری برای توصیفگرهای شکل و اندازه رایج به اضافه توصیفگر مشتق شده به وسیله ASTM D3849-14a را ارائه می‌دهد (این توصیفگرها می‌توانند برای مقیاس‌دهی فرکتال مساحت-پایه تصویر شده استفاده شوند). مدل‌های توزیع لگاریتم نرمال، عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری کم‌تری را برای توصیفگرهای اندازه ارائه داد، درحالی‌که مدل‌های توزیع نرمال، عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری کم‌تری برای توصیفگرهای کشامدی و زبری شکل ارائه داد. میانگین‌های پارامتر اندازه (به جز محیط) عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری ۵٪ یا کم‌تری ارائه می‌دهد. کم‌ترین برآورد عدم قطعیت اندازه‌گیری را در میان میانگین اندازه، ECD دارد که تأیید می‌کند این توصیفگر انتخاب معمول برای توصیف اندازه انبوهه کربن سیاه است. میانگین‌های پارامتر کشامدی، عدم قطعیت‌های اندازه کم‌تر از ۴٪ دارند. پارامترهای میانگین یکپارچگی، عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری کم‌تر از ۷٪ دارند. استاندارد ASTM D3849-14a که میانگین‌های توصیفگر از آن مشتق شده است، عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری ۱۳٪

و بیشتر دارند؛ این توصیفگرها نمی‌توانند بنیان پایداری را برای همبستگی‌های توصیفگر، مانند آنالیز فرکتال ارائه دهند.

جدول ت-۱- میانگین‌های کل و تغییرپذیری‌های کل برای توصیفگرهای انبوه کربن سیاه [45]

توصیفگر	مدل مرجع	میانگین مدل	تغییرپذیری مدل	U _{ILC} میانگین	U _{ILC} تغییرپذیری
اندازه					
مساحت برحسب nm ²	LN	۷,۷۵ (۲۳۱۰)	۱,۰۴	۴,۴۶٪	۸,۷۷٪
محیط برحسب nm	LN	۵,۵۲ (۲۴۹)	۰,۶۹۶	۹,۰۹٪	۲۸,۷٪
فِرِت برحسب nm	LN	۴,۳۹ (۸۰,۹)	۰,۵۸۶	۳,۳۵٪	۶,۴۹٪
فِرِت کمینه برحسب nm	LN	۳,۹۴ (۵۱,۵)	۰,۵۷۰	۴,۴۱٪	۶,۱۸٪
ECD برحسب nm	LN	۳,۹۷ (۵۲,۹)	۰,۵۵۲	۱,۶۰٪	۸,۷۹٪
کشامدی					
نسبت منظری	N	۰,۶۴۲	۰,۱۳۳	۲,۶۴٪	۷,۱۴٪
فشرده‌گی	N	۰,۶۷۳	۰,۱۰۰۹۸	۳,۲۴٪	۱۴,۷٪
زبری					
دایره‌ای بودن	N	۰,۴۸۵	۰,۲۱۲	۲۲,۹٪	۱۷,۱٪
یکپارچگی	N	۰,۷۶۶	۰,۱۱۲	۶,۳۷٪	۱۷,۸٪
ASTM D3849-14a					
d _p برحسب nm	LN	۲,۸۹ (۱۸,۱)	۰,۴۶۵	۱۲,۹٪	۲۷,۳٪
v _p برحسب nm ³	LN	۸,۰۳ (۳۰,۷۷)	۱,۳۷	۱۴,۰٪	۲۷,۳٪
N	LN	۲,۸۷ (۱۷,۶)	۱,۷۰	۳۰,۵٪	۹,۳۰٪

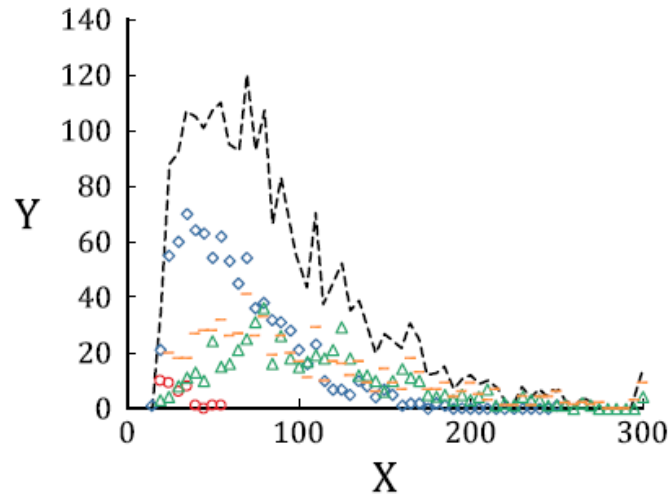
راهنما:
 LN = مدل توزیع لگاریتم نرمال (مقدار داخل براکت‌ها تابع نمایی مقدار میانگین است)
 N = مدل توزیع نرمال
 d_p = اندازه ذره میانگین برای یک انبوه تک
 v_p = حجم ذره
 N = تعداد ذرات (گره‌ها) در انبوه

ت-۳-۲- بازهم‌گذاری^۱ توزیع‌های توصیفگر با استفاده از ۴ جامعه آماری انبوه‌شکل

درهم‌پیچیدگی مجموعه‌های داده انبوه می‌تواند با استفاده از گردش کار تعریف‌شده [45] [51] به‌وسیله شکل باز شود. یکبار دیگر همه داده‌ها به‌صورت کره‌وار، بیضی‌وار، شاخه‌دار و خطی دسته‌بندی شده‌اند. توزیع‌های توصیفگر می‌توانند از مشارکت اجزاء شکل انبوه گوناگون بازسازی شوند. شکل‌های ت-۲ و ت-۳ بازسازی توزیع‌های قطر فِرِت و نسبت منظری از جوامع آماری شکل انبوه را نشان می‌دهند. پیک‌های اصلی توزیع قطر فِرِت به انبوه‌های بیضی‌وار آن مرتبط است. توزیع نسبت منظری چند شیوه‌ای است. انبوه‌های خطی بیش‌ترین سهم را در مقادیر پایین نسبت‌های منظری انبوه دارند درحالی‌که انبوه‌های

1- Re-assembled

بیضی‌وار بیش‌ترین سهم را در نسبت‌های منظری بالاتر دارند. بازکردن درهم‌پیچیدگی توزیع‌ها به‌وسیله شکل می‌تواند اطلاعات ارزشمندی در مورد مطالعه موردی کربن سیاه ویژه ارائه دهد.

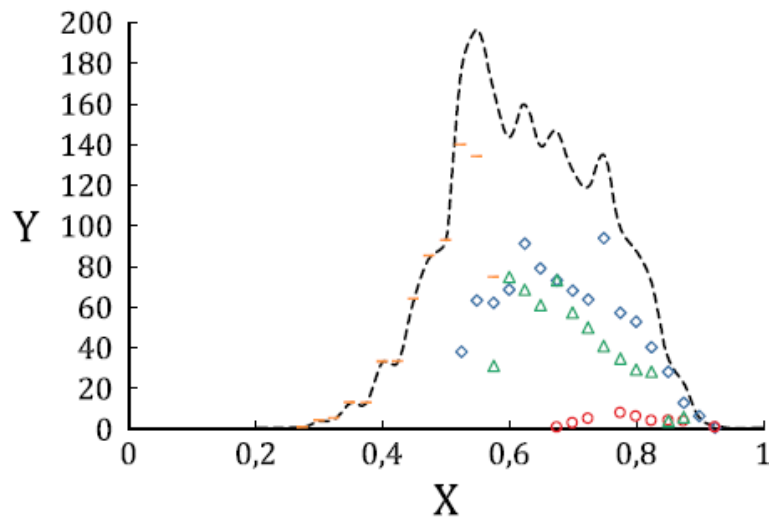


راهنما:

X فِرِت برحسب nm
Y شمارش

○ انبوه‌های کره‌وار
◇ انبوه‌های بیضی‌وار
△ انبوه‌های شاخه‌دار
— انبوه‌های خطی

شکل ث-۲- سهم دسته‌های انبوهه در توزیع فِرِت



راهنما:

X فِرِت برحسب nm
Y شمارش

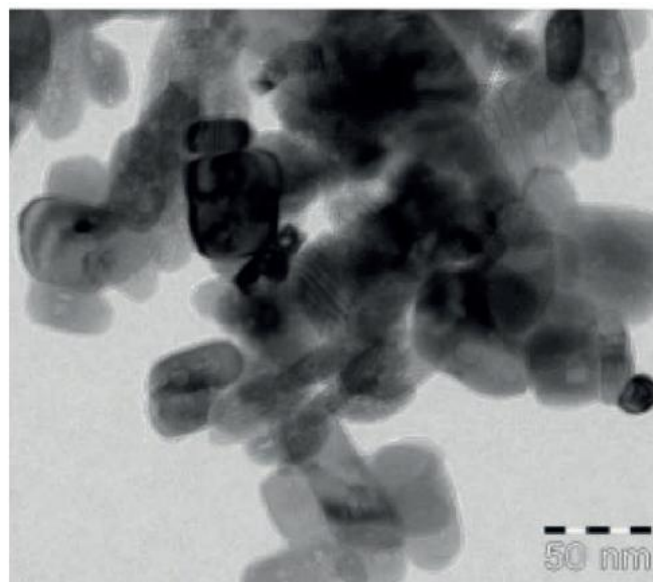
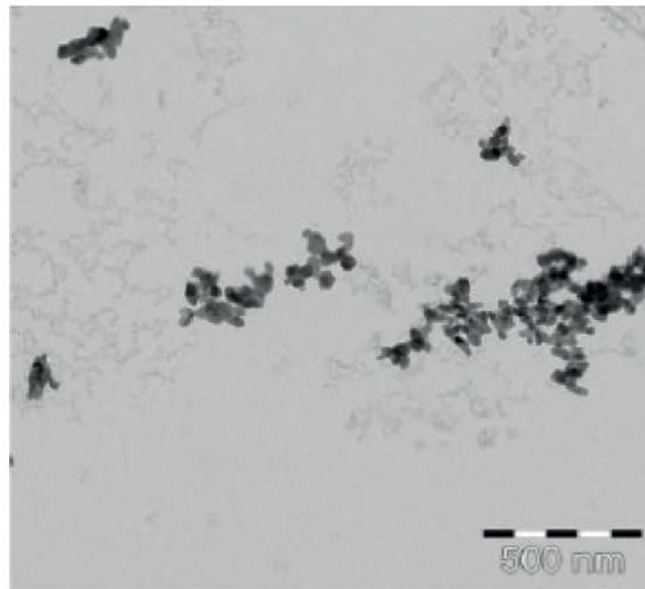
○ انبوه‌های کره‌وار
◇ انبوه‌های بیضی‌وار
△ انبوه‌های شاخه‌دار
— انبوه‌های خطی

شکل ث-۲- سهم انبوهه‌های کره‌وار، بیضی‌وار، شاخه‌دار و خطی در توزیع نسبت منظری

پیوست ج
(آگاهی‌دهنده)
انبوه‌های نانوبلورین

ج-۱ مرجع

یک نمونه تجاری پودر تیتانیا (MT-500BW، روتایل) به وسیله شرکت تایکا^۱ تأمین شد. شکل ج-۱، یک نمونه از انبوه‌ها و یک تصویر نزدیک‌تر از بلورک‌های اولیه انبوهیده را نشان می‌دهد.



شکل ج-۱- پراکنه آبی تیتانیا خشک‌شده روی پایه TEM

1- Tyca

ج-۲ پیشینه و اهداف طرح

تعدادی از کاربردهای تیتانیا که به تازگی پیشنهاد شده‌است مرتبط با اندازه‌های بلورک‌های اولیه در انبوه‌ها هستند. در این مورد طرح کلی دستی نانوبلورک‌ها برای تعیین توزیع اندازه آن‌ها استفاده می‌شود. درحالی‌که اصطلاح «ذره اولیه» [54] برای توصیف اجزای منفردی که در انبوه‌های تیتانیا با یکدیگر ادغام شده‌اند، استفاده شده‌است. «بلورک اولیه» اصطلاح دقیق‌تری است، زیرا مرزهای دانه بین این شاخصه‌ها وجود دارد [55]. جزئیات طرح کلی دستی در جایی دیگر ارائه می‌شود [53].

ج-۳ نکات برجسته

ج-۳-۱ تاثیرات فاکتورهای پروتکل بر کیفیت داده‌های بلورک

هفت فاکتور پروتکل برای تعیین تاثیرات آن‌ها روی کیفیت داده‌ها ارزشیابی می‌شوند که عبارتند از: آزمایشگاه، نوع دستگاه، تعداد ذرات گزارش شده، تعداد قاب‌های گزارش شده، روش کالیبراسیون، تفکیک‌پذیری (پیکسل بر نانومتر) و نرم‌افزار آنالیز تصویر. برای توصیف‌گرهای اندازه، ECD و قطر فرت، تحلیل واریانس روش کالیبراسیون مقدار p بزرگ‌تر از ۰٫۰۵ را به دست می‌دهد. این موضوع نشان می‌دهد که روش کالیبراسیون روی کیفیت داده‌ها در سراسر ILC برای این توصیفگر تأثیر نمی‌گذارد. به صورت مشابه، نرم‌افزار مورد استفاده برای تصویربرداری روی متغیرهای فرت، فرت کمینه، ECD و نسبت منظری ($p > 0.05$) تأثیری ندارد. برای همه توصیف‌گرهای اندازه، مقادیر TEM بزرگ‌تر از مقادیر STEM بود (تفاوت‌ها در بازه از ۴٪ تا ۷٪ بود). فاکتورهای باقی‌مانده به آزمایشگاه‌ها بستگی داشتند و نمی‌توان بین تاثیرات مجزای آن‌ها تفاوت قائل شد.

ج-۳-۲ مدل کردن توصیف‌گرهای اندازه بلورک اولیه با استفاده از توزیع‌های لگاریتم نرمال به بهترین

وجه

ج-۳-۲-۱ کلیات

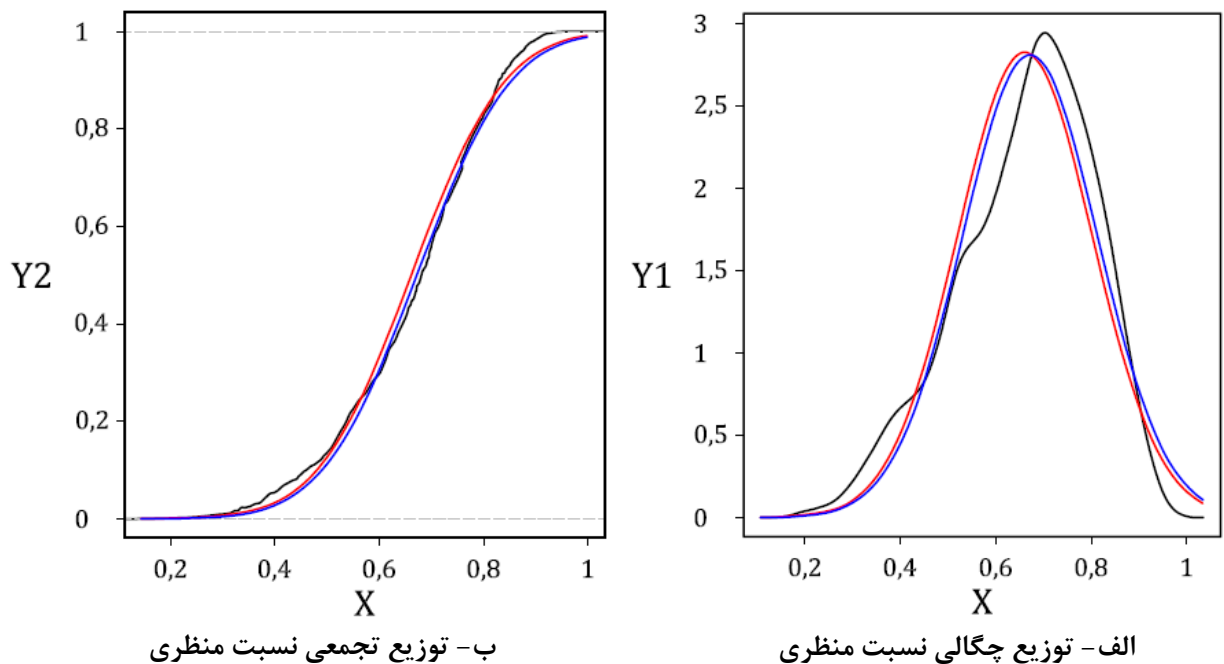
توصیف‌گرهای اندازه نانوبلورک‌های تیتانیا با استفاده از توزیع‌های لگاریتم نرمال نسبت به توزیع‌های نرمال به بهترین وجه مدل می‌شوند. جدول ج-۱ مقادیر میانگین و تغییرپذیری را برای هر توزیع به کار برده شده روی داده‌های ECD نشان می‌دهد. پارامترهای میانگین و تغییرپذیری برازش شده برای توزیع نرمال، عدم قطعیت اندازه‌گیری به ترتیب ۲۳٪ و ۳۱٪ دارند. هرچند، پارامترهای تغییرپذیری و میانگین برازش شده برای توزیع لگاریتم نرمال به ترتیب عدم قطعیت‌های ۹٫۵٪ و ۲۲٪ دارند. مدل مرجع لگاریتم نرمال ارجحیت خواهد داشت، زیرا U_{ILC} آن کم‌تر از نصف U_{ILC} مدل نرمال است.

جدول ج-۱- عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری پارامترهای برازش شده ECD، توزیع‌های نرمال و لگاریتم نرمال

Ln(ECD) (لگاریتم نرمال) بر حسب (nm)		ECD (نرمال) nm		توصیفگر
تغییرپذیری	میانگین	تغییرپذیری	میانگین	
۰,۳۱۸	۳,۵۸	۱۲,۹	۳۹,۸	متوسط کل
۰,۰۳۳	۰,۱۶۱	۱,۸۸	۴,۱۲	انحراف معیار کل، ILC
۱۰,۵	۴,۴۹	۱۴,۶	۱۰,۳	C_v بر حسب %
۲۲	۹,۵	۳۱	۲۲	U_{ILC} بر حسب %

ج-۳-۲-۲ تکمیل مقادیر عدم قطعیت اندازه‌گیری به وسیله دیداری‌سازی‌های داده‌ها

توزیع نرمال یا توزیع وایبول می‌تواند برای برازش داده‌های نسبت منطری استفاده شود. شکل ج-۲ نشان می‌دهد که توزیع نسبت منطری برای داده‌های آزمایشگاه یک توزیع چندشیوه‌ای است.

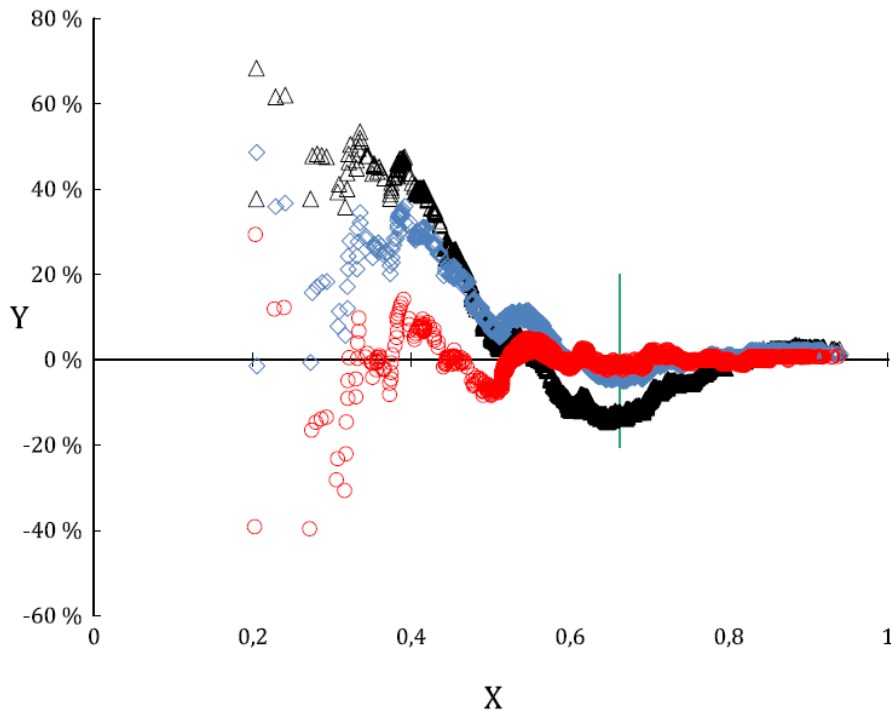


راهنما:

- توزیع چگالی هموار داده‌ها
- برازش رگرسیون غیرخطی
- برازش احتمال بیشینه
- X_1 نسبت منطری
- Y_1 بافت‌نگاشت هموارتر
- Y_2 توزیع تجمعی

شکل ج-۲- توزیع‌های تجمعی و چگالی نسبت منطری (آزمایشگاه یک)

مدل دوشیوه‌ای می‌تواند به این داده‌ها برازش شود: این برازش نیاز به پنج پارامتر برازش‌شده دارد. شکل ج-۳، نمودارهای انحراف باقی‌مانده برای برازش نرمال تک‌شیوه‌ای، برازش وایبول تک‌شیوه‌ای و برازش وایبول دو شیوه‌ای به داده‌های نسبت منظری را نشان می‌دهد. برای داده‌های این آزمایشگاه، نمودار انحراف باقی‌مانده نشان‌دهنده این است که توزیع وایبول نسبت به توزیع نرمال مرجح است و آن که توزیع وایبول دوشیوه‌ای به داده‌های بازه بسیار بزرگ‌تری از نسبت‌های منظری برازش می‌شود. مقدار میانگین نسبت منظری به صورت خط عمودی قرمز نشان داده شده‌است. مدل‌های وایبول تک‌شیوه‌ای و دوشیوه‌ای در نزدیکی مقدار میانگین داده‌ها به داده‌ها نزدیک‌تر هستند و برازش وایبول دوشیوه‌ای در بازه وسیع‌تری نسبت به هر دو مدل دیگر به داده‌ها نزدیک‌تر است.



راهنما:

Δ	توزیع نرمال	X	نسبت منظری
\diamond	توزیع وایبول	Y	انحراف باقی‌مانده نسبی برحسب %
\circ	وایبول دوشیوه‌ای		
	میانگین نسبت منظری		

شکل ج-۳ - برازش‌های نرمال، وایبول و وایبول دوشیوه‌ای به توزیع نسبت منظری (آزمایشگاه یک)

پیوست چ

(آگاهی‌دهنده)

نانوالیاف با سطوح مقطع نامنظم

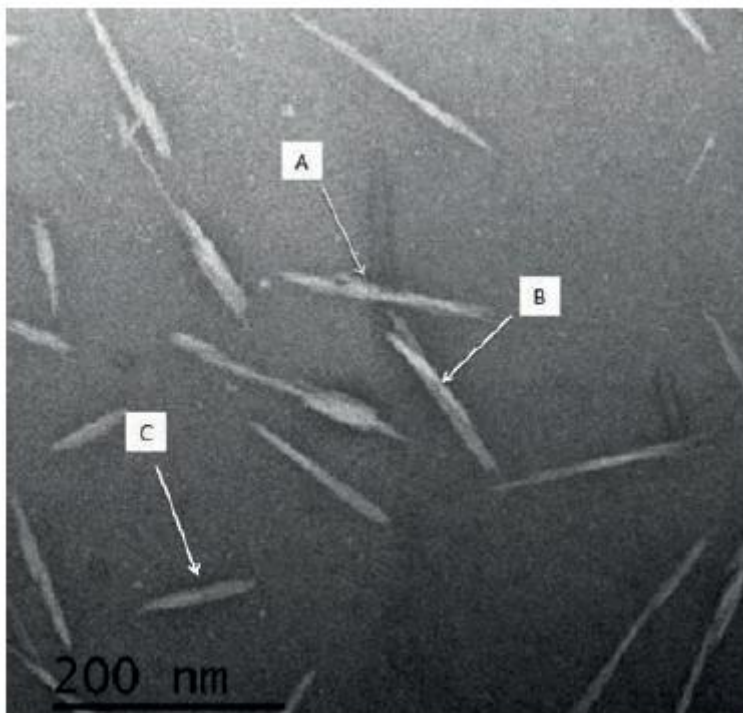
چ-۱ مرجع

نمونه‌های ارزشیابی‌شده برای این پیوست، نانوبلورهای سلولزی (CNCs)^۱ توسط شورای تحقیقات ملی کانادا (NRC) فراهم شده و برپایه یک ماده مرجع گواهی‌شده است [46]. همه روش‌های اجرایی درون سازمان توسعه یافته و آزموده شد [56] و تعدادی نمونه تجاری از این مواد در دسترس است [57].

چ-۲ پیشینه و اهداف طرح

این ماده تجاری (تهیه‌شده توسط شرکت سلوفورس، ویندسور کیوسی)^۲ به‌وسیله آب‌کافت^۳ اسیدسولفوریک خمیر کاغذ سوزنی برگان^۴ و خالص‌سازی با خنثی‌سازی (خنثانش)، تبادل سدیم، خالص‌سازی و خشکانش افشانه‌ای^۵ تولید شد. گروه‌های سطحی باردار منفی روی سطح باقی می‌مانند، ولی آن‌ها می‌توانند به پایدارسازی تعلیق‌های کلوئیدی آبی کمک کنند. گزارش شده‌است که نانوبلورهای سلولزی سولفات‌ه نسبت‌های میانگین طول/پهنا ۱۱ به ۱۲ دارند [58] که متناظر با نسبت منظری ۰٫۰۸۳ به ۰٫۰۹۱ است. از آنجایی که نواحی سلولزی بی‌شکل حین فرایند آب‌کافت اسیدی تخریب می‌شوند [59]، نانوالیاف می‌توانند با سفتی^۶ بلوری [60] و مدول محوری بالا^۷ به‌خوبی بلورین شوند. همانگونه که در شکل چ-۱ نشان داده شده‌است، نانوبلورهای سلولزی این نمونه اغلب دوبعد در نانومقیاس دارند (پهنای در بازه ۱ nm تا ۱۰۰ nm) و طول‌های ۱۰۰ nm و بلندتر که تعریف نانوالیاف را برآورده می‌کند (به زیربند ۳-۶-۹ مراجعه شود). برخلاف نانومیل‌های طلا (به پیوست ت مراجعه شود) که پهنای یکنواخت، عمود بر محور طول خود دارند، نانوبلورهای سلولزی پهنای نامنظمی در امتداد محور طول خود دارند.

1- Cellulose NanoCrystals
2- CelluForce Inc. Windsor QC
3- Hydrolysis
4- Softwood pulp
5- Spray drying
6- Stiffness
7- High axial moduli



راهنما:

شیء A انبوهه یا کلوخه نانوبلور سلولزی محتمل

شیء B کلوخه دو نانولیف گسسته

شیء C نانولیف نانوبلور سلولزی گسسته

شکل چ-۱- الیاف نانوبلوری سلولزی

کاربردهای نانوبلورهای سلولزی به توزیع‌های اندازه و شکل، ریخت‌شناسی استوانه‌ای، صلبیت^۱ و گروه‌های سطحی [59] مرتبط هستند. الیاف ناپیوسته مانند نانوبلورهای سلولزی، کاربردهایی در نانوچندسازه‌ها و پراکنه‌های کنترل‌کننده گرانشی^۲ خواهند داشت؛ هر دوی این کاربردها تحت‌تأثیر طول و نسبت منظری لیف قرار خواهند گرفت. بنابراین توصیف‌گرهای اندازه مطلوب، طول (فرت) و پهنا (فرت کمینه) به‌علاوه نسبت منظری هستند. مساحت و محیط نیز می‌توانند مفید باشند ولی در این پیوست در نظر گرفته نشده‌اند. اندازه‌گیری‌های بی‌نظمی سطح در نظر گرفته نشده‌اند، زیرا این اندازه‌گیری‌ها می‌توانند بسته به این که ردیابی تصویر چگونه انجام می‌شود، بین کاروران به‌طور وسیعی تغییر کند.

کلوخگی، تباین نانولیف/پس‌زمینه و تفاوت‌های مقیاس بین طول و پهنا، چالش‌های خودکارسازی را نشان می‌دهند. نانوبلورهای سلولزی در پراکنه‌های آبی تمایل به کلوخه‌ای شدن و ایجاد هم‌تافت‌های ذره در تماس با یکدیگر دارند که جداسازی آن‌ها به لیفچه‌های مجزا از طریق روش‌های خودکار، دشوار است. همانگونه که در شکل چ-۱ نشان داده شده‌است، لیف A دو شاخه به‌نظر می‌رسد، لیف B کلوخه‌ای از دو لیف به‌نظر می‌رسد و لیف C لیف گسسته است که ممکن است یک لیفچه اولیه باشد [58]. نمونه‌هایی روی توری با

1- Rigidity
2- Viscosity

یک محلول استات اورانیل^۱ ۲٪ رنگانه‌زنی شده تا تباین بین نانوالیاف و پس‌زمینه را بهبود دهد. هرچند، تباین‌ها بین نانولیف و پس‌زمینه هنوز کم است، پس مهم است که روش‌های طرح کلی به‌صورت دستی در نظر گرفته شود. این تصاویر با استفاده از چهار روش آنالیز شده‌اند:

- ۱- ماکرو ImageJ رایج (موسسه‌های ملی بهداشت)؛
- ۲- ردیابی دستی تصویر با استفاده از ابزار چندضلعی ImageJ؛
- ۳- ردیابی دستی با استفاده از ابزار شکل رایگان ImageJ؛
- ۴- ردیابی دستی با پهناهای سطح مقطعی.

با ماکرو ImageJ رایج (روش ۱) طول در یک خط مستقیم بین دورترین نقاط اندازه‌گیری شد و پهنا به‌طور نمونه در نقطه وسط این طول اندازه‌گیری شد. هنگامی که لیف به‌وضوح نامتقارن است، پهنای آن در پهن‌ترین نقطه اندازه‌گیری شد [56]. ابزار چندضلعی (روش ۲) پس از دوتایی کردن تصویر استفاده شد، درحالی‌که ابزار ردیابی شکل رایگان (روش ۳) می‌تواند روی تصویر به محض دریافت استفاده شود. با روش ۴، یک محور طول تعیین و اندازه‌گیری می‌شود و یک مجموعه پهنا سطوح مقطع انتخاب شده و پهناهای متغیر در امتداد محور طول را نمایش می‌دهد.

چون نسبت‌های منظری از مرتبه ۰/۱۰ هستند، به‌منظور بهبود اندازه‌گیری پهنا، هر روش به تصویر بزرگ‌نمایی شده به عامل ۴ نیاز دارد. هدف اصلی این مطالعه در نظر گرفتن موضوع کیفیت داده‌ها با اندازه‌گیری طول و پهنا روی جامدات با نسبت منظری کم است. بنابراین فقط الیافی که به‌وضوح به‌صورت گسسته شناسایی می‌شوند، همچون نانولیف C در شکل چ-۱، آنالیز می‌شوند.

چ-۳ نکات برجسته

چ-۳-۱ کلیات

کاربردهای جاری و آتی نانوبلورهای سلولزی (CNCs) برپایه توزیع‌های اندازه، شکل کشامدی و شکل زبری خواهد بود. روش اول آنالیز به دو مورد اول اشاره دارد ولی به بی‌نظمی سطحی اشاره نمی‌کند. روش دوم و سوم آنالیز نیاز به ردیابی دستی دارد که در آن تفاوت کاروراز می‌تواند منجر به تجدیدپذیری ضعیفی شود. داده‌های آنالیز از دو آزمایشگاه با توجه به تکرارپذیری و تجدیدپذیری ارزشیابی شد. از این دو توصیفگر اندازه، قطر فرت بهترین تکرارپذیری را داشت. توزیع‌های فرت کمینه و نسبت منظری تجدیدپذیری کم‌تری داشت. این ممکن است مزیت ریخت‌شناسی استوانه‌ای این ماده گواهی‌شده مرجع را برای بهبود عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری، از بین ببرد.

چ-۳-۲ کیفیت داده‌ها

تکرارپذیری توصیفگر به‌وسیله مقایسه مقادیر توصیفگر میانگین هر تصویر با میانگین کل برای همه تصاویر ارزشیابی شد. آزمایشگاه ۱ روش ۱ را با دو کارور مختلف روی همه تصاویر (کارور ۱) و یک زیرمجموعه از

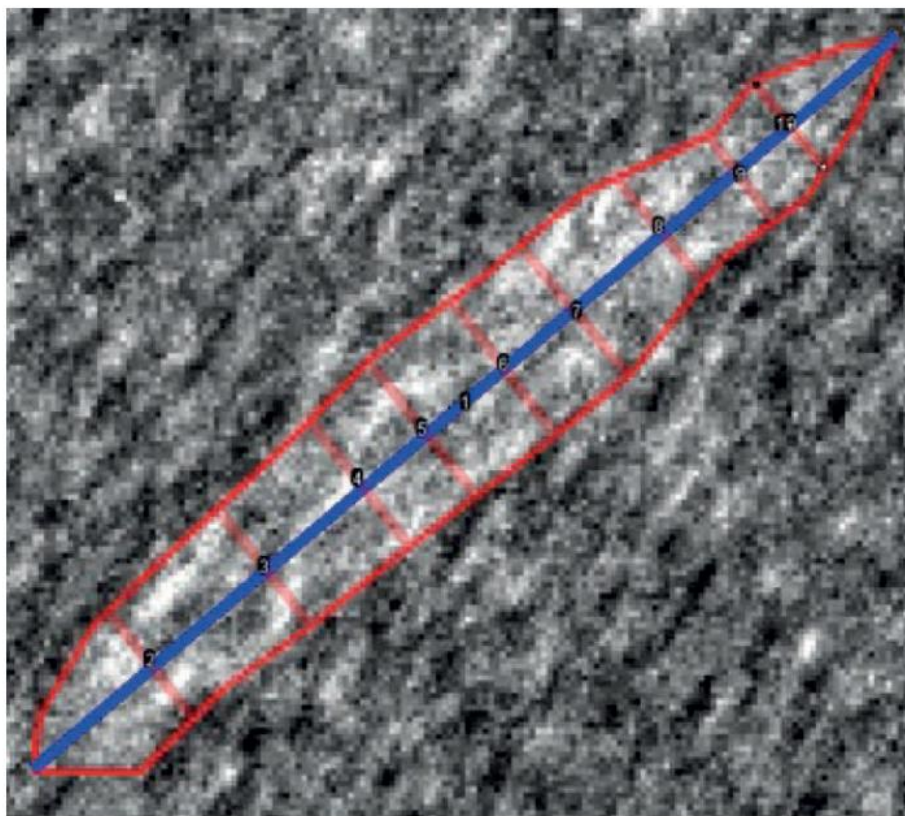
1- $U_2O(CH_3COO)_2$

همه تصاویر (کارور ۲) استفاده کرد. آزمایشگاه ۲، یک کارور با استفاده از روش‌های ۲ و ۳ روی یک زیرمجموعه از تصاویر را استفاده کرد. نتایج در جدول چ-۱، ارائه شده است. ستون دوم جدول چ-۱، تعداد تصاویر آنالیز شده و تعداد کل نانوالیاف گزارش شده را نشان می‌دهد. ستون‌های ۳ تا ۵، مقادیر p تحلیل واریانس برای مجموعه داده و تعدادی از تصاویر با میانگین‌های متفاوت از میانگین کل را نشان می‌دهند. همه مجموعه داده‌ها تکرارپذیری خوبی ($p > 0.05$) از توصیفگر قطر فرت نشان دادند.

جدول چ-۱- تکرارپذیری توصیفگر

مقادیر p - تحلیل واریانس، تصاویر با میانگین متفاوت از میانگین کل		تصاویر آنالیز شده؛ نانوالیاف گزارش شده	مجموعه داده
فرت کمینه	فرت		
$5e^{-8}$ ؛ ۱۶	۰٫۵۰۱؛ ۲	۱۱۲؛ ۵۹۷	آزمایشگاه ۱، کارور ۱، روش ۱ (L1O1)
۰٫۰۰۲؛ ۳	۰٫۳۰۷؛ ۲	۴۰؛ ۱۰۶	آزمایشگاه ۱، کارور ۲، روش ۱ (L1O2)
$3e^{-5}$ ؛ ۱۶	۰٫۲۴۸؛ ۳	۴۰؛ ۱۰۲	آزمایشگاه ۲، روش ۲ (L2M2)
۰٫۰۱۰؛ ۳	۰٫۶۲۴؛ ۲	۴۰؛ ۲۳۲	آزمایشگاه ۲، روش ۳ (L2M3)
یادآوری- مقادیر p تحلیل واریانس < 0.05 به صورت پررنگ هستند.			

توجه کنید مجموعه‌های داده، توصیفگر فرت کمینه با تکرارپذیری بالا داشت. از آنجاکه نسبت منظری با استفاده از بُعد فرت کمینه برای پهنا حساب می‌شود، برآوردهای تکرارپذیری نسبت منظری نیز کم بود. طول و نسبت منظری به طور معمول برای کاربردهای نانوسازه و پراکنه مفید است، بنابراین، توسعه یک روش بهبودیافته برای برآورد پهناهای نانوبلور سلولزی مهم است. یک روش برای این کار در شکل چ-۲ شرح داده شده است. در این روش نانوبلور سلولزی نامتقارن ردیابی می‌شود، طول اندازه‌گیری شده و یک مجموعه از پهناهای سطح مقطع «میله‌ها» رسم و اندازه‌گیری می‌شود تا پهناهای میانگین برآورد شود. پهناهای میانگین، برپایه اندازه‌گیری‌های عمود بر محور طول، یک برآورد خوب برای نسبت منظری ارائه می‌دهد. جدول چ-۲، برآورد پهناهای میانگین نانوبلور سلولزی بر پایه اندازه‌گیری‌های سطح مقطعی را نشان می‌دهد. اندازه‌گیری طول برای این ذره نانوبلور سلولزی 60.3 nm است در حالی که قطر فرت گزارش شده 9.4 nm است. نسبت منظری محاسبه شده با استفاده از طول و مقدار فرت کمینه حدود 28% بزرگ‌تر از پهناهای سطح مقطع میانگین است.



راهنما:

طرح کلی قرمز
خط آبی
خطوط سطح مقطع قرمز
ردیابی چندضلعی
اندازه‌گیری طول
اندازه‌گیری پهنا چندتایی

شکل چ-۲- نانوبلور سلولزی با ردیابی چندضلعی، اندازه‌گیری طول و اندازه‌گیری‌های چندتایی پهنا

جدول چ-۲- پهنای متوسط نانوبلور سلولزی بر پایه اندازه‌گیری‌های سطح مقطع

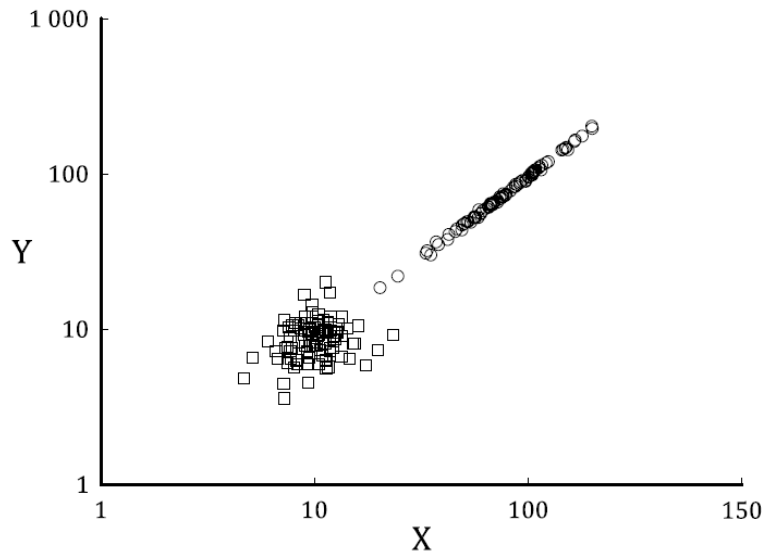
پهنا nm	تعداد سطح مقطع
۶٫۹	۱
۷٫۴	۲
۸٫۲	۳
۸٫۶	۴
۸٫۶	۵
۸٫۷	۶
۶٫۹	۷
۵٫۲	۸
۵٫۷	۹
۷٫۴	پهنای متوسط

چ-۳-۳ مقایسه‌های توصیفگرهای اندازه برای ردیابی چندضلعی و آنالیز سطح مقطع

بردار فرت کمینه شناسایی شده به وسیله ImageJ ضرورتاً عمود بر محور طول نبوده و برآورد خوبی برای پهنا ارائه نمی‌دهد. شکل چ-۳، داده‌های توصیفگر اندازه گرفته شده با روش‌های ردیابی چندضلعی و اندازه‌گیری سطح مقطعی برای ۱۰۰ لیف نانوبلور سلولزی را مقایسه می‌کند. همانگونه که در فرمول (چ-۱) نشان داده شده است، قطرهای فرت، F ، همبستگی بسیاری با اندازه‌گیری‌های طول، L ، دارند.

$$L = 0.95 F \quad (\text{چ-۱})$$

مقدار R^2 آن برابر ۰.۹۹۷ است. هرچند، پهناهای سطح مقطعی با اندازه‌گیری فرت کمینه همبستگی ندارند.



راهنما:

- همبستگی بین اندازه‌گیری‌های طول و فرت
- همبستگی بین اندازه‌گیری‌های پهنا و فرت کمینه
- X فرت یا فرت کمینه برحسب nm
- Y طول یا پهنا برحسب nm

شکل چ-۳-۳- مقایسه توصیفگرهای طول و پهنا

یک نانولیف می‌تواند به صورت یک مستطیل مدل شود. مساحت دوبرعی آن، A ، همانگونه که در فرمول (چ-۲) نشان داده شده است، به دست می‌آید:

$$A = L \cdot W \quad (\text{چ-۲})$$

که در آن:

- L طول نانولیف است؛
- W پهناهای سطح مقطعی متوسط است.

محیط آن، p ، همانگونه است که در فرمول (چ-۳) نشان داده شده است.

$$p=2.(L+W) \quad (\text{چ-۳})$$

اگر مقادیر مساحت و محیط یک نانولیف ویژه معلوم باشد، مقادیر طول و پهنا می‌توانند با حل معادلات درجه دوم برای L و W برآورد شوند. مقادیر طول و پهنا در فرمول‌های (چ-۴) و (چ-۵) نشان داده شده است:

$$L = \frac{\frac{p}{2} + 2\sqrt{\left(\frac{p}{2}\right)^2 - 4 \cdot A}}{2A} \quad (\text{چ-۴})$$

$$W = \frac{\frac{p}{2} - 2\sqrt{\left(\frac{p}{2}\right)^2 - 4 \cdot A}}{2A} \quad (\text{چ-۵})$$

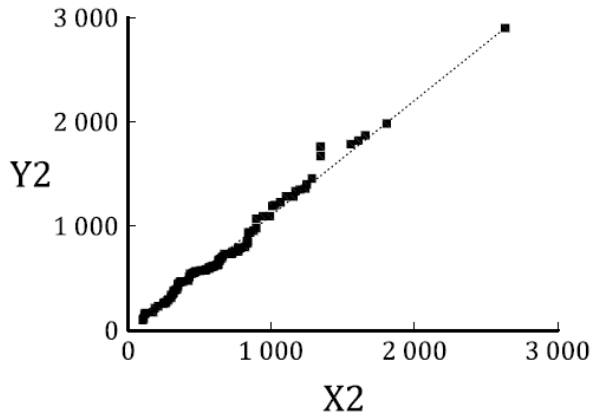
این فرمول‌ها روی یک مجموعه داده از ۱۰۰ نانولیف که به وسیله روش‌های ردیابی چندضلعی و مساحت سطح مقطعی اندازه‌گیری شدند، به کار برده شده‌اند. شکل چ-۴، محیط اندازه‌گیری به وسیله ردیابی چندضلعی و محیط برآورد شده با استفاده از فرمول (چ-۳) و داده‌های طول/پهنا از روش مساحت سطح مقطعی را مقایسه می‌کند. هر دو مقدار محیط و مساحت به صورت خطی بین روش ردیابی چندضلعی و برآوردها از روش مساحت سطح مقطعی، همبستگی خطی دارند. همبستگی محیط به صورت زیر برآورد می‌شود:

$$\text{محیط چندضلعی} \times 0,987 = \text{محیط برآورد شده با مقدار } R^2 \text{ برابر } 0,992$$

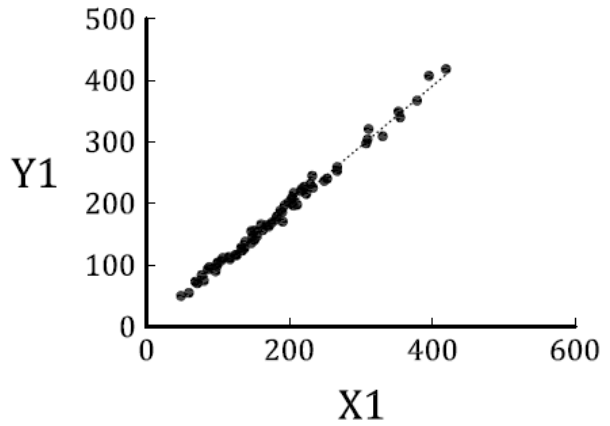
همبستگی مساحت به صورت زیر برآورد می‌شود:

$$\text{محیط چندضلعی} \times 1,10 = \text{مساحت برآورد شده با مقدار } R^2 \text{ برابر } 0,986$$

توزیع نسبت منظری نمونه نانوبلور سلولزی در شکل چ-۵ نشان داده شده است و به وسیله توزیع نرمال به خوبی تعریف شده است.



ب- همبستگی مساحت

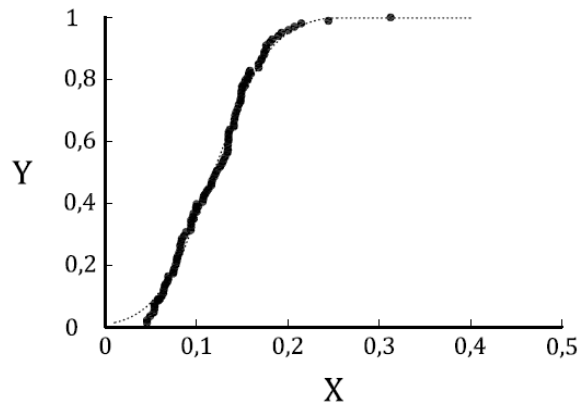


الف- همبستگی محیط

راهنما:

●	محیط نقاط منفرد	X1	محیط بر حسب nm
■	مساحت نقاط منفرد	Y1	محیط برآوردشده بر حسب nm
—	همبستگی	X2	مساحت چندضلعی بر حسب nm^2
		Y2	مساحت برآوردشده بر حسب nm^2

شکل چ-۴- همبستگی محیط ردیابی چندضلعی اندازه‌گیری شده و محیط پهنای سطح مقطعی برآوردشده



راهنما:

●	داده	X	نسبت منظری
—	توزیع نرمال	Y	توزیع تجمعی

شکل چ-۵- داده‌های نسبت منظری و توزیع نرمال

پیوست خ

(آگاهی‌دهنده)

نانوذرات با نمودهای ویژه بلور

خ-۱ هدف

نانومواد بلورین ممکن است ریخت‌شناسی‌های سه‌بعدی یا نمودهای ویژه بلور داشته باشند. به‌تازگی نشان داده شده‌است هنگامی که شکل نانوذرات غیرکره‌وار باشند، کار آنالیزی اندازه‌گیری توزیع‌های اندازه و شکل چالش برانگیزتر است [53] [61].

این مواد می‌توانند به‌عنوان نمونه‌های مرجع گواهی‌شده برای اندازه و شکل در نظر گرفته شوند. این پیوست مثال‌هایی از داده‌های اندازه و شکل میکروسکوپی الکترونی حاصل از چنین مواردی را ارائه می‌دهد.

خ-۲ پیشینه و اهداف طرح

تیتانیا دوهرمی دارای گوشه‌های مسطح برای این مطالعه انتخاب شد. نمونه به‌وسیله سنتز هیدروترمال^۱ در مقیاس آزمایشگاهی و آناتاز خالص بدون هرگونه پوشش اضافی تولید شد [47]. شکل خ-۱ تصویر TEM نانوذرات آماده‌شده روی توری TEM مسی پوشش داده‌شده با کربن، بعد از پراکنش ۲ mg پودر TiO₂ در ۲۰ ml از HClO₄ و ۵ دقیقه عمل‌آوری فراصوت است. ۲ µl تعلیق مایع روی توری TEM چکانده شد و پس از یک دقیقه مایع اضافه با یک دستمال حذف شد. آنچه به شکل افزوده شده^۲، نمودهای ویژه بلور تیتانیا دوهرمی دارای گوشه‌های مسطح را نشان می‌دهد. آزمایشگاه‌ها حداقل ۵۰۰ ذره با مقدار دایره‌ای بودن کمتر از ۰٫۷ را گزارش دادند. این محدودیت با آزمودن سناریوهای گوناگون مربوط به این فرض پایه تعیین شد که تیتانیای دوهرمی چیده‌شده روی پایه پوش‌برگ^۳، به‌وضوح از دایره‌های کامل انحراف دارد که دایره‌ای بودن آن برابر یک است.

در این پیوست، داده‌ها از یک ILC سازماندهی‌شده به‌وسیله موسسه فدرال مواد و آزمون (BAM)^۴ تحت سنجه VAMAS [41] گزارش می‌شود. موسسه فدرال مواد و آزمون برای هر آزمایشگاه دو توری TEM (آماده‌شده از دسته تولید یکسان) و پروتکل‌هایی برای تصویرگیری و آنالیز ذره را فراهم کرد. این پیوست به چهار چالش اندازه‌گیری اشاره دارد:

۱- انتخاب مدل‌های مرجع برای توصیف‌گرهای اندازه (فرت و فرت کمینه) و شکل کشامدی (نسبت منظری) و عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری برای پارامترهای برازش‌شده این مدل‌های مرجع، به زیربند خ-۳-۱ مراجعه شود.

1- Hydrothermal

2- Insert

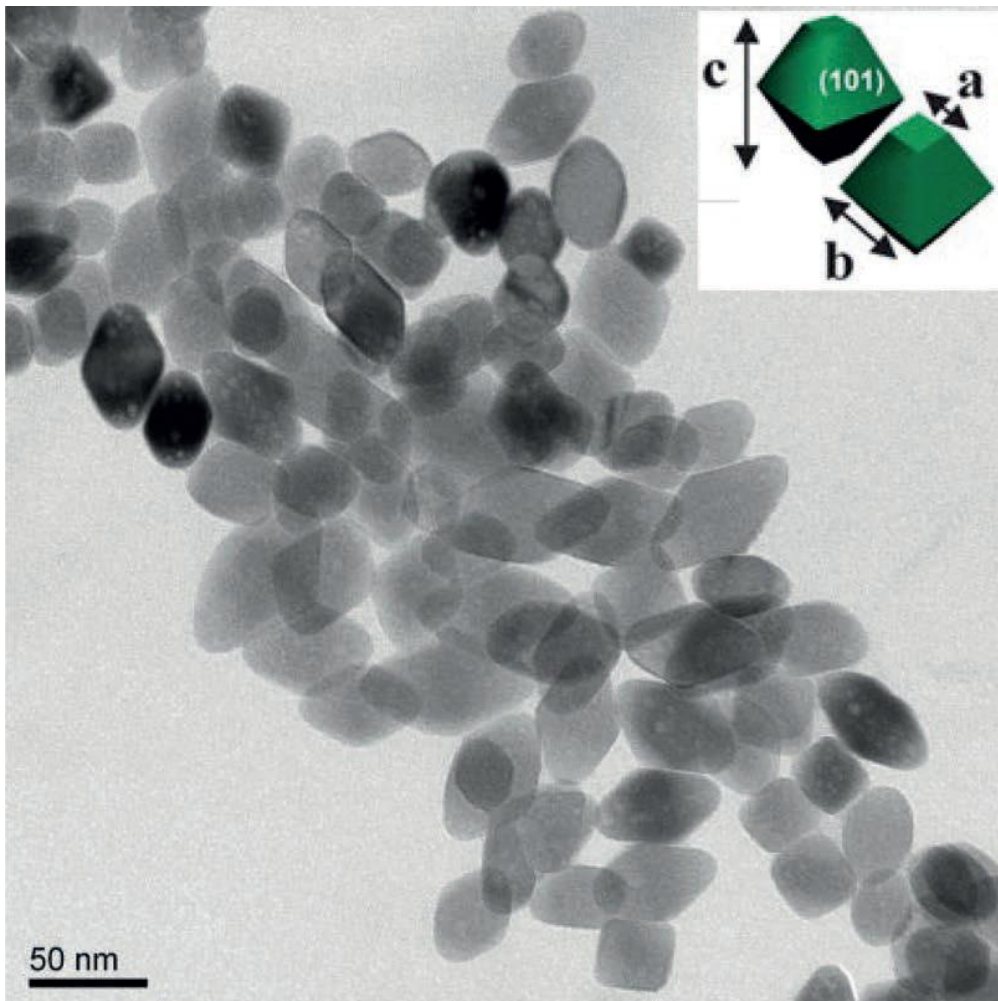
3- Foil

4- Bundesanstalt für Materialforschung und-Prüfung

۲- مقایسه توزیع اندازه و شکل گرفته شده به وسیله سه نوع دستگاه مختلف، یعنی TEM، STEM در میکروسکوپی الکترونی روبشی (در این پیوست «TSEM» نامیده می شود) و miniTEM، به زیربند خ-۳-۲ ظ مراجعه شود.

۳- مقایسه توزیع های اندازه و شکل برای ذرات معین در تصویر یکسان اندازه گیری شده توسط کاربران مختلف، به زیربند خ-۳-۳ مراجعه شود.

۴- مقایسه داده ها برای یک توری که چندین بار آزموده شد، به زیربند خ-۳-۴ مراجعه شود.



شکل خ-۱- تصویر TEM نانوذرات تیتانیا دوهرمی آماده شده روی توری TEM مسی پوشش داده شده با کربن

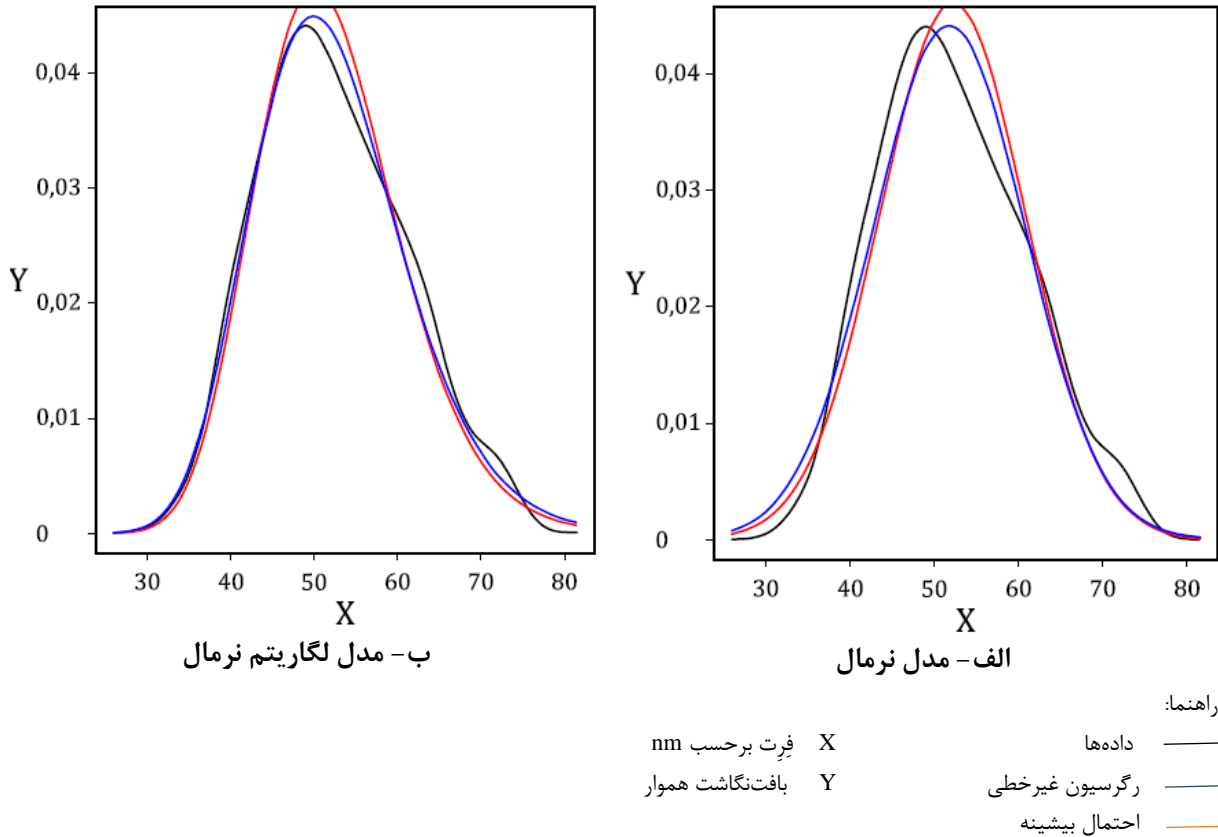
[47]

خ-۳ نکات برجسته

خ-۳-۱ مدل های مرجع و عدم قطعیت های توصیفگرهای اندازه و شکل کشامدی

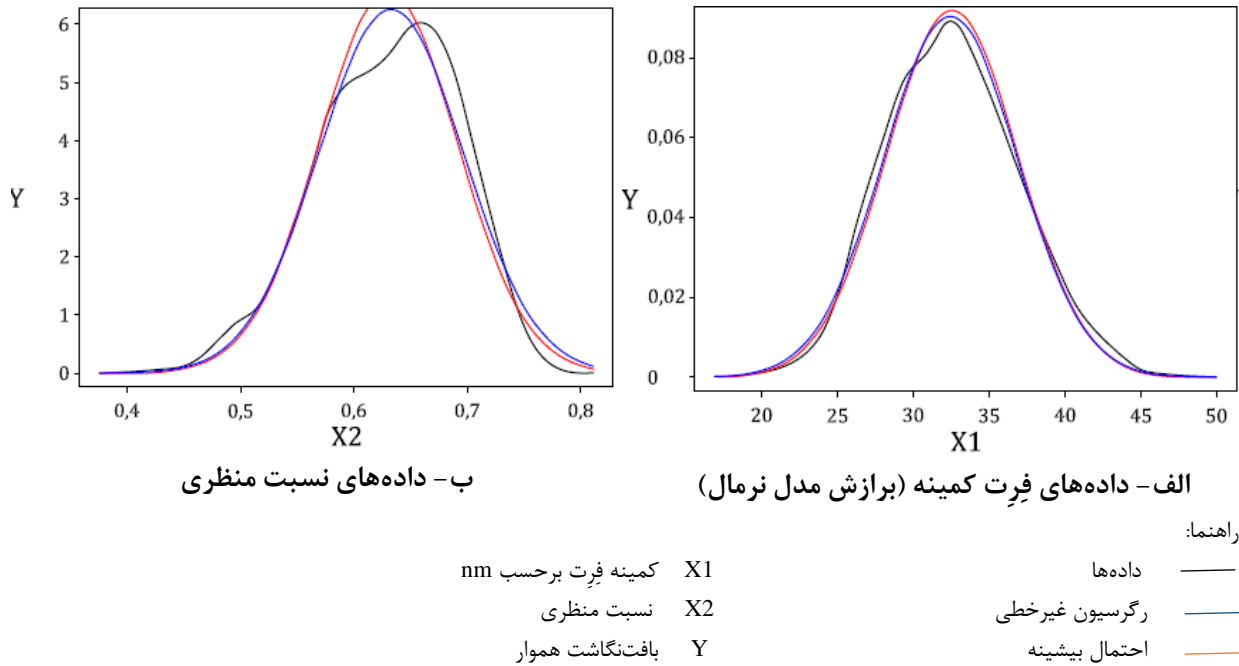
گزارش های گواهی جاری، بر متوسط های حسابی توصیفگرهای ویژه و انحرافات استاندارد آن ها برای محاسبه عدم قطعیت های اندازه گیری مرتبط با نمونه تکیه دارد [36] [38]. این زیربند برازش های مدل های مرجع نرمال و لگاریتم نرمال به توزیع های فِرت، فِرت کمینه و نسبت منظری را نشان می دهد. مدل های لگاریتم

نرمال نسبت به مدل‌های نرمال اغلب نمایش بهتری از توزیع‌های اندازه ارائه می‌دهند: این مدل‌ها موردی است که در این بخش ارائه شده است. شکل خ-۲ هر دو مدل برازش شده به داده‌های فرت آزمایشگاه ۱۵ را نشان می‌دهد.



شکل خ-۲- داده فرت (آزمایشگاه ۱۵)

توزیع فرت به خصوص برای مقادیر بزرگ‌تر از میانگین آن چندشیوه‌ای است. مدل لگاریتم نرمال تقریب دیداری نزدیک‌تر را به داده‌های هموار، به خصوص نزدیک پیک توزیع چگالی، ارائه می‌دهد. همچنین بافت‌نگاشت‌های مشابه برای توزیع‌های فرت کمینه، به شکل خ-۳ الف مراجعه شود، نشان می‌دهد که مدل لگاریتم نرمال از نظر دیداری برای این توصیفگر اندازه ارجحیت دارد. مدل نرمال برای توزیع نسبت منظری ارجحیت دارد، به شکل خ-۳، ب، مراجعه شود. زیرا مدل‌های لگاریتم نرمال و وایبول پارامترهای برازش شده با عدم قطعیت‌های بسیار بالاتری دارند.



شکل خ-۳- بافت‌نگاشت‌های هموار (آزمایشگاه ۱۵)

جدول خ-۱ پارامترهای برازش شده برای توزیع‌های توصیفگر فِرِت، فِرِت کمینه و نسبت منظری را برای ۱۴ آزمایشگاه، دسته‌بندی شده با توجه به نوع دستگاه، نشان می‌دهد. پارامترهای فِرِت به ترتیب برای میانگین و تغییرپذیری، عدم قطعیت‌های 3.38% و 18.5% دارند. عدم قطعیت‌ها برای میانگین و تغییرپذیری پارامترهای فِرِت کمینه به ترتیب 2.56% و 24.3% هستند. عدم قطعیت‌های میانگین و تغییرپذیری نسبت منظری (بر پایه مدل توزیع نرمال) به ترتیب 10.2% و 19.7% هستند. برای مقایسه، عدم قطعیت‌های پارامترهای مدل نرمال برای توصیفگر اندازه یکسان در جدول ۲ نشان داده شده است. در مدل نرمال، عدم قطعیت‌های مقادیر میانگین در مقایسه با توزیع لگاریتم نرمال، به‌طور قابل ملاحظه‌ای بیشتر است. هرچند عدم قطعیت‌های تغییرپذیری برای این دو مدل مشابه هستند. بنابراین توصیفگرهای اندازه فِرِت و فِرِت کمینه با استفاده از توزیع‌های لگاریتم نرمال به بهترین وجه مدل می‌شوند. میانگین کل و انحراف معیار برای همه توصیفگرهای فِرِت (8.9 ± 52.4 nm) است. درحالی که میانگین و انحراف معیار توصیفگر فِرِت کمینه (9.5 ± 32.9 nm) است. این مقادیر به پارامترهای برازش شده در جدول خ-۲، نشان داده شده به‌عنوان سطر متوسط، بسیار شبیه هستند.

جدول خ-۱- مقادیر پارامترهای برازش شده برای مدل های فِرت، فِرت کمیته و نسبت منظری

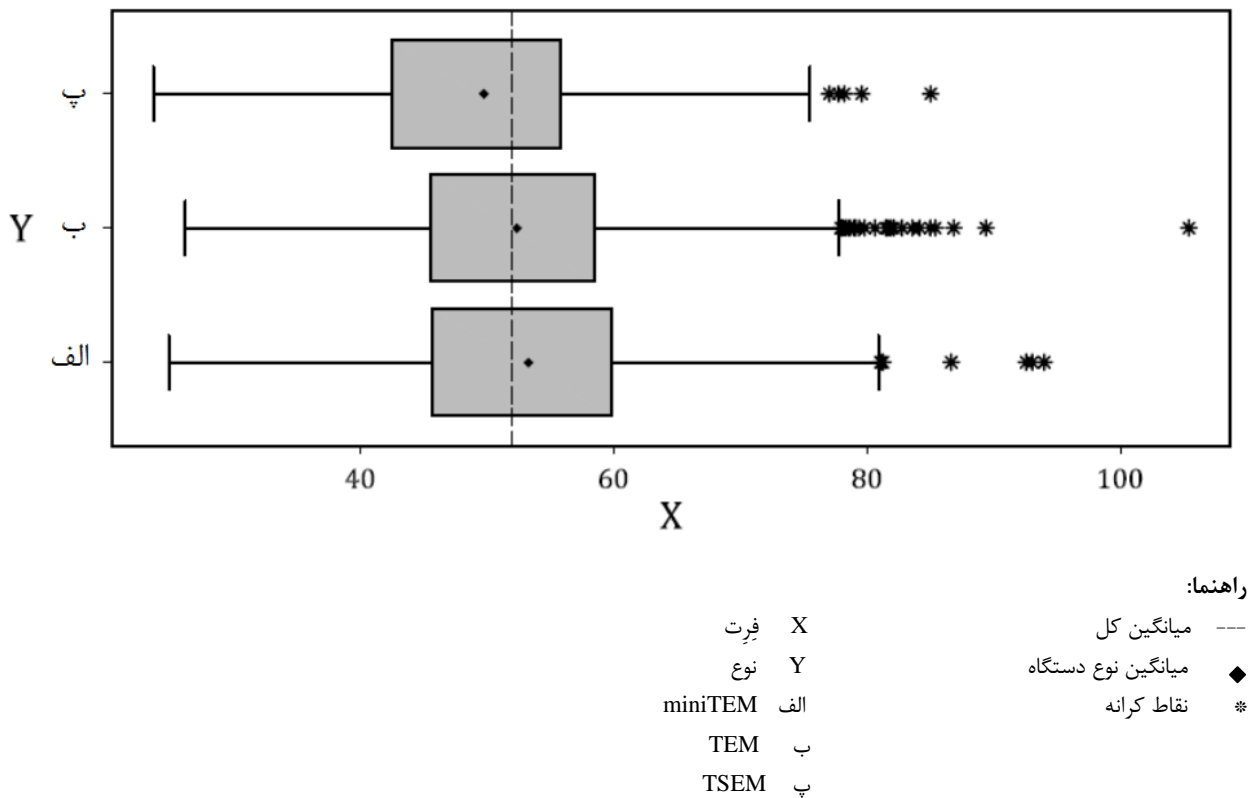
نرمال		لگاریتم نرمال		لگاریتم نرمال		نوع	آزمایشگاه
نسبت منظری		فِرت کمیته		فِرت			
تغییر پذیری	میانگین	تغییر پذیری	میانگین	تغییر پذیری	میانگین		
۰٫۰۶۱۹	۰٫۶۵۲۰	۰٫۱۱۲۷	۳٫۴۹۲	۰٫۱۷۰۶	۳٫۹۲۴	TSEM	الف ۱
۰٫۰۶۶۸	۰٫۶۵۶۳	۰٫۱۸۰۲	۳٫۴۶۸	۰٫۲۰۹۷	۳٫۸۹۵	TSEM	۳
۰٫۰۵۱۹	۰٫۶۸۵۳	۰٫۱۱۹۷	۳٫۳۹۳	۰٫۱۷۶۰	۳٫۷۷۲	TSEM	۶
۰٫۰۵۸۴	۰٫۶۶۳۸	۰٫۱۳۶۱	۳٫۵۳۱	۰٫۱۸۰۴	۳٫۹۲۷	miniTEM	الف ۹
۰٫۰۶۷۸	۰٫۶۴۲۹	۰٫۱۳۹۱	۳٫۵۳۱	۰٫۲۰۰۱	۳٫۹۷۳	miniTEM	ب ۹
۰٫۰۵۷۶	۰٫۶۲۵۱	۰٫۱۲۶۷	۳٫۵۰۹	۰٫۱۵۲۴	۳٫۹۹۰	TEM	الف ۱۸
۰٫۰۶۵۶	۰٫۶۵۲۹	۰٫۱۳۳۰	۳٫۴۴۲	۰٫۱۶۹۴	۳٫۸۷۹	TEM	ب ۱۸
۰٫۰۶۳۸	۰٫۶۳۲۹	۰٫۱۳۶۶	۳٫۴۷۷	۰٫۱۷۵۴	۳٫۹۴۱	TEM	۱۵
۰٫۰۷۶۹	۰٫۶۳۷۱	۰٫۱۳۱۱	۳٫۵۰۴	۰٫۱۷۱۲	۳٫۹۶۱	TEM	۱۰
۰٫۰۶۵۳	۰٫۵۴۷۷	۰٫۱۴۴۰	۳٫۴۹۹	۰٫۱۸۹۹	۳٫۹۲۷	TEM	۱۷
۰٫۰۶۵۴	۰٫۶۵۶۹	۰٫۱۴۵۰	۳٫۴۲۴	۰٫۱۹۴۵	۳٫۸۵۲	TEM	الف ۱۱
۰٫۰۶۸۰	۰٫۶۵۰۷	۰٫۱۴۹۳	۳٫۴۹۰	۰٫۱۸۹۰	۳٫۹۲۹	TEM	ب ۱۱
۰٫۰۵۷۸	۰٫۶۳۴۴	۰٫۱۲۶۹	۳٫۵۳۵	۰٫۱۵۶۲	۳٫۹۹۷	TEM	۱۴
۰٫۰۶۷۲	۰٫۶۱۹۶	۰٫۱۲۹۳	۳٫۵۲۸	۰٫۱۸۸۰	۴٫۰۱۷	TEM	پ ۱۸
۰٫۰۶۴	۰٫۶۴۰	۰٫۱۳۶	۳٫۴۹	۰٫۱۸۰	۳٫۹۳	متوسط	
۰٫۰۰۶۱	۰٫۰۳۱۴	۰٫۰۱۶۰	۰٫۰۴۳۱	۰٫۰۱۶۱	۰٫۰۶۴۱	Stdev	
۹٫۵۴	۴٫۹۱	۱۱٫۷	۱٫۲۴	۸٫۹۵	۱٫۶۳	C_v بر حسب %	
۱۹٫۷	۱۰٫۲	۲۴٫۳	۲٫۵۶	۱۸٫۵	۳٫۳۸	U_{ILC} بر حسب %	

جدول خ-۲- آمارگان پارامترهای برازش شده مدل های نرمال برای توزیع های فِرت و فِرت کمیته

نرمال				آماره
فِرت کمیته		فِرت		
تغییر پذیری	میانگین	تغییر پذیری	میانگین	
۴٫۴۵	۳۲٫۸	۹٫۱۳	۵۱٫۲	متوسط
۰٫۵۳۸	۱٫۳۵	۰٫۹۰۰	۳٫۱۹	Stdev
۱۲٫۱	۴٫۱۳	۹٫۸۶	۶٫۲۴	C_v بر حسب %
۲۵٫۰	۸٫۵۴	۲۰٫۴	۱۲٫۹	U_{ILC} بر حسب %

خ-۳-۲ مقایسه داده‌های گرفته‌شده با سه نوع دستگاه مختلف (miniTEM و TSEM، TEM)

جدول خ-۱ شامل داده‌های گرفته‌شده به وسیله دستگاه‌های TEM، TSEM و miniTEM است. تحلیل واریانس نشان می‌دهد که آیا میانگین‌های توصیفگر مجموعه‌های داده ویژه مشابه با میانگین کل توصیفگر همه مجموعه‌های داده هستند یا خیر. شکل خ-۴ نمودارهای جعبه‌ای این مجموعه داده‌ها را نشان می‌دهد. مقدار p برای این مجموعه دستگاه‌ها کم‌تر از ۰/۰۵ است؛ میانگین‌های مجموعه‌های داده مجزا متفاوت از میانگین کل است. نتایج مشابه برای تحلیل واریانس توصیفگرهای فِرِت کمینه و نسبت منظری، به وسیله نوع دستگاه رخ می‌دهند.



شکل خ-۴- نمودارهای جعبه‌ای تحلیل واریانس برای توصیفگرهای فِرِت (برحسب nm) گزارش شده به وسیله سه نوع دستگاه (miniTEM و TSEM، TEM)

برای ۹ آزمایشگاه با دستگاه‌های TEM همکاری‌کننده در ILC، ۳۶ جفت داده وجود دارد. مقایسه‌های دوبه‌دو به وسیله تحلیل واریانس به ترتیب برای توصیفگرهای فِرِت، فِرِت کمینه و نسبت منظری میانگین‌های مشابه برابر ۲۵٪، ۳۶٪ و ۴۲٪ را نشان داد. درحالی‌که عدم قطعیت‌های پارامتر به صورت منطقی کم است، هنوز مجموعه‌های داده زیادی وجود دارند که متفاوت از یکدیگر هستند. این تفاوت‌ها می‌توانند با تفاوت‌ها در ذرات انتخابی برای آنالیز یا تفاوت‌ها در دقت و درستی آنالیز تصویر مرتبط باشند. فاکتور دوم در زیربند خ-۳-۴ اشاره شده است.

خ-۳-۳ مقایسه مجموعه‌های داده گرفته‌شده با ذرات یکسان روی تصاویر یکسان

یکی از منابع تجدیدپذیری کم محتمل می‌تواند تفاوت‌ها در آنالیز تصاویر ویژه به‌وسیله ابراز نرم‌افزار تصویربرداری باشد، این مفهوم با ارسال سه تصویر از شش آزمایشگاه با ذرات ویژه موردتوجه برای آنالیز آزموده شد. آنالیز سه داده نشان داد که همه مجموعه‌های داده متوسط میانگین مشابه با میانگین کل ILC (آزمون تحلیل واریانس) دارد و مشخص شد که توزیع‌های تجمعی با استفاده از آزمون دو متغیره یکسان هستند. جدول خ-۳ نشان داد که همه داده‌های توصیفگر اندازه، میانگین‌های یکسانی داشتند و آن سه توصیفگر کشامدی نیز میانگین‌های یکسانی داشتند. به‌وضوح، تجدیدپذیری داده‌ها بالا است. این موضوع تأیید می‌کند که این نمونه می‌تواند برای هر دو توصیفگر اندازه و شکل کشامدی گواهی شود. توصیفگر زبری خیلی نزدیک به یک است و به‌خوبی بین نتایج تفاوت قائل نمی‌شوند. این داده‌ها نشان داد که انتخاب ذراتی که به تصویر کشیده می‌شوند، می‌تواند روی توزیع‌های اندازه و شکل گزارش‌شده تأثیر بگذارد.

جدول خ-۳-۳- مقادیر p-تحلیل واریانس توصیفگرهای اندازه و شکل برای ذرات یکسان از تصاویر یکسان آنالیزشده به‌وسیله شش آزمایشگاه

ترتیب رتبه	مقادیر p-	توصیفگر
اندازه		
۴	۰٫۸۰۲	مساحت
۷	۰٫۳۱۶	فِرْت
۸	۰٫۱۶۵	فِرْت کمینه
۵	۰٫۶۲۱	محیط
۶	۰٫۵۶۰	ECD
۸	۰٫۱۶۵	EPD
شکل کشامدی		
۱	۰٫۹۶۹	نسبت منطری
۳	۰٫۸۲۶	دایره‌ای بودن
۲	۰٫۸۳۰	فشردگی

خ-۳-۴ تجدیدپذیری داده‌های گرفته‌شده به‌صورت پیاپی روی توری یکسان، دو آزمایشگاه

دو آزمایشگاه در آزمون چرخشی رابین همکاری داشتند که در آن آزمایشگاه ۱ یک توری را آنالیز کرد (آزمون ۱)، که به‌وسیله آزمایشگاه ۲ (آزمون ۲) دنبال شد و با آنالیز مجدد توری یکسان به‌وسیله آزمایشگاه ۳ (آزمون ۳) پایان یافت. هدف این توالی، یادگیری آن است که آیا هنگامی که توری مجدد آزموده می‌شود، تغییرات قابل توجه است یا خیر. جدول خ-۴ تحلیل واریانس از ۳ آزمون را نشان می‌دهد. داده‌ها نشان دادند که دو میانگین توصیفگر (مساحت و نسبت منطری) بین آزمون ۱ و آزمون ۲ مشابه هستند. هرچند، پس از

آزمون ۲، هیچکدام از میانگین‌های توصیفگر مشابه نیستند، این موضوع نشان می‌دهد که نمونه ممکن است تغییر کرده باشد.

جدول خ-۴- مقادیر p- تحلیل واریانس آزمون‌های پیاپی روی یک توری

مقادیر p- تحلیل واریانس			توصیفگر
آزمون ۱ برحسب آزمون ۳	آزمون ۲ برحسب آزمون ۳	آزمون ۱ برحسب آزمون ۲	
			اندازه
۲e-۶	۲e-۶	۰٫۲۲۰	مساحت
۱e-۶	۱e-۶	۱e-۶	محیط
۲e-۶	۲e-۶	۰٫۱۰۰۲	فِرِت
۲e-۶	۲e-۶	۰٫۱۰۰۹	فِرِت کمینه
			شکل کشامدی
۲e-۶	۲e-۶	۰٫۷۸۰	نسبت منظری

کتابنامه

- [1] ISO 772: 2011, Hydrometry — Vocabulary and symbols
- [۲] استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۵۹۷: سال ۱۳۹۴، ریزساختار چدن‌ها- قسمت ۲: طبقه‌بندی گرافیت توسط آنالیز تصویر
- [۳] استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۳۳۱: سال ۱۳۸۹، کیفیت آب- کالیبراسیون و ارزیابی روش‌های تجزیه‌ای و تخمین مشخصات عملکردی- قسمت ۱: ارزیابی آماری تابع کالیبراسیون خطی
- [4] ISO 5725-1, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions
- یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۲۲: سال ۱۳۸۳، درستی (صحت و دقت) روش‌های اندازه‌گیری قسمت اول: تعاریف و اصول کلی، با استفاده از استاندارد ISO 5725-1:1394+Cor.1 (1998) تدوین شده‌است.
- [۵] استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۸۵: سال ۱۳۹۳، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولوله‌های کربنی تک‌جداره با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)
- [6] ISO 12640-2: 2004, Graphic technology — Prepress digital data exchange — Part 2: XYZ/sRGB encoded standard colour image data (XYZ/SCID)
- [۷] استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۹۲۲: سال ۱۳۸۸، مواد ذره‌ای- نمونه‌برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص
- [۸] استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰: سال ۱۳۸۶، آماده‌سازی نمونه- روش‌های پراکنده کردن پودرها در مایعات
- [9] ISO/IEC 15938-13: 2015, Information technology — Multimedia content description interface —Part 13: Compact descriptors for visual search
- [10] ISO 19123: 2005, Geographic information — Schema for coverage geometry and Functions
- [۱۱] استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۴۰۵: سال ۱۳۹۵، عکاسی- سیستم‌های بایگانی- واژه‌نامه
- [12] ISO 22309: 2011, Microbeam analysis — Quantitative analysis using energy-dispersive spectrometry(EDS) for elements with an atomic number of 11 (Na) or above
- [13] ISO 26824: 2013, Particle characterization of particulate systems — Vocabulary

[۱۴] استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۳۹۷: سال ۱۳۸۹، سرامیک‌های ظریف (سرامیک‌های پیشرفته، سرامیک‌های صنعتی پیشرفته) - عملکرد خودتمیزشوندگی مواد فوتوکاتالیتیک نیمه‌هادی - اندازه‌گیری زاویه تماس آب - روش آزمون

[۱۵] استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو - واژه‌نامه - قسمت ۱: اصطلاحات اصلی

[۱۶] استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو - واژه‌نامه - قسمت ۲: نانواشیاء

[۱۷] استاندارد ملی ایران شماره ۴-۱۸۳۹۲: سال ۱۳۹۳، فناوری نانو - واژه‌نامه - قسمت ۴: مواد نانوساختاریافته

[۱۸] استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو - واژه‌نامه - قسمت ۶: مشخصه‌یابی نانوشیء

[19] ISO Guide 30: 2015, Reference materials — Selected terms and definitions

[20] ISO/IEC Guide 98-3: 2008, Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM: 1995)

[21] ISO/IEC Guide 99: 2007, International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)

[22] Boyd R.D., Cuenat A., Meli F., Frase C.G., Klein T., Krumrey M., Glever G., Duta A., Duta S., Hogstrom R., Prieto E. Good practice guide for the determination of the size distribution of spherical nanoparticle samples. Measurement Good Practice Guide No. 119. National Physical Laboratory, 2011

[23] Wrigley N.G. Lattice spacing of crystalline catalase as an internal standard of length in electron microscopy. J. Ultrastruct. Res. 1968. 24(5-6), pp. 454-64

[24] ASTM D3849-14a Standard test method for carbon black — morphological characterization of carbon black using electron microscopy

[25] Masuda H., Gotoh K. Study on the sample size required for the estimation of mean particle diameter. Adv. Powder Technol. 1999, 10(2), pp. 159-173

[26] Rice S.B., Chan C., Brown S.C., Eschbach P., Han L., Ensor D.S., Stefaniak A.B., Bonevich J., Vladar A.E., Walker A.R.H., Zheng J., Starnes C., Stromberg A., Ye J., Grulke E.A. Particle size distributions by transmission electron microscopy: An interlaboratory comparison case study. Metrologia. 2013, 50(6), pp. 663-678

- [27] Masuda H., Inoya K. Theoretical study of the scatter of experimental data due to particle-sizedistribution. *J. Chem. Eng. Japan.* 1970, 4(1), pp. 60–66
- [28] Song N.W., Park K.M., Lee I.-H., Huh H. Uncertainty estimation of nanoparticle size distribution from a finite number of data obtained by microscopic analysis. *Metrologia.* 2009, 46, pp. 480–488
- [29] Yoshida H., Mori Y., Masuda H., Yamamoto T. Particle size measurement of standard reference particle candidates and theoretical estimation of uncertainty region. *Adv. Powder Technol.*, 2009, 20, pp. 145–149
- [30] Yoshida H., Yamamoto T., Fukui K., Masuda H. Theoretical calculation of uncertainty region based on the general size distribution in the preparation of standard reference particles for particle size measurement. *Adv. Powder Technol.*, 2012, 23, pp. 185–190
- [31] National Institute of Standards and Technology-Nanotechnology Characterization Laboratory. Measuring the size of nanoparticles using transmission electron microscopy (TEM), 2010, Bonevich J.E., Haller W.K. Available from: [https:// ncl .cancer .gov/ sites/ default/ files/ protocols/ NCL Method PCC -7 .pdf](https://ncl.cancer.gov/sites/default/files/protocols/NCLMethodPCC-7.pdf)
- [32] National Institutes of Health. ImageJ User Guide IJ 1.46r, 2012, Ferreira T., Rasband W. Available from: [https:// imagej .nih .gov/ ij/ docs/ index .html](https://imagej.nih.gov/ij/docs/index.html)
- [33] National Institutes of Health. ImageJ, 2012. Available from: [http:// rsb .info .nih .gov/ ij/](http://rsb.info.nih.gov/ij/)
- [34] Vldar A.E., Ming B. Measuring the size of colloidal gold nano-particles using high-resolution scanning electron microscopy. National Institute of Standards and Technology. Nanotechnology Characterization Laboratory, 2011. Available from: [https:// ncl .cancer .gov/ sites/ default/ files/protocols/ NCL Method PCC -15 .pdf](https://ncl.cancer.gov/sites/default/files/protocols/NCLMethodPCC-15.pdf)
- [35] National Institute of Occupational Safety and Health. NIOSH/DUNE Interlaboratory Study: Evaluation of a sample preparation technique for determination of TEM-based size distribution using NIST Reference Materials 8011, 8012, and 8013: gold nanoparticles. National Institute of Occupational Safety and Health, 2012
- [36] European Commission, Joint Research Centre. The certification of equivalent diameters of a mixture of silica nanoparticles in aqueous solution: ERM ®- FD102, 2014, EUR 26656 EN - 2014, Kestens V. Roebben G.
- [37] Kestens V., Roebben G., Emons H., Herrmann J., Jamting Ñ., Coleman V., Minelli C., Clifford C., De T.P.-J., Mast J., Junjie L., Babick F., Colfen H. Challenges in the size analysis of a silica nanoparticle mixture as candidate certified reference material. *J Nanopart Res.* 2016, 18, pp. 171
- [38] National Institute of Standards and Technology, Report of Investigation. Reference Material 8012. Gold nanoparticles, nominal 30 nm diameter, 2007, NIST
- [39] Braun A., Kestens V., Franks K., Roebben G., Lamberty A., Linsinger T.P.J. A new certified reference material for size analysis of nanoparticles. *J. Nanopart Res.* 2012, 14, pp. 1021–1032

- [40] Szekely G.J., Rizzo M.L. Testing for equal distributions in high dimension. 2004 July, 2015. Available from: [http:// personal .bgsu .edu/ ~mrizzo/ energy/ reprint -ksamples .pdf](http://personal.bgsu.edu/~mrizzo/energy/reprint-ksamples.pdf)
- [41] VAMAS, VAMAS guidelines for the design and operation of interlaboratory comparisons (ILCs). VAMAS, 2001
- [42] VAMAS. VAMAS Guideline for the Design and Operation of Interlaboratory Comparisons - 2017. Report No. 50. Roebben G. Available from: [http:// www .vamas .org/](http://www.vamas.org/)
- [43] Becker J., Trugler A., Jacob A., Hohenester U., Sonniscshen C. The optimal aspect ratio of gold nanorods for plasmonic bio-sensing. *Plasmonics*. 2010, 5, pp. 161–167
- [44] Grulke E.A., Wu X., Ji Y., Buhr E., Yamamoto K., Song N.W., Stefaniak A.B., Schwegler-Berry D., Burchett W.W., Lambert J.W., Stromberg A.J. Differentiating gold nanorod samples using particle size and shape distributions from transmission electron microscope images. *Metrologia*. 2018, 55(2), pp. 254–267
- [45] Grulke E.A., Rice S.B., Xiong J., Yamamoto K., Yoon T.H., Thomson K., Saffaripour M., Smallwood G.J., Lambert J.W., Stromberg A.J., Macy R., Briot N.J., Qian D. Size and shape distributions of carbon black aggregates by transmission electron microscopy. *Carbon*. 2018, 130, pp. 822–833
- [46] Council, N.R. NRC certified reference material
- [47] Lavric V., Isopescu R., Maurino V., Pellegrino F., Pellutic L., Ortel E., Hodoroaba V.-D. A New Model for Nano-TiO₂ Crystal Birth and Growth in Hydrothermal Treatment Using an Oriented Attachment Approach. *Cryst. Growth Des.* 2017, 17(11), pp. 5640–5651
- [48] Souza D.O.C., Menegalli F.C. Image analysis: Statistical study of particle size distribution and shape characterization. *Powder Technology*. 2011, 214(1), pp. 57–63
- [49] Morita T., Hatakeyama Y., Nishikawa K., Tanaka E., Shingai R., Murai H., Nakano H., Hino K. Multiple small-angle X-ray scattering analyses of the structure of gold nanorods with unique end caps. *Chem. Phys.* 2009, 364(1–3), pp. 14–18
- [50] Sharma V., Park K., Srinivasarao M. Colloidal dispersion of gold nanorods: Historical background, optical properties, seed-mediated synthesis, shape separation and self-assembly. *Mater. Sci. Eng. R.* 2009, R65(1–3), pp. 1–38
- [51] Shishido F., Hashiguchi H., Matsushita Y., Morozumi Y., Aoki H., Miura T. An investigation of primary particle growth and aggregate formation of soot using a numerical model considering the sintering of primary particles. *Kagaku Kogaku Ronbunshu*. 2007, 33(4), pp. 306–314
- [52] Ono K., Yanaka M., Tanaka S., Saito Y., Aoki H., Fukuda O., Aoki T., Yamaguchi T. Influence of furnace temperature and residence time on configurations of carbon black. *Chem. Eng. J.* 2012, 200–212, pp. 541–548

- [53] Grulke E.A., Yamamoto K., Kumagai K., Hausler I., Osterle W., Ortel E., Hodoroaba V.-D., Brown S.C., Chan C., Zheng J., Yamamoto K., Yashiki K., Song N.W., Kim Y.H., Stefaniak A.B., Schwegler-Berry D., Coleman V.A., Jamting A.K., Herrmann J., Arakawa T., Burchett W.W., Lambert J.W., Stromberg A.J. Size and shape distributions of primary crystallites in titania aggregates. *Adv. Powder Technol.* 2017, 28(7), pp. 1647–1659
- [54] Pratsinis S.E., Zhu W., Vemury S. The role of gas mixing in flame synthesis of titania powders. *Powder Technol.* 1996, 86(1), pp. 87–93
- [55] Albers P., Maier M., Reisinger M., Hannebauer B., Weinand R. Physical boundaries within aggregates - differences between amorphous, para-crystalline, and crystalline structures. *Cryst. Res. Technol.* 2015, 50(11), pp. 846–865
- [56] Jakubek Z.J., Chen M., Couillard M., Leng T., Liu L., Zou S., Baxa U., Closton J.D., Hamad W., Johnston L.J. Characterization challenges for a cellulose nanocrystal reference material: dispersion and particle size distributions. submitted, 2018
- [57] Reid M.S., Villalobos M., Cranston E.D. Benchmarking Cellulose Nanocrystals: From the Laboratory to Industrial Production. *Langmuir.* 2017, 33(7), pp. 1583–1598
- [58] Moon R.J., Martini A., Nairn J., Simonsen J., Youngblood J., Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. *Chem. Soc. Rev.* 2011, 40(7), pp. 3941–3994
- [59] Salas C., Nypelo T., Rodriguez-Abreu C., Carrillo C., Rojas O.J. Nanocellulose properties and applications in colloids and interfaces. *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* 2014, 19(5), pp. 383–396
- [60] Muhd Julkapli N., Bagheri S. Nanocellulose as a green and sustainable emerging material in energy applications: a review. *Polym. Adv. Technol.* 2017, 28(12), pp. 1583–1594
- [61] Babick F., Mielke J., Hodoroaba V.-D., Wohlleben W., Weigel S. How reliably can a material be classified as a nanomaterial? Available particle-sizing techniques at work. *J. Nanopart. Res.* 2016, 18, pp. 158
- [۶۲] استاندارد ملی ایران شماره ۳-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۴، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت سوم: اندازه‌های میانی یک روش اندازه‌گیری استاندارد
- [۶۳] استاندارد ملی ایران شماره ۱-۸۲۰۱: سال ۱۳۸۴، ارائه دانه‌بندی - قسمت اول: نمایش ترسیمی
- [64] ISO 10934-1: 2002, Optics and optical instruments — Vocabulary for microscopy — Part 1: Light microscopy
- [65] ISO 13322-1, Particle size analysis — Image analysis methods — Part 1: Static image analysis methods

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۰۹۹: سال ۱۳۹۵، آنالیز اندازه ذرات- روش‌های آنالیزی تصویری قسمت ۱: روش‌های آنالیز تصویری ایستا، با استفاده از استاندارد ISO 13322-1: 2014 تدوین شده است.

[66] ISO 18115-2: 2013, Surface chemical analysis — Vocabulary — Part 2: Terms used in scanningprobemicroscopy