$(\tilde{\Psi})$

جمهوری اسلامی ایران Islamic Republic of Iran سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization

فناوری نانو – الزامات و توصیهها برای شناسایی اندازهدههای مشخصهیابی نانواشیاء و مواد حاوی آنها

Nanotechnologies — Requirements and recommendations for the identification of measurands that characterise nano-objects and materials that contain them



استاندارد ملی ایران ۲۳۲۲۰ چاپ اول ۱۴۰۲

23220 1st Edition 2023

INSO

Identical with ISO/TS 23302:

2021

ICS: 07.120

سازمان ملی استاندارد ایران تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲ صندوق پستی: ۱۹۱۹–۱۹۱۵ تهران– ایران تلفن: ۵–۸۸۸۷۹۴۹ و ۱۹۳۸ کرچ، شهر صنعتی، میدان استاندارد کرچ، شهر صنعتی، میدان استاندارد مندوق پستی: ۱۶۳–۱۵۸۵ کرچ – ایران صندوق پستی: ۱۶۳–۱۵۸۵ کرچ – ایران دورنگار: ۲۲۸۰۶۰۳ (۲۲۶) دورنگار: ۲۲۸۰۸۱۱۴ (۲۲۶) وبگاه: standard@inso.gov.ir

Iran National Standards Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran Tel: + 98 (21) 88879461-5 Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran Tel: + 98 (26) 32806031-8 Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir Website: http://www.inso.gov.ir

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

تدوین استاندارد در حوزههای مختلف در کمیسیونهای فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحبنظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام میشود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ 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 پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر میشود.

پیشنویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمانهای علاقهمند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه میکنند درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر میشود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی میشود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ 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)^۲ 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 نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بینالمللی بهره گیری می شود.

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

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

كميسيون فنى تدوين استاندارد

«فناوری نانو- الزامات و توصیهها برای شناسایی اندازهدههای مشخصهیابی نانواشیاء و مواد حاوی آنها»

سمت و /یا محل اشتغال:	رئيس:
مدير تحقيق و توسعه- شركت آرال تجهيز آزما	صادق حسنی، صدیقه
	(دکتری شیمی تجزیه-الکتروشیمی)
عضو هیئت علمی- دانشگاہ علوم پزشکی شهید بهشتی- دانشکدہ	اسدیان، الهام
فناورىھاى نوين پزشكى	(دکتری علوم و فناوری نانو)
	اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)
عضو مستقل	اژەاى، فائزە
	(دکتری علوم و فناوری نانو)
کا شنایی میبادا - گرده استاندارد و اروز بستاد فناوری زانو	مالدم مكاربا
فارتشاش مستول مروه استاماره و ایمنانی ساه ماوری فلو	، سرىبى پور، ، بىھ- (كار شناب ارش در نديب شناب)
	ر کرستاسی ارستا ریستاستاسی)
عضو هیئت علمی- دانشگاه صنعتی شیراز- دانشکده مهندسی	باوی، امید
مکانیک	(دکتری علوم و فناوری نانو)
مدیر عامل- شرکت راصد توسعه فناوریهای پیشرفته	سهرابی جهرمی، ابوذر
	(دکتری فناوری نانو)
مشاور – گروه استاندارد و ایمنے، ارزیابی محصولات سـتاد ویـژه	سیفے، مھوش
توسعه فناوري نانو	(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)
عضو هیئت علمی- دانشکاه تخصصی فناوریهای نوین امل	شاهوی، محمدحسن د ح
	(د کتری مهندسی شیمی)
کارشناس مسئول- گروه ارزیابی و نظارت محصولات ستاد فناوری	گلزردی، سمیرا
نانو	(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)
مدیر عامل شرکت نوین فن سنجش آویسا	منتظری، مانی

د

(كارشناسي ارشد مهندسي مواد)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا) میرسپاه، علی (کارشناسی ارشد فیزیک)

سمت و/يا محل اشتغال: عضو مستقل

> ناصری، آمنه (دکتری علوم و فناوری نانو)

> > ويراستار:

سيفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

عضو هیئت علمی- پژوهشگاه بیوتکنولوژی کشاورزی- سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی

مشاور – گروه استاندارد و ایمنـی محصـولات سـتاد ویـژه توسـعه فناوری نانو فهرست مندرجات

ن صفح	عنوان
گفتار	پیش <i>گ</i>
ه	مقدمه
دف و دامنهٔ کاربرد	۱ هد
اجع الزامي	۲ مرا
طلاحات و تعاريف	۳ اصد
- ۱ اصطلاحات اصلی عمومی ۲	۳-
-۲ اصطلاحات مرتبط با اندازهدهها	۳-
تەنوشتھا	۴ کو:
یکردهایی بـرای تعیـین انـدازهدههـا بـا هـدف مشخصـهیـابی نانواشـیاء و انبوهـههـا و ۲	۵ روي
وخههای آنها و مواد حاوی نانواشیاء	كلو
-۱ روش اجرایی	-Δ
-۲ انواع اندازهدهها	-Δ
-٣ حالت نانواشياء	-Δ
ازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها ۱۴	۶ اندا
۱۰ کلیات	-6
-۲ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل	-6
-۳ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل در هواسلها	-6
-۴ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل در پودرها	-9
۵۰ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل نانواشیاء در پراکنههای مایع	-9
۶ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل روی سطح (روشهای میکروسکوپی) ۳۷	9-9
زهدههای مربوط به آنالیز شیمیایی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها	۷ انداز
-۱ کلیات	-Y
-۲ اندازهدههای مربوط به آنالیز شیمیایی سطح نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها	-Y
-۳ اندازهدههای مربوط به آنالیز شیمیایی نانواشیاء به شکل نمونههای توده	-Y
زهدههای مربوط به جرم و چگالی	۸ انداز
۱- کلیات	-λ
-۲ هواسلها	-λ
-۳ پودرها	-λ
-۴ پراکنههای مایع	-λ
زهدههای مربوط به بار – پراکنههای مایع ۸۸	۹ انداز

صفحه	عنوان
۵۸	۱–۹ اندازهدهها
۵٨	۹–۲ استانداردهای مرتبط
۵۹	۹–۳ پراکندگی نوری الکتروکوچی
۵۹	۲۰ ۴–۹ اندازہ گیری پدیدہ ھای الکتروصوتی
۵۹	۱۰ اندازهدههای مربوط به بلورینگی
۵۹	۱۰ – ۱ اندا: مدمها
81	۲-۱۰ داکندگی برته ایکس :او به کوچک/:او بهنی گ
۶۲	۲۰۰۰ پر میں سی پر سو ایک سن راوید سو چاہ از راوید ابراز کے ۲۰۰۰ – ۳۰ با ان ابراز ایک ا
64	م الج پر اس پر تو ایکسی مراج بر کرد. الکترین مردم دارند کرکیدند می دالا
67	۱۰۰ - ۱۰ میکروسکوپی الکترونی عبوری با تفکیکپدیری بالا
۶۳	۲۰ – ۵۰ پرای الکترون بر کستی ۲۰ – ۶ راید از مترون
۶۳	۲۰۰۰ بر پرس تو ترویی ۲۰–۷ براش الکترون با: تاب با اندژی بالا و اندژی بابت:
۶٣	۸–۱۰ گرماسنجی رویشی تفاضلی
۶ ۴	۱۰–۹ استانداردهای مرتبط
54	۱۰–۱۰ بلورنگاری تشدید مغناطیسی هسته حالت جامد
54	۱۰-۱۰ بلورنگاری رامان
54	۱۰–۱۲ استانداردهای مرتبط
۶۵	۱۱ اندازهدههای خواص نوری
۶۵	۱۱–۱ کلیات
۶۵	۲–۱۱ اندازهدهها
۶۵	۱۱-۳ روشهای طیفسنجی
<i>99</i>	۱۱–۴ استانداردهای مرتبط
۶۷	۱۲ اندازهدههای الکتریکی و الکترونیکی
۶۷ ۵۵	۱۲–۱ اندازهدهها
۶۹ ۷۱	۲۰۱۲ روش ها ۱۳۸۸ برای در از معنا ۱
	۱۱ اندازهدههای معناطیسی ۱۳ - ۸ - ۸ - ۸ - ۸ - ۲۰ - ۲۰ - ۲۰ - ۲۰ - ۲
٧٢	
۷۳	۳–۱۳ مثری ها
٧۶	۱۴ انداز ددهای اگر مایی
٧۶	۱۴–۱۴ اندا: ددهها
٧٧	۲-۱۴ روش ها
٧٧	۲-۱۴ استانداردهای مرتبط
٧٧	۱۵ سایر اندازهدههای مربوط به عملکرد

صفحه	عنوان
YY	۱-۱۵ کلیات
٧٨	۲-۱۵ پودرها- گرد و غبار
٧٩	۱۵–۳ پراکنههای مایع
٨۴	۱۵-۴ خواص مکانیکی
٨٩	كتابنامه

پیشگفتار

استاندارد «فناوری نانو- الزامات و توصیهها برای شناسایی اندازهدههای مشخصهیابی نانواشیاء و مواد حاوی آنها» که پیش نویس آن در کمیسیونهای مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین المللی/منطقهای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تهیه و تدوین شده، در یکصد و بیست و هشتمین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۲/۴/۱۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد ، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ نگارش) تدوین میشوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم وخدمات، 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/TS 23302:2021, Nanotechnologies — Requirements and recommendations for the identification of measurands that characterise nano-objects and materials that contain them

مقدمه

واژه «نانوشیء» برای موادی که در یک، دو یا سه بعد بیرونی دارای مقیاس نانو (در گستره تقریبا nm ۲ تا ۱۰۰ nm) هستند، به کار میرود. خواص ویژه وابسته به اندازه معمولا در این گستره اندازه نمایان می شوند، حتی اگر بطور ناگهانی در بالاتر از این گستره از بین نروند. نانواشیاء، چه طبیعی باشند و چه ساخته شده، می توانند به شکل نانوصفحات (یک بعد در گستره نانو)، نانوالیاف (دارای دو بعد یا قطر در گستره نانو) و نانوذرات (سه بعد در گستره نانو) یافت شوند. نانواشیاء مساحتهای سطح ویژه بیشتری نسبت به اشیای بزرگتر از خود نشان می دهند. آنها به دلیل برهمکنش های جاذبه در طول چرخه عمر خود، به ویژه مستعد پدیده های انبوهگی و کلوخگی هستند.

استفاده از نانواشیاء در تحقیق و توسعه، صنعت و کاربردهای تجاری رو به افزایش است. مشخصهیابی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها (NOAAs)^۱ نقش اساسی در تحقیقات پایه و کاربردی، از طریق کنترل کیفیت فرآیند و محصول و تجاریسازی برای حفاظت از محیط زیست و سلامت، دارد. مشخصهیابی نانواشیاء برای تعیین خواص فیزیکی و شیمیایی، عملکرد و طول عمر آنها کلیدی است. غالبا روشهای دسترس پذیر برای مشخصهیابی مواد در مقیاس بزرگتر، گاهی اوقات به دلیل محدودیتهای سامانههای آزمون (مانند حساسیت کم، وضوح ناکافی تجهیزات)، برای نانواشیاء به سختی اعمال می شوند. این امر منجر به توسعه روشهای جدید و انطباق روشهای موجود شده است.

انتخاب روش اغلب بهشدت تحت تأثیر هزینه اولیه و در دسترس بودن، زمان و سازگاری نمونه است. هرچند، جنبهای که بهراحتی فراموش می شود این است که آیا روش انتخاب شده واقعاً خاصیت فیزیکی یا شیمیایی ماده ای را که برای اندازه گیری درنظر گرفته شده («اندازه ده»)^۲، هدف قرار می دهد. این موضوع ممکن است بدیهی به نظر برسد، اما در عمل، دانش یا توجه ناکافی در مورد اساس واقعی اندازه گیری و/یا خاصیت اندازه گیری شده می تواند مانع از ارزیابی صحیح نتایج اندازه گیری شود.

فنون و روشهای اندازه گیری معمولاً براساس خواص مادهای که میتوانند اندازه گیری کنند، طبقهبندی میشوند. یکی از تعریفهای «اندازهده» که در بسیاری از استانداردهای ISO استفاده میشود، «کمیت موردنظر برای اندازه گیری» است. در فناوری نانو، خواص رایج مواد که معمولاً به عنوان «اندازهده موردنظر» درنظر گرفته میشوند، میتواند اندازه، شکل، ترکیب شیمیایی و بار سطح باشد. با اینحال، در واقعیت، به دلیل اصول زیربنایی متفاوت اندازه گیری فیزیکی، نتایج به دست آمده از فنون مختلف، برای یک خاصیت رایج ماده، میتواند به طور قابل توجهی متفاوت باشد. دلیل منطقی این امر آن است که روشهای مختلف، اندازه ده ارتباط نزدیکی با اندازه گیری نمی کند، بلکه اندازه دههای متفاوتی را اندازه گیری می کنند که مختص روش بوده اما ارتباط نزدیکی با اندازه ده موردنظر دارند.

¹⁻ Nano-objects, and their agglomerates and aggregates

²⁻ Measurand

برای استفاده موردنظر در سامانههای زیستشناختی و اهداف درمانی، ممکن است مشخصهیابی اضافی فراتر از مواردی که در این استاندارد ذکر شدهاست نیاز باشد.

این استاندارد اندازهدههایی را که برای مشخصهیابی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها استفاده شدهاست، توصیف می کند. استاندارد به ۱۰ بند اصلی زیر تقسیم می شود:

- بند ۶: اندازهدههای اندازه و شکل؛
- بند ۷: اندازهدههای آنالیز شیمیایی؛
 - بند ۸: جرم و چگالی؛
 - بند ۹: اندازهدههای بار؛
 - بند ۱۰: اندازهدههای بلورینگی؛
- بند ۱۱: اندازهدههای خواص نوری؛
- بند ۱۲: اندازهدههای الکتریکی و الکترونیکی؛
 - بند ۱۳: اندازهدههای مغناطیسی؛
 - بند ۱۴: اندازهدههای گرمایی؛
- بند ۱۵: سایر اندازهدههای مربوط به عملکرد.

فناوری نانو- الزامات و توصیهها برای شناسایی اندازهدههای مشخصهیابی نانواشیاء و مواد حاوی آنها

۱ هدف و دامنهٔ کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین الزامات و ارائه توصیههایی برای شناسایی اندازهدهها بهمنظور مشخصه یابی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها و ارزیابی خواص ویژه مرتبط با عملکرد مواد حاوی آنها است. این استاندارد توصیههایی برای اندازه گیریهای مرتبط ارائه میدهد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

- استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:
- ۲-۱ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- واژهنامه- قسمت ۱: اصطلاحات اصلی

۲-۲ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- واژهنامه- قسمت ۲: نانواشیاء ۲-۳ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سـال ۱۴۰۱، فنـاوری نـانو- واژه نامـه- قسـمت ۶: مشخصهیابی نانوشیء

2-4 ISO 20579-4, Surface chemical analysis — Guidelines to sample handling, preparation and mounting — Part 4: Reporting information related to the history, preparation, handling and mounting of nano-objects prior to surface analysis

۳ اصطلاحات و تعاريف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائهشده در استانداردهای ملی ایران-ایزو شمارههای ۱-۸۰۰۰۴، ۲-۸۰۰۰۴ و ۶-۸۰۰۰۴، اصلاحات با تعریف زیر به کار می رود^۱:

۱ - اصطلاحات و تعاریف به کاررفته در این استاندارد در وبگاههای www.iso.org/obp و www.electropedia.org قابل دسترس است.

1-۳ اصطلاحات اصلی عمومی

۳–۱–۱ نانومقیاس

nanoscale

گستره اندازه تقریبا بین ۱nm تا ۱۰۰ است. ی**ادآوری** – خواصی را که از اندازههای بزرگتر، برونیابی نمی شوند غالباً در این گستره اندازه نشان داده می شوند. [منبع: زیربند ۲–۱، استاندارد ملی ایران– ایزو شماره ۱–۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

۲-۱-۲ نانوشیء

هر قطعه مجزا از یک ماده با یک، دو و یا سه بعد خارجی *نانومقیاس* (۳–۱–۱) است. ی**ادآوری**– ابعاد خارجی دوم و سوم عمود بر بعد اول و همچنین عمود بر یکدیگر هستند. [منبع: زیربند ۲–۵، استاندارد ملی ایران– ایزو شماره ۱–۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

> ۳-۱-۳ کلوخه

agglomerate

nano-object

مجموعهای از *ذرات* (۳–۱–۵) یا *انبوههها* (۳–۱–۴) یا مخلوطی از هر دو آنها که به شکلی ضعیف به یکدیگر متصل شدهاند، به طوری که مساحت سطح خارجی حاصل آن ها، مشابه مجموع مساحت سطوح تک تک اجزاء تشکیل دهنده باشد.

یادآوری ۱- نیروهایی که کلوخه را نزدیک به یکدیگر نگهمیدارد، نیروهای ضعیفی مانند نیروهای واندروالس و یا درهمتافتگیهای فیزیکی ساده هستند.

یادآوری ۲– کلوخهها بهعنوان ذرات ثانویه نیز درنظر گرفته میشوند و ذرات اصلی منشاء، *ذرات اولیه* (۳–۱–۶) نامیده میشوند.

[منبع: زیربند ۳-۱۰، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

۳–۱–۴ انبوهه

aggregate

۳-۱-۳ ذره اوليه

primary particle

یادآوری ۱- ذرات تشکیلدهنده کلوخهها یا انبوههها در یک حالت واقعی خاص ممکن است ذرات اولیه باشند، اما غالبا انبوههها اجزاء تشکیلدهنده هستند.

> **یادآوری ۲**- کلوخهها و انبوههها ذرات ثانویه نیز نامیده می شوند. [منبع: زیربند 1.4، استاندارد 2013 :ISO 26824]

> > ۲-۱-۳ ذره سازنده

constituent particle

جزء قابل تشخیص و یکپارچه از یک *ذره* (۳–۱–۵) بزرگتر است. **یادآوری**– جزء سازنده ممکن است *ذره اولیه* (۳–۱–۶) یا ذره ثانویه باشد.

[منبع: زيربند ٣-٣، استاندارد ملى ايران- ايزو شماره ٢-٨٠٠٠۴: سال ١٣٩٥]

۲-۳ اصطلاحات مرتبط با اندازهدهها

۲-۲-۳ اندازهده

measurand

کمیتی که اندازهگیری آن مدنظر است.

یادآوری ۱- تعیین مشخصات یک اندازهده مستلزم آگاهی از نوع کمیت، توصیف حالت پدیده، جسم یا ماده حامل کمیت شامل هر جزء مرتبط و اجزای شیمیایی درگیر میباشد.

یادآوری ۲- در ویرایش دوم VIM و در VIM : اندازهده به عنوان «کمیت خاص مورد اندازه گیری» تعریف شدهاست.

یادآوری ۳ – اندازه گیری، شامل سامانه اندازه گیری و شرایطی که اندازه گیری تحت آن انجام می گیرد، ممکن است پدیده، جسم، یا ماده را طوری تغییر دهد که کمیت مورد اندازه گیری با اندازه ده تعریف شده متفاوت باشد. در این مورد، اصلاح کافی لازم است. مثال ۱ – اختلاف پتانسیل بین پایانه های یک باتری ممکن است در هنگام استفاده از ولت متر با رسانایی داخلی قابل توجه برای انجام اندازه گیری، کاهش یابد. اختلاف پتانسیل مدار –باز می تواند از مقاومت های داخلی باتری و فرای می سال ۲ – اختلاف پتانسیل می بین پایانه های یک باتری ممکن است در هنگام استفاده از ولت متر با رسانایی داخلی قابل توجه برای مثال ۲ – اختلاف پتانسیل بین پایانه های یک باتری ممکن است در هنگام استفاده از ولت متر با رسانایی داخلی قابل توجه برای مثال ۲ – اختلاف پتانسیل مدار –باز می تواند از مقاومت های داخلی باتری و ولت متر محاسبه شود. مثال ۲ – طول یک میله فولادی در تعادل با دمای سلسیوس محیطی ۲[°] ۲۳ متفاوت از طول آن در دمای معین ۲[°] ۲۰ که اندازه ده موردنظر است، خواهد بود. در این مورد، اصلاح لازم است. یادآوری ۴ – در شیمی، «سنجیدنی»^۱، یا نام یک ماده یا ترکیب، اصطلاحاتی هستند که گاهی اوقات برای «اندازه ده».

[منبع: زیربند ۳-۳، استاندارد ملی ایران شماره ۴۷۲۳: سال ۱۳۹۰]

۲-۲-۳ اندازه ذره

particle size

بعد خطی یک *ذره* (۳–۱–۵) که با یک روش اندازه گیری مشخص و تحت شرایط اندازه گیری ویژه، تعیین می شود.

یادآوری- روشهای مختلف آنالیز بر پایه اندازهگیری خواص مختلف فیزیکی هستند. مستقل از خاصیت ذره که واقعا اندازهگیری شده است، اندازه ذره میتواند بهعنوان یک بعد خطی، برای مثال بهعنوان قطر کروی معادل، گزارش شود.

[منبع: زيربند 1.5، استاندارد 2013 ISO 26824: 2013]

¹⁻ Analyte

۳–۲–۳ توزیع اندازه ذره

particle size distribution

توزیع کمیت *ذرات* (۳–۱–۵) به صورت تابعی از *اندازه ذرات* (۳–۲–۲) است. یادآوری ۱– توزیع اندازه ذره را می توان به صورت توزیع انباشتی و یا چگالی توزیع (توزیع کسر حجمی ماده در رده اندازه های متفاوت تقسیم بر پهنای همان رده) بیان شود. یادآوری ۲– به عنوان مثال کمیت می تواند براساس عدد، جرم یا حجم باشد. [منبع: زیربند ۴–۱–۲، استاندارد ملی ایران– ایزو شماره ۶–۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

> ۳–۲–۴ شکل ذرہ

particle shape

حالت هندسی بیرونی یک *ذره* (۳–۱–۵) است. [منبع: زیربند ۴–۱–۳، استاندارد ملی ایران– ایزو شماره ۶–۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

> ۳-۲-۵ نسبت منظری

aspect ratio

۳–۲–۶ قطر معادل

equivalent diameter

قطر کرهای است که با یک روش اندازه گیری معینِ اندازه ذره، پاسخی معادل با پاسخ ایجادشده بهوسیله *ذره* (۳-۱-۵) اندازه گیریشده دارد.

یادآوری ۱ – برای مثال، خواص فیزیکی، سرعت تهنشینی یکسان یا جابهجایی حجمی محلول الکترولیت یا ناحیه قابل مشاهده در زیر میکروسکوپ هستند. خاصیت فیزیکی که به قطر معادل اشاره دارد، با استفاده از یک پاییننویس مناسب بیان می شود. [به استاندارد ملی ایران شماره ۱–۸۲۰۱: سال ۱۳۸۴ مراجعه شود]. به عنوان مثال، پاییننویس "V" برای قطر حجمی معادل و پاییننویس "S" برای قطر مساحت سطح معادل استفاده می شود.

یادآوری ۲ – برای شمارش گسسته ذرات، دستگاههای پراکندگی نور، از یک قطر نوری معادل استفاده میشود.

یادآوری ۳– سایر پارامترهای ماده بهعنوان مثال چگالی موثر ذرات در یک سیال نیز برای محاسبه قطر معادل مانند قطر استوکس یا قطر معادل تهنشینی، استفاده میشوند. توصیه میشود پارامترهایی که برای محاسبات مورداستفاده قرار میگیرند، نیز گزارش شود.

```
پراکندگی نور
```

light scattering

hydrodynamic diameter

تغییر در انتشار نور در فصل مشترک دو محیط با خواص نوری متفاوت است. [منبع: زیربند ۴-۲-۵، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۶-۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

۸-۲-۳

قطر هيدروديناميكي

۹-۲-۳ قطر آئرودینامیکی aerodynamic diameter قطر کرهای با چگالی ۱ g/cm³ با همان سرعت نهایی ناشی از نیروی گرانشی در هوای آرام *ذره* (۳-۱-۵)،

۳-۲-۱۰ قطر تحرکپذیری

قطر تحرکپذیری ذرہ

mobility diameter

particle mobility diameter قطر معادل تحرك يذيري ذره particle mobility equivalent diameter قطر معادل تحرك يذيري mobility equivalent diameter قطر کرهای حامل بار پایه اولیه با سرعت رانش یکسان *ذره* (۳-۱-۵) در میدان الکتریکی تحت شرایط غالب دما و فشار است. **یادآوری** – قطر تحرکیذیری یک ذره به اندازه، شکل و میزان بار الکتریکی آن (که به فرایند باردار شدن شامل ظرفیت الكتريكي أن، يعنى ظرفيت أن براى باردار شدن الكتريكي با يونهاى دوقطبي هوا بستكي دارد) وابسته است، اما به چكالي أن بستگی ندارد. [A. [EN 16966: 2018] [منبع: استاندارد 11-7-8 مساحت سطح ويژه جرمي mass specific surface area مساحت سطح کل نمونه تقسیم بر جرم آن است. **یادآوری**- مساحت سطح ویژه جرمی، یکای m²/kg دارد. [منبع: زیربند ۴–۶–۱، استاندارد ملی ایران– ایزو شماره ۶–۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱] 17-7-8

۲-۲-۱۲ فوتولومینسانس (نوردرخشایی)

photoluminescence

Raman effect

تابش نشریافته همراه با مولکولهای روشنشده با تابش تکفام که با یک کاهش یا افزایش انـرژی ناشـی از برانگیختگی چرخشی یا ارتعاشی، مشخصهیابی میشود. [منبع: زیربند ۵–۹، استاندارد ملی ایران– ایزو شماره ۶–۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

۲-۲-۳ پارامترهای شبکه

lattice parameters

ابعاد خطى و زاويه اى سلول واحد بلور شناختى است.

[منبع: زيربند 3.19، استاندارد 2019 ISO[

10-7-8

زاویه پراکندگی

scattering angle

زاویه بین جهت *ذره* (۳-۱-۵) یا فوتون فرودی و جهتی که ذره یا فوتون پس از پراکندگی میپیماید. [منبع: زیربند 4.18، استاندارد 2013 :ISO 18115-1: 2013] ۲-۲-۳ بتانسیل زتا

zeta potential

يتانسيل الكتروجنبشى

electrokinetic potential

تفاوت پتانسیل الکتریکی بین صفحه برشی^۱ و مایع توده است. **یادآوری**– پتانسیل الکتروجنبشی با یکای ولت بیان میشود. [منبع: زیربند ۶–۴–۵، استاندارد ملی ایران– ایزو شماره ۶–۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱] ۳–۲–۲۷

فلورسانس

fluorescence

پدیدهای است که در آن نور با یک طول موج مشخص بهوسیله ماده جذب شده و با طول موج بلندتری از آن نشر مییابد. [منبع: زیربند ۴–۵–۱۲، استاندارد ملی ایران– ایزو شماره ۶–۸۰۰۰۴: سال ۱۴۰۱]

> ۳-۲-۳ دمای کوری

Curie temperature

دمایی که در آن یک ماده فرومغناطیس از حالت فرومغناطیس به حالت پارامغناطیس یا بالعکس گذار می کند. [منبع: زیربند ۳-۳، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۶۷۶: سال ۱۳۹۳]

> ۳-۲-۱۹ نفوذپذیری گرمایی

¹⁻ Slipping plane

thermal diffusivity

۲-۲-۳ انحلال پذیری

solubility

۲-۲-۳ پراکنشپذیری

dispersibility

مشخصه یا خاصیت کمی یا کیفی از یک ماده منبع ذرهای که سهولت پراکنش ماده مذکور در یک فاز پیوسته را ارزیابی می کند. یادآوری ۱- توزیع یکنواخت فضایی (همگنی) فاز پخششده، بهعنوان یک جزء جداییناپذیر از نقطه نهایی مطلوب درنظر گرفته میشود. یادآوری ۲- *اندازه ذره* (۳-۲-۲) یا *توزیع اندازه ذره* (۳-۲-۳) غالبا بهعنوان نقطه پایانی نسبت به معیار تعریفشده برای کاربرد ویژه، مورد استفاده قرار می گیرد. یادآوری ۳- پراکنش پذیری به یک فرآیند پراکنش معین و زمان فرآیند خاص اشاره دارد. یادآوری ۴- پایداری پراکنش، علیرغم اینکه یک پدیده مرتبط است، نباید با *پراکنش پذیری* اشتباه گرفته شود. [منیع: زیربند 3.6، استاندارد 1307:2217]

۴ کوتەنوشتھا

برای اهداف این استاندارد، کوتهنوشتهای زیر به کار میروند. در فهرست کوتهنوشتهای زیر، توجه داشته باشید که بسته به مفهوم، "M" که بهعنوان «میکروسکوپی» درنظر گرفته میشود، ممکن است بهطور یکسان برای «میکروسکوپ» و "S" که بهعنوان «طیفسنجی» درنظر گرفته میشود، ممکن است بهطور یکسان برای «طیفسنج» درنظر گرفته شود.

کوته نوشتها	معادل انگلیسی	معادل فارسی
1D	one dimensional	یکبعدی
2D	two dimensional	دوبعدی
3D	Three dimensional	سەبعدى
AES	Auger electron spectroscopy	طيفسنجي الكترون اوژه
AFM	Atomic force microscopy	میکروسکوپی نیروی اتمی
AGFM	Alternating gradient-field magnetometer	مغناطيسسنج گراديان ميدان متناوب
APM	Aerosol particle mass analyser	تحلیلگر جرم ذرہ ھواسل
APS	Aerodynamic particle sizing	اندازهسنجي ذره آئروديناميك
ARPES	Aerodynamic particle sizing	طیفسنجی نورگسیل فرابنفش با تفکیک زاویهای
ATR	Attenuated total reflectance	بازتاب کلی تضعیفشدہ
BET method	Brunauer, Emmet and Teller method	روش بِت
CLS	Centrifugal liquid sedimentation	تەنشىنى مركزگرىز مايع
СРС	Condensation particle counter	شمارنده تراکم ذره
CVC	Colloid vibration current	جريان ارتعاش كلوييد
DC	Direct current	جريان مستقيم
DCS	Differential centrifugal sedimentation	تەنشىنى مركزگرىز تفاضلى
DEMC	Differential electrical mobility classifier	طبقەبندىكنندە تحركپذيرى الكتريكى تفاضلى
DLS	Dynamic light scattering	پراکندگی پویای نور
DMAS	Differential mobility analysis system	سامانه آنالیز تحرکپذیری تفاضلی
DRIFT	Diffuse reflectance infrared Fourier transform spectroscopy	طيفسنجي تبديل فوريه فروسرخ بازتاب انتشاري
DSC	Differential scanning calorimetry	گرماسنجی روبشی تفاضلی
EBSD	Electron backscatter diffraction	پراش الکترون برگشتی
	Energy dispersive X-ray spectroscopy	طیفسنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی
EDX		یادآوری- EDS کوته نوشت دیگر برای این روش
		است.
EELS	Electron energy loss spectroscopy	طيفسنجي اتلاف انرژي الكترون
EGA	Evolved gas analyser	آنالیز گاز بیرون داده شده (خروجی)
EL	Electroluminescence	درخشایی الکتریکی
ELPI	Electrical low-pressure impaction	برخوردگری کمفشار الکتریکی
EPR	Electron paramagnetic resonance	تشديد پارامغناطيسي الكتروني
ESA	Electrokinetic sonic amplitude	دامنه صوتى الكتروجنبشي
ESR	Electron spin resonance	تشديد اسپين الكترون
FFF	Field-flow fractionation	جزءجزءكردن جريان با ميدان
FIB	Focused ion beam	باریکه یونی متمرکز

FTIR	Fourier transform infrared spectroscopy	طيفسنجي فروسرخ تبديل فوريه
HRTEM	High-resolution transmission electron microscopy	میکروسکوپی الکترونی عبوری با وضوح بالا
LD	Laser diffraction	پراکندگی لیزر
ICP	Inductively coupled plasma	پلاسمای جفتشده القایی
ICP-AES	Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy	طيفسنجي نشر اتمي-پلاسماي جفتشده القايي
ICP-OES	Inductively coupled plasma optical emission spectroscopy	طيفسنجي نشر نوري پلاسماي جفتشده القايي
ICP-MS	Inductively coupled plasma mass spectrometry	طیفسنجی جرمی- پلاسمای جفتشدہ القایی
IR	Infrared	فروسرخ
LALS	Low angle light scattering	پراکندگی نور زاویه کم
LEED	Low-energy electron diffraction	پراكندگى الكترونى كمانرژى
LEIS	Low-energy ion scattering	پراکندگی یونی کمانرژی
MALS	Multi-angle light scattering	پراکندگی نوری چندزاویهای
MFM	Magnetic force microscopy	میکروسکوپی نیروی مغناطیسی
MOKE	Magneto-optical Kerr effect	اثر مغناطیسی-نوری کِر
NP	Nanoparticle	نانوذره
NIR	Near infrared	فروسرخ نزدیک
NMR	Nuclear magnetic resonance	تشدید مغناطیسی هسته
NOAA	Nano-objects, and their agglomerates and aggregates	نانوذرات و کلوخهها و انبوهههای آنها
OPC	Optical particle counter	شمارشگر نوری ذره
PAS	Photoacoustic spectroscopy	طيفسنجي نورصوتي
PFM	Piezoforce microscopy	میکروسکوپی نیروی پیزو
PL	Photoluminescence	نوردرخشایی
PSD	Particle size distribution	توزيع اندازه ذره
РТА	Particle tracking analysis	تحلیل ردیابی نانوذرت
QMS	Quadrupole mass spectrometer	طيفسنج جرمي چهارقطبي
RALS	Right angle light scattering	پراکندگی نور زاویه قائمه
RF	Radio frequenc	بسامد رادیویی
RBM	Radial breathing mode	مّد تنفس شعاعی
RHEED	Reflection high-energy electron diffraction	پراش الکترون بازتابی با انرژی بالا
RLC	Resistor, inductor and capacitor	مقاومت، القاگر و خازن
RMM	Resonant mass measurement	اندازه گیری جرمی تشدیدی
SAXS	Small angle X-ray scattering	پراكندگى پرتو ايكس زاويەكوچك
SEM	Scanning electron microscopy	میکروسکوپی الکترونی روبشی
SIMS	Secondary ion mass spectroscopy	طيفسنجي جرمي يون ثانويه
SLS	Static light scattering	پراکندگی ایستا نور

SMLS	Static multiple light scattering	پراکندگی چندگانه ایستا نور
SMPS	Scanning mobility particle spectrometer	طيفسنج روبشي تحركپذيري ذره
sp-ICP-MS	Single particle ICP-M	طيفسنجي جرمى- پلاسماي جفتشده القايي
		تکذرہ
SPR	Surface plasmon resonance	تشديد پلاسمون سطحي
SP-STM	Spin polarized scanning tunnelling microscopy	میکروسکوپی تونلزنی روبشی پولاریزهشده با اسپین
SThM	Scanning thermal microscopy	میکروسکوپی گرمایی روبشی
STM	Scanning tunnelling microscopy	میکروسکوپی تونلزنی روبشی
STS	Scanning tunnelling spectroscopy	طيفسنجي تونلزني روبشي
SQUID	Superconducting quantum interference device	دستگاه تداخل كوانتومي ابررسانا
TEM	Transmission electron microscopy	ميكروسكوپى الكترونى عبورى
TGA	Thermogravimetric analysis	آناليز گرماوزنسنجی
TOF	Time of flight	زمان پرواز
TXRF	Total reflection X-ray fluorescence	فلورسانس بازتاب كلى پرتوايكس
UHV	Ultra-high vacuum	خلاً بسيار بالا
UV-Vis	Ultraviolet-visible	فرابنفش-مرئي
USAXS	Ultra-small angle X-ray scattering	پراکندگی زاویه بسیار کوچک پرتو ایکس
VSM	Vibrating sample magnetometer	مغناطيسسنج نمونه مرتعش
WAXS	Wide angle X-ray scattering	پراكندگى زاويه باز پرتو ايكس
XRD	X-ray diffraction	پراش پرتو ایکس
XRF	X-ray fluorescence spectroscopy	طيفسنجي فلورسانس پرتو ايكس
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy	طيفسنجي فوتوالكترون پرتو ايكس

۵ رویکردهایی برای تعیین اندازهده با هدف مشخصه یابی نانواشیاء و انبوهه ها و کلوخههای آن ها و مواد حاوی نانواشیاء

۵-۱ روش اجرایی

انتخاب اندازهدهها برای مشخصهیابی NOAAs از طریق نوع و کیفیت اطلاعات موردنیاز کاربر تعریف می شود. معمولا چندین روش برای یک اندازهده معین در دسترس است و بنابراین روش(ها) یا فنون انتخاب شده باید برای هدف مناسب و با ماده نمونه سازگار باشد.

در این استاندارد، اندازهدهها از دستههای مختلف توضیح داده شدهاند. توصیه می شود از یک یا بیشتر از یکی از اندازهدهها برای مشخصهیابی NOAAs استفاده شود. اندازهدههایی که باید استفاده شوند به اطلاعات مورد نیاز کاربر بستگی دارند. خیلی اوقات کاربر به بیش از یک اندازهده نیاز دارد؛ بهعنوان مثال اندازه، شکل، بار و شیمی، بنابراین اندازهدهها از زیربندهای مختلف این استاندارد باید درصورت نیاز استفاده شوند. کاربر نباید «اندازهده» را با «روش» اشتباه کند، دومی یک ابزار برای دستیابی به اولی است. همچنین کاربر باید بداند که روشهای مختلفی که بهصورت اسمی نوع یکسانی از اطلاعات را فراهم میسازند، بهعنوان مثال اندازه، در واقع به دلیل تفاوت وابسته به روش و سایر عوامل، میتوانند نتایج متفاوتی را به همراه داشته باشند. بنابراین، در صورت عملی بودن، یک رویکرد متعامد (استفاده از روشهای متعامد چندگانه) باید برای تعیین اندازهده زمانی که وابستگیهای روش شناختهشده یا مورد تردید هستند، بهکار برده شود. از سوی دیگر، اگر روشهای گوناگون دقیقا اندازهده یکسانی را هدف قرار دادهاند، زمانی که این اندازهده مشخصا تعریف شده است، بهعنوان مثال بهوسیله اصول بنیادی یا ساختاری، آنگاه نتایج باید همیشه قابل قیاس و مستقل از روشی باشند که آنها را فراهم کرده است ، مشروط بر اینکه روشها بهدرستی کالیبره شده باشند.

۵-۲ انواع اندازهدهها

برای کمک به کاربر برای انتخاب اندازهدهها و روشها و فنون معین، این استاندارد اندازهدهها را برای مشخصه یابی نانواشیاء براساس روشهای رایج مورداستفاده و تفکیکشده به «انواع» اندازهدهها توصیف میکند. جداول و متن در هر زیربند موارد زیر را توصیف میکند:

- الف اندازهده نهایی': این اندازهده معمولا به عنوان خروجی نهایی موردنظر برای اندازه گیری است.
- ب- اندازهده ویژه هر روش^۲: اندازهدههای اندازه گیریشده با دستگاه هستند و به اندازهده نهایی مرتبط هستند. نتایج بهدستآمده با روشهای مختلف بهدلیل تفاوت در اصول اندازه گیری فیزیکی زیربنایی روش میتواند به طور قابل توجهی با یکدیگر متفاوت باشد.
- پ- گستره و تفکیکپذیری فنون خاص: برای یکاهایی که به اندازهده خاص بستگی دارند و برای دستگاههای تجاری معمول کنونی هستند، استفاده میشوند. دستگاههای تحقیقاتی پیشرفته میتوانند تفکیکپذیری بالاتری نسبت به آنچه گفته شد، داشته باشند. تفکیکپذیری هر اندازهده و روش متفاوت است و با ابزارهای مختلف محاسبه میشود. تفکیکپذیری میتواند بسته به روش، درصدی از اندازه اندازهده، توان تفکیک دو قله یا عملکرد نهایی یک دستگاه باشد. تفکیکپذیری تنها بهعنوان راهنما ارائه شدهاست و در اینجا به تفصیل مورد بحث قرار نگرفته است.
- ت- محدودیتها و مراجع: مراجع استانداردهای ISO درصورت در دسترس بودن، بیان شدهاند. برای اطلاعات بیشتر باید این مراجع مورد مشورت قرار گیرند. محدودیتها به محدودیتهای روش اشاره دارند.

۵-۳ حالت نانواشیاء

نانواشیاء در حالات گوناگونی وجود دارند که خلاصهای از آنها در جدول ۱ بیان شده است. برای آنالیز، روشها مستلزم این هستند که نانواشیاء در شکلهای مختلف یا فازهای پراکنده شده باشند.

¹⁻ Overarching measurand

²⁻ Measurand specific to method

ماده مورد آزمون می تواند به طور کامل فقط از نانواشیاء تشکیل شده باشد یا حاوی درصدی از نانواشیاء باشد که این درصد ممکن است به وسیله اندازه ده های مختلف مثل تعداد یا جرم و در نتیجه روش های مختلف، اندازه گیری شود. درجه و طبیعت پراکنش نانواشیاء نیز اهمیت دارد و توصیه می شود درنظر گرفته شود. به بند ۱۵ مراجعه شود.

	47		
جامد	مايع	گاز	فار پيوسته
نانوچندسازه، مخلوط	1212 ·········	ماده نانومتخلخل	1.1-
نانوپودر/پودر نانوساختار	ماده نانومتخلخل	نانوكف جامد	جامد
نانوتعليقه/كلوييد	نانوامولسيون	نانوكف مايع	مايع
نانوهواسل (جامد)	نانوهواسل (مايع)	(بەكار بردە نمىشود)	گاز

۱- حالات مختلف نانواشياء

عوامل دیگری که باید درنظر گرفته شوند شامل آمادهسازی نمونه است. در اینجا، حالت نانواشیاء قبل، حین و بعد از آمادهسازی نمونه و قبل از آنالیز میتواند بهطور قابلتوجهی متفاوت باشد و نتایج اندازه گیریشده را تحتتاثیر قرار دهد. مثالها شامل نوع و مدت زمان امواجدهی با صوت، متغیرها، روشهای استخراج و رسوب می شود.

۶ اندازه ده های مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل نانواشیاء و کلوخه ها و انبوهه های آن ها

۱-۶ کلیات

شکل، اندازه میانگین و توزیع اندازه ذرات NOAA تاثیر زیادی بر خواص ذاتی آنها یا خواص مواد چندسازه حاوی آنها دارند. بسپارها و کشسانهای تقویتشده با پرکنندههای در اندازه نانو، مواردی بهعنوان نمونه هستند.

نانواشیاء و مواد حاوی آنها باید در طول چرخه عمر خود مشخصهیابی شوند. چندین مرحله زمانی قابل شناسایی را میتوان تعیین کرد که در آن مشخصهیابی میتواند مناسب باشد. این موارد عبارتند از: پس از سنتز، بعد از حمل و نقل، بعد از ذخیرهسازی و پردازش قبل از استفاده. این مشخصهیابی اجازه بررسی اینکه آیا اندازه ها خواصی را که برای آنها طراحی شدهاند را نمایش میدهند یا خیر، فراهم میکند. این مورد حتی اگر رابطه بین مشخصههای ذاتی نانواشیاء و خاصیت کاربردی موردنظر (بهعنوان مثال نوری، الکتریکی و مکانیکی) به طور کامل قابل درک نباشد، برقرار است. با توجه به اندازه و شکل، مشخصهیابی آنها توصیه میشود به شکل خشک و یا پراکنه مایع، بسته به روش آنالیزی مورد استفاده، انجام گیرد. با توجه به احتمال اثرات توکسیکولوژیکی برخی از نانواشیاء، روشهای اندازه گیری در بستر هوا، چه در محل کار و چه در هوای

می شوند زیرا اجازه پایش بر افتوخیز ^۱ انتشار را می دهند، در حالی که روش های آزمایشگاهی کلاسیک بعد از نمونه برداری روی پایه مناسب استفاده می شوند. در زمان استفاده از موادی که حاوی نانواشیاء هستند، برخی از آنها می توانند در نتیجه سایش مکانیکی یا جوی مانند برش و یا سوراخ کاری مصالح ساختمانی، استهلاک رنگها یا جلادهنده ها، از ماده آزاد شوند. در این مورد اندازه گیری ها در هوا نیز موردنیاز است. نانواشیاء را می توان بر روی سطوح پوشش داد تا به عنوان مثال خواص ضدباکتریایی، نوری یا خودتمیز شوند گی را ارائه می توان بر روی سطوح پوشش داد تا به عنوان مثال خواص ضدباکتریایی، نوری یا خودتمیز شوند گی را ارائه دهند. سپس اندازه گیری های می اندازه گیری ها در موا نیز موردنیاز است. نانواشیاء را می توان بر روی سطوح پوشش داد تا به عنوان مثال خواص ضدباکتریایی، نوری یا خودتمیز شوند گی را ارائه دهند. سپس اندازه گیری های ویژه ای از پارامترهای اندازه و شکل روی سطح مواد موردنیاز است.

اندازهدههای ویژه و نهایی با توجه به روشهای مورد استفاده و فاز پیوسته حاوی نانواشیاء، متفاوت هستند. این اندازهدهها و روشهای مورد استفاده برای ارزیابی آنها در زیر ارائه شدهاست.

۲-۶ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل

۶-۲-۱ مرور کلی

توزیع اندازه ذره (PSD) فهرستی از مقادیر عددی است که نشاندهنده تعداد نسبی و یا در موارد نادر تعداد مطلق ذرات موجود در طبقهها یا خانکهای^۳ اندازه مختلف است که از کوچکترین تا بزرگترین اندازه ذره را شامل میشود. تعدادی عوامل ارزشیابی متفاوت مقدار (انواع) وجود دارد که مرتبطترین آنها عبارتند از: الف تعداد ذرات در یک طبقه اندازه؛ ب مساحت سطح کل ذرات در یک طبقه اندازه؛ پ حجم کلی ذرات در یک طبقه اندازه؛ ت - جرم ذرات در یک طبقه اندازه.

عوامل ارزشیابی مانند شدت نور پراکنده شده برای به دست آوردن توزیعهای اندازه ذره در روشهای استفاده از پراکندگی نور (بهعنوان مثال DLS) به کار می روند. این PSDs را می توان با استفاده از مدل های ریاضی خاص به توزیعهای اندازه ذره عددی یا حجمی تبدیل کرد که اغلب به فرضیاتی در مورد شکل کروی ذرات، چگالی یکنواخت ذرات یا دانش سایر پارامترهای فیزیکی مانند ضریب شکست نیاز دارند. در اینجا اصطلاح «ذره» به NOAAs اشاره دارد زیرا بسیاری از روشهای مورداستفاده برای اندازه گیری اندازه قادر نیستند بین آنها تمایز قائل شوند و توزیعهای اندازه ذره جداگانه را برای تک تک نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها به دست آورند.

شکل، صورت هندسی بیرونی یک ذره است. هنگامی که روشهای مشاهده مستقیم مانند میکروسکوپی به کار میروند، اندازهدههای خاصتری میتوانند در نرمافزار تحلیل تصویر برای توصیف شکل یک شیء تعریف

¹⁻ Fluctuations

²⁻ Self-washing

³⁻ Bins

شوند. اندازه ده های رایج عبارتند از کشیدگی فِرِت^۱ (نسبت بین بیشینه و کمینه قطر فِرِت که در آن قطر فِرِت فاصله بین دو خط مماسی موازی در یک جهت معین است)، نسبت منظری (نسبت طول یک ذره به عرض آن) و تحدب (نسبت بین مساحت تصویر شده شیء و مساحت بدنه محدب آن). توزیع شکل ذرات حاوی مقدار ذرات در طبقه های شکلی مختلف را می توان با استفاده از تحلیل تصویر

بهدست آورد. مقدار توزیع بر اساس تعداد ذره، مساحت و یا حجم آن طبقهبندی میشود.

یادآوری- هنگام به کارگیری تعریف نسبت منظری (یک پارامتر ۲ بعدی) در مورد مواد با شکلهای مختلف (که ۳ بعدی هستند) باید دقت شود. طولهای مرتبط به ریختشناسی نانوشیء بستگی دارد، به عنوان مثال، ذره در مقابل میله در مقابل صفحه.

۲-۲-۶ استانداردهای عمومی مرتبط

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

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

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

ISO 9276-4, Representation of results of particle size analysis - Part 4: Characterization of a classification process

ISO 9276-5, Representation of results of particle size analysis - Part 5: Methods of calculation relating to particle size analyses using logarithmic normal probability distribution

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

ISO 26824, Particle characterization of particulate systems - Vocabulary

ISO/TS 80004-6, Nanotechnologies - Vocabulary- Part 6: Nano-object characterization

۳-۶ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل در هواسلها

۶-۳-۱ مرور کلی

نانواشیاء در تمام بسترهایی که در آنها توزیع میشوند در معرض انبوهه شدن و کلوخه شدن هستند. این امر بهویژه در مورد هواسلها که انبوههها و کلوخهها در اغلب شرایط وجود دارند، صادق است. در نتیجه، روشهای اندازه گیری نه تنها در گستره نانومقیاس بلکه برای ذرات بالای ۱۰۰ nm نیز باید قابل اجرا باشند.

جدول ۲ خلاصهای از اندازهدهها و روشهای مورد استفاده برای تعیین اندازه و شکل نانواشیاء در هواسلها را ارائه میدهد. در این جدول و جدولهای بعدی در این استاندارد، اصطلاح «اندازهده نهایی» به پارامتر فیزیکی اشاره دارد که روش مربوط به اندازه گیری آن درنظر گرفته شدهاست. اصطلاح «اندازهده(های) ویژه هر روش»

¹⁻ Feret elongation

به پارامتر فیزیکی اشاره دارد که در واقع بهوسیله آن روش، اندازه گیری می شود. به عنوان مثال، در برخورد گری الکتریکی'، لَختی ذرات، اندازه ده ویژه است زیرا مسیر حرکت آنها را در افزاره و بنابراین صفحه ای که آنها را جمع آوری می کند، مشخص می کند. این صفحه با یک طبقه اندازه قطر آئرودینامیک خاص مطابقت دارد (مقدار ذرات روی این صفحه و روی همه صفحات دیگر – توزیع اندازه ذره را تولید می کند که اندازه ده نهایی است). اصطلاح «تفکیک پذیری» به کمینه اندازه قابل دستیابی از طریق روش به کار رفته اشاره نمی کند (این کمینه اندازه با «گستره اندازه متداول» مشخص می شود)، بلکه به توانایی تمایز دو اندازه متفاوت اشاره دارد: بنابراین عمدتا با تعداد گزینه های اندازه گیری که معمولا به وسیله افزاره ها ارائه می شوند، مرتبط است.

«محدودیت» به اشکال اصلی روش اشاره دارد. این محدودیت میتواند گستره غلظت، زمان اندازه گیری یا حداقل اندازه قابلدستیابی باشد. حتی اگر یک روش خاص، PSD وزندهی شده عددی را بدهد، گستره غلظت به صورت غلظتهای جرمی داده می شود زیرا قبل از اندازه گیری به راحتی مشخص می شود، برای مثال، با نمونه برداری از فیلترها.

جدول ۲ شامل روشهایی است که آنی اندازه گیری میکنند، به استثنای برخوردگری آبشاری در انتهای جدول که دو روش میکروسکوپی را مشخص میکند. روشهای آنی فقط اندازه را اندازه گیری میکنند درحالیکه روشهای میکروسکوپی میتوانند علاوهبر اندازه، شکل را نیز اندازه گیری کنند.

¹⁻ Electrical impaction

مراجع	محدوديتها	تفکیک پذیر ی	گستره اندازه	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[1]	گستره غلظت: mg/m ³ تا ۱۰µg/m ³ ۱۰۰ چگالی ذره باید مشخص باشد. مشکلات واگشتی ذره و انتقال بار	معمولا ۱۳ طبقه تا ۵۰۰ طبقه یا خانک اندازه تقسیمشده در کل گستره اندازه	قطر آئرودینامیکی معادل میانگین بین ۶ nm ۶ μm	ELPI	آشکارسازی الکتریکی از برخوردگری	توزیع اندازه وزندهیشده عددی، بهطوریکه «اندازه» قطر آئرودینامیکی معادل ذره است.
		معمولا بین ۳ طبقه تا ۱۴ طبقه یا خانک مجزا در کل گستره اندازه	۱۰ nm تا ۱۸ µm (بسته به طراحی خاص)	برخوردگر ی آبشاری	لُختى	توزیع اندازه وزندهیشده جرمی
[2]	اندازه گیری حداقل ۱ دقیقه زمان میبرد- با پدیدههای سریع ساز گار نیست.	زیر nm	۳ nm تا ۱۰۰۰ nm	DMAS	تحرک پذیری الکتریکی	تعداد- توزیع اندازہ تحرکپذیری الکتریکی
[3]	برای NOAA، فقط برای انبوههها و کلوخههای >μm (مورد نانوصفحه) قابل استفاده است. ضریب شکست باید مشخص باشد.	۰٫۱ µm	۰٫۵ μm ۲۰ μm	OPC	سطح مقطع پراکندگی	توزیع اندازه وزندهیشده عددی، «اندازه» قطر نوری معادل ذرات است.
[4]	تفکیک پذیری برای ذرات غیر کروی پایین تر است.	۰,۱ μm	۵ μm ۵،۰ تا ۲۰ μm	APS	سرعت	توزیع اندازه آئرودینامیکی وزندهیشده جرمی
[5], [6]	کارآیی نمونهبرداری نوعی یک کمینه (۱۰٪) در ۲۰ nm TEM دارد. TEM یک روش آنی نیست.	۰٫۲ nm	۱ nm ۱۰ µm	نمونهبردار ذرات با TEM و تحليل تصوير	اندازه و شکل تصویرشده دوبعدی NOAA. توزیع شکل و اندازه هندسی وزندهیشده عددی	اندازه و شکل NOAA
[7]	نیاز به آمادهسازی نمونه روی یک بستره دارد. اندازه گیری آهسته و مجزا. SEM یک روش آنی نیست.	۵ nm	۵ nm ۱ mm	SEM از فیلترها	اندازه و شکل تصویرشده دوبعدی NOAA. توزیع شکل و اندازه هندسی وزندهیشده عددی	اندازه و شکل NOAA

جدول۲- اندازهدههای مربوط به اندازهگیری اندازه و شکل در هواسلها

یادآوری- در جدول ۲ و جدول<mark>ه</mark>ای بعدی، گستره اندازه پارامترها، تفکیکپذیری و محدودیتها به روش اندازهگیری مربوط میشوند.

۲-۳-۶ استانداردهای عمومی مرتبط

ISO/TR 18196, Nanotechnologies - Measurement technique matrix for the characterization of nano-objects

ISO/TR 27628, Workplace atmospheres - Ultrafine, nanoparticle and nano-structured aerosols- Inhalation exposure characterization and assessment

۶–۳–۳ برخوردگری کمفشار الکتریکی (ELPI)

در روش ELPI، ذرات هواسل ابتدا با یک اثر تاجی شکل^۱ باردار می شوند و به یک برخورد گر^۲ کم فشار مجهز به چندین صفحه فرستاده می شوند. بزرگترین ذرات (یا انبوهه ها و کلوخه ها)، به علت حرکت لَختی شان، روی صفحات بالایی جمع شده در حالی که کوچکترین آنها، روی صفحات پایینی جمع می شوند. هر صفحه مجهز به یک سامانه شمار شگر الکتریکی است که سیگنالی متناسب با بار الکتریکی دریافت شده به وسیله صفحه می فرستد. به این ترتیب یک عدد PSD حاوی تعدادی از طبقه های اندازه برابر با تعداد صفحات در برخورد گر به دست می آید.

اندازهده ویژه مرتبط با این روش، لَختی اشیاء است. این اندازهده مستقیما با چگالی و قطر آئرودینامیک برای یک جریان گاز معین، مرتبط است. بنابراین، هر صفحه ذرات را در یک گستره قطر آئرودینامیکی معین با چگالی مشخص جمعآوری میکند.

در هر صفحه، تعداد کل ذرات جمع آوری شده در گستره جرم یا قطر متناظر، از سیگنال جریان الکتریکی اندازه گیری شده به دست می آید. این امر پس از تعیین تجربی کار کرد بازده شارژر امکان پذیر است. برای هر قطر آئرودینامیکی، این کار کرد اتلاف ذره در داخل شارژر، کسری از ذرات باردار و بار متوسط آنها را در نظر می گیرد. چگالی ذرات باید معلوم باشد. توزیع های اندازه وزن دهی شده عددی را می توان با این روش به دست آورد.

طراحیهای پیشرفته اخیر (برخوردگرهای کمفشار الکتریکی با تفکیک پذیری بالا) می توانند توزیع اندازه را تا ۵۰۰ طبقه اندازه فراهم کنند. فناوری برخوردگری خاص آنها، آنالیز شیمیایی پس از اندازه گیری ذرات طبقهبندی شده براساس اندازه را ممکن می سازد.

چون در این روش فرض بر این است که ذرات کروی هستند، قادر به ارائه اطلاعات مستقیم در مورد شکل نانواشیاء نیست. با اینحال، برای بهدست آوردن اطلاعات شکل، بررسی ذرات مجزا روی صفحات با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی امکانپذیر است.

1- Corona effect

²⁻ Impactor

۶-۳-۶ برخوردگرهای آبشاری

طراحیهای دیگر عبارتند از برخوردگرهای آبشاری ۱۳ و ۱۴ مرحلهای که ذرات را براساس لَختی آنها به ۱۳ یا ۱۴ کسرهای اندازه در گستره ۱۶nm تا ۱۳ سا ۱۰ طبقهبندی میکنند. هر مرحله قبل و بعد از اندازهگیری وزن میشود: بنابراین، توزیع اندازه ذره وزندهیشده جرمی بهدست میآید.

برخوردگرهای نهشتی یکنواخت میکرو-روزنه'، برخوردگرهای آبشاری هستند که برای جزجزء کردن ذرات هواسل براساس اندازه آئرودینامیک آنها استفاده میشوند. برخوردگرهای نهشتی با سایر برخوردگرهای آبشاری رایج از این نظر تفاوت دارند که از تعداد زیادی افشانکهای میکرو-روزنه بهمنظور کاهش سرعت جت و افت فشار، به حداقل رساندن واگشت ذره و بازهمراهبَری' و افزایش کارآیی جمعآوری استفاده میکنند. این امر منجر به مشخصههای اندازه-برش تیزتر و توزیعهای اندازه وزندهی شده جرمی درستتر میشود.

یاد آوری – برخوردگرهای الکتریکی معمول، گستره اندازه را در مرتبه nm ۱۶ تا µm ۱۰ تعیین میکنند. گستره غلظت جرمی قابلاندازه گیری به اندازه بستگی دارد. بهعنوان مثال، برای یک قطر آئرودینامیک nm ۱۰۰ این گستره حدود ۱۰ µg/m³ ۱۰ تا ۱۰۰ mg/m³ است.

۶–۵–۳–۵ سامانه آنالیز تحرکپذیری تفاضلی

یک سامانه آنالیز تحرکپذیری تفاضلی، که تحت عنوان SMPS نیز شناخته میشود، تلفیقی از یک طبقهبندیکننده تحرکپذیری الکتریکی تفاضلی (DEMC) و یک شمارنده تراکم ذره (CPC) است. در اینجا، ذرات در ابتدا بهوسیله یک منبع رادیواکتیو، طبق قانون توزیع بار تعادلی فوش⁷، باردار میشوند. یک میدان الکتریکی قابلتنظیم بین دو الکترود اعمال میشود تا مسیر اشیاء باردار وارد شده به DEMC را منحرف کند. از آنجائیکه این انحراف متناسب با تحرکپذیری الکتریکی است، هر تنظیم ولتاژ یک طبقه اندازه خاص از اشیاء را از سامانه استخراج میکند. روش DEMC اساساً بهعنوان یک فیلتر عبور نوار⁴ عمل میکند و تنها به اشیاء با یک اندازه تحرکپذیری خاص اجازه خروج از ستون را میدهد. تحرکپذیری است. برای اشیاء غیرکروی، اندازه تعیین میشود. برای کرههای تکبار، اندازه معادل قطر کروی هندسی شیء است. برای اشیاء غیرکروی، اندازه برابر با قطر تحرکپذیری کروی معادل است که نیروی پسار⁶ یکسانی را با شیء اندازه گیریشده نشان میدهد. یک شمارنده تراکم ذره قرار داده شده در خروجی، غلظت عددی هر شیء اندازه گیریشده نشان میدهد. یک شمارنده تراکم ذره قرار داده شده در خروجی، غلظت عددی هر میره اندازه است که استن می دهد. یک شمارنده تراکم ذره قرار داده شده در خروجی، غلظت عددی هر می اندازه است که ندازه مینان می دهد. یک شمارنده تراکم دره قرار داده شده در خروجی، غلظت عددی هر می اندازه میوی شدازه را با سنور ثبت میکند. بنابراین یک توزیع اندازه تحرکپذیری معمول در مینج اندازه مینان می دهد. می شارنده تراکم دره قرار داده شده در خروجی، غلظت عددی هر و میخشند. ستونهای مختلف (DEMC) گسترههای اندازه متفاوتی را در SMA کلاسیک پوشش میدهند و CPC3 مختلف حد تشخیصهای متفاوتی را نشان میدهند. اندازه دویل در این روش،

- 2- Reentrainment
- 3- Fuchs
- 4- Band pass filter
- 5- Drag force

¹⁻ Micro-orifice uniform deposit impactors

تحرک پذیری الکتریکی است که به طور مستقیم با بار و قطر آئرودینامیک اشیاء مرتبط است چراکه قانون بار آنها شناخته شده است. اطلاعات مربوط به شکل اشیاء را نمی توان به طور مستقیم به دست آورد، اما مدل هایی برای برازش داده ها به یک تابع شکل شناخته شده، برای مثال توزیع های طول، برای استخراج وجود دارند. برای اشیاء بسیار ناهمسانگرد مانند نانوالیاف، قانون باردار شدن می تواند غیرقابل پیش بینی باشد، که منجر به عدم قطعیت های زیادی در نتایج می شود.

برخی از طراحیهای جایگزین DEMC وجود دارند که در آنها یکی از الکترودها به چند بخش تقسیم میشود که هر کدام به الکتروسنجهای خیلی حساس متصل هستند. این امر امکان بسط گستره اندازه روش را معمولا از ۱۰nm تا ۱۰µm میدهد. طیفسنج اندازه ذره با تحرکپذیری بالا مثالی از چنین طراحی است و میتواند ذرات را در گستره از nm

این طراحیها خیلی سریعتر از یک DMAS کلاسیک هستند چراکه میتوانند اندازه گیریها را در بیش از یک هرتز انجام دهند.

۶-۳-۶ استانداردهای مرتبط

ISO 27891, Aerosol particle number concentration - Calibration of condensation particle counters

EN ISO 28439, Workplace atmospheres - Characterization of ultrafine aerosols/nano aerosols - Determination of the size distribution and number concentration using differential electrical mobility analysing systems

۶–۳–۷ شمارشگر نوری ذره

هواسل حاوی نانواشیاء به درون سلولی که با باریکه لیزر روشن شده، جریان مییابد. اشیایی که از باریکه عبور میکنند نور را براساس اندازه و شکل ذرات خود پراکنده میکنند. این پدیده ناشی از اثرات فیزیکی پراش، بازتاب و شکست است. یک آشکارساز نوری، درخشهای نور دریافتی در یک زاویه خاص را به تَپهای الکتریکی تبدیل میکند. با استفاده از ارتفاع و نرخ شمارش تپها، غلظت عددی و قطر کروی معادل را میتوان از نظریه «مای^۲» بهدست آورد. برای توزیعهای اندازه دقیق، ضریب شکست ذرات باید معلوم باشد. معمولا این دستگاه با استفاده از یک هواسل تکپراکنه با ضریب شکست معین مانند لاتکس پلی استایرن کالیبره میشود. توزیع اندازه حاصل که بهوسیله دستگاه نمایش داده میشود، براساس قطر معادل است. محاسبات پراکندگی مای، هم برای مدل کردن پاسخ دستگاهها و هم برای معکوس کردن دادههای حاصله، استفاده انما به آگاهی از ضریبهای شکست و شکل ذره محدود میشوند. با استفاده از این شمارشگرها، توزیع اندازه معادل نوری وزندهی شده عددی را میتوان در گستره سی میوند. با استفاده اندازه گیری کرد. این گستره اندازه ممکن است برای مقیاس نانو نامربوط بهنظر آید، اما مکمل اندازه گیریهای SMPS است زیرا نانوذرات غالبا در هواسله به شکل انبوههها و کلوخهها یافت میشوند.

¹⁻ Flashes

²⁻ Mie theory

۸-۳-۶ استانداردهای مرتبط

ISO 13320, Particle size analysis- Laser diffraction methods

ISO 21501-1, Determination of particle size distribution - Single particle light interaction methods - Part 1: Light scattering aerosol spectrometer

۹-۳-۶ اندازهسنجی ذره آئرودینامیک

در اندازهسنجی ذره آئرودینامیک (APS)، هواسل از طریق یک افشانک پمپ شده و شتاب می گیرد. ذرات خروجی از جت سرعتی دارند که به مساحت سطح و جرم آنها بستگی دارد. ذرات از دو باریکه لیزری عبور می کنند که با فاصله معلومی از هم جدا شدهاند و دو تپ نور پراکنده شده را تولید می کنند. اندازه گیری تاخیر زمانی بین دو تپ امکان تعیین سرعت را می دهد. قطر آئرودینامیک ذرات (اندازه ده نهایی) از سرعت اندازه گیری شده، با فرض شکل کروی و چگالی واحد، به دست می آید. یک توزیع اندازه ذرات جرمی در گستره اندازه مناب است و برای خود نانواشیاء مناسب نیست.

TEM TEM TEM TEM ۳-۶ تلفیقشده با نمونه گیرهای توری

روش TEM یک روش میکروسکوپی است که در آن یک باریکه از الکترونها از میان یک آزمونه نازک عبور می کند تا تصویری شکل بگیرد. توزیعهای اندازه و شکل هندسی وزندهی شده عددی را می توان با استفاده از تحلیل تصویری میکرو گراف های TEM، با برخی موانع و محدودیت ها، به دست آورد. معمولا امکان به دست آوردن توزیعهای اندازه ذره مجزا برای نانواشیاء وجود ندارد، زیرا جداسازی ذرات اولیه در یک انبوهه یا کلوخه، به ویژه با معیارهای خود کار مورد استفاده با نرم افزار، بسیار مشکل است. نانوالیاف بسیار بلند، مانند پیچیده درهم تنیده اند. هنگام استفاده از افزاره های نمونه برداری، نرخ جریان و مدتزمان نمونه برداری باید با دقت تنظیم شوند تا مقدار ذرات جمع آوری شده بهینه شود. در واقع، غلظتهای پایین می تواند آمار شمارش را محدود کند در حالی که غلطتهای بالا می توانند مانع شمارش شده و اشیاء هم پوشان به صورت ذره منفرد با نرم افزار دیده شوند. کالیبراسیون اولیه اندازه پیکسل باید با استفاده از مواد مرجع گواهی شده انجام شود.

نرمافزار تحلیل تصویر، دسترسی به توزیعهای اندازه و شکل هندسی وزندهی شده عددی (که به شکل قطر دایرهای معادل یا پارامترهای ابعادی گوناگون مانند طول، عرض، قطرهای فِرِت[']، محیط و مساحت تصویر شده بیان می شود) را فراهم می کند. معمولا به شناسایی و جداسازی اشیاء از پس زمینه با استفاده از آستانه شدت اعمال شده بر یک تصویر سطح خاکستری نیاز است و عموما به اطلاعات دو بعدی محدود می شود. توزیعهای شکل را نیز می توان برای مثال با اندازه گیری نسبت منظری مجزای NOAA (طول تقسیم بر عرض) به دست آورد. روش TEM امکان تفکیک بین ذرات تشکیل دهنده را که می توانند ذرات اولیه و یا کلوخه ها و انبوهه ها

¹⁻ Feret diameters

افزارههای نمونهبرداری، جمع آوری ذرات هواسل را روی توریهای TEM با تحلیل متعاقب در دستگاه برای به بای به بای به بای به بای به می از در اطلاعات اندازه و شکل، ممکن می سازند.

روشهای مختلفی برای جمع آوری نمونه در دسترس هستند. یک روش از توریهای سوراخدار TEM برای جمع آوری ذرات از طریق فیلتر کردن با استفاده از یک افزاره پمپزنی استفاده می کند. سپس توری در یک میکروسکوپ الکترونی عبوری مورد بررسی قرار می گیرد. بازده جمع آوری - درصد ذرات حفظ شده روی توری برای یک طبقه اندازه معین – به اندازه ذرات بستگی دارد. از فیلترهای هِپا قابل حل نیز می توان استفاده کرد. مثال: برای یک دستگاه با نرخ پمپزنی ۳٬۰ لیتر در دقیقه، بازده جمع آوری دارای حداقل مقدار حدود ٪ ۲۰ در متا استفاده کرد. مثال: برای یک دستگاه با نرخ پمپزنی ۳٬۰ لیتر در دقیقه، بازده جمع آوری دارای حداقل مقدار حدود ٪ ۲۰ در متا مثال: برای یک دستگاه با نرخ پمپزنی ۳٬۰ لیتر در دقیقه، بازده جمع آوری دارای حداقل مقدار حدود ٪ ۲۰ در متا مثال: مثال: برای یک دستگاه با نرخ پمپزنی ۳٬۰ لیتر در دقیقه، بازده جمع آوری دارای حداقل مقدار حدود ٪ ۲۰ در متا مثال: برای یک دستگاه با نرخ پمپزنی ۳٬۰ لیتر است [5].

روش دیگر از یک میدان الکتریکی تولیدشده بهوسیله یک الکترود برای رسوبدهی ذرات باردارشده هواسل روی یک توری TEM استفاده میکند. بازده جمعآوری به چندین پارامتر (تنش الکتریکی و قطر الکترود) بستگی دارد. اندازه گیری غلظت با CPC قبل و بعد از نمونهبردار، بازده جمعآوری کلی ۵۰٪ را فراهم میکند. اما بازده واقعی جمعآوری در توریهای TEM، آنچیزی که با TEM اندازه گیری شده، کمتر از ٪ ۱ است که به معنی اتلاف شدید در محلی درون افزاره است. ایراد این روش ایناست که ذرات باید باردار شوند.

۶–۳–۱۱ استانداردهای مرتبط

ISO/TS 10797, Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using transmission electron microscopy

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

ISO 13322-2, Particle size analysis - Image analysis methods - Part 2: Dynamic image analysis methods

ISO 21363, Nanotechnologies - Measurements of particle size and shape distributions by transmission electron microscopy

ISO/TR 27628, Workplace atmospheres - Ultrafine, nanoparticle and nano-structured aerosols - Inhalation exposure characterization and assessment

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

۶–۳–۱۲ میکروسکوپی الکترونی روبشی در روش SEM، یک باریکه الکترونی تولید شده، با ولتاژ بالا شتاب می گیرد، روی سطح نمونه متمرکز شده و آن را روبش می کند. در هر نقطه روبش شده روی سطح، برهم کنش نمونه الکترون سیگنالهای خاصی را می دهد که در میان آنها تصویربرداری الکترون ثانویه بازنمودی از ریخت شناسی سطح را ارائه می کند. تصویربرداری الکترون پس پراکنده اطلاعاتی مربوط به ترکیب شیمیایی موضعی ارائه می دهد و فوتون های

1- HEPA

پرتو ایکس را میتوان برای بهدست آوردن اطلاعات در مورد آنها به کار برد. میکروسکوپهای الکترونی روبشی همچنین میتوانند در حالت عبوری کار کنند که اندازه گیری اندازه و شکل را تسهیل می کنند.

همچنین میتوان از تحلیل خودکار تصویر نیز استفاده کرد. آستانه گذاری تصویر در این روش از میکروسکوپ الکترونی عبوری سخت تر است به این دلیل که تباین در تصویربرداری ثانویه که بهترین تفکیک پذیری عرضی را ایجاد می کند، به اندازه کافی قوی نیست و به ضخامت نانوشیء و عدد اتمی و نیز جهت گیری موضعی سطح با توجه به باریکه الکترونی بستگی دارد. تفکیک پذیری نهایی قابل دستیابی، بسته به دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد استفاده، ۱۰۲ تا ۵۰۰ است. اطلاعات اندازه و شکل معمولا به اطلاعات دو بعدی محدود می شود.

دستگاه مورد استفاده ممکن است قدرت تفکیک کافی برای تشخیص ذرات بسیار کوچک (<nm ۱۰) را نداشته باشد. میکروسکوپ الکترونی روبشی میتواند بین ذرات تشکیلدهنده و ذرات انبوههها و کلوخهها تمایز قائل شود.

ذرات هواسل بهوسیله افزارههای پمپزنی خاص با نرخ جریان کم یا زیاد، روی فیلترها جمعآوری میشوند. این افزارهها را میتوان با سرفیلترهای مختلف برای نمونهبرداری از تمام مواد ذرهای یا ذرات کوچکتر از ۲٫۵μm ،۱۰μm را میتوان با سر۱۹ نصب کرد. این فیلترها را همچنین میتوان فلزاندود کرد تا امکان مشاهده آنها در میکروسکوپ الکترونی روبشی پس از انتقال به پایه یا نگهدارندههای نمونه مناسب، فراهم شود. برای بهدست آوردن چگالی به اندازه کافی کم بهطوریکه امکان بررسی و اندازه گیری ذرات مجزا وجود داشته باشد، باید به چگالی نهشت دقت شود.

از میکروسکوپ الکترونی روبشی و سایر روشهای میکروسکوپی همچنین میتوان برای مطالعه خواص نانوچندسازهها و سایر مواد با شاخصههای سطح در مقیاس نانو استفاده نمود.

۶–۳–۱۳ استانداردهای مرتبط

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

ISO 13322-2, Particle size analysis- Image analysis methods - Part 2: Dynamic image analysis methods

ISO/TR 27628, Workplace atmospheres - Ultrafine, nanoparticle and nano-structured aerosols - Inhalation exposure characterization and assessment

ISO 19749, Nanotechnologies - Measurements of particle size and shape distributions by scanning electron microscopy

۶-۴ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل در پودرها

۶-۴-۱ مرور کلی
جدول ۳ خلاصهای از اندازه دهها و روشهای مورد استفاده برای تعیین اندازه و شکل نانواشیاء پودری را ارائه می دهد.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیر	گستره	روش	اندازهده ویژه هر	اندازەدە
	_	ى	اندازه		روش	نهایی
[8]	عموما نهشت فلز ضروری است.	۵ nm	۵ nm ۱ mm	SEM	شکل و اندازهٔ تصویرشده دوبعدی NOAA. توزیعهای شکل و اندازهٔ هندسی وزندهیشده عددی	اندازه و شکل NOAA
[9]	به مقدار نسبتاً زیادی از نمونه (بسته به مساحت سطح ویژه مورد انتظار) نیاز دارد. به نمونه خشک و گاززدایی شده نیاز دارد.	چند نانومتر	nm ۲ تا ۱ µm	جذب سطحی گاز با استفادہ از روش بِت	جرم گاز جذب سطحی شدہ (مساحت سطح کل نمونہ اندازہگیری شدہ را میدھد)	مساحت سطح ویژه جرمی
[10]	تخمین کمتر تعداد نسبی ذرات زیرمیکرمتر برای نمونههای بسپراکنه	۱۰ nm	۳۰ nm ۱ mm	LD	توزیع زاویهای نور پراکندهشده	توزیع اندازه وزندهیشده حجمی (اندازه، قطر هندسی معادل است)
[11]	برای اندازهگیری ساختارهای بلوری بزرگ درستتر است تا ساختارهای کوچک.	۵ nm	۵ nm ۱۰۰ nm	XRD	پهنشدگی پیکهای پراش پرتو ایکس	قطر میانگین وزندهیشده حجمی
[12], [13]	برای نانولولههای کربنی چنددیواره ساده نیست.	۰,۰۵ nm	۰٫۵ nm ت ۲ nm	طیفسنجی رامان	جابەجائى بسامد	میانگین قطر وزندهیشده حجمی نانولولههای کربنی
مراجع من						

جدول ۳- اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل در پودرها

یادآوری– TEM در این جدول گنجانده نشده است، زیرا آمادهسازی نمونه برای TEM غالبا نیاز به این دارد که پودر حاوی نانواشیاء در یک مایع پراکندهساز مناسب پراکنده شود. TEM در زیربندهای ۶–۳–۱۰ و ۶–۵–۱۲ مورد بحث قرار گرفته است.

۲-۴-۶ استانداردهای مرتبط

ISO 17200, Nanotechnology - Nanoparticles in powder form - Characteristics and measurements
ISO/TS 21356-1, Nanotechnologies - Structural characterization of graphene - Part 1: Graphene from powders and dispersions

ISO 26824, Particle characterization of particulate systems - Vocabulary

۶-۴-۶ میکروسکوپی الکترونی روبشی

نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها به شکل پودری را میتوان روی پایههای مناسب طراحیشده برای قرارگیری در نگهدارنده آزمونه SEM، پخش کرد. روشهای نهشت مناسب، بهعنوان مثال استفاده از یک نوار چسب دوطرفه رسانا برای تثبیت اشیاء بر روی پایه، میباشد. بهمنظور دستیابی به چگالی بهاندازه کافی کم بهطوریکه امکان بررسی و اندازه گیری ذرات مجزا فراهم شود، باید به چگالی نهشت دقت شود.

روش SEM می تواند با برخی محدودیتها، اطلاعاتی را در مورد اندازه و شکل ذرات ارائه دهد (برای جزئیات و اصول عملیات به زیربند ۶-۳-۱۲ مراجعه شود).

بهطور خاص برای پودرها، تمایل به کلوخه شدن زمانی که روی یک بستره نهشته می شوند یک اشکال جدی برای تحلیل بعدی تصویر است. بنابراین، به دست آوردن توزیع اندازه ذرات پودرها در SEM دشوار است. با این حال، SEM برای توصیف شکل NOAA از طریق تفسیر دیداری ریزنگاشت، بسیار مفید است. به همین دلیل، به طور معمول این روش در بسیاری از محل های تولیدی یا تحقیقاتی NOAA استفاده می شود.

۴-۴-۶ استانداردهای مرتبط

ISO/TS 10798, Nanotechnologies- Charaterization of single-wall carbon nanotubes using scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis

ISO 16700, Microbeam analysis- Scanning electron microscopy- Guidelines for calibrating image magnification

BET جذب سطحی گاز، روش BET

روش BET شامل جذب سطحی یک تکلایه گاز (معمولاً نیتروژن، اگرچه کریپتون، آرگون و کربن دیاکسید نیز استفاده میشوند) روی سطح اشیاء تشکیل دهنده نمونه پودری است. در مورد نیتروژن، نمودار ایزوترم جذب سطحی در نقطه جوش (۲۷ K) در گسترهای از فشارهای جزئی نسبی، تعیین میشود. مقدار کل گاز جذب سطحی شده در تکلایه با برازش ایزوترم جذب سطحی در فرمول BET و تبدیل به دمای استاندارد K کار ۲۷۳٬۱۵ K و فشار اتمسفر Pa ^۵ ۱۰ × ۱۰^{۱۳} به به به بس این مقدار با تقسیم بر جرم خشک جذب شده مشخص است، مساحت سطح کل نمونه به دست میآید. از آنجاکه اندازه مولکول نیتروژن مونه، به مساحت سطح ویژه جرمی تبدیل میشود. از این اندازه ده میتوان برای مشخصهایی پودرهای نمونه، به مساحت سطح ویژه جرمی تبدیل میشود. از این اندازه ده میتوان برای مشخصهایی پودرهای نمونه، به مساحت سطح ویژه جرمی تبدیل میشود. از این اندازه ده میتوان برای اشیاء و اینکه اشیاء نمونه، به مساحت سطح ویژه جرمی تبدیل میشود. از این اندازه میتوان برای مشخصه بای پودرهای نمونه، به مساحت سطح ویژه جرمی تبدیل میشود. از این اندازه میتوان برای مشخصه بای اشیاء نمونه، به مساحت سطح ویژه برمی تبدیل میشود. از این اندازه میتوان برای مشخصه به در اینه میرمتخلخل هستند، میتوان آن را به قطر میانگین هندسی وزندهی شده جرمی است. یک محدودیت این روش آن مساحت سطح ویژه جرمی و قطر میانگین هندسی وزندهی شده جرمی است. یک محدودیت این روش آن مساحت میتود نمونه پودری است و لزوما نماینده خود ذرات نیست.

۶-۴-۶ استانداردهای مرتبط

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

۶-۴-۶ پراش لیزری

یک پراکنه (بهعنوان مثال پودر هواسل شده) که با باریکه لیزر تحت تابش قرار می گیرد، در زوایا و شدتهای مختلفی پراکنده می شود، بطوری که شدتها به اندازه ذرات بستگی دارد. حل «مای» برای معادلات مکسول^۱، پراکندگی نور بهوسیله ذرات را با هر اندازهای که باشند، با توجه به طول موج و ضریبهای شکست توصیف می کند. درحالی که ذرات بزر گتر نور بیشتری را به سمت زوایای کمتر پراکنده می کنند، ذرات کوچکتر نور را به صورت ضعیف و به شکل همسانگرد پراکنده می کنند. بنابراین، برای ثبت الگوی پراکندگی برای محدوده به صورت ضعیف و به شکل همسانگرد پراکنده می کنند. بنابراین، برای ثبت الگوی پراکندگی برای محدوده به صورت ضعیف و به شکل همسانگرد پراکنده می کنند. بنابراین، برای ثبت الگوی پراکندگی برای محدوده می وسیعی از اندازهها، آشکارسازهای قرار داده شده در زوایای پراکندگی کم و زیاد در پراش لیزری استفاده می شوند. همچنین می توان از طول موجهای لیزری چندگانه برای افزایش تشخیص اشیاء در انتهای پائینی محدوده قابل اجرا استفاده کرد که امکان اندازه گیری تا حدود nn ۱۰ را فراهم می کند. باید دقت شود که دستگاههای متداول LD (پراکندگی با زاویه کم) برای آنالیز نانواشیاء درنظر گرفته نشدهاند و عموماً به دستگاههای بزرگتر از nn اندازه می برای آنالیز نانواشیاء درنظر گرفته نشدهاند و عموماً به دستگاههای متداول می براکندگی با زاویه کم) برای آنالیز نانواشیاء درنظر گرفته نشدهاند و عموماً به دستگاههای بزرگتر از mn ۱۰۰ محدود می شوند.

در تحلیل دادههای پراکندگی از تفاوتهای زاویهای و وابسته به طول موج استفاده می شود. اندازهده ویژه، توزیع زاویهای نور پراکنده است. با استفاده از آنالیز «مای» و با فرض یک شکل کروی برای اشیاء، این اندازهده به توزیع اندازه وزندهی شده حجمی تبدیل می شود. ضریب شکست باید مشخص باشد.

معمولاً NOAA به شکل پودری و با استفاده از یک تغذیه کننده ارتعاشی و به دنبال آن هوای فشرده یا شتاب خلاء در یک افشانه ونتوری^۲، همراه با یا بدون برخورد، به سلول اندازه گیری در LD تحویل داده می شود. پراش لیزری اطلاعات شکل را ارائه نمی دهد؛ همه اندازهها به صورت قطرهای کروی معادل ارائه می شوند. از این رو، مانند بسیاری دیگر از روش ها که از یک مدل کروی استفاده می کنند، عدم قطعیتها برای اشیاء غیر کروی افزایش می یابد. گستره اندازه قابل اجرا به پیکربندی نوری بستگی دارد، اما می تواند از ده ها نانومتر تا تقریباً MMM متغیر باشد. در یک نمونه بس پراکنه، مقدار نسبی ذرات زیر میکرومتری ممکن است کمتر از مقدار واقعی برآورد شود. لازم به ذکر است که اندازه گیری اندازه پودرها را می توان به شکل مایع، از طریق پراکنش در یک بستر مایع مناسب و معمولاً به دنبال عملیات فراصوت برای جلوگیری از مایع، از طریق پراکنش در یک بستر مایع مناسب و معمولاً به دنبال عملیات فراصوت برای جلوگیری از بهینه سازی زمان و انرژی عملیات فراصوت دقت شود. سپس می توان روش های شرح داده شده در زیربند ۶-

۸-۴-۶ استانداردهای مرتبط

ISO 13320, Particle size analysis - Laser diffraction methods

¹⁻ Maxwell's equations

²⁻ Venturi nozzle

۹-۴-۶ پراش پر تو ایکس

پراش پرتو ایکس روش اصلی برای مشخصهیابی ساختار بلوری مواد است. شرح این روش و اطلاعات افزودهای در مورد آمادهسازی نمونه، کاربردها، مزایا و محدودیتها در زیربند ۷-۲-۱۰ ارائه شدهاست. روش XRD همچنین میتواند اطلاعاتی در مورد قطر میانگین وزندهیشده حجمی حوزههای بلوری اولیه ارائه دهد. نانواشیاء تکبلوری فقط یک حوزه بلوری دارند، بنابراین اندازه بلورک اندازه گیری شده در XRD با ابعاد نانوشیء متناظر است. در مورد نانواشیاء چندبلوری، اندازه اندازه گیریشده، کوچکتر از اندازه بیرونی نانوشیء است.

این اطلاعات در مورد اندازه بلورک از پهنشدگی پیکهای پراش پرتو ایکس تولیدشده بهوسیله نمونه بهدست می آید. از آنجاکه پروفایل دستگاهی، میکروتنشها و بینظمیهای موضعی بر روی پهنشدگی پیک تأثیر دارند، آنها نیز باید درنظر گرفته شوند. این پهنشدگی زمانی اتفاق می فتد که حوزههای بلوری کوچکتر از حدود nm باید در مورد مواد بلوری ناهمسانگرد، پهنشدگی قلههای پراش پرتو ایکس به ابعاد بلورها در جهت متعامد به صفحات اتمی که پیک را ایجاد می کنند، بستگی دارد.

۶-۴-۴ استانداردهای مرتبط استاندارد ملی ایران شماره ۱-۲۲۹۳۸: سال ۱۳۹۹، آزمون غیرمخرب- پراش پرتو ایکس (XRD) از مواد چندبلوری و بیشکل- قسمت ۱: اصول کلی استاندارد ملی ایران شماره ۲-۲۲۹۳۸: سال ۱۳۹۹، آزمون غیرمخرب- پراش پرتو ایکس (XRD) از مواد چندبلوری و بیشکل- قسمت ۲: روشهای اجرایی

EN 13925-3:2005, Non-destructive testing- X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials – Instruments

۶-۴–۱۱ طیفسنجی رامان طیفسنجی رامان معمولاً برای آنالیز شیمیایی استفاده میشود. با اینحال، میتوان از آن در موارد خاصی، بهعنوان مثال در نانولولههای کربنی یا ضخامت لایه پرکهای گرافن، برای تعیین اندازه استفاده کرد. اثر رامان، پراکندگی غیرکشسان نور با تغییر بسامد، بهدلیل انتقال انرژی بین نمونه و نور فرودی میباشد. این جابهجائی بسامد اطلاعاتی در مورد حالتهای ارتعاشی در یک مولکول (یا در مورد نانولولههای کربنی، یک مجموعه مولکولی خاص) میدهد.

در مورد نانولولههای کربنی، یک حالت ارتعاشی خاص، "RBM" متناظر با انبساط شعاعی حلقوی و انقباض لوله تحت برانگیختگی با نور است. بسامد این حالت با قطر نانولوله نسبت عکس دارد.

^{1 -} Radial breathing mode

۶–۵ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل نانواشیاء در پراکنههای مایع

۶-۵-۱ مرور کلی

جدول ۴ خلاصهای از اندازهدهها و روشهای مورداستفاده برای تعیین اندازه و شکل نانواشیاء در مایعات را ارائه میدهد.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	گستره اندازه	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[14]	برای افزارههایی که از آشکارسازهای جذب پرتو ایکس استفاده میکنند، غلظتهای نسبی بالا (> g/l موثر و ضریب شکست معین ذرات نیاز دارد.	۵ nm	۲۰ nm ۱ μm	CLS	قطر استوکس در CLS (قطر هیدرودینامیکی معادل براساس سرعت تهنشینی اشیاء در یک محیط معلق)	توزیع اندازه وزندهیشده جرمی (اندازه معادل قطر هیدرودینامیکی)
[14]	برای نمونههای غلیظ، رنگی یا بسپراکنه قابل استفاده نیست.	۱۰ nm	۶ nm تا ۱۰۰۰ nm	DLS	تابع خودهمبستگی نور پراکندهشده در یک زاویه معین و ضریب انتشار انتقالی	توزیع اندازه وزندهیشده حجمی (اندازه معادل قطر هیدرودینامیکی)
[10]	تخمین کمتر ذرات زیرمیکرومتر برای نمونههای بسپراکنه	۱۰ nm	۳۰ nm ۱ mm	پراش لیزری	توزیع زاویهای نور پراکنده شده	توزیع اندازه وزندهیشده حجمی (اندازه معادل قطر هندسی)
[15]	برای استخراج اندازهدههای ویژه، باید از مدلهای پیچیده استفاده شود. برای نمونههای بسپراکنه مناسب نیست.	۲۰ nm	۱ nm ۱۵۰ nm	SAXS	توزیع زاویهای پرتوهای ایکس پراکنده شده	توزیع اندازه وزندهیشده مربع حجم (اندازه معادل قطر هندسی)، بُعد بَرخال ⁽
[16]	برای نمونههای غلیظ یا خیلی بس پراکنه قابل استفاده نیست. محدوده اندازه قابل اجرا میتواند به نوع نمونه بستگی داشته باشد.	۱۰ nm	υ۱۰nm ۲μm	РТА	ضريب نفوذ	توزیع اندازہ ھیدرودینامیکی وزندھیشدہ عددی

جدول ۴- اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل در مایعات

1 - Fractal

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	گستره اندازه	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
	نیاز به آمادهسازی نمونه بر روی بستره دارد. اندازهگیری آهسته و مجزا ذرات	۵ nm	۵ nm ۱ mm	SEM	اندازه و شکل تصویرشده دوبعدی NOAA توزیعهای شکل و اندازه هندسی وزندهیشده عددی	توزیع شکل و اندازه ذرات
[17], [18]	نیاز به توسعه و اعتبارسنجی روش دارد. زمان طولانی آنالیز برای نمونههای بسپراکنه (بیش از یک ساعت)	بسته به آشکارساز(های) مورد استفاده، معمولاً ۱۳ ۳	υ ۱ nm ≈۵۰ μm	FFF شامل جریان نامتقارن و گریز از مرکز	توزیع زاویهای نور پراکندهشده، تابع خودهمبستگی نور پراکنده شده در یک زاویه ثابت، جذب زایه ثابت، جذب چند طول موج.	اندازه و جرم مولی ذرات
[19]	به رقت مناسب نیاز دارد (بهطور مستقیم برای غلظت عددی بالا قابلاستفاده نیست). به چگالی و شکل مشخص ذرات نیاز دارد.	۱۰ nm	۲ μm تا ۲	sp- ICP- MS	قطر معادل کروی از جرم اندازهگیریشده سنجیدنی و چگالی فرضی ذرات	توزیع اندازه ذرات وزندهیشده عددی

۲-۵-۶ تەنشىنى مركزگرىز مايع

تهنشینی مرکز گریز مایع، روشی است که براساس اندازه گیری نرخ تهنشینی (اندازده ویژه) اشیاء پراکنده در یک سیال است. این سرعت تهنشینی به قطر و چگالی موثر اشیاء مرتبط است. چگالی و گرانروی سیال وابسته به دما نیز باید مشخص باشد. تهنشینی مرکز گریز دیسکی^۱ پرکاربردترین نوع این روش است. بهطور معمول، یک گرادیان چگالی ساکارز با برهم گذاری ملایم غلظتهای پایین تر ساکارز در غلظتهای بالاتر در یک دیسک سانتریفیوژ، ایجاد میشود. از سوی دیگر، همزنهای گرادیانی یا گرادیانسازها میتوانند برای تشکیل یک گرادیان تشاده شوند. پراکنه رقیق حاوی ذرات موردنظر در بالای گرادیان تزریق شده و با نیروهای مرکز گریز نسبی بیش از ۱۵۰۰۰ سانتریفیوژ میشود. چرخش پرسرعت دیسک باعث جدایش شعاعی اشیاء با توجه به اندازه و چگالی آنها میشود. یک آشکارساز کدری نوری یا پرتو ایکس بهطور مداوم تفعیف نور یا غلظت جرمی را در یک موقعیت شعاعی معین در طول دیسک ثبت میکند. زمان تهنشینی اندازه گیری شده با استفاده از قانون استوکس به قطر معادل مربوط میشود. وزن و ایکس هستند. SP اندازه گیری شده با استفاده از قانون استوکس به قطر معادل مربوط میشود. وزن و زندی شده و با عاموشی نوری وزندهی شده را میتوان با استوکس به قطر معادل مربوط می شیا. داموری وزندهی شده آر آشکارساز کدری یا وزندهی شده جرمی (آشکارساز پرتو ایکس) هستند. SP

¹⁻ Disc centrifuge sedimentation

²⁻ Light extinction-weighted

محدوده اندازه قابل اعمال حدود nm ۲۰ nm ۲۰۰۱ است که به چگالی نسبی ذرات و مایع پراکندهساز بستگی دارد. تشخیص پرتو ایکس عمدتا برای ذرات معدنی مناسب است. برای بهدست آوردن خاموشی پرتو ایکس کافی، غلظت پراکنش نسبی بالا (بسته به ماهیت مواد پراکندهشده معمولاً در محدوده g/l ۱۰ تا ۱۰ g/l) موردنیاز است.

۶–۵–۳ استانداردهای مرتبط

ISO 13318-1, Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods - Part 1: General principles and guidelines

ISO 13318-2, Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods - Part 2: Photocentrifuge method

ISO 13318-3, Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods- Part 3: Centrifugal X-ray method

۶–۵–۴ یراکندگی یوپای نور در یک مایع، حرکت براونی اشیاء پراکنده شده منجر به افتوخیز وابسته به زمان نور پراکنده شده می شود که به دلیل تداخل سازنده و مخرب تصادفیشده است. در DLS، این افتوخیزهای سریع با استفاده از طیفسنجی خودهمبستگی (حوزه زمانی) یا تحلیل بسامد (حوزه طیفی) اندازه گیری و تحلیل می شوند. اجسام بزرگتر آهستهتر از اجسام کوچکتر حرکت کرده و بنابراین حرکت براونی کندتری را نشان میدهند که با ضریب نفوذ کوچکتر مشخصهیابی می شود. از این رو، تعیین تابع خودهمبستگی یا طیف توان نور پراکندهشده در یک زاویه معین (اندازهده ویژه)، امکان تعیین توزیع ضرایب نفوذ اشیاء پراکندهشده را فراهم مىكند. ضريب نفوذ متوسط با استفاده از معادله استوكس-انيشتين به قطر هيدروديناميكي متوسط تبديل می شود. این روش مستلزم آن است که دما و گرانروی پویای محیط پراکندهساز مشخص باشد. لازم به ذکر است که در این آنالیز، اشیاء کروی فرض میشوند، بنابراین عدم قطعیتهای اندازه گیری میتواند برای نتایج بهدست آمده از اندازه گیری اشیاء غیر کروی به طور قابل توجهی افزایش یابد. با درنظر گرفتن همه این ملاحظات، یک میانگین اندازه هماهنگ وزندهی شده شدت نور پراکنده (که اغلب به عنوان متوسط z نامیده می شود) و شاخص بس پراکندگی (واریانس نسبی (وردایی نسبی) از طریق آنالیز تجمع کننده های مشخص، بهدست می آیند. علاوهبراین و با توجه به شرایط غیرعادی، یک توزیع اندازه وزن دهی شده شدت نور پراکنده را میتوان با استفاده از الگوریتمهای رایج از قبیل حداقل مربعات نامنفی ۲ تولید کردکه سپس میتواند با استفاده از ضریب شکست مشخص پراکندهسازها به توزیع اندازه وزندهی شده حجمی تبدیل شود. بس پراکندگی در یک نمونه می تواند منجر به تخمین کمتر کوچکترین اشیاء شود، زیرا سیگنال کم نور یراکندهشده آنها بهوسیله سیگنال بسیار بزرگتر ناشی از اشیاء با جرم بیشتر یوشانده می شود و شدت پراکندگی متناسب با قطر جسم به توان شش است. بهطور کلی، DLS برای نمونههای بس پراکنه مناسب

¹⁻ Non-negative least squares

نیست. معمولاً DLS به نمونههای غیرجاذب محدود می شود، اگرچه ذرات جاذب را می توان تا زمانی که پراکندگی کافی وجود داشته باشد، اندازه گیری کرد. این روش برای غلظتهای بالا به دلیل اثرات پراکندگی نور چندگانه قابل استفاده نیست، اگرچه پراکندگی چندگانه را می توان با استفاده از سل های ویژه، با تمرکز در نقطه ای کم عمق در سل یا با استفاده از DLS همبستگی متقاطع، کاهش داد. محدوده اندازه تقریباً از nm تا nm تا ۱۰۰۰ nm

۶–۵–۵ استانداردهای مرتبط

ISO 21501-2, Determination of particle size distribution- Single particle light interaction methods- Part 2: Light scattering liquid-borne particle counter

ISO 22412, Particle size analysis- Dynamic light scattering (DLS)

ISO/TR 22814, Good practice for dynamic light scattering (DLS) measurements

ASTM E2490-09, Standard guide for measurement of particle size distribution of nanomaterials in suspension by Photon Correlation Spectroscopy (PCS) [20]

ASTM E3247-20, Standard Test Method for Measuring the Size of Nanoparticles in Aqueous Media Using Dynamic Light Scattering [21]

۶–۵–۶ پراش لیزری روش پراش لیزری که در زیربند ۶–۴–۷ برای پودرها توضیح داده شدهاست، همچنین امکان مشخصهیابی توزیعهای اندازه ذره برای پراکنشهای مایع را فراهم میکند. آمادهسازی ساده نمونه (پراکنش NOAA در یک محلول آبی، گاهی اوقات با کمک عملیات فراصوت یا عوامل فعال-سطحی، یا هر دو) در محدوده غلظت ایک ۱ g/۱ تا ا/g ۱، امکان بهدست آوردن توزیع اندازه وزندهی شده حجمی را برای NOAA، فراهم میکند. در اینجا نیز مزایا و محدودیتها مانند پودرها هستند (به ۶–۴–۷ مراجعه شود).

۶–۵–۷ استانداردهای مرتبط

ISO 13320, Particle size analysis- Laser diffraction methods

۶-۵-۸ پراکندگی پرتو ایکس زاویه کوچک

روش SAXS از تابش سنکروترون یا منابع پرتو ایکس تجاری در مقیاس آزمایشگاهی استفاده میکند. اساس روش SAXS از تابش سنکروترون یا منابع پرتو ایکس SAXS شدت پراکندگی با مجذور اختلاف چگالی الکترون در ذرات و محیط اطراف آنها، متناسب (بهطور ذاتی وزنشده) است. طول موج بسیار کوچک پرتو ایکس امکان دسترسی به ابعاد فیزیکی و کلوخهها را میدهد یا در موارد مطلوب (وجود حوزه بَرخال در یک محدوده اندازه معین)، اطلاعات ساختار سطح در گستره نانومتری را فراهم میکند.

اندازهده ویژه، توزیع زاویهای پرتوهای ایکس پراکندهشده برای یک طول موج مشخص پرتو ایکس است. اندازهدههای نهایی عبارتند از توزیع اندازه وزندهیشده حجمی ذرات عنصری، مساحت سطح کل آنها در

واحد حجم نمونه، توان بَرخال انبوهههای بَرخال و در برخی موارد، اندازه میانگین کلوخهها. همه این اندازهدهها با برازش مدلهای مناسب برای منحنی شدت پراکندگی تجربی، که بهعنوان تابعی از زاویه پراکندگی اندازهگیری میشوند، در حالیکه از یک طول موج مشخص پرتو ایکس استفاده میکنند، بهدست میآیند.

۹-۵-۶ استانداردهای مرتبط

ISO 17867, Particle size analysis- Small angle X-ray scattering (SAXS)

۶-۵-۱۰ آنالیز ردیابی ذرات^۱

روش PTA از یک میکروسکوپ نوری با باریکه لیزر استفاده میکند. نور پراکنده شده از هر ذره بهوسیله دوربین CCD آشکارسازی می شود. حرکت هر ذره از یک فریم^۲ به فریم دیگر بهوسیله نرمافزار تحلیل تصویر، ردیابی می شود. حرکت براونی هر ذره (اندازده ویژه)، مربوط به قطر هیدرودینامیکی آن، ثبت می شود. بنابراین، توزیع اندازه هیدرودینامیکی وزن دهی شده عددی به دست می آید.

گرانروی محیط پراکنش باید مشخص باشد. این روش برای آزمونههای رقیق متشکل از NOAA در گستره ۲۰۰ تا ۲۰۰ mm کاربرد دارد. این گستره به خواص پراکندگی ذرات بستگی دارد. برای مثال، حد پایین بیانشده برای ذرات متشکل از مواد با ضریب شکست بالا، مانند طلا و نقره است. برای ذراتی مانند پلیاستایرن و سیلیس که نور را بسیار ضعیفتر پراکنده میکنند، حدود پایین به ترتیب حدود nm و ۴۰ nm ۸۰ nm در Nnm است [22]. برای نمونههای بسپراکنه، آمارهای با فراوانی بالا باید برای کاهش عدمقطعیتها در توزیع اندازه استفاده شوند.

ISO 19430, Particle size analysis- Particle tracking analysis (PTA) method

ASTM E2834-12, Standard Guide for Measurement of Particle Size Distribution of Nanomaterials in Suspension by Nanoparticle Tracking Analysis (NTA) [23]

8-۵-۱۲ میکروسکوپی الکترونی

نانواشیاء پراکنده شده در مایعات را می توان با SEM یا TEM بررسی کرد. برای این منظور، بهتر است یک محیط پراکنده ساز مطلوب انتخاب شود تا از کلوخگی بیش از حد جلوگیری شود. برای مثال، نانواشیاء اکسید فلزی اغلب یک مشخصه آب دوست از خود نشان می دهند که ناشی از وجود گروه های هیدرو کسیل در سطح است. در این مورد، آب یا مخلوط های آب و اتانول اغلب محیط های پراکنده ساز مطلوبی هستند. در مقابل، نانولوله های کربنی به شدت آبگریز هستند و در حلال های غیرقطبی بهتر پراکنده می شوند.

¹⁻ Particle tracking analysis

²⁻ Frame

برای SEM، مقدار کمی از پراکنه (اµ ۵ تا اµ۵) را میتوان روی یک نگهدارنده صاف، بهعنوان مثال یک دیسک شیشهای یا بستره سیلیکونی، منتقل کرد و اجازه داد خشک شود. برای آنالیز نمونههای نارسانا، پوشش آنها از طریق کندوپاش فلزی برای گذر از اثرات شارژ که مانع از فرایند تصویربرداری میشود، ضروری است. با اینحال، استفاده از ولتاژهای شتابدهنده کمتر اغلب امکان تصویربرداری بدون نیاز به پوششهای فلزی را فراهم میکند. برای MET، اµ ۲ تا اµ ۱۰ از پراکنه را میتوان به توری MET حاوی پوشش کربنی منتقل کرد. در مورد پراکنههای آبی، آبدوست شدن بسترهها، قبل از نهشت، میتواند یک مزیت قابلتوجه امر در از کلوخگی ساختگی پس از خشک شدن (بهعنوان مثال حین قطره گذاری)، جلوگیری میکند. این امر به رادتی با استفاده از دستگاه تخلیه تابش (پلاسمای گازی) که قادر به تثبیت بارهای الکتریکی روی نگهدارندهها است، بهدست میآید. پلاسمای مرطوب اکسیژن برای تمیز کردن و اکسید کردن سطح برای جلوگیری از آلایندههای در حال خشکشدن استفاده میشود. علاوهبر استفاده از یک اکسید طبیعی با برای جلوگیری از آلایندههای در حال خشکشدن استفاده میشود. علاوببر استفاده از یک اکسید طبیعی با برای مورداستفاده برای نهشت، استفاده شدهاست. نهشت الکتروایستا بر روی بسترههای باردار معمولاً برای جلوگیری از آلایندههای در حال خشکشدن استفاده میشود. علاوببر استفاده از یک اکسید طبیعی با برا منفی، بستره را میتوان به صورت شیمیایی اصلاح کرد تا بار الکتروایستای تولید شود که مخالف بار بانواشیاء سنجیدنی است. پلی-ال-لیزین^۱ و آمینوسیلانها^۲ به طور گستردهای برای این منظور (زمانی که سنجیدنی بار منفی دارد) استفاده شدهاند.

روش cryo-TEM تلفیقی از آمادهسازی زمزایشی^۳ نمونه و مشاهده آن بر روی یک نگهدارنده نمونه اختصاصی در دمای نیتروژن مایع است. یک فیلم بسیار نازک (nm ۱۰۰ تا ۵۰۰ mk) از نمونه مایع، که روی یک توری TEM آماده شده، به سرعت با انجماد در اتان یا پروپان مایع، منجمد میشود. در مورد پراکنههای آبی، سرعت خنک شدن آنقدر زیاد است که از تشکیل بلور یخ جلوگیری میشود. برای پراکنههای مبتنی بر حلالهای آلی، باید از انجماد سریع در نیتروژن مایع استفاده شود.

سپس اشیاء بهیکباره یک موقعیت ثابت خواهند داشت: بنابراین کلوخگی نمیتواند رخ دهد. سپس توری TEM با استفاده از نگهدارنده آزمونه زمزایشی، برای مشاهده منتقل میشود. این روش دارای این مزیت منحصربهفرد است که میتواند پراکنههای مایع را در حالت طبیعی خود تصویر کند، زیرا از آلایندههای در حال خشکشدن اجتناب میشود.

اندازه گیری های اندازه و شکل پراکنه های خشک شده در SEM و TEM یا نمونه های Cryo-TEM را می توان همانطور که قبلاً توضیح داده شد (زیربندهای ۶–۳–۱۰ و ۶–۳–۱۲) و استانداردهای مربوطه فهرست شده در ۶–۱۱–۳۰ و ۶–۳–۱۳ انجام داد.

¹⁻ Poly-l-lysine

²⁻ Amino-silanes

³⁻ Cryogenic

۶–۵–۱۳ جزءجزء کردن جریان با میدان'

جزءجزء کردن جریان با میدان گروهی از روشهای جداسازی مرتبط است که در آن جداسازی اجزای تشکیل دهنده نمونه حلشده، معلق و پراکنده شده در گستره اندازه nn ۲ تا تقریباً μm ۵۰ در یک کانال نازک نوارمانند بدون فاز ثابت انجام می شود. روش FFF ظرفیت جزجزء کردن جمعیتهای متنوعی از می NOAAs را با حداقل آشفتگی در نمونه ارائه می دهد. روش FFF یک روش ماژولار است که در آن چندین آشکار ساز را می توان پشت سر هم مرتب کرد. به این ترتیب، اندازه ذره، غلظت، جرم مولی و ترکیب را می توان پس ده می و ترکیب را می توان پست سر هم مرتب کرد. به این ترتیب، اندازه ذره، غلظت، جرم مولی و ترکیب را می توان پس از جداسازی، برای نوارهای شستشو بر اساس یک یا چند میدان اعمال شده عمود بر جهت جریان، تعیین کرد. برای حفظ جریان آرام بین صفحه پایینی که تحت عنوان دیواره تجمع⁷ نامیده می شود و صفحه بالایی که به عنوان دیوار تخلیه⁷ شناخته می شود، ضخامت کانال کمتر از mn ۱ (معمولا μm ۲۵۰) صفحه بالایی که به میدان نیروی اعمالی، FFF را می توان به روشهای فرعی مختلفی تقسیم کرد. دستگاههای است. بسته به میدان نیروی اعمالی، FFF را می توان به روشهای فرعی مختلفی تقسیم کرد. دستگاه می موش و می جریان آرام بین صفحه پایینی که تحت عنوان دیواره تجمع⁷ نامیده می شود و می جریان، برای نوارهای شداخته می شود، ضخامت کانال کمتر از mm ار می و سرع می است. بسته به میدان نیروی اعمالی، FFF را می توان به روش های فرعی مختلفی تقسیم کرد. دستگاههای و TFF است. بسته به میدان نیروی اعمالی، FFF را می توان به روش های فرعی مختلفی تقسیم کرد. دستگاه های و FFF الکتریکی (که به صورت هم یوغی³ با FFF جریان نامتقارن استفاده می شود).

برای FFF با جریان نامتقارن، سازوکار یا حالت جداسازی به اندازه ذره بستگی دارد. برای ذرات کوچکتر از حدود MA ۰۵۰، جداسازی حالت عادی غالب است و ذرات کوچکتر قبل از ذرات بزرگتر شسته می شوند. از تقریبا ۵۰۰۳ تا M۹۲، جداسازی حالت فضایی منجر به شستشوی ذرات به ترتیب معکوس اندازه می شود. بیش از تقریبا M۹۲۰ حالت بیش لایه^۵ غالب است، که همچنین منجر به شستشو با معکوس اندازه می شود. به طور معمول، برای NOAAs روش جزءجزء کردن جریان با میدان با ذرات در محدوده حالت عادی، کار می کند. به طور کلی نمی توان یک جزجزء کردن را انجام داد که در آن بدون پیچیدگی های حالت های مختلط جداسازی، اندازه ذرات در هر دو گستره طبیعی و فضایی/بیش لایه قرار گیرد.

جزجزء کردن جریان با میدان زمانی که برای مشخصهیابی نانوشی استفاده می شود، یک سامانه اندازه گیری یکپارچه است که جداسازی بالادست را با آنالیز چند آشکارساز پایین دست تلفیق می کند. مزایای FFF عبارتند از: نیاز به اندازه نسبتا کم نمونه، توانایی تطبیق فاز متحرک با نمونه، فقدان فاز جامد (در مقایسه با کروماتو گرافی اندازه گزین)، ظرفیت جداسازی نمونه های بس پراکنه برای آنالیز اندازه با تفکیک پذیری بالا یا برای آنالیز برون خط با بسیاری از روش ها و وجود گستره وسیعی از آشکار سازهای برخط در دسترس.

رایج ترین آشکارسازهای مربوط به آنالیز NOAAs عبار تند از MALS ،DLS و جذب UV-Vis. در یک حالت ایده آل، تعیین قطر ذرات بر اساس زمان ماند⁶ و استفاده از نظریه FFF خواهد بود. اگرچه روشهای اندازه گیری محدودیت هایی را از نظر گستره قابل تشخیص اندازه و غلظت دارند، با این حال، از آنجایی که

- 4- In conjugation
- 5- Hyperlayer

¹⁻ Field flow fractionation

²⁻ Accumulation wall

³⁻ Depletion wall

⁶⁻ Retention time

جداسازی FFF اغلب تحت تأثیر برهم کنشهای بین ذرات و غشایی است که در بالای دیواره تجمع قرار دارد، اندازه گیری مستقیم اندازه به اندازه گیری اندازه مبتنی بر ماند ترجیح داده می شود. روش FFF، هنگامی که با DLS و MALS همراه شود، همچنین می تواند برخی از اطلاعات شکل، به عنوان مثال اندازه گیری نسبت منظری میله، را ارائه دهد.

برای اندازه گیریهای برخط غلظت، جذب Vis-Vis، آشکارساز ضریب شکست و ICP-MS رایچ ترین موارد در سامانههای FFF هستند. این روش ها عموماً به جرم سنجیدنی موجود حساس هستند. از آنجایی که -ICP MS یک روش مخرب است، از آن به عنوان آشکارساز نهایی در آنالیز پیاپی استفاده می شود. روش های مبتنی بر ICP-MS حد تشخیصهای بسیار پایینی دارند (بسته به دستگاه و عنصر تقریباً تا رژیم ng/l) و برای نانواشیاء حاوی فلز، خاص عنصری هستند. در مقایسه با روش های ICP-MS، حد تشخیصهای برای نانواشیاء حاوی فلز، خاص عنصری هستند. در مقایسه با روش های ICP-MS، حد تشخیصهای با UV-Vis به خواص جذب شوندگی و پراکندگی مواد بستگی داشته و به عنصر خاصی بستگی ندارد روش وجود داشته باشد، بهترین کارآیی را دارد. خطی بودن جذب باید برای سنجیدنی در محدوده غلظت مربوطه تایید شود. برخلاف آنالیز برخط، روش های اجرائی آنالیز برون خط (اندازه دهی و ارزشیابی غلظت پس از جمع آوری جزءها پس از جداسازی) امکان استفاده از روش های تشخیص اضافی مانند میکروسکوپی الکترونی و میکروسکوپی نیروی اتمی را فراهم می سازند. اگرچه نتایج آنالیز میکروسکوپی به روش های آماده سازی و میکروسکوپی نیروی اتمی را فراهم می سازند. اگرچه نتایج آنالیز میکروسکوپی به روش های آماده سازی و میکروسکوپی نیروی اتمی را فراهم می سازند. اگرچه نتایج آنالیز میکروسکوپی به روش های آماده سازی نمونه بستگی دارد، اطلاعات دیداری سازی شده می توانند برای مشخصه یابی در می می مید باشند.

در نهایت، با استفاده از یک شکستسنج^۱ تفاضلی با اندازه گیری تغییر افزایشی در ضریب شکست با توجه به تغییر غلظت و تلفیق آن با نتایج MALS با استفاده از روابط به خوبی تثبیت شده، می توان جرم مولی را برای نانواشیاء بسپاری بهدست آورد.

8-۵-۶ استانداردهای مرتبط

ISO/TS 21362, Nanotechnologies - Analysis of nano-objects using asymmetrical-flow and centrifugal field-flow fractionation

ICP-MS ۱۵-۵-۶ تکذره

روش sp-ICP-MS میتواند بهطور همزمان اطلاعاتی در مورد اندازه، توزیع اندازه، غلظت عددی ذرات و محتوای یونی برای آنالیز تعلیقههای بسیار رقیق نانوذرات ارائه دهد. روش ICP-MS تکذره بر این اصل متکی است که در هر زمان، یک نانوذره آشکارسازی میشود. اندازه گیریها با استفاده از دورههای اندازه گیری کوتاه متوالی (میکروثانیه تا میلیثانیه)، انجام میشوند. هر نانوذره در پلاسما، اتمی و یونیزه میشود و یک بسته متمرکز فضایی از یونها تولید میکند که به عنوان یک سیگنال خیزهای گذرا^۲ که روی سیگنال حالت

¹⁻ Refractometer

²⁻ Transient signal spike

پایدار تولید شده بهوسیله هر سنجیدنی حلشده سوار شده و اندازه گیری می شود. شدت سیگنال گذرا از یک ذره منفرد، پس از تفریق شدت سیگنال زمینه ، متناسب با تعداد اتم های ذره است که می تواند به جرم عنصر و در نتیجه قطر به توان سوم، با فرض شکل کروی ذرات، تبدیل شود. چگالی و شکل ذرات باید مشخص باشد. تعداد تپهای شمارش شده متناسب با غلظت عددی نانوذرات است. شدت سیگنال پیوسته معیاری از سنجیدنی حل شده را ارائه می دهد. ابزارهای شمارش خود کار برای افزایش کارآیی و درستی زمان توسعه یافته اند.

حدود تشخیص به ترکیب عنصری، چگالی ذرات، محتوای سنجیدنی حل شده و حساسیت دستگاه تجاری مورد استفاده، بستگی دارند. برای نانوذرات شیمیایی همگن متشکل از یک عنصر تکایزوتوپی (به عنوان مثال طلا) و حاوی غلظت جرمی کم از یونها، حدود تشخیص اندازه nm ۱۰ را میتوان به دست آورد. گستره اندازه بالایی برای ذرات اکسید فلزی با چگالی کم میتواند به ۲۰۰۰ nm ۲۰۰۰ برسد. غلظتهای عددی در محدوده ۲۰ در میلی لیتر تا ۱۰^۵ در میلی لیتر قابل اندازه گیری هستند. غلظتهای یونی در سطوح قسمت در تریلیون در نمونه رقیق شده قابل اندازه گیری هستند.

8-۵-۶ استانداردهای مرتبط

ISO/TS 19590, Nanotechnologies- Size distribution and concentration of inorganic nanoparticles in aqueous media via single particle inductively coupled plasma mass spectrometry

۶-۶ اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل روی سطوح (روشهای میکروسکوپی)

8-8-1 مرور کلی

جدول ۵ خلاصهای از اندازهدهها و روشهای مورداستفاده برای تعیین اندازه و شکل نانواشیاء را زمانی که نانواشیاء روی یک سطح قرار گرفته باشند، ارائه می کند.

¹⁻Dissolved

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	گستره اندازه	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
	نیاز به آمادهسازی نمونه روی بستره دارد. روش کند، اندازهگیری ذرات مجزا	۵ nm	۵ nm ۱ mm	SEM	شکل و اندازهٔ تصویرشده دوبعدی NOAA. توزیع شکل و اندازهٔ هندسی وزندهیشده عددی	اندازه و شکل NOAA
[24]	از ارتفاع (z) ذرات به عنوان تفکیک پذیری محدودشده به وسیله اندازهٔ پروب در جهات x و y استفاده می کند.	•/\ nm	nm ۲ تا ۱۰۰۰ nm	AFM	نیروی تماسی برای دستیابی به شکل و اندازهٔ سهبعدی	نقشە سەبعدى توپوگرافى سطح

جدول ۵- اندازهدههای مربوط به اندازه گیری اندازه و شکل روی سطوح

۶-۶-۲ میکروسکوپی الکترونی روبشی

نانواشیاء را میتوان به راحتی در SEM بررسی کرد. یک قطعه کوچک از ماده که سطح را نشان میدهد، با استفاده از خمیر رسانا روی نگهدارنده مناسب SEM نصب میشود. برای مشاهده در SEM کلاسیک (خلاء بالا)، ممکن است نیاز باشد که سطح نمونه با کندوپاش فلز در یک پوششدهنده خلاء رسانا شود، اگرچه ممکن است این امر با دستگاههای جدیدی که میتوانند در ولتاژهای شتابدهندهٔ پایین و در نتیجه شارژ شدن کمتری کار کنند، ضروری نباشد. با اینحال، خواص ویژه نمونه (مانند مقدار زیاد آب جذب سطحی شده) میتواند حتی پس از کندوپاش فلز منجر به رسانایی ضعیف شود. Mes با خلاء کم به دلیل طراحی خاص آشکارساز الکترون پس پراکنده^۱، امکان مشاهده بدون نیاز به این آماده سازی را فراهم می کند.

تحلیل تصویر در صورتی امکانپذیر است که اندازه اشیاء با تفکیکپذیری عرضی دستگاه سازگار باشد. زبری سطح باید بسیار کم باشد، در غیر اینصورت افتوخیزهای تباین موضعی ناشی از توپوگرافی میتواند مانع از تشخیص اشیاء براساس تحلیل سطح خاکستری تصویر شود. غلظت سطح باید بسیار کمتر از آستانهٔ نفوذ جریان^۲ باشد تا امکان شناسایی اشیاء مجزا فراهم شود.

۶-۶-۳ میکروسکوپی نیروی اتمی

سطح نمونه بهصورت یک طرح شطرنجی مستطیل شکل بهوسیله نوک بسیار تیز (معمولاً از جنس سیلیکون، با شعاع انحنای حدود ۵ nm تا ۱۰ (وبش می شود. اجزای پیزوالکتریک برای حرکت یک سوزن که روی یک تیرک^۳ سوار شده است در جهات x ،y و z نسبت به نمونه، استفاده می شوند. در نزدیکی سطح، سوزن

¹⁻ Backscattered electron

²⁻Percolation

³⁻ Cantilever

نیروهای مختلفی را تجربه می کند که عموماً از طریق انحراف تیرک که با استفاده از یک باریکه لیزر متصل به یک آشکارساز نوری پایش می شود، تشخیص داده می شود. در حالت تماسی نیروی ثابت، کل نیروی وارد شده به سوزن، با تنظیم ارتفاع z سوزن نسبت به نمونه، در سطح ثابتی حفظ می شود. این سیگنالِ بازخورد باعث تولید اندازه ده نهایی به صورت یک تصویر توپو گرافی از سطح می شود. بنابراین اندازه ده ویژه این روش، یک نیروی تماسی (به عنوان مثال واندروالس یا الکتروایستا) است که به انحراف باریکه لیزر و در نهایت به یک نقشهٔ سه بعدی از سطح تبدیل می شود.

در حالت تماسی، سوزن تمایل دارد تحت تأثیر نیروهای جاذبهٔ ایجادشده از لایههای مایع جذب سطحی شده، به سطح بسیاری از مواد بچسبد یا به سطح آنها آسیب برساند. حالت تماس متناوب با نوسان کردن تیرک در راستای z، به گونهای که سوزن پروب با سطح نمونه برای کسری از نوسان سینوسی تماس برقرار کند، از این آسیب رساندن جلوگیری می کند. در این حالت، می توان از تغییر دامنه ناشی از تماس متناوب برای کنترل ارتفاع نسبی نمونه و سوزن در تصویر روبش شده منتهی به تصویر توپو گرافی، استفاده کرد. از این رو، AFM می تواند اطلاعات مفیدی در مورد اطلاعات شکل سه بعدی، برای مثال برای نانومیله ها و مواد دوبعدی که ضخامت و اندازهٔ عرضی آن ها را می توان اندازه گیری کرد، ارائه دهد.

۶-۶-۴ استانداردهای مرتبط

ISO 11775, Surface chemical analysis - Scanning-probe microscopy - Determination of cantilever normal spring constants

ISO 11952, Surface chemical analysis - Scanning-probe microscopy - Determination of geometric quantities using SPM: Calibration of measuring systems

ISO 13095, Surface Chemical Analysis - Atomic force microscopy - Procedure for in situ characterization of AFM probe shank profile used for nanostructure measurement

ASTM E2859-11, Standard Guide for Size Measurement of Nanoparticles Using Atomic Force Microscopy [25]

۷ اندازه ده های مربوط به آنالیز شیمیایی نانواشیاء و کلو خه ها و انبوهه های آن ها

۱-۷ کلیات

مشخصهیابی ترکیب شیمیایی نانواشیاء از این جهت که اطلاعاتی را درباره طبیعت شیمیایی اجزاء، افزودنیها، محل قرارگیری گونههای شیمیایی و حالتهای شیمیایی سطح فراهم میکند، مهم است. چنین مشخصهیابی گاهی اوقات برای نانواشیاء مجزا و گاهی برای گروهی از آنها و یا کل مجموعه، به عنوان مثال نانواشیاء به همراه یک بستره، انجام میشود. برخی از اندازه گیریها همچنین میتوانند به بررسی آلودگی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها مانند اجزای آلی باقیمانده (از آمادهسازی اولیه) یا آلودگی فلزی، کمک کنند. برخی از اطلاعات را میتوان برای اجزای فرار به کمک مطالعات آنالیزهای گرمایی و با شناسایی گازهای ایجادشده در طول حرارتدهی (مانند روش EGA) تعیین کرد. روشهای توضیح داده شده در بند ۷

بهطور ویژه برای استفاده نانواشیاء طراحی نشدهاند و معمولا تفکیک پذیری در حد مقیاس نانو ندارند، اما میتوانند اطلاعات بسیار ارزشمندی را درباره آنها ارائه کنند.

فرایند مشخصهیابی نانواشیاء باید احتمال ساختار پیچیدهٔ آنها را نیز درنظر بگیرد. چنین ساختارهایی (به عنوان مثال ساختار هسته-پوسته یا مولکولهای سطحی پیچیده) به روشهای مشخصهیابی نیاز دارند که اطلاعات تفصیلی در مورد اجزاء فعال شیمیایی ارائه دهند. علاوهبر این، توسعه نانوچندسازهها مستلزم آگاهی از خواص شیمیایی ساختار هسته-پوسته است. خواص مواد نانوچندسازهای حاوی نانوپرکنندهها میتواند بهطور قابلتوجهی تحتتأثیر نسبت اختلاط زمینه آلی و نانوپرکنندهها^۱ قرار گیرد. برای این منظور، درجهٔ پراکنش در سراسر نمونه موردنیاز است.

فرایند ساخت نانواشیاء میتواند مواد را آلوده کند. روشهای اندازهده مربوط به آنالیز شیمیایی توصیفشده در بند ۲ میتواند برای تشخیص انواع مختلف آلودگی نانواشیاء مفید باشد. این روشها میتوانند به شناسایی ناخالصیهای موجود روی سطح نانواشیاء یا در محلول کمک کنند.

بسیاری از انواع مختلف نانواشیاء به شکل پراکنه آبی تهیه می شوند. نانواشیاء در چنین پراکنههایی می توانند به صورت ذرات اولیه، کلوخهها و انبوههها وجود داشته باشند. پایداری پراکنه به تأثیر همه نیروها بستگی دارد که عمدتاً به وسیله خواص ذره و محیط پراکنش و خواص سطح ذرات، یعنی شیمی سطح، تعیین می شود.

درنظر گرفتن ارتباط اساسی عملیات سطحی یا اصلاحات نانواشیاء مهم است. در غیراینصورت، بسیاری از نانواشیاء تمایل به تشکیل کلوخههای بزرگ دارند و ذرات اولیه در آب پراکنده نمی شوند. علاوهبر این، نانواشیاء می توانند با اجزای فاز مایع برهم کنش داشته باشند و به طور جزئی یا کامل باعث تخریب یا تبدیل محصولات شوند که می تواند بر سمیت کلی و نتیجه نهایی فرآیندها تأثیر داشته باشد.

۲-۷ اندازهدههای مربوط به آنالیز شیمیایی سطح نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها

۲-۲-۷ اندازهدهها

اندازهدهها در جدول ۶ ارائه شدهاند و در زیربندهای بعدی با جزئیات بیشتر همراه با روشها توضیح داده می شوند. همانطور که اندازه شیء کوچکتر می شود، سطوح کسر بزرگی از «حجم» آنالیز را تشکیل می دهند. آماده سازی نمونه و کار کردن با دقت برای کمینه کردن آلودگی و اطمینان از آنالیز صحیح، ضروری است. تفکیک پذیری های عرضی و عمقی ارائه شده در جدول ۶ مقادیر متداول کارکرد دستگاهی تجاری فعلی هستند.

¹⁻ Nano-fillers

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری عمقی روش	تفکیکپذیری عرضی روش	روش	اندازهده ویژهٔ هر روش	اندازەدە نھايى
[26], [27], [28], [29]	نمونهها تحت خلاء بالا آنالیز میشوند؛ نمونههای غیررسانا نیاز به مراقبت دارند. حساسیت (۳٫۳ درصد اتمی). اثرات زمینه در AES کمّی نمونههای چندجزئی باید موردتوجه قرار گیرد.	ט ۲ nm ۲۰ nm	۱۰ nm	AES	انرژی جنبشی الکترونها (eV)	شناسایی شیمیایی
[29], [30], [31]	نیاز به آزمونههای بسیار نازک (۳۰ nm>)، شدت ضعیف برای اتلاف انرژی > ۳۰۰ eV. فقط با TEM انجام میشود.	۱۰ nm	۰٫۱ nm	TEM با EELS	تغییر در توزیع انرژی باریکه الکترونی عبوری از یک آزمونه نازک (eV)	ترکیب، پیوندهای شیمیایی، خواص سطحی
[29], [32], [33]	چالشهای کمّیسازی. نمونهها تحت خلاء آنالیز میشوند.	۱ nm × ۱ nm (معدنی) ≈ ۱۰ nm (آلی)	۲۰۰ nm	SIMS	یکاهای جرم اتمی یکدست (u)	ترکیب عنصری، ایزوتوپی یا مولکولی سطح
[34], [35], [36]	حد کمّی متداول: ۱۰ppm تا ۲۰ppm (قسمت در میلیون). همراه با منبع تابش سنکروترون، حدود آشکارسازی مطلق: ppb ۱۰۰ (قسمت در میلیارد)	۵ μm ۲۰ μm	۱۳۱ تا ۱۰۰ μm	XRF	طیف فلوئورسانس (شدت برحسب طول موج با واحد (cm ⁻¹	آنالیز شیمیایی و عنصری
[37]	برای اندازه گیری ساختارهای بلوری بزرگ، در مقایسه با ساختارهای کوچکتر، درستتر است.	۵ μm ۲۰ μm	۵۰ µm	XRD	زوایا و شدتهای پرتو ایکس پراشیدهشده (شدت، درجه)	اندازه بلوری، فاز بلورشناختی، پارامترهای شبکه، ساختار
[26], [28], [29]	نمونهها معمولاً تحت خلاء آنالیز میشوند. حساسیت (۰٫۱ درصد اتمی)	>\ nm	>\• µm	XPS	انرژی جنبشی الکترونها (eV)	ترکیب سطح، شیمی پوشش، عاملدار شدن سطح

جدول ۶- اندازهدههای مربوط به آنالیز شیمیایی سطح نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری تفکیکپذیری		روش	اندازهده ويژهٔ	اندازەدە
		عمقی روش	عرضی روش	• • • •	هر روش	نهایی
[29], [30]	برای EDX با استفاده از EDX باید آزمونهها رسانا و کاملاً صیقل داده شده باشند. ترکیب بهدست آمده نسبی است.	۳ μm ۵ μm	• ,۵ μm	EDX	برهم کنش بین باریکه الکترونی و نمونه، فوتون تولید می کند.	تركيب
[29]	گونههای جذبسطحیشده روی نانواشیاء باید قبل از آنالیز حذف شوند.	۱ nm تا ۱۰ nm	۰٬۰۱ mm ۰٫۵ mm	LEIS	پراکندگی یونهای گاز نجیب	ضخامت پوشش

۲-۲-۷ طيفسنجي الكترون اوژه

روش AES اطلاعاتی در مورد ماهیت شیمیایی مواد ارائه داده و در خلاء فوقالعاده بالا کار می کند. این روش از اثر اوژه استفاده می کند که واپاشی غیرتابشی ناشی از برخورد الکترونی است که حفرهای در هسته ایجاد کرده و منجر به نشر یافتن الکترونهای پرانرژی اوژه از یک اتم برانگیخته شده و بهوسیله طیفسنج الکترونی آنالیز می شود. در طیفسنجی اوژه، اثرات باردار شدن در نمونههای نارسانا رایجترین محدودیت است، اگرچه با دقت، آنالیز نانواشیاء نارسانای قرار گرفته روی یک بستره رسانا و استفاده از تفنگ الکترونی با جریان بالا^۱، ماکان پذیر می شود. این روش اطلاعات عنصری و حالت شیمیایی نیمه کمی ارائه می دهد. حساسیت سطحی امکان پذیر می شود. این روش اطلاعات عنصری و حالت شیمیایی نیمه کمی ارائه می دهد. حساسیت سطحی در AES از این واقعیت ناشی می شود که الکترونهای نشریافته معمولاً دارای انرژیهایی در گستره که کا تو که تخر که تالا می در کستره که کرا و به می تونی با جریان بالا^۱، ماکان پذیر می شود. این روش اطلاعات عنصری و حالت شیمیایی نیمه کمی ارائه می دهد. حساسیت سطحی در AES از این واقعیت ناشی می شود که الکترونهای نشریافته معمولاً دارای انرژیهایی در گستره که که که می از مانه می دول که که که می از می که که که می از می که که در کستره که که می از مان و استفاده از تفنگ الکترونی با جریان بالا^۱، ماکان پذیر می شود. این روش اطلاعات عنصری و حالت شیمیایی نیمه کمی ارائه می دهد. حساسیت سطحی در AES از این واقعیت ناشی می شود که الکترونهای نشریافته معمولاً دارای انرژیهایی در گستره که که تا در حرصد اتمی قابل دستیابی است و به عنصر مورد آنالیز بستگی دارد. این روش می تواند برای آنالیز نانوذرات مجزا یا مجموعهای از نانوذرات و همچنین به مورد آنالیز بستگی دارد. این روش می تواند برای آنالیز نانوذرات مجزا یا مجموعهای از نانوذرات و همچنین به دست آوردن نقشههای عنصری، استفاده شود.

۲-۲-۷ استانداردهای مرتبط

ISO/TR 14187, Surface chemical analysis- Characterization of nanostructured materials ISO 15471, Surface chemical analysis- Auger electron spectroscopy- Description of selected instrumental performance parameters

ISO 16242, Surface chemical analysis- Recording and reporting data in Auger electron spectroscopy (AES)

ISO 16531, Surface chemical analysis- Depth profiling- Methods for ion beam alignment and the associated measurement of current or current density for depth profiling in AES and XPS

¹⁻ Electron flood gun

ISO 18116, Surface chemical analysis- Guidelines for preparation and mounting of specimens for analysis

ISO 18117, Surface chemical analysis- Handling of specimens prior to analysis

ISO 18118, Surface chemical analysis- Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy- Guide to the use of experimentally determined relative sensitivity factors for the quantitative analysis of homogeneous materials

ISO 20579-4, Surface chemical analysis- Guidelines to sample handling, preparation and mounting — Part 4: Reporting information related to the history, preparation, handling and mounting of nano-objects prior to surface analysis

ISO 29081, Surface chemical analysis- Auger electron spectroscopy- Reporting of methods used for charge control and charge correction

۲-۲-۴ طیفسنجی اتلاف انرژی الکترون

در روش EELS، یک ماده در معرض باریکهای از الکترونها با محدودهٔ مشخص و باریکی از انرژیهای جنبشی قرار می گیرد که باعث پراکند گی غیر کشسان برخی از الکترونها می شود. مقدار اتلاف انرژی را می توان از طریق یک طیف سنج الکترونی اندازه گیری و بر حسب اینکه چه عاملی باعث اتلاف انرژی شده است، می توان از طریق یک طیف سنج الکترونی اندازه گیری و بر حسب اینکه چه عاملی باعث اتلاف انرژی شده است، تفسیر کرد. روش ELS درون TEM کار می کند و می توان آن را مکمل EDX در نظر گرفت، اما با قابلیت آشکار سازی ۱۰ برابر بیشتر از EDX و بسیار مناسب تر برای عناصری که عدد اتمی کمتر دارند. سیگنال خروجی شامل اطلاعات شیمیایی و اطلاعات مستقیمی دربارهٔ ساختار جامدات و حالت اکسایش عناصر است. روش EELS می تواند ترکیب اتمی، پیوندهای شیمیایی، ظرفیت و خواص الکترونی نوار هدایت را اندازه گیری کند. همچنین در مقایسه با EDX، تمایز بهتری را بین عناصر ارائه می دهد. نمونه ها برای بررسی با ELS در TEM نیاز به آماده سازی دقیق دارند و باید به صورت برشهای ناز کی از ماده به وسیله باریکه یونی متمر کز (FIB) یا فراریز بر^{۱۰} تهیه شوند.

۷-۲-۷ استانداردهای مرتبط

ISO/TR 14187, Surface chemical analysis- Characterization of nanostructured materials

۷-۲-۶ طیفسنجی جرمی یون ثانویه

طیفسنجی جرمی یون ثانویه روشی است که در علم مواد و علم سطح برای آنالیز ترکیب (شناسایی عناصر کمیاب، مولکولهای آلی و بسپارها روی سطوح، با حساسیت بالاتر از ppm ۱) سطوح جامد استفاده شده و از طریق کندوپاش کردن سطح آزمونه با باریکه یون اولیه متمرکز و جمعآوری و آنالیز یونهای ثانویهٔ خارج شده، انجام میشود. نسبت جرم به بار این یونهای ثانویه با یک طیفسنج جرمی اندازه گیری میشود تا ترکیب عنصری، ایزوتوپی یا مولکولی سطح تا عمق ۱ m ۲ تعیین شود. تفکیکپذیری عرضی این روش معمولاً ۲۰۰۳ است، بنابراین مجموعهای از نانواشیاء آنالیز میشوند. بسته به ماده، برخی از تنظیمات،

¹⁻ Ultramicrotomer

اجازهٔ تفکیکپذیری nm ۵۰ nm ۱۰۰ را هم میدهند. این یک روش بسیار حساس برای بررسی شیمی سطح (۱ nm بالایی) در نمونههاست که در این حالت، مجموعهای از نانواشیاء هستند.

۷-۲-۷ استانداردهای مرتبط

ISO/TR 14187, Surface chemical analysis - Characterization of nanostructured materials

ISO 18114, Surface chemical analysis - Secondary-ion mass spectrometry - Determination of relative sensitivity factors from ion-implanted reference materials

ISO 20341, Surface chemical analysis - Secondary-ion mass spectrometry - Method for estimating depth resolution parameters with multiple delta-layer reference materials

ISO 20579-4, Surface chemical analysis - Guidelines to sample handling, preparation and mounting - Part 4: Reporting information related to the history, preparation, handling and mounting of nano-objects prior to surface analysis

ISO 22048, Surface chemical analysis - Information format for static secondary-ion mass spectrometry

ISO 23830, Surface chemical analysis - Secondary-ion mass spectrometry - Repeatability and constancy of the relative-intensity scale in static secondary-ion mass spectrometry

۷-۲-۷ طيف سنجي فلورسانس پرتو ايکس

روش XRF برای آنالیز شیمیایی عنصری مواد استفاده می شود. یک منبع پرتو ایکس جهت تابش به آزمونه استفاده می شود که سبب می شود عناصر موجود در آزمونه، پرتوهای ایکس مشخصهٔ خود را نشر (یا برانگیخته) کنند. یک سامانهٔ آشکارسازی (یاشنده طول موج) برای اندازه گیری قلههای پرتو ایکس نشریافته بهمنظور اندازه گیریهای کمّی و کیفی عناصر و مقادیر آنها، استفاده می شود. این روش در دهه ۱۹۷۰ برای آنالیز فیلمهای نازک گسترش یافت. بهطور معمول XRF برای تعیین ترکیب عنصری فیلم استفاده می شود. هنگامی که مواد با تابش پرانرژی با طول موج کوتاه (مانند پرتو ایکس) برانگیخته شوند، میتوانند پونیزه شوند. اگر انرژی تابش برای جابجایی یک الکترون محکم در لایهٔ داخلی کافی باشد، اتم ناپایدار می شود و يك الكترون لاية بيروني جايكزين الكترون داخلي از دست رفته مي شود. جدا از ماهيت غير مخرب آن، اين روش چندعنصری و سریع است و در مطالعات شیمیایی انواع مختلف مواد، با موفقیت به کار می رود. قبل از اندازهگیری XRF، نیازی به هیچگونه فرایند ترمیم یا پاکسازی نیست، مگر با هدف حذف مکانیکی آلودگی از سطح نمونهها که تحت دیداریسازی میکروسکوپی انجام میشود. تمام آنالیزها بهمنظور آشکارسازی عناصر سبک در خلاء انجام می شود. عناصر موجود در نمونهها بر اساس خطوط مشخصهٔ پرتو ایکس شناسایی می شوند و می توانند در گستره وسیعی از عناصر، از سدیم (عدد اتمی ۱۱) تا اورانیم (عدد اتمی ۹۲) استفاده شده و حد آشکارسازی در محدودهٔ ppm فراهم میکند. روش XRF یک روش سریع (ترکیبات شیمیایی در عرض چند ثانیه تعیین می شوند) و برای استفاده، آسان است. حجم آنالیز شده در مقایسه با هر گونه آلودگی سطحى بسيار زياد است. مواد مرجع براى كاليبراسيون موردنياز است. عليرغم اين واقعيت كه اين روش

دارای تفکیکپذیری عرضی تقریباً ۱۰۰ نانومتر است، میتوان از آن برای شناسایی شیمیایی نانواشیاء و مواد حاوی آنها استفاده کرد [30]، [31]، [32].

فلورسانس بازتاب کلی پرتو ایکس (TXRF) شبیه به روش XRF پاشنده انرژی است، اما در هندسهٔ تنظیم شده کار می کند. در اینجا، یک پرتو فرودی با زاویه ای کمتر از زاویهٔ بحرانی بازتاب خارجی کل برای پرتو ایکس، به یک نمونه برخورد می کند که باعث بازتاب تقریباً ٪ ۱۰۰ فوتونهای پرتو تحریک می شود. مزیت این روش کاهش سهم پسزمینهٔ اندازه گیری با حذف پراکندگی ناشی از نمونه و در نتیجه افزایش حساسیت اندازه گیری عنصری است. روش TXRF همچنین یک روش کاملاً پذیرفته شده برای آنالیز شیمیایی است و عمدتاً برای کنترل کیفیت صنایع الکترونیکی استفاده می شود. با توجه به حساسیت بالا نسبت به آشکارسازی فلزات سنگین، روش TXRF برای اندازه شناسیِ شیمیاییِ زیست محیطی در مقیاس نانو مناسب است. با توجه به استانداردهای مناسب، روش TXRF را می توان به عنوان یک آنالیز متداولِ کمّی در مناسب است. با توجه به استانداردهای مناسب، روش TXRF را می توان به عنوان یک آنالیز متداولِ کمّی در زمینههای محیط زیستی در آینده درنظر گرفت. علاوه بر این، گسترش روش TXRF به منظور اندازه گیری

۷-۲-۹ استانداردهای مرتبط

ISO 14706, Surface chemical analysis - Determination of surface elemental contamination on silicon wafers by total-reflection X-ray fluorescence (TXRF) spectroscopy

ISO/TS 18507, Surface chemical analysis - Use of total reflection X-ray fluorescence spectroscopy in biological and environmental analysis

۷-۲-۱۰ پراش پر تو ایکس پراش پر تو ایکس روشی است برای تعیین ساختار اتمی و مولکولی یک بلور که در آن اتمها باعث می شوند پر تو ایکس به جهات خاص مختلفی پراکنده شود. این روش برای مشخصهیابی و شناسایی فازهای چندبلوری مختلف مناسب است.

روش XRD یک روش پایه برای مشخصهیابی ساختار بلوری مواد است. یکی از شاخصههای مهم تابش پرتو ایکس این واقعیت است که نمیتوان آن را به راحتی متمرکز کرد، بنابراین اطلاعات در مورد ساختار مواد معمولاً از یک منطقهٔ نسبتاً بزرگ (تقریباً μm ۵۰) ارائه میشود. نمونههای پودری روی یک نگهدارندهٔ نمونه صفحهای تخت قرار می گیرند. در پراش پودری، داشتن نمونهای با سطح صاف بسیار مهم است. از مزایای این روش ایناست که میتوان از آنالیز غیرمخرب ساختار برای مقدار کمی پودر استفاده کرد و اندازه گیریها را با افزایش دما انجام داد. برای آنالیز نانوشیء، این احتمال وجود دارد که پهنشدگی خطوط پراش مشاهده شود، که این امر آنالیز فاز را دشوار میسازد.

روش XRD می تواند متوسط فاصلهٔ بین لایه ها یا ردیف های اتم ها را اندازه گیری کند، جهت گیری یک تک بلور یا دانه را تعیین کند، ساختار کریستالی یک مادهٔ ناشناخته و همچنین تنش داخلی نواحی بلوری

کوچک را بیابد و ویژگیهای ساختاری مانند پارامترهای شبکه، کرنش، اندازه دانه، برآرایی^۱، فاز و ترکیب را تعیین کند.

۷-۲-۱۱ استانداردهای مرتبط

ISO/TR 14187, Surface chemical analysis - Characterization of nanostructured materials

۷-۲-۲ طیفسنجی فوتوالکترون پرتو ایکس

در روش XPS، نمونه بهوسیله پرتو ایکس که در آن نفوذ میکند، تحت تابش قرار میگیرد. هنگامیکه فوتونهای پرتو ایکس یک فوتوالکترون تراز-هسته^۲ را تحریک میکنند، فوتوالکترون با انرژی جنبشی وابسته به پرتو ایکس فرودی و انرژی بستگی اوربیتال اتمی که از آن سرچشمه گرفته، منتشر میشود. در XPS، فوتوالکترونها بهعنوان تابعی از انرژی جنبشیشان، آزاد، شناسایی و شمارش میشوند. انرژی جنبشی و شدت فوتوالکترونها برای شناسایی و تعیین غلظت سطحی عناصر موجود و حالت شیمیایی یا وضعیت پیوندی اتم تابشگر، آنالیز میشوند. XPS عناصری از لیتیم تا اورانیم را شناسایی میکند. روش XPS میتواند عناصری با غلظت سطحی تقریبی ۰/۱ درصد اتمی را تشخیص دهد. حساسیت این روش به سطح مقطعِ فوتویونش^۲ هر عنصر بستگی دارد. با این روش، هم مواد رسانا و هم عایق را میتوان آزمود. برای مواد غیررسانا، از افزارههای خنثیکننده مانند تفنگهای الکترونی با جریان بالا یا تفنگهای یون آرگون و یا هر دو، استفاده میشود تا بار سطحی به شیوهای کنترل شده پایدار شود.

پرتو ایکس در برخی از سامانههای تصویربرداری تجاری میتواند به کوچکی μm ۱۰ باشد. نقشهبرداری شیمیایی با تفکیک پذیری عرضی تقریباً μm ۱۰ امکان پذیر است. با این حال، این تفکیک پذیری عرضی برای بررسی یک نانوذره مجزا بسیار کم است، بنابراین مجموعهای از نانوذرات باید اندازه گیری شوند. پرتوهای ایکس همچنین به عمق سطح نفوذ میکنند، با این حال، عمق فرار فوتوالکترونها از مرتبهٔ کمتر از nm ۱۰ بوده و بنابراین اطلاعات از درون این عمق به دست میآید. روش XPS را میتوان برای اندازه گیری شیمی و همچنین ضخامت پوششهای دور نانواشیاء، مانند پوسته در نانوذرات هسته-پوسته، و نیز عامل دار شدن شیمیایی سطح استفاده کرد.

آمادهسازی دقیق نمونه برای اطمینان از کیفیت خوب دادهها ضروری است (به 4-ISO 20579 مراجعه شود). روش XPS در خلاء فوقالعاده بالا کار میکند و میتواند به همراه پایههای گرمایشی و سرمایشی استفاده شود.

یادآوری- در آینده، آنالیز XPS از نانواشیاء را میتوان با استفاده از XPS تحت فشارِ نزدیک به محیط یا فناوریهای جت مایع که در آن نانواشیاء در مایع پراکنده میشوند، انجام داد. این فنون جدید در حال توسعه هستند [38].

¹⁻ Epitaxy

²⁻ Core-level

³⁻ Photo-ionization

۷-۲-۷ استانداردهای مرتبط

ISO 13424, Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Reporting of results of thin-film analysis

ISO/TR 14187, Surface chemical analysis - Characterization of nanostructured materials

ISO 16243, Surface chemical analysis - Recording and reporting data in X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

ISO 16531, Surface chemical analysis - Depth profiling - Methods for ion beam alignment and the associated measurement of current or current density for depth profiling in AES and XPS

ISO 18116, Surface chemical analysis - Guidelines for preparation and mounting of specimens for analysis

ISO 18117, Surface chemical analysis - Handling of specimens prior to analysis

ISO 20579-4, Surface chemical analysis - Guidelines to sample handling, preparation and mounting - Part 4: Reporting information related to the history, preparation, handling and mounting of nano-objects prior to surface analysis

۷-۲-۱۴ طیفسنجی پرتو ایکس تفکیک انرژی روش EDX اغلب به همراه SEM و TEM استفاده می شود. در این روش، یک باریکهٔ الکترونی به سطح یک نمونهٔ رسانا برخورد می کند. انرژی باریکه معمولاً در گستره ۱۰ keV تا ۲۰ keV است. این برخورد باعث می شود که پرتوهای ایکس از نقطهای در ماده که با باریکهٔ الکترونی اولیه تحت تابش قرار گرفته است، نشر کنند. انرژی پرتوهای ایکس نشرشده به ترکیب شیمیایی موضعی مادهٔ مورد مطالعه بستگی دارد.

این روش میتواند در مورد ترکیب عنصری از بریلیم (عدد اتمی ۴) تا انیشتینیم (عدد اتمی ۹۹) با حد آشکارسازی تقریباً ۰٫۱ درصد اتمی، اطلاعات ارائه دهد. نمونههای غیررسانا با EDX مشکل ایجاد میکند، زیرا بمباران نمونه با الکترونها شروع به باردار شدن خود نمونه میکند که مانع از خروج پرتوهای ایکس بهطور مؤثر میشود. با اینحال، شناسایی و آنالیز عناصر با عدد اتمی کم (مانند نیتروژن و کربن) بهوسیله EDX به دلیل همپوشانی بین قلههای مشخصهٔ پرتو ایکس دشوار است. تفکیکپذیری فضایی برای EDX در تلفیق با SEM معمولاً برای نمونههای توده در گستره یک میکرومتر است. در انرژیهای برانگیختگی پایین تر (زیر ۱۰ keV) یا زمانی که نانواشیاء روی فیلمهای شفاف نسبت به الکترون^۱ آماده میشوند، تفکیکپذیری زیر میتواند به زیر ۱۰۰ میرود، تفکیکپذیری زیر اس ۱۰ است و توزیع (نقشههای) عنصری EDX با EDX با MET به کار میرود، تفکیکپذیری زیر مانند نانوذرات هسته–پوسته، انجام داد.

¹⁻ Electron-transparent films

۷–۲–۱۵ پراکندگی یون کم انرژی در روش LEIS نمونه با یونهای گاز نجیب (هلیم، نئون و آرگون) با انرژی چند keV بمباران می شود که برخی از آنها به وسیله اتم های سطحی پس پراکنش می یابند. یون های گاز نجیب از نمونه پراکنده شده و در یک زاویهٔ پراکندگی ثابت جمع آوری می شوند که سبب ایجاد یک طیف انرژی یون های پراکنده شده و می شود. اتلاف انرژی در فرآیند پراکندگی حاوی اطلاعاتی دربارهٔ جرم اتمی که یون هلیم از آن پراکنده شده و عمقی که پراکندگی در آن رخ داده است، می باشد. مساحت زیر یک قله مستقیماً به تعداد اتم های یک گونهٔ خاص موجود در سطح آنالیز شده مربوط می شود.

آنالیز LEIS در خلاء فوقالعاده بالا انجام می شود. از این روش می توان برای اندازه گیری ضخامت پوستهٔ نانوذرات هسته-پوسته استفاده کرد که تطابق معناداری با XPS دارد [40].

۳–۷ اندازهدههای مربوط به آنالیز شیمیایی نانواشیاء به شکل نمونههای توده

۷-۳-۷ اندازهدهها

اندازهدههای شرح داده شده در زیربند ۷-۳ را میتوان برای آزمودن خواص شیمیایی کل نمونه که حاوی نانواشیاء است یا در برخی روشها برای آنالیز حجم و عمق بزرگتری نسبت به لایههای سطحی، استفاده کرد. اکثر روشهای ارائه شده، امکان آزمودن نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها را در اشکال مختلف از جمله پودر، فیلمهای نازک، محصولات حاوی نانواشیاء مانند چندسازهها و پراکنهها فراهم میکند. اندازهدهها در جدول ۷ خلاصه شده است.

•~1	10/7/10/00	تفکیکپذیری	تفکیکپذیری		اندازهده ويژهٔ	اندازەدە
مر اجع	للمتاولايك	عمقی روش	عرضی روش	روس	روش	نهایی
		μm ۱٫۰ تا			ارتعاشات	
F/11	غالباً بمعربوديها مخشك	۲٫۵ μm بسته		DRIFT	شیمیایی	ساختان
[41],	عاب روی پردرمای مساع قابل اجراست. حساس به کربن دیاکسید و آب.	به طول موج نور،	>\& um		بەصورت عدد	ت کیر
[]		زاويهٔ برخورد و	i a pini		موج (cm ⁻¹)	ىر كيب سطەح : ب
		ضريب شكست			اندازهگیری	سيون ربر
		نمونه			مىشوند.	
	غالباً روی پودرهای خشک				شدت در گستره	ساختار، تركيب
	قابل اجرا است. حساس به				باریکی از طول	
	کربن دیاکسید و آب.				موج در يک زمان.	
[42],	مولکول باید در ناحیهٔ	um (، ، تا			ارتعاشات	
[43]	فروسرخ فعال باشد.	۲۵ um	>10 µm	FTIR	شیمیایی به	
	حساسیت و محدودیت	.,			صورت اختلاف 1	
	تشخیص: ٪ ۰٫۲ (که با				عدد موج (cm)	
	فنون خاص به ٪۱٪۰				اندازهگیری	
	مىرىىد.)				مىشود.	

جدول ۷- اندازهدههای مربوط به آنالیز شیمیایی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها

1- Diffuse reflectance infrared Fourier transform spectroscopy

	1	ش تفکیک پذیری تفکیک پذیری محدود س	*	اندازهده ويژهٔ	اندازەدە	
مراجع	محدوديتها	عمقي روش	عرضی روش	روس	روش	نہایی
[44], [45]	عموماً: QMS:۲-۱۵۰ amu FTIR :۴۰۰cm ⁻¹ ۵۵۰۰cm ⁻¹ تا دما: دمای محیط تا ۱۵۰۰ ^o C ۰ _/ ۱ppm -۵۰٪	N/A	N/A	آنالیزهای گرمایی (مانند TGA EGA) با مشابه FTIR QMS	جریان یونی (A.s) عدد موج (cm ⁻¹)، از دست دادن کمی جرم نمونه (mg)	ترکیب، شناسایی گازهای رهایش یافته از نمونه
[29]	تصحیحاتی برای پراکندگی ممکن است نیاز باشد. نمونههای جامد به لوازم جانبی بازتابی نیاز دارند.	N/A	N/A	UV-Vis	طیف جذب که به صورت جذب بر حسب طول موج (nm) رسم میشود.	غلظت، ترکيب
[46]	برای فلزات و آلیاژها قابل استفاده نیست. فلورسانس ناشی از ناخالصیها یا خود نمونه میتواند طیف رامان را بپوشاند. گرم کردن نمونه با تابش قوی لیزر میتواند به نمونه آسیب رساند.	• ,Δ nm	nm ۵٫۰ تا ۱۰ nm	طیفسنجی رامان	جابجایی بسامدِ پراکندگیِ غیرکشسان نور برحسب تغییرات عدد موج (cm ⁻¹)	ساختار، ترکیب
[47], [48], [49]	به رقیق شدن مناسب نیاز دارد (مستقیماً برای غلظت عددی بالا قابلاستفاده نیست). جدول ۴ را مشاهده کنید.	N/A	N/A	sp-ICP- MS (به زیربند ۶-۵-۱۵ مراجعه شود)	جرم عنصری به ازای هر ذره؛ غلظت عددی ذرات؛ کسر جرمی عنصری (یونی) حل شده	ترکیب عنصری و جرم به ازای هر ذره
[50]	نیاز به تجزیه اسیدی و انحلال کامل نمونه دارد.	N/A	N/A		غلظت جرمیِ عنصری کل (جمع گونههای ذرهای و یونی)	تركيب عنصرى و ICP- MS, OES, ICP- (AES تركيب ايزوتوپها (ICP-MS)
سازی آن	وش موردنظر در حال آشکار.	بز در نمونهای که ر	ِه دارد به عمق آنالب	ی در ابتدا اشار	، تفکیکپذیری عمق	در این جدول است.

۷-۳-۲ طیفسنجی فروسرخ تبدیل فوریه

روش FTIR اطلاعات ویژهای را در مورد پیوندهای شیمیایی و ساختارهای مولکولی ارائه میدهد که آن را برای آنالیز مواد آلی و معدنی مشخص، قابل استفاده می کند. پیوندهای شیمیایی در بسامدهای مشخصی ارتعاش می کنند و وقتی در معرض تابش فروسرخ قرار می گیرند، تابش را در بسامدهایی که با حالتهای ارتعاشی آنها مطابقت دارد، جذب می کنند. اندازه گیری جذب تابش به صورت تابعی از بسامد، طیفی را تولید می کند که می تواند برای شناسایی گروههای عاملی و ترکیبات استفاده شود. روش FTIR می تواند برای شناسایی نوع و محل گروههای عاملی شیمیایی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها و همچنین شناسایی مکانهای فعال مختلف در نانواشیاء فلزی و اکسید فلزی استفاده شود. این روش نیاز به آماده سازی کم و یا بدون آماده سازی دارد و در آن از انواع نگهدارنده های نمونه و سلهای موجود، استفاده می شود. در صورت امکان بهتر است آب از نمونه خارج شود. از مهمترین مزایای این روش، سرعت بالای اندازه گیری، داشتن

هنگامی که FTIR با بلور ATR جفت شود، می تواند فیلم بسیار ناز ک (با ضخامت تک لایه) یا گونههای مولکولی در فاز آبی (نیاز به تنظیم خاصی دارد) را تشخیص دهد. زمان تخمینی برای به دست آوردن طیف از یک نمونه معمولی بسته به نوع دستگاه و تفکیک پذیری موردنیاز از ۱ دقیقه تا ۱۰ دقیقه متغیر است. بسیاری از دستگاههای FTIR مجهز به کالیبراسیون خودکار با درستی بهتر از ¹⁻ ۲۰۱ دست می برای بستند. این امر نیاز به کالیبراسیون خارجی را از بین می برد. روش TRIF یک روش طیف سنجی فروسرخ است که برای نیاز به کالیبراسیون خارجی را از بین می برد. روش TRIF یک روش طیف سنجی فروسرخ است که برای نیاز به کالیبراسیون خارجی را از بین می برد. روش TRIF یک روش طیف سنجی فروسرخ است که برای نمونههای پودری (با مساحت سطح بالا) استفاده می شود. عمق نفوذ در نمونه به خواص فیزیکی و نوری نمونه و همچنین پودر رقیق کنندهٔ مورداستفاده برای پروفایل سنجی عمقی بستگی دارد. از این روش می توان به عنوان جایگزینی برای روش قرصهای فشرده شده استفاده کرد. TRIFI یک روش طیف به خواص فیزیکی و نوری موزه نمونه و همچنین پودر رقیق کنندهٔ مورداستفاده برای پروفایل سنجی عمقی بستگی دارد. از این روش می توان و می توان به عنوان جایگزینی برای روش قرصهای فشرده شده استفاده کرد. TRIFI یک روش طیف دارد. از این روش می توان می توان به عنوان جایگزینی برای روش قرصهای فشرده شده استفاده کرد. TRIFI به راحتی می تواند بین مواد آلی و معدنی تمایز قائل شود.

نور فروسرخ بر روی یک نمونه بسته به خواص توده ماده در درجات مختلفی منعکس شده و عبور می کند. بازتاب پخشیده با انعکاس نور از سطوح ناهموار نمونه در تمام جهات تولید و با استفاده از یک آینهٔ بیضی یا مخروطی جمع می شود. اندازه ذرات باید کوچکتر از طول موج نور فرودی باشد، بنابراین برای طیف سنجی فروسرخ متوسط، باید کمتر از μm ۵ باشد. طیفها در واحد لگاریتم معکوس بازتاب (log 1/R) نسبت به عدد موج رسم می شوند. نمونه را می توان مستقیماً به شکل توده یا به صورت پراکنههایی در زمینههای شفاف نسبت به فروسرخ، مانند پتاسیم برومید و پتاسیم کلرید، آنالیز کرد. رقیق شدن سنجیدنی در یک زمینهٔ غیرجاذب، نسبت بازتاب پخشیده را در تمام نور منعکس شده افزایش می دهد. به طور معمول، نمونهٔ جامد با استفاده از پتاسیم برومید به صورت همگن تا حدود ۵ تا ۱۰ درصد وزنی رقیق می شود.

روش FTIR توان عملیاتی بالا، نسبت سیگنال به نوفه بالا و درستی طول موج بالایی دارد. عمق نفوذ زیاد آن بدین معناست که میشود برای نیمرساناهای با گاف انرژی کم، طیف را بهدست آورد. برای اکثر نمونهها حداقل اطلاعات عنصری موجود است. حلال زمینه یا ماتریس جامد باید در ناحیه طیفی موردنظر نسبتاً شفاف باشد. بهدست آوردن طیف فروسرخ از نمونههای مختلف مایع، جامد و گاز امکان پذیر است. با این حال،

بسیاری از مواد در برابر تابش فروسرخ غیرشفاف هستند و برای بهدست آوردن طیفها، باید در یک ماتریس شفاف حل یا رقیق شوند. در این شرایط به عنوان جایگزین امکان بهدست آوردن مستقیم طیف بازتابشی یا نشری از نمونههای غیرشفاف فراهم میشود.

۷-۳-۷ استانداردهای مرتبط

ISO 10640, Plastics - Methodology for assessing polymer photoageing by FTIR and UV/visible spectroscopy

ISO/TS 14101, Surface characterization of gold nanoparticles for nanomaterial specific toxicity screening: FT-IR method

۷–۳–۴ آنالیز گرمایی به کمک آنالیزگر گاز خروجی همراه با FTIR یا GMS یا GMS روش TGA روشی برای آنالیز گرمایی است که در آن تغییرات جرم ماده بهعنوان تابعی از افزایش دما با نرخ حرارت دهمی ثابت، اندازه گیری می شود. این روش برای مطالعهٔ گاز رهایش یافته از نمونه های حرارت داده شده که دستخوش تجزیه یا واجذب می شوند، استفاده می شود. با جفت کردن دستگاه آنالیز حرارتی (DSC یا که دستخوش تجزیه یا واجذب می شوند، استفاده می شود. با جفت کردن دستگاه آنالیز حرارتی (DSC یا TGA) با یک GMS یا واجذب می شوند، استفاده می شود. با جفت کردن دستگاه آنالیز حرارتی (TGA یا TGA) با یک GMS یا FTIR، آشکارسازی گازهای رهایش یافته از نمونه و آنالیز آنها در زمان واقعی احکان پذیر است که همبستگی با سایر سیگنالهای آنالیز گرمایی (از دست دادن جرم یا انتقال گرماگیر) را فراهم می کند.

برای آزمون DSC مقدار کمی از نمونه (mg ۵ تا ۱۰ mg) استفاده می شود و نمونهها باید با گاز بی اثر گازدهی شوند تا پایداری شرایط اندازه گیری فراهم شود. قبل از آزمون لازم است یک آزمون شاهد با دستگاه آنالیز حرارتی و طیفسنج با تنظیمات مشابهی که برای نمونه استفاده می شود، انجام گیرد.

آنالیز گرمایی میتواند ترکیب شیمیایی مواد در فاز جامد یا گاز را تعیین و نوع و محل گروههای عاملی شیمیایی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها را شناسایی کند. با استفاده از طیفسنج QMS و FTIR به همراه دستگاه آنالیز گرمایی میتوان نتایج تکمیلی را بهدست آورد. روش TGA با EGA معمولاً اطلاعات کیفی در مورد ترکیب ارائه میدهد، اما کمّیسازی حتی بهوسیله FTIR یا QMS چالش برانگیز است.

۷-۳-۷ استانداردهای مرتبط

ISO/TS 11308, Nanotechnologies - Characterization of carbon nanotube samples using thermogravimetric analysis

ISO 11358-1, Plastics - Thermogravimetry (TG) of polymers - Part 1: General principles ISO 21870, Rubber compounding ingredients - Carbon black - Determination of hightemperature loss on heating by thermogravimetry

۷-۳-۷ طیفسنجی فرابنفش-مرئی

طیفسنجی فرابنفش-مرئی (UV-Vis) میتواند برای شناسایی برخی از گروههای عاملی در مولکولها و سنجش آنها استفاده شود. در فناوری نانو، طیفسنجی UV-Vis میتواند اطلاعات مهمی در مورد نانواشیاء از طریق مطالعات SPR ارائه کند و اطلاعاتی در مورد اندازهها و کمّیسازی مقدار مواد، ارائه دهد. مقدار جذب شدیداً به اندازهٔ ذرات، محیط دیالکتریک و محیط شیمیایی اطراف بستگی دارد. تفکیکپذیری یک طیفسنج نوری UV-Vis معمولاً به پهنای طیف نواری آن مرتبط است. هرچه پهنای طیف نواری کوچکتر باشد، تفکیکپذیری تصویر ریزتر است. پهنای طیف نواری به عرض شکاف و قدرت پراکندگی تکفامساز¹ بستگی دارد. برای دستگاههای دیود آرایهای، تفکیکپذیری به تعداد دیودهای داخل آرایه نیز بستگی دارد. محدودهٔ طول موج عموماً بین ۱۹۰۳ تا ۹۰۰ میا تفکیکپذیری معداد دیودهای داخل آرایه نیز بستگی دارد.

۷-۳-۷ استانداردهای مرتبط

ISO 10640, Plastics - Methodology for assessing polymer photoageing by FTIR and UV/visible spectroscopy

ISO/TS 10868, Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy

۷-۳-۸ طیفسنجی رامان طیفسنجی رامان از اثر رامان استفاده میکند که پراکندگیِ غیرکشسان نور با تغییر بسامد ناشی از انتقال انرژی بین نمونه و نور فرودی است. این جابهجاییِ بسامد، اطلاعاتی در مورد حالتهای ارتعاشی در نمونه و از اینرو، اطلاعات شیمیایی فراهم میآورد و مکمل طیفسنجی فروسرخ است. طیفسنجی رامان میتواند بین ایزوتوپها تمایز قائل شود. همچنین در شرایط خاص، میتواند اطلاعاتی دربارهٔ ابعاد ارائه دهد (به زیربند ۶-۴-۲۱ مراجعه شود).

۷-۳-۹ روشهای پلاسمای جفتشدهٔ القایی

در روش ICP، یک نمونهٔ پراکنه مایع در دمای بالا درون پلاسما اسپری می شود که در آنجا اتمها یونیزه شده و آشکارسازی می شوند. آشکارساز می تواند ICP-MS یا ICP-OES باشد که دومی، با نام ICP-AES نیز شناخته می شود. شدت هر قله در نسبت جرم به بار (ICP-MS) یا طول موج (ICP-OES/AES) معین با عناصر مرجع که غلظت جرمی مشخص دارند، مقایسه می شود تا غلظت هر عنصر محاسبه شود. این روش امکان به دست آوردن اطلاعات غلظتی و شیمیایی را فراهم می کند.

برای روش sp-ICP-MS، به زیربند ۶–۵–۱۵ مراجعه شود، زمان اندازه گیری برای یک نسبت خاص جرم عنصر به بار، به پنجرههای زمانی به اندازه کافی کوچک تقسیم میشود، بهطوری که ذرات منفرد با شدت سیگنال متناسب با تعداد اتمهای هر ذره آشکارسازی میشوند. این فرآیند، اطلاعات شیمیایی را همراه با

¹⁻ Monochromator

اندازه گیری جرم عنصری هر ذره فراهم می کند و در تلفیق با غلظت عددی اندازه گیری شده، غلظت جرمی ذره را میدهد.

۷-۳-۷ استانداردهای مرتبط

ISO 11885, Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)

ISO/TS 13278, Nanotechnologies - Determination of elemental impurities in samples of carbon nanotubes using inductively coupled plasma mass spectrometry

ISO 17294-1, Water quality - Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) - Part 1: General guidelines

ISO 17294-2, Water quality - Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) - Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes

۷–۳–۱۱ زاویهٔ تماس زاویهٔ تماس، زاویهٔ اندازه گیریشده بین یک مایع و یک سطح است. این زاویه، ترشوند گی سطح به وسیله مایع را مشخص می کند. همچنین می توان زوایای تماس را به صورت پویا نیز اندازه گیری نمود. این زوایا معمولاً با استفاده از روش قطرهٔ ثابت شده روی سطح اندازه گیری می شوند که در آن، زاویهٔ قطره روی سطح به صورت نوری اندازه گیری می شود. این روش برای اندازه گیری خواص یک نانوشیء منفرد نیست، بلکه باید از پوشش پیوستهٔ نانواشیاء روی یک سطح استفاده کرد و می تواند از پراکنه مایع به دست آید. زاویهٔ تماس به دست آمده، هم به شیمی و هم به توپو گرافی (پستی و بلندی) سطح بستگی دارد.

۸ اندازه ده ای مربوط به جرم و چگالی

۸–۱ کلیات

بند ۸، اندازهدههای مربوط به جرم و چگالی را پوشش میدهد. اندازهدههای اصلی در این بخش عبارتند از: الف- جرم و توزیع جرمی نانواشیاء؛

ب- چگالی و توزیع چگالی نانواشیاء؛

پ- اندازهدههای حجم و اندازه نانواشیاء بهطوریکه با جزئیات در بند ۶ توضیح داده شدهاند.

۸-۲ هواسلها

۸-۲-۸ اندازهدهها

اندازهدهها در جدول ۸ نمایش داده شدهاند و در زیربندهای پیشرو با جزئیات کامل و به همراه روشهای اندازه گیری شرح داده خواهند شد.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[51]	متکی بودن به ذرات باردارشده	کسر جرمی ۱۰٪ جرم مرکزی توزیع	۰٬۰۰۱ fg ۱۰۰ fg ۱۰ تا ۱۰ nm	تحلیلگر جرم ذرہ ھواسل	توزیع جرم به بار (m/z)	توزيع
[52]		m/Δm تا مقدار ۴۰۰۰ برای ۰٫۰۵ μgm ⁻³	m/z تا m/z ۱۲۰۰	تحلیلگر زمان پرواز جرم ذرہ	توزیع زمان پرواز جرم به بار (m/z)	جرمی

جدول ۸- اندازهدههای مرتبط با اندازه گیری جرم و چگالی نانواشیاء در یک هواسل

۸-۲-۸ استانداردهای مرتبط

ISO 8573-8, Compressed air - Part 8: Test methods for solid particle content by mass concentration

ISO 9276-5, Representation of results of particle size analysis - Part 5: Methods of calculation relating to particle size analyses using logarithmic normal probability distribution

ISO 10808, Nanotechnologies - Characterization of nanoparticles in inhalation exposure chambers for inhalation toxicity testing

ISO/TS 12025, Nanomaterials - Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols

ISO 12154, Determination of density by volumetric displacement - Skeleton density by gas pycnometry

۸-۲-۸ تحلیلگر جرم ذره هواسل

این تحلیلگر از دو الکترود استوانهای تشکیل شدهاست که حول یک محور مشترک می چرخند. ذرات نمونهٔ هواسل، باردار شده و وارد شکاف حلقوی می شوند و الکترودها با سرعت مشابه در حال چرخش هستند. هنگامی که ولتاژی به الکترود داخلی اعمال می شود، ذرات دو نیروی مخالف مرکز گرا و الکتروایستا را تجربه می کنند. از توازن این نیروها می توان جرم ذرات را محاسبه کرد.

۸-۲-۴ طیفسنجی جرمی زمان پرواز

این روش نوعی از طیفسنجی جرمی است که در آن نسبت جرم به بار یک نانوذرهٔ باردارشده از طریق اندازه گیری زمان پرواز تعیین می شود. ابتدا ذرات به وسیله یک میدان الکتریکی با قدرت مشخص شتاب می گیرند. این شتاب باعث می شود که ذرات با بار یکسان، انرژی جنبشی یکسانی داشته باشند. بنابراین سرعت ذره به نسبت جرم به بار بستگی دارد. زمانی که متعاقبا طول می کشد تا ذره به آشکارساز در فاصله ای مشخص برسد، اندازه گیری می شود. این زمان به نسبت جرم به بار ذره بستگی دارد (ذرات سنگین تر با

سرعت کمتری میرسند و به زمان بیشتری نیاز دارند). براساس این زمان و پارامترهای مشخص آزمون، نسبت جرم به بار نانوذره تعیین میشود. همچنین میتوان از این روش برای تعیین توزیع اندازه به شکل هواسل و آنالیز شیمیایی هواسلها استفاده کرد.

۸-۳ پودرها

۸–۳–۱ اندازهدهها

برای اندازه گیریهای جرم یا چگالی عموماً لازم است که نانواشیائی که بهصورت پودر هستند به هواسل تبدیل شده یا در یک حلال پراکنده شوند و سپس به ترتیب با روشهای شرح داده شده در زیربندهای ۸-۲ و ۴-۸ آنالیز شوند. چنانچه به دنبال توزیع اندازه ذرات مجزا باشیم، باید دقت شود کلوخه او انبوهه ها حذف شوند. با این حال، چگالی پودر نانواشیاء را می توان به طور مستقیم با چگالی سنجی^۱ گازی به طوریکه در جدول ۹ ارائه شده است، اندازه گیری کرد.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[53] [54] ISO 12154	حجم و جرم بهطور جداگانه اندازهگیری شده و بر هم تقسیم میشوند تا چگالی بهدست آید.	±½ •,• ١	ر، تا g/cm ³ ۱۰ g/cm ³	چگالیسنجی	حجم جابەجایی گاز	چگالی

جدول ۹- اندازهدههای مرتبط با اندازهگیری جرم و چگالی نانواشیاء به شکل پودر

۸–۳–۲ چگالیسنجی

چگالیسنجی، چگالی تودهای یا اسکلتی جامدات، در اینجا پودر نانوشیء را از طریق جابهجایی گاز و با استفاده از قانون بویل^۲ که بر رابطه حجم-فشار حاکم است، اندازه گیری می کند. دستگاه، مقدار جابجایی حجم گاز بهوسیله پودر نانوذره را اندازه گیری کرده و با اندازه گیری جرم به طور جداگانه، می توان چگالی را محاسبه کرد.

۸-۳-۳ استانداردهای مرتبط

ISO 12154, Determination of density by volumetric displacement - Skeleton density by gas pycnometry

¹⁻ Pycnometry

²⁻ Boyle's law

۸-۴ پراکنههای مایع

۸-۴-۸ اندازهدهها

اندازهدهها در جدول ۱۰ نشان داده شدهاند و در زیربندهای زیر با جزئیات کامل و به همراه روشهای اندازه *گ*یری شرح داده خواهند شد.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[14], [29]	هنوز در مراحل توسعه قرار دارد.	کسر جرمی t/: ۴	۰/۱ gcm ⁻³ ۱۰ gcm ⁻³	تەنشىنى مايع مركزگريز (روشھاى ھمچگالى و چندسرعتە)	عبور نور بەعنوان تابعی از نرخ تەنشینی براساس موقعیت	توزیع چگالی
[14], [29]	هنوز در مراحل توسعه قرار دارد.	کسر جرمی ۴٪ ±	۱۰ ^{-۱۸} g ۱۰ ^{-۱۱} g (۱۰pg ل تا ag)	تەنشىنى مايع مركزگريز (روش ھمچگالى)	عبور نور به عنوان تابعی از نرخ تەنشینی بر اساس موقعیت	
[55]	نمونهٔ پراکندهشده باید شفاف باشد و نور با طول موج استفاده شده زا جذب نکند. معمولاً حجم بالایی از نمونه (Ml	کسر جرمی ۵٪	۰٫۰۰۱ ag ۱۰۰ ag (۱۰MD ت ۱kD) ن۰٫۰۵μm ۲۰۰۰μm	پراکندگی ایستای نور	شدت پراکندگی به صورت تابعی از زاویه توزیع اندازه ذرات	توزيع جرمى
[56]		کسر جرمی ± ۳٪. ۰/۰۰۲gcm ⁻³	۳۵۰ ag ۵۰nm تا ۵۰nm	اندازه گیری جرم تشدیدی	جرم ذرات مجزا	توزیع جرمی، توزیع چگالی

جدول ۱۰- اندازهدههای مربوط به جرم و چگالی برای نانواشیاء در پراکنههای مایع

۸-۴-۸ استانداردهای مرتبط

ISO 8573-8, Compressed air - Part 8: Test methods for solid particle content by mass concentration

ISO 9276-5, Representation of results of particle size analysis - Part 5: Methods of calculation relating to particle size analyses using logarithmic normal probability distribution

ISO 13318-1, Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods - Part 1: General principles and guidelines

ISO 16014-5, Plastics - Determination of average molecular weight and molecular weight distribution of polymers using size-exclusion chromatography - Part 5: Light-scattering method

ISO 18747-1, Determination of particle density by sedimentation methods - Part 1: Isopycnic interpolation approach

ISO 18747-2, Determination of particle density by sedimentation methods - Part 2: Multi-velocity approach

۸–۴–۳ 🦷 تەنشىنى مركزگرىز مايع (روش ھمچگالى)

به زیربند ۸–۳–۲ مراجعه شود. ذرات در سطحی تهنشین میشوند که چگالی آنها با محیط اطراف مطابقت داشته باشد، از اینرو اصطلاح همچگال به معنای «با چگالی مشابه^۲» است. میزان نرخ تهنشینی، جرم ذرات را میدهد و نقطهٔ تهنشینی تعادلی یا غیرتعادلی، چگالی را مشخص میکند.

۸-۴-۴ پراکندگی ایستای نور

در روش SLS، یک نور تکرنگ با شدت بالا، معمولاً نور لیزر، از محلولی حاوی نانوذرات عبور میکند. آشکارسازهای تکی یا چندگانه برای اندازهگیری شدت پراکندگی در یک یا چند زاویه استفاده میشوند. وابستگی زاویهای شدت پراکندگی برای بهدست آوردن اندازهٔ نانوذرات با شعاع بالاتر از ٪ ۱ تا ٪ ۲ طول موج فرودی استفاده میشود. بسته به جهت زوایای آشکارساز نسبت به جهت نور تابشی، روش SLS به صورت LALS، RALS، RALS اجرا میشود.

۸–۴–۵ اندازهگیری جرم تشدیدی

روش RMM ذراتی در محدودهٔ اندازهٔ ۵۰ nm ۵ را شناسایی و شمارش کرده و جرم شناور و اندازهٔ آنها را اندازه می گیرد. این روش از یک مجرای میکروسیال که از درون یک تیرک تشدیدی عبور میکند، جرم ذرات داخل مایع عبوری از مجرا را شمارش، اندازه گیری و آشکارسازی میکند. جرم ذره، بسامد تشدید

¹⁻ Isopycnic

²⁻ Of the same density

³⁻ Low angle light scattering

⁴⁻ Right angle light scattering

⁵⁻ Multi- angle light scattering

تیرک را تغییر میدهد که مستقیماً با جرم شناور ذره مرتبط است. این روش همچنین امکان شمارش درست ذرات در نمونه را فراهم میکند. در این روش، ذرات با چگالی مشابه ذرات محلول، آشکارسازی نمیشوند. همچنین مقدار چگالی برای ارزشیابی اندازه یا حجم مورد نیاز است. از اینرو، کمینه اندازهٔ یک ذرهٔ شناساییشده به کمینه جرم قابلآشکارسازی بستگی دارد.

- ۹ اندازهدههای مربوط به بار- پراکنههای مایع
 - ۹–۱ اندازهدهها

پتانسیل الکتروجنبشی یا پتانسیل زتا، پتانسیل الکتریکی در فصل مشترک لایهٔ دوگانه در محل صفحهٔ لغزش نسبت به یک نقطه در توده سیال و دور از فصل مشترک است. بهعبارت دیگر، پتانسیل زتا اختلاف پتانسیل بین محیط پراکنه و لایهٔ ثابت سیال که به ذرهٔ پراکنده متصل است را نشان میدهد. پتانسیل زتا یک ویژگی ذاتی نانوشیء نیست، زیرا هم به ذرات و هم به محیطی که در آن پراکنده شدهاند، بستگی دارد. اندازهدهها در جدول ۱۱ آورده شدهاند و با جزئیات بیشتر همراه با روشها در زیربندهای بعدی توضیح داده خواهند شد.

مراجع	محدوديتها	تفکیک پذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[57], [58]	امکان تخریب برخی از مواد در میدان الکتریکی اعمالی وجود دارد. غلظتها باید برای آشکارسازی پراکندگی نور مناسب باشند.	۰٫۱ mV	۵۰۰ mV م. تا ۵۰۰ mV	پراکندگی نور الکتروکوچی	تحرکپذیری الکتروکوچی (سرعت ذرہ/ شدت میدان اعمالی)	بار، پتانسیل زتا
[59]	نیاز به کالیبراسیون دارد. برای ذرات بزرگتر (۳۰۰ nm <) پاسخ به جرم ذره بستگی دارد.	•,\ mV	۵۰۰ mV – تا ۵۰۰ mV	اندازه گیری الکتروصوتی	تحرکپذیری پویای الکتروکوچی	بار، پتانسیل زتا

ار	با	به	مربوط	ى	زەدەھا	ندا	1-11	ل ا	جدوا
----	----	----	-------	---	--------	-----	------	-----	------

۲-۹ استانداردهای مرتبط

ISO 13099-1, Colloidal systems - Methods for zeta-potential determination - Part 1: Electroacoustic and electrokinetic phenomena

ISO 13099-2, Colloidal systems - Methods for zeta-potential determination - Part 2: Optical methods

ISO 13099-3, Colloidal systems - Methods for zeta potential determination - Part 3: Acoustic methods

۹-۳ پراکندگی نوری الکتروکوچی

الکتروکوچی حرکت ذرات پراکنده در یک سیال تحت تأثیر میدان الکتریکی فضایی یکنواخت است. پتانسیل زتای پراکنه با اعمال میدان الکتریکی در سراسر پراکنه اندازه گیری می شود. ذرات درون پراکنه با پتانسیل زتا، با سرعتی متناسب با بزرگی پتانسیل زتا به سمت الکترود با بار مخالف، مهاجرت می کنند. این سرعت با استفاده از آنمومتری داپلر لیزری^۱ اندازه گیری می شود. جابجائی بسامد یا جابه جائی فاز یک باریکهٔ لیزر فرودی که به سبب وجود این ذرات متحرک ایجاد شده است، مقدار تحرک پذیری ذرات را نشان می دهد و این تحرک پذیری با توجه به گرانروی مادهٔ پراکنده ساز و تراوایی دی الکتریک و به کار گیری تئوری مناسب، به پتانسیل زتا تبدیل می شود.

۴-۹ اندازه گیری پدیده های الکترو صوتی

از دو اثر الکتروصوتی برای تعیین پتانسیل زتا استفاده می شود: جریان ارتعاش کلوئید (CVC)^۲ و دامنه صوتی الکتروجنبشی (ESA)^۲. این دستگاهها تحرکپذیری پویای الکتروکوچی را اندازه گیری می کنند که به پتانسیل زتا بستگی دارد.

جریان ارتعاش کلوئید زمانی ایجاد میشود که امواج فراصوت درون سیالی حاوی نانوذرات باردار منتشر میشود. گرادیان فشار در موج فراصوت، نانوذرات را نسبت به سیال حرکت میدهد. حرکت سیال نسبت به ذره، یونهای نفوذ کرده در لایهٔ دوگانهٔ الکتریکی را در جهت یکی از قطبها میکشاند. در نتیجهٔ این کشش، یونهای منفی بیشتری در مجاورت یک قطب و تجمع بار سطحی مثبت در قطب دیگر به وجود میآید که منجر به یک گشتاور دوقطبی¹ در ذره میشود. این گشتاورهای دوقطبی یک میدان الکتریکی ایجاد میکند. کرد می کشاند. در نتیجهٔ این کشش، منجر به یک گشتاور دوقطبی¹ در ذره میشود. این گشتاورهای دوقطبی یک میدان الکتریکی ایجاد میکند که میدان الکتریکی ایجاد میکند.

دامنه صوتی الکتروجنبشی، معکوسِ جریان ارتعاشی کلوئیدی است. این اثر تحتتأثیر یک میدان الکتریکی نوسانی رخ میدهد. این میدان نانوذرات را نسبت به مایع حرکت میدهد که منجر به تولید فراصوت می شود. روشهای الکتروصوتی این مزیت را دارند که می توانند اندازه گیری ها را در نمونه های تازه تولید شده، بدون نیاز به رقیق سازی و در کسر حجمی تا ٪ ۵۰ انجام دهند. محاسبهٔ پتانسیل زتا از تحرک پذیری پویای الکتروکوچی به اطلاعاتی در مورد چگالی ذرات و مایع نیاز دارد. علاوهبر این، برای ذرات بزرگتر از mr ۰۳۳، اطلاعات مربوط به اندازهٔ ذرات لازم است تا میرایی^۵ وابسته به اندازه حرکت الکتروصوتی تصحیح شود.

۱۰ اندازهدههای مربوط به بلورینگی

۱-۱۰ اندازهدهها

اندازهدههای اصلی مرتبط با بلورینگی عبارتند از:

¹⁻ Laser Doppler anemometry

²⁻ Colloid vibration current

³⁻ Electrokinetic sonic amplitude

⁴⁻ Dipole moment

⁵⁻ Damping

الف– درجهٔ بلورینگی؛ ب– ساختار بلوری شامل سامانه شبکه و پارامترهای شبکه؛ پ– شاخص بلورین- درصد ماده بلوری؛ ت– نقطهٔ ذوب؛ ث- دمای انتقال شیشهای.

اندازهدهها در جدول ۱۲ خلاصه شدهاند. در این جدول، بیشتر روشها برای به کارگیری در مورد انبوههها و پودرها هستند. برای نانوشیء منفرد، روشهای SEM ،SEM و بلورشناسیِ رامان را میتوان استفاده کرد.

مراجع	محدوديتها	تفکیک پذیری (در بهترین نقطهٔ محدوده)	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[60], [61]	کیفی	∙ _/ ۵ nm	nm تا nm ۱۵۰	SAXS	زاویه و شدت پراکندگی پرتو ایکس	سامانه شبکه ثابت شبکه
[62]	کیفی؛ غیرایدهال برای سامانههای دوجزئی و بیشکل	۰,۱ nm	۱ mm ۲/۵ μm تا ۲/۵	USAXS	زاویه و شدت پراکندگی پرتو ایکس	سامانه شبکه، ثابت شبکه
[62]	کیفی	<۰,۱ nm	<1 nm	WAXS	زاویه و شدت پراکندگی پرتو ایکس	سامانه شبکه، ثابت شبکه
[63]	تفکیک پذیری به طور معکوس با اندازهٔ سلول واحد متناسب است. اطلاعاتی راجع به فاز نمیدهد. اتمهای سبک در حضور اتمهای سنگین به سختی تمایز داده میشوند.	۰٫۰۵ nm ۰٫۵ nm	۰/۱ nm ۲؛ ۲۰۰ تا ۲.	پراش پرتو ایکس	زاویه و شدت پراکندگی پرتو ایکس	سامانه شبکه، ثابت شبکه، بلورینگی، شاخص بلورین
[64]	تفکیک پذیری با نسبت معکوس نسبت به مساحت تصویربرداری (بزر گنمایی) تغییر می کند. نیاز به خلاء بسیار بالا دارد. باریکهٔ الکترونی باعث تخریب می شود.	۰ _/ ۰۵ nm	۵۰ μm ۰٫۵ nm	TEM	زاویه، دامنه و فاز پراکندگی الکترون	سامانه شبکه، بلورینگی، شاخص بلورین

جدول ۱۲- اندازهدههای مرتبط با بلورینگی

مراجع	محدوديتها	تفکیک پذیری (در بهترین نقطهٔ محدوده)	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[65], [66]	معمولاً به یک نمونه رسانا الکتریکی یا دارای پوشش رسانا در خلاء نیاز دارد.	EBSD • ,∆ nm RHEED • ,∆nm LEED <• ,• \nm	µm تا nm ۱۰۰۰	EBSD, RHEED, LEED	زاویه، دامنه و فاز پراکندگی الکترون	سامانه شبکه بلورینگی شاخص بلورین
[67]	نیاز به پودر یا بلورهایی بزرگتر از ۱ mm ³ دارد.	۰ _/ ۱ nm	۱nm ۰٫۱۰ تا ۵۰۰۰µm	پراش نوترون	زاویه، دامنه و فاز پراکندگی نوترون	سامانه شبکه بلورینگی شاخص بلورین
[68], [69]		•,•٢°C	۵ -۱۸۰ °C ۱۷۵۰ °C	DCS	شارش گرما	بلورینگی نقطهٔ ذوب دمای انتقال شیشهای شاخص بلورین
[70], [71]	روش کند و گران نیاز به برچسبزنی با ایزوتوپها دارد.	< •, \ nm	ت ۱۰۰ kDa	بلورنگاری NMR	بسامد تشدید به صورت تابعی از میدان مغناطیسی	بلورينگی شاخص بلورين
[72]				بلورنگاری رامان	جابجایی بسامد پراکندگی رامان	بلورینگی دستوارگی ^۱ (برای نانولولهٔ کربنی)

۲-۱۰ پراکندگی پرتو ایکس زاویه کوچک/ زاویه بزرگ

روشهای SAXS و WAXS و WAXS شامل پراکندگی کشسان پرتوهای ایکس با طول موج ۸ nm ۱،۰ تا ۲۰،۲ م بهوسیله نمونهٔ حاوی نانواشیاء هستند. پرتوهای ایکسِ پراکنده شده، در زوایای کوچک (۰٫۱ تا ۱۰ درجه) یا در زوایای بزرگ (۱۰ درجه تا ۹۰ درجه) ثبت می شوند. این روش ها اطلاعاتی راجع به شکل و اندازهٔ نانوذرات، فواصل مشخصهٔ مواد تقریباً منظم، اندازهٔ حفرات و سایر داده ها فراهم می کنند. در روش SAXS امکان به دست آوردن اطلاعات ساختاری از نانوذرات با ابعاد ۱۰ ۳ ۱ تا ۱۰ ۱۰ وجود دارد. روش WAXS

¹⁻ Chirality
استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۲۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

حتی ابعاد کوچکتر را نیز شناسایی میکند. به طور کلی، روش WAXS برای مطالعهٔ ساختارهای به شدت منظم و بلورین به کار می رود، در حالی که SAXS بیشتر برای مواد بی شکل یا غیرهمگن و سامانههای دوجزئی کاربرد دارد.

۱۰-۳ پراش پرتو ایکس

پراش پرتو ایکس روشی است که در آن اتمهای بلورین باعث میشوند باریکهای از پرتو ایکس به جهات به خوبی تعریف شدهای پراکنده شود. با اندازه گیری زوایا و شدتهای این باریکههای پراشیده، تصویری سهبعدی از چگالی الکترونهای درون بلور ایجاد میشود. از این نقشهٔ چگالی الکترون، موقعیت اتمها در بلور و همچنین حالتهای پیوند شیمیایی آنها، ماهیت هر نوع بینظمی و اطلاعات مختلف دیگری مشخص میشود. هر چقدر که سلول واحد بلور بزرگتر و پیچیدهتر شود، تفکیک پذیری پراش پرتو ایکس کاهش می میود. در حضور اتمهای سنگین با الکترونهای زیاد، تشخیص اتمهای سبک با پراش پرتو ایکس دشوارتر میشود. پراکندگی کل یا تحلیل تابع توزیع جفت، نه تنها از پراکندگی ماده بر اساس قانون براگ⁽، بلکه از پراکندگی نفوذی نیز استفاده می کند تا فراتر از ساختار میانگین ماده، ساختار موضعی یا کوتاهبرد را نیز بررسی کند.

۱۰-۴ میکروسکوپی الکترونی عبوری با تفکیک پذیری بالا

روش HRTEM قادر به تصویربرداری مستقیم از ساختار بلورین و اتمی یک نمونهٔ NOAA است. در این روش، از نانوشیء به کمک ثبت توزیع دامنهٔ موج فضایی دوبعدی در صفحهٔ تصویر، مشابه یک میکروسکوپ نوری، تصویربرداری میشود. درحالحاضر، بالاترین تفکیک پذیری نقطهای در TEM از نوع تباین فاز، برابر A ۵٫۰ است. در این مقیاس، اتمهای منفرد یک بلور و هر گونه نقص ساختاری را میتوان مشاهده کرد. برای بلورهای سهبعدی، لازم است چندین نمای گرفته شده از زوایای مختلف در یک نقشهٔ سهبعدی تلفیق شوند.

۵-۱۰ پراش الکترون برگشتی

پراش الکترونی شامل شلیک الکترونها به یک نمونهٔ NOAA و مشاهدهٔ الگوی تداخل حاصل از الکترونهای پراکنده شده، است. ساختار تناوبی یک جامد بلورین مانند یک توری پراش عمل کرده و الکترونها را با الگویی متناظر با آن پراکنده می کند. بنابراین ساختار بلور با عملیات بازگشت به شبکه معکوس از الگوی پراشِ الکترون مشاهده شده، به دست می آید. پراش الکترونی همچنین برای مطالعهٔ نظم کوتاه برد در نانوذرات بی شکل نیز استفاده می شود. روش EBSD می تواند برای اندیس گذاری و شناسایی سامانه های بلوری، نقشه برداری جهت گیری بلوری، بررسی نقص ها، شناسایی فاز، مطالعات مرزدانه و ریخت شناسی، بررسی های ناهم گنی منطقه ای، تمایز مواد، نقشه برداری میکروکرنش^۲ و شناسایی فیزیکو شیمیایی با استفاده از روش های تکمیلی، مورد استفاده قرار گیرد. این روش می تواند مکمل روش پراش پرتو ایکس برای مطالعهٔ بلورهای

¹⁻ Bragg scattering

²⁻ Microstrain

بسیار کوچک (با ابعاد کمتر از μm (۰٫۱ μm) از مواد معدنی، آلی و زیستی مانند پروتئینهایی که نمیتوانند بهراحتی بلورهای سهبعدی بزرگ موردنیاز برای XRD را تشکیل دهند، باشد. برخلاف XRD، اطلاعات عامل فاز ساختار بلورنگاشتی (را میتوان بهصورت تجربی در پراش الکترونی تعیین کرد. روش EBSD تجربی با استفاده از یک SEM مجهز به آشکارساز EBSD انجام میشود.

۰۱-۶ پراش **نو ترونی**

بلورنگاری نوترونی شامل استفاده از پراکندگی نوترون برای تعیین ساختار بلورنگاشتی و اتمی یک مادهٔ NOAA است. یک نمونه در برابر باریکهای از نوترونهای گرمایی یا سرد قرار میگیرد تا الگوی پراشی بهدست آید که اطلاعاتی در مورد ساختار ماده ارائه میدهد. این روش مشابه پراش پرتو ایکس است، اما به دلیل خواص پراکندگی متفاوتی که نوترونها و پرتو ایکس دارند، اطلاعات مکمل یکدیگر را ارائه میدهد. این روش مشابه پراش پرتو ایکس است، اما به دلیل خواص پراکندگی متفاوتی که نوترونها و پرتو ایکس دارند، اطلاعات مکمل یکدیگر را ارائه میدهد. این روش مشابه پراش پرتو ایکس است، اما به دلیل خواص پراکندگی متفاوتی که نوترونها و پرتو ایکس دارند، اطلاعات مکمل یکدیگر را ارائه میدهد. این روش معمولاً به صورت پراش پودری روی پودر NOAA بس بلورین^۲ انجام میشود. برای بلورنگاری نوترونی در تکبلورها، بلور باید بسیار بزرگتر (تقریباً 100) نسبت به اندازهای باشد که در پراش پرتو ایکس استان می روش میشود. برای می مود یا پراش پرتو ایکس استان می روش می مود و بنابراین، برای نانواشیاء مناسب نیست. پراش پودری یک روش علمی با استفاده از پراش پرتو ایکس، نوترون یا الکترون بر روی نموندی ای ورش می برای پران پودری یک روش معمو ا استفاده از پراش پرتو ایکس، نوترون یا الکترون بر روی نموندی ای ودری یا میکروبلوری برای مشخصهیابی ساختار مواد ایت پراش پرتو ایکس، نوترون یا الکترون بر روی نمونههای پودری یا میکروبلوری برای مشخصهیابی ساختار مواد است. پراش پودری را فقط از دادههای پودری به دست آورد، اما همساختار تکبلور آن روش بسیار قویتری ساختارهای بلوری را فقط از دادههای پودری اکثراً برای مشخصهیابی و شناسایی فازها استفاده می شود و بیشتر برای تعیین ساختار است. پراش پودری اکثراً برای مشخصهیابی و شناسایی فازها استفاده می شود و بیشتر برای تصحیح جزئیات ساختاری که از قبل شناخته شده ست به کار می و دناسایی فازهن ساختارهای ناشناخته.

۷–۱۰ پراش الکترون بازتابی با انرژی بالا و انرژی پایین

روش RHEED برای مشخصهیابی سطح مواد بلورین استفاده می شود. باریکهٔ الکترونی با انرژی N۰ keV تا ۳۰ keV با زاویهٔ بسیار کوچکی نسبت به سطح نمونه به آن برخورد می کند. الکترونهای برخوردی از اتمهای سطح نمونه پراکنده می شوند و بخش کوچکی از الکترونهای پراکنده به طور سازنده در زوایای خاص تداخل کرده و الگوهای منظمی را روی آشکارساز تشکیل می دهند. علاوهبر این، از LEED برای تعیین ساختار سطح مواد بلورین با استفاده از باریکهٔ موازی از الکترونهای کم انرژی (۲۰ eV تا ۲۰ eV) و مشاهدهٔ الکترونهای پراشیده، استفاده می شود.

۱۰-۸ گرماسنجی روبشی تفاضلی

گرماسنجی روبشی تفاضلی یک روش آنالیز گرمایی است که در آن تفاوت در مقدار شارش حرارت مورد نیاز برای تغییر دمای نمونه و مرجع بهعنوان تابعی از دما اندازه گیری می شود. هم نمونه و هم مرجع در حین آزمایش تقریباً در دمای یکسانی نگهداری می شوند.

¹⁻ Crystallographic structure factor phase

²⁻ Polycrystalline

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۲۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

۹-۱۰ استانداردهای مرتبط

ISO 11357-1, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 1: General principles ISO 11357-7, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 7: Determination of crystallization kinetics

۱۰–۱۰ بلورنگاری^۲ تشدید مغناطیسی هسته حالت جامد.

طیفهای NMR از قرار گرفتن نمونه در یک میدان مغناطیسی قوی و کاوش بهوسیله امواج رادیویی، بهدست میآیند. مجموعه تشدیدهای بهدست آمده آنالیز میشوند تا هستههای اتمی که در مجاورت یکدیگر قرار دارند و صورتبندی موضعی اتمهایی که به یکدیگر پیوند دارند، بهدست آید.

۱۰–۱۱ بلورنگاری رامان

طیفسنجی رامان (به زیربند ۶–۴–۱۱ مراجعه شود) برای مشاهدهٔ حالتهای فونون ارتعاشی، چرخشی و سایر مدهای با بسامد کم یک سامانه استفاده میشود. پراکندگی رامان بهوسیله یک بلور ناهمسانگرد برای بهدست آوردن اطلاعات در مورد جهتگیری بلوری استفاده میشود. طول موج و قطبش نور پراکندهشدهٔ رامان با توجه به جهتگیری بلوری و نور لیزر فرودی میتواند برای تعیین ساختار بلوری استفاده شود.

در مورد نانولولههای کربنی میتوان از طیفسنجی رامان همچنین برای تعیین دستوارگی یا نوع نانولولههای کربنی تکدیواره، به کمک آنالیز موقعیت «حالت تنفس شعاعی^۳» و شکل و شدتهای اجزای حالت G که به دلیل ارتعاشات صفحهای اتمهای کربن ایجاد میشوند، استفاده کرد.

۱۰–۱۲ استانداردهای مرتبط

ISO/TS 10797, Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using transmission electron microscopy

ISO/TS 10798, Nanotechnologies - Charaterization of single-wall carbon nanotubes using scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis

ISO 13067, Microbeam analysis - Electron backscatter diffraction - Measurement of average grain size

ISO 24173, Microbeam analysis - Guidelines for orientation measurement using electron backscatter diffraction

¹⁻ Fusion

²⁻ Crystallography

³⁻ Radial breathing mode

ISO 25498, Microbeam analysis - Analytical electron microscopy - Selected area electron diffraction analysis using a transmission electron microscope

۱۱ اندازهدههای خواص نوری

۱–۱۱ کلیات

خواص نوری نانواشیاء و مواد حاوی نانواشیاء شامل خواص پودرهای خشک، هواسلها در هوا، پراکنههای مایع، ذرات جامد روی سطوح جامد، لایههای نازک و مواد چندسازهای می شود. اندازهدهها و روش های مورد استفاده برای تعیین آنها به نوع مواد و محیط بستگی دارد.

۲-۱۱ اندازهدهها

خواص نوری نانواشیاء، نانومواد و نانوساختارها از برهمکنش اساسی نور با ماده ناشی میشود. اندازهدهها در جدول ۱۳ خلاصه شدهاند.

مراجع	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه روش	اندازەدە نھايى
[73]	nm ۰٬۰۵ nm ۲٫۲ وابسته به محدوده	۱۷۵ nm ۱۷۵ تا	طیفسنجی جذب UV-Vis-NIR	طيف جذب	رنگ بسامد پلاسمون
[74]	(UV) ۰٫۰۵ nm (IR) ۰٫۲ nm	۱۷۵ nm نا ۳۳۰۰ تا	طيفسنجي جذب	طول موج جذبشدہ	جذب نوری
[75]	(UV) ۰٫۰۵ nm (IR) ۰٫۲ nm	۴۰۰ nm تا ۲۷۰۰	طیفسنجی نوردرخشایی	طول موج نشر شدہ	نشر نوری
	(UV) ۰٫۰۵ nm (IR) ۰٫۲ nm	۴۰۰ nm تا ۲۷۰۰ nm	طیفسنجی الکترودرخشایی	طول موج نشر شدہ	نشر نوری
[73]	(UV) ۰٫۰۵ nm (IR) ۰٫۲ nm	۱۷۵ nm نا ۳۳۰۰ تا	طيفسنجي جذب	طول موج عبوری یا جذبشدہ	رنگ
[75]	۵۰fm فلورسئين ⁽	طول موج ۲۰۰ nm تا ۸۵۰	طيفسنج فلورسانس	شدت	فلورسانس

جدول ۱۳- اندازهدهها برای خواص نوری

۳-۱۱ روشهای طیفسنجی

تعدادی از طیفسنجیهای نوریِ استانداردشده را میتوان برای ارزشیابی انتشار، طیف کامل نشری، موقعیت قله (رنگ) و عرض قله استفاده کرد. اکثر تجهیزاتِ طیفسنجی نوری، نور ورودی را به اجزای طیفی تقسیم کرده و سپس شدت این اجزای طیفی را برای تعیین اطلاعات نوری اندازه گیری می کنند.

طیفسنجی جذب نور (UV-Vis-NIR): طیفسنجی جذبی به روشهای طیفسنجی اطلاق می شود که در آنها میزان جذب تابش، بهعنوان تابعی از بسامد یا طول موج، در اثر برهم کنش آن با یک نمونه اندازه گیری

^{1 -} Fluorescein

می شود. نمونه، انرژی یا به عبارت دیگر فوتون ها، را از میدان تابشی جذب می کند. شدت جذب به صورت تابعی از بسامد تغییر می کند و این تغییر، طیف جذبی است. روش های طیف سنجی مختص مقیاس نانو نیستند، اما برخی از پارامترهای مقیاس نانو از قبیل ضخامت فیلم، اندازه و غلظت ذره را می توان از اندازه گیری های طیف سنجی استنباط کرد. این روش شامل هدایت باریکه ای از تابش به یک نمونه و آشکار سازی شدت تابشی است که از آن عبور می کند. از انرژی عبوری می توان برای محاسبهٔ میزان جذب استفاده کرد. طیف سنجی جذبی می تواند برای مشخصه یابی نانومواد مانند نانولوله های کربنی تک دیواره یا اندازه و غلظت نقاط کوانتومی در یک پراکنه استفاده شود. در مورد نقاط کوانتومی، حالت الکترونی محصور شده در یک نقطه کوانتومی منجر به جذب و نشر بسامد کاملاً کنترل شدهٔ تابش نوری می شود (مقیاس طول: mm ۳ تا mm ۲۰). در مورد مواد فوتونیکی، ساختار تکرار شوندهٔ ماده منجر به تعدادی اثرات غیر خطی می شود (مقیاس طول: mm ۳ تا mm).

طیفسنجی PL (یا فلورسانس)، که طیفسنجی نشر نوری نیز نامیده میشود، پراکندگی نشر نور از یک نانوشیء تحریکشده ناشی از جذب فوتونها را اندازه گیری میکند. این روش، یک روش غیرتماسی غیرمخرب و برای کاوش خواص اپتو-الکترونیکی^۱ مواد است. نور به یک نمونه هدایت میشود، که در آنجا جذب شده و فرایندی به نام برانگیختگی نوری^۲ میتواند رخ دهد. برانگیختگی نوری باعث میشود که ماده به حالت الکترونیکی با انرژی بالاتر جهش یافته و سپس در حین واهلش^۳ و برگشتن به سطح انرژی پایینتر، انرژی (فوتونها) را آزاد کند. نشر نور یا نوردرخشایی از طریق این فرآیند PL است.

الکترودرخشایی یک پدیده اپتو⊣لکترونیکی است که در آن یک نانوشیء زمانیکه در اثر عبور جریان الکتریکی یا یک میدان الکتریکی قوی تحریک شود، نور نشر میکند. الکترونها و حفرهها را میتوان از طریق آلاییدن[†] نانوشیء برای تشکیل یک اتصال p-n یا از طریق تحریک با برخورد الکترونهای پرانرژی که بهوسیله یک میدان الکتریکی قوی شتاب گرفتهاند، از هم جدا کرد. الکترونها و حفرههای برانگیخته سپس بهصورت تابشی با هم بازترکیب میشوند تا نور آزاد کنند و مشخصهیابی طیفسنجی نور نشرشده به عنوان طیفسنجی EL شناخته میشود.

۴–۱۱ استانداردهای مرتبط

ISO/TS 10868, Nanotechnologies - Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy

ISO/TS 17466, Use of UV-Vis absorption spectroscopy in the characterization of cadmium chalcogenide colloidal quantum dots

¹⁻ Opto-electronic

²⁻ Photoexcitation

³⁻ Relaxes

⁴⁻ Doping

۱۲ اندازه دهای الکتریکی و الکترونیکی

۱-۱۲ اندازهدهها

اندازهدههای مهم مرتبط با اندازه گیریهای الکتریکی و الکترونیکی نانواشیاء عبارتند از:

- **الف** رسانایی ویژه^۱/مقاومت ویژه^۲ (رسانندگی^۲/مقاومت ویژه^۴): عبارت است از مقاومت یا رسانایی یک نانوذره که برای حجم آن (طول و سطح مقطع عرضی) بهنجار شدهاست. رسانایی/مقاومت ویژه بهصورت خاصیت الکتریکی ذاتی ماده درنظر گرفته می شود.
- ب- مقاومت ورقهای درون صفحه: بهویژه برای نانومواد دو بعدی مانند گرافن استفاده می شود. به صورت مقاومت یک سطح مربعی از ماده تعریف می شود.
- پ- گاف نواری⁶: شکاف انرژی بین نوار ظرفیت و هدایت یک نانوشیء نیمرسانا. گاف نواری نانواشیاء فلزی بمصورت صفر تعریف میشود. گاف نواری میتواند مستقیم یا غیرمستقیم باشد، بدین معنا که آیا یک الکترون از نوار ظرفیت میتواند با یا بدون احتمال در تکانهٔ مربوطه، به نوار هدایت برانگیخته شود.
 اندازهدههای مربوط به خواص الکتریکی و الکترونیکی نانواشیاء در جدول ۱۴ خلاصه شدهاست.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[76], [77]		•,\ μΩ.m	مقاومت ویژه • Ωm تا Ωm ^{۱۶} Ω۲	اندازه گیری الکتریکی دوپروبه یا چهارپروبه	رسانایی/مقاومت (به همراه ابعاد ذره)	رسانایی /مقاومت ویژه (رسانندگی /مقاومت ویژه)
[76], [77]		•,۱ μΩ	صفر (ابررسانا) تا بینهایت (عایق)	پروب چهارنقطهای مثال: روش واندرپاف ^ع	مقاومت (به همراه ضخامت)	مقاومت ورقهای درون صفحه
		۱ meV		ARPES	شدت فوتوگسیل به صورت تابعی از زاویه	گاف نواری

جدول ۱۴ – اندازهدههای مربوط به اندازه گیریهای الکتریکی و الکترونیکی نانواشیاء

1- Specific conductance

2- Specific resistance

3- Conductivity

4- Resistivity

5- Bandgap

6- Van der Pauw method

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
	در مرحلهٔ تحقیقات	۰٫۱ eV در ۳۰۰ K	عموماً بين 0 eV تا ۵ eV	اندازهگیری مقاومت به صورت تابعی از دما	مقاومت	گاف نواری
[74]	نیاز به پراکنههای بسیار رقیق از نانواشیاء دارد، برای نانواشیاء پراکنده مجزا بهترین عملکرد را دارد.	۰٫۱ eV در ۳۰۰K	عموماً بین ۰٫۵ eV ۵ eV	طيفسنجى جذب نور (V/Vis/IR)	جذب نور	گاف نواری
[75]	نياز به نانواشياء پراکنده مجزا دارد.	۰٫۱ eV در ۳۰۰K	عموماً بین ۰٫۵ eV ۵ م ۵ eV	طیفسنجی نوردرخشایی (فلورسانس)	طول موج جذب/نشر نوری	گاف نواری
	فقط برای نانواشیاء خاصی که رامان فعال دارند مثل نانولولهها، کاربرد دارد.	۰٫۱ eV در ۳۰۰K	عموماً بین ۰٫۵ eV ۵ eV	طيفسنجى رامان	محل قلهٔ رامان که ابعاد شیء را میدهد.	گاف نواری

مراجع	محدوديتها	تفکیک پذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[78]	روش خلاء فوقبالا، آمادهسازی خاص نمونه و زیرلایهٔ رسانا لازم است.	•, \ nm	۰٫۱ eV م۰٫۱ eV ۵ eV eV یک پذیری: eV ۰/۱ در ۳۰۰ K	میکروسکوپی تونلزنی روبشی (طیفسنجی تونلزنی روبشی)	جريان تونلزنى	گاف نواری
[79]	محدود به نمونههای رسانا. همچنین محدودشده با گستره روبشگر	۰٫۱ nm تا تقریباً ۱۰ nm	ناحیه روبش با ابعاد ۱۰ μm × ۱۰ μm جریانها از چند pA تا ۵۰۰ nA	میکروسکوپی نیروی اتمی رسانا	جريان	رسانندگی نانومقیاس
[80]	محدودشده با گستره روبشگر	۰٫۱ nm تا تقریباً ۱۰ nm	ناحیه روبش با ابعاد ۱۰ μm × ۱۰ μm؛ جریانها از چند PA تا ۵۰۰ nA	میکروسکوپی نیروی پیزو	بار سطح و جابجایی	ضريب پيزوالكتريك

۲-۱۲ روشها

۲-۱۲ اندازه گیری رسانایی دونقطهای یا چهارنقطهای

اندازه گیری رسانایی میتواند با اندازه گیریهای رسانایی دونقطهای یا چهارنقطهای انجام گیرد. برای اندازه گیری مقاومت ورقه میتوان از روشهای مبتنی بر جریان گردابی غیرتماسی^۱ نیز استفاده کرد. در اندازه گیریهای هدایت پوشش، ثابت شده است که چنین روشهایی مفید هستند. پوششهای جامد به بهترین شکل به صورت فیلمهای نانومقیاس یا نانوساختار تعریف می شوند و نه نانواشیاء که تمرکز این استاندارد روی آنها است. گاف نواری یک نانوماده را میتوان با اندازه گیری مقاومت به عنوان تابعی از دما و برازش منحنی به دست آمده، اندازه گیری کرد. همچنین میتوان آن را با استفاده از جذب و نشر نوری، مانند

¹⁻ Non-contact eddy-current

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۲۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

طیفسنجی نوردرخشایی (که با عنوان طیفسنجی فلورسانس نیز شناخته می شود) و طیفسنجی رامان، اندازه گیری کرد.

۲-۲-۱۲ طیف سنجی نورگسیل فرابنفش با تفکیک زاویهای

گاف نواری را می توان با استفاده از روشهای طیفسنجی نور گسیل مانند ARPES اندازه گیری کرد. طیفسنجی نور گسیل با تفکیک زاویهای یک روش تجربی مستقیم برای مشاهدهٔ توزیع الکترونها در فضای وارون ٔ جامدات است. با این روش می توان اطلاعات انرژی و تکانهٔ یک الکترون را به دست آورد و در نتیجه اطلاعات دقیقی در مورد پراکندگی نواری ٔ و سطح فرمی ارائه داد.

۲–۲–۳ میکروسکوپی تونلزنی روبشی

گاف نواری را می توان با استفاده از STS نیز اندازه گیری کرد که بسطیافتهٔ روش STM است و اطلاعاتی در مورد چگالی الکترون ها در نمونه به عنوان تابعی از انرژی آن ها ارائه می دهد.

روش STM مبتنی بر قابلیت قرار گرفتن یک نمونهٔ رسانا و یک سوزن رسانای تیز در حد اتمی، در فاصلهٔ تونلزنی از یکدیگر است. جریان تونلزنی از سوزن به نمونه درصورتی که نمونه اُریبیشده^۳ باشد، وابستگی بسیار زیادی به فاصلهٔ نمونه تا سوزن (گاف تونلزنی) دارد. تجهیزات موجود میتوانند با پایش جریان تونلزنی در حین روبش سطح نمونه، چنین فاصلهٔ ثابتی را حفظ کنند. نمونه و سوزن معمولاً با استفاده از عملگرهای پیزوالکتریک نسبت به هم قرار میگیرند. در هر نقطه از سطح، منحنی جریان بر حسب ولتاژ (-I) را میتوان در حالت طیف سنجی به دست آورد. این روش امکان تفکیکپذیری زیراتمی و همچنین دستکاری اتمی (حرکت کنترلشدهٔ اتمها روی سطح نمونه) را فراهم میکند.

۲-۲-۱۲ میکروسکوپی نیروی اتمی رسانا

روش AFM رسانا نوعی از AFM است (به زیربند ۶-۶-۳ مراجعه شود) که هدایت الکتریکی موضعی و همچنین تصویر توپوگرافی نمونه را ثبت میکند. برای حصول اندازه گیری رسانایی در مقیاس نانو، یک سوزن پروب رسانا، برای مثال یک تیرک از جنس سیلیکون یا سیلیکون نیترید با پوششی از مواد رسانا مانند طلا یا الماس، موردنیاز است. رسانایی به صورت جریانی که بین سوزن و سطح نمونه در یک اریبی ثابت شارش میکند، اندازه گیری میشود. جریانهای AFM تا A^{-9} ممکن است به سوزن اعمال شود. مرز پایین جمال میکند، اندازه گیری میشود. جریانهای AFM تا A^{-9} میکند، اندازه گیری میشود. جریانهای که بین سوزن و سطح نمونه در یک اریبی ثابت شارش میکند، اندازه گیری میشود. جریانهای AFM تا A^{-9} میکند، اندازه گیری میشود. جریانهای AFM تا A^{-10} میکن است به سوزن اعمال شود. مرز پایین جریان به وسیله سطح نوفه در سامانه دیکته میشود. در نقاط خاص موردنظر، منحنیهای موضعی I به V را میتوان در یک حالت طیف سنجی اندازه گیری کرد.

¹⁻ Reciprocal space

²⁻ Band dispersion

³⁻ Biased

۲-۱۲ میکروسکوپی نیروی پیزو

پیزوالکتریسیته توانایی یک ماده برای تولید بار الکتریکی بر اثر تغییر شکل مکانیکی و یا ایجاد تغییر شکل مکانیکی در اثر اعمال یک میدان الکتریکی است. ارتباط بین میدان الکتریکی و افزایش طول مکانیکی با عنوان ضریب پیزوالکتریک شناخته میشود که یک اندازهده اصلی برای این دسته از مواد است. موادی که خاصیت پیزوالکتریک دارند عموماً سرامیکها یا چندسازههایی هستند که بهصورت فیلم نازک استفاده میشوند. سه نوع متفاوت از ضریب پیزوالکتریک بسته به جهتگیری نیروی اعمالی و محور پیزوالکتریک شناخته شدهاست: اثر عرضی (که در آن یک نیرو در امتداد یک محور خنثی (y) اعمال میشود و بارها در امتداد جهت (x) تولید میشوند)، اثر طولی (که در آن بارها در همان جهت x که نیروها اعمال شده آزاد میشوند) و اثر برشی.

سه روش اندازه گیری اصلی برای مشخصهیابی ضریب پیزوالکتریک وجود دارد: روش بسامد، روش تداخل سنجی لیزری و روش شبه ایستا^۲. در اکثر روش ها یک پتانسیل به نمونهٔ موازی با یک خازن صفحه ای یا سایر پیکربندی ها، اعمال و تغییر طول اندازه گیری می شود. تنها روشی که قادر به دستیابی به تفکیک پذیری فضایی در مقیاس نانو است، مبتنی بر روش AFM رسانا است که به عنوان PFM شناخته می شود. همچنین می توان از این روش برای تصویربرداری از شاخصه های نانومقیاس حوزه ها در لایه های نازک پیزوالکتریک و کاوش پارامتر های پیزوالکتریک موضعی، استفاده کرد.

۱۳ اندازهدههای مغناطیسی

۱–۱۳ کلیات

نانواشیاء مغناطیسی که در برخی جوامع علمی با عنوان« نانومغناطیسها» شناخته می شوند، خواص خود را از سهم خواص مغناطیسی کلاسیک (تودهای) میدان مغناطیس زدا^۳ و نیروی نظم دهندهٔ مغناطیسی که به نام «برهم کنش تبادلی[†]» نیز شناخته می شود، به دست می آورند. مورد دوم از فرآیندهای مکانیک کوانتومی سرچشمه گرفته و فقط در محدودهٔ کوتاه برد طول تبادلی قدر تمند است.

مشابه سایر اندازهدهها، روشهایی مانند میکروسکوپی پروبی وجود دارد که میتواند به خواص مغناطیسی توزیعشده فضایی دسترسی پیدا کند و برخی روشها اندازه گیری توده (میانگین فضایی)^۵ یک خاصیت را انجام میدهند. اندازهدههای میانگین گیریشده فضایی مانند مغناطش خالص، دمای کوری، وادارندگی^⁷ و موارد دیگر، اغلب برای صنعت بسیار مفید هستند و روشهای اندازه گیری غیراختصاصی نانو محسوب میشوند. لازم به ذکر است که در برخی از کاربردها، ورود نانواشیاء مغناطیسی به یک زمینه غیرمغناطیسی مانند پلاستیک یا سرامیک، خاصیت ویژهای را اضافه میکند اما ممکن است نیازی به تفکیک پذیری فضایی بالا نداشته باشد.

- 2- Quasi-static method
- 3- Demagnetising field
- 4 Exchange interaction
- 5- Spatially averaged
- 6- Coercivity

¹⁻ Interferometry

۲-۱۳ اندازهدهها

خلاصهای از اندازهدههای مرتبط در جدول ۱۵ نشان داده شدهاست.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش محدوده		اندازەدە نھايى
[81], [82], [83]	لازم است حجم نمونه مشخص باشد.	H: $\cdot/\iota kA/m$ M: $\iota \cdot^{-\mathfrak{q}} Am^2$	۱/۲ MA/m <h<sub>max <۴ MA/m m_{max}:۱ Am²</h<sub>	اندازه گیری مدار RLC برای جزء القایی مدار. VSM و AGFM میتوانند برای این اندازه گیری استفاده شوند.	امپدانس (رهبندی) القایی	مغناطش اشباع
[81], [82], [83], [84]	اندازهگیریهای مغناطیسسنجی نیاز به تغییرات آهستهٔ دمایی دارد. DSC با تغییرات بسیار کم گرمایی محدود میشود.	از ۰/۱ K ± تا ±۱ K بسته به پایداری کنترل دمایی	۲/۲ K < T < ۵۰۰ K	اثر مغناطیسی- نوری کِر با کنترل مغناطیسسنج نمونه مرتعش به وسیلهٔ DCS با کنترل دما	تغییر پذیرفتاری مغناطیسی یا مغناطیسی شدن یا انرژی نشر یافته	دمای کوری
[85], [86]	فقط برای ایزوتوپهای بسیار خاص استفاده میشود. میتواند برای تعیین دمای نیل (دمایی که بالاتر از آن مادهٔ فرومغناطیس به پارامغناطیس تبدیل میشود) هم به کار رود.	از ۲۰/۱ K ± تا ۱ K ± بسته به پایداری کنترل دمایی	۲/T K < T < ۵۰۰ K	طيفسنجي موسبائر	ميدان فوقريز	دمای کوری
[81], [82], [83]	یک روش اندازه گیری توده است.	H: $\cdot/\iota kA/m$ M: $\iota \cdot^{-9} Am^2$	1/T MA/m $<$ H _{max} < 4 MA/m m _{max} : 1 Am ²	اندازه گیری مدار RLC برای جزء القایی مدار. از AGFM و VSM میتوان برای اندازه گیری استفاده کرد.	شیب مغناطش بر حسب قدرت میدان مغناطیسی (M-H)	پذیرفتاری مغناطیسی

جدول ۱۵- اندازهدههای مربوط به خواص مغناطیسی مواد نانوچندسازهای جامد

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[79], [80], [83], [87]	میدانِ سوزن میتواند نمونه را تغییر داده و فقط میدانهای سرگردان بدهد. فقط میتواند عمقی از نمونه را که متناسب با عمق لیزر (نور) در پوست است را کاوش کند. اطلاعاتی راجع به میدانهای سرگردان	محدودشده به سوزن. محدود شده به تفکیکپذیر نوری. ۲۳± تا ٪۲	معمولاً میدان با قدرت (H) کم (تا ۰/۳ تسلا)	MFM MOKE مغناطیس سنج روبشی اثر هال	نیروی چرخشی کر (Kerr) و نیروی محرکهٔ بیضایی اثر هال که مستقیماً با میدان مغناطیسی مرتبط است.	مغناطش سطح
[79], [80]		H: \cdot/ν kA/m M: $\nu \cdot^{-3}$ Am ²	1/r MA/m <h<sub>max <r MA/m m_{max}: 1 Am²</h<sub>	مغناطیسسنجی القایی یا مغناطیسسنجی نوری که امکان اشباع کامل ماده را فراهم میکند.	سیگنال القایی، چرخش کر (برای MOKE)	میدان وادارنده ^۱
[85], [86]	به ایزوتوپهای بسیار ویژهٔ عناصر خاص، مانند آهن، محدود میشود.	حدود ٪ ۱	صفر تا ۱۰۰٪ (نسبی)	طيفسنجي موسبائر	تغيير ايزومر	ترکیب فاز مغناطیسی

۳-۱۳ روشها

۳–۳–۱ افزاره تداخل کوانتومی آبررسانا^۲ افزاره تداخل کوانتومی ابررسانا یک مغناطیسسنج بسیار حساس است که میدانهای مغناطیسی بسیار کوچک را براساس اتصالات جوزفسون^۳ اندازه می گیرد. دو نوع اصلی SQUID وجود دارد: DC و RF. افزارههای تداخل کوانتومی ابررسانا RF فقط می توانند با اتصالات جوزفسون کار کنند که باعث می شود ارزانتر ولی دارای حساسیت کمتری باشند.

یادآوری- محدودیت اندازه گیری میدان مغناطیسی برای روش SQUID برابر T ^{۱۰}۰۲ × ۵ است.

¹⁻ Coercive field

²⁻ Superconducting quantum interference device

³⁻ Josephson junctions

۲-۳-۱۳ مغناطیس سنج نمونهٔ ارتعاشی

مغناطیسسنج نمونهٔ ارتعاشی، میزان مغناطش نمونهٔ مادهٔ مغناطیسی را که در یک میدان مغناطشگر^۱ قرار دارد و بهطور سینوسی نوسان میکند، از طریق تبدیل میدان دوقطبی نمونه به سیگنال الکتریکی جریان متناوب، اندازه می گیرد.

یادآوری- محدودیت اندازه گیری میدان مغناطیسی برای روش VSM برابر emu ^{۱۰ - ۱۰} است.

۱۳–۳–۳ طیفسنجی موسبائر^۲

طیفسنجی موسبائر یک روش طیفسنجی مبتنی بر اثر موسبائر است که شامل جذب و نشر تشدیدی بدون پسزنی^۳ پرتوهای گاما در جامدات میباشد. طیفسنجی موسبائر تغییرات کوچک سطوح انرژی یک هسته اتمی را در پاسخ به محیط آن کاوش میکند. سه نوع از برهمکنشهای هستهای در طیفسنجی موسبائر مشاهده میشود: یک جابهجایی ایزومر که بهعنوان جابجایی شیمیایی هم شناخته میشود؛ شکافتگی چهارقطبی؛ و شکافتگی مغناطیسی یا فوقریز که به عنوان اثر زیمان^۴ نیز شناخته میشود. طیفسنجی موسبائر از نظر حساسیت به تغییرات کوچک در محیط شیمیایی هسته از جمله تغییرات حالت اکسایش، تأثیر لیگاندهای مختلف بر یک اتم خاص و محیط مغناطیسی نمونه، منحصر به فرد است. فقط ایزوتوپهای خاصی از عناصر خاص برای طیف سنجی موسبائر مناسب هستند که شامل Fe^{۱۹۲}، Sn^{۱۹}۲

۲–۳–۴ طیفسنجی تشدید پارامغناطیسی الکترون

طیفسنجی EPR یا ESR روشی برای مطالعهٔ مواد با الکترونهای غیرجفتشده است. مجموعهای از مراکز پارامغناطیس، مانند رادیکالهای آزاد، تحت تابش امواج مایکرویو با بسامد ثابت قرار میگیرند. زمانی که شکافتگی اسپین تحت میدان مغناطیسی خارجی با انرژی مایکروویو منطبق میشود، جذب تقویتیافته رخ میدهد. مشتق گیری از طیف جذب رایجترین راه برای ثبت و ارائهٔ طیف EPR است.

۱۳–۳–۵ خاصیت مغناطیسی-نوری کر

روش MOKE چرخش نور قطبیدهٔ منعکس شده از سطح یک نمونه مغناطیسی را اندازه گیری میکند. یادآوری- اندازه گیریهای MOKE معمولاً به تغییرات بازتابی کوچکتر از ٪ ۰٬۰۲ و تغییرات قطبش کوچکتر از ۰٬۰۰۵ درجه محدود می شوند.

در روش MOKE روبشی، نیاز به یک میکروسکوپ نوری با امکان آنالیز قطبش است. این روش، تباین تصویر مربوط به جهت مغناطش روی سطح نمونه را نشان میدهد. این روش بهوسیله تفکیکپذیری نوری

¹⁻ Magnetizing filed

²⁻ Mössbauer spectroscopy

³⁻ Recoil-free

⁴⁻ Zeeman Effect

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۲۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

میکروسکوپ محدود می شود، اما استفاده از MOKE بدون دریچه و دارای قابلیت روبش می تواند این تفکیک پذیری را افزایش دهد. معمولاً محدوده روبشِ ۱۰µm × ۱۰µm استفاده می شود. تفکیک پذیری فضایی حدود nm ۵۰ m قابل دستیابی است.

۱۳ میکروسکوپی نیروی مغناطیسی

روش MFM نوعی از AFM است (به زیربند ۶-۶-۳ مراجعه شود) که در آن سوزن، دارای یک گشتاور مغناطیسی قوی است که با میدان مغناطیسی نمونه برهمکنش دارد. روش MFM میدانهای سرگردان^۱ نمونه را تشخیص داده و انحراف تیرک را ثبت میکند. نیروی وارد بر سوزن با شیو میدان پراکنده متناسب است و میتواند آن را با استفاده از تعدادی مفروضات میکرومغناطیسی به مغناطش سطح تبدیل کند. محدودهٔ روبش تقریباً ۲۰µm×۱۰µ با وضوح ویژهٔ تقریباً ۱۰ است. محدودیتها به برهمکنش سوزن با نمونه مرتبط هستند به طوریکه مغناطش نمونه ممکن است در حضور سوزن تغییر کند. اندازه گیریها اغلب در هوا و در دمای اتاق انجام میشوند.

۱۳-۳-۷ میکروسکوپی روبشی اثر هال

یک حسگر مغناطیس سنج اثر هال می تواند یک سطح مغناطیسی را روبش کند تا توزیع میدان مغناطیسی در مجاورت سطح به دست آید. سیگنال به دست آمده متناسب با شدت میدان است و می تواند به حالت مغناطش سطح تبدیل شود. تفکیک پذیری جانبی این روش شدیداً به طراحی و اندازه بستگی دارد.

۱۳−۱۳ میکروسکوپی تونلزنی روبشی اسپین قطبیده

میکروسکوپی تونلزنی روبشی اسپین قطبیده نوعی از STM است (به زیربند ۱۲-۲-۳ مراجعه شود) که در آن سوزن STM یک قطبش مغناطیسی خالص در راس تیز خود در ابعاد اتمی دارد. این امر منجر به یک جریان تونلزنی اسپین-قطبیده میشود که بین سوزن و نمونه طی زمان، جریان دارد. اگر مغناطش نمونه در جهت مشابه باشد، احتمال تونلزنی بیشتر از حالتی است که مغناطش در جهت غیرموازی باشد. علاوهبر توپوگرافی، قطبش مغناطیسی موضعی (یا در واقع احتمال تونلزنی اسپین-قطبیده) با STM با تفکیکپذیری ویژه، نقشهبرداری میشود. برای اکثر سامانهها، SP-STM تحت خلاء فوقبالا (کمتر از Pa⁻¹ (mbar) است در دمای پایین (زیر ۶۶ K) کار می کند.

> ۱۳–۳–۹ استانداردهای مرتبط استاندارد ملی ایران، شماره ۶–۹۸۱۹: سال ۱۳۹۱، کمیتها و یکاها- قسمت ۶- الکترومغناطیس

ASTM A342/A342M-14, Standard Test Methods for Permeability of Weakly Magnetic Materials [88]

1- Stray fields

۱۴ اندازهدههای گرمایی

۱-۱۴ اندازهدهها

مواد حاوی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها میتوانند خواص گرمایی ویژهای داشته باشند که از افزودن نانواشیاء به زمینه چندسازه یا از لایهبندی و تولید فیلم نازک حاصل میشوند. در برخی موارد، رسانندگی گرمایی مواد را میتوان با افزودن نانولولههای کربنی یا ظرفیت گرمایی را از طریق افزودن نانواشیاء، افزایش داد. انبساط گرمایی مواد چندسازه نیز ممکن است بهوسیله مواد افزودنی مناسب کنترل شود. بنابراین، اندازهدههای بحرانی برای چندسازههای جامد حاوی نانواشیاء و کلوخهها و انبوهههای آنها عبارتند از رسانندگی گرمایی، ظرفیت گرمایی ویژه و انبساط گرمایی. در برخی حیطهها، «پخشایی گرمایی»^۱ و «نفوذپذیری گرمایی»^۲ نیز بهعنوان اندازهدهای اولیه که میتوانند سه کمیت دیگر را بدهند، درنظر گرفته میشوند.

این اندازهدهها در جدول ۱۶ خلاصه شدهاند.

مراجع	محدودیت ها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
	مقدار زیادی نمونه مورد نیاز است.	۱ μm < بسته به نرخ گرمایش	از دمای اتاق تا ۱۵۰۰ °C	گرماسنجی و DSC	ظرفیت گرمایی ویژه [J/(K kg]]	ظرفیت گرمایی
[89]	تعیین حجم تماس سوزن-نمونه (گرمایش) دشوار است.	۵۰nm تا ۱۰۰nm برای تفکیک پذیری عرضی، تفکیک پذیری T پروب T	گستره روبش: × ۱۰۰ μm ۱۰۰ μm	SThM	رسانایی گرمایی [W/(m K)]	رسانندگی گرمایی تفکیک فضایی

جدول ۱۶- اندازهدههای مربوط به خواص گرمایی

یادآوری- اندازه گیریهای گرمایی نانوویژه نیستند. برای بسیاری از اندازه گیریهای گرمایی رایج مورد استفاده خواص نانوبهبود^۳ (مانند ظرفیت حرارتی بالا)، به متون اندازهشناسی متداول مراجعه شود [85].

¹⁻ Thermal diffusivity

²⁻ Thermal effusivity

³⁻ Nano-enhanced

۲-۱۴ روشها

۱-۲-۱۴ اندازه گیری ظرفیت حرارتی ویژه ظرفیت حرارتی ویژه در جامدات به توانایی ماده در ذخیره گرما اشاره دارد. ظرفیت حرارتی ویژه را می توان با تعدادی از روش های مواد توده مانند گرماسنجی و DSC اندازه گیری کرد (به زیربند ۷-۳-۲ مراجعه شود).

۲-۲-۱۴ میکروسکوپی گرمایی روبشی

میکروسکوپی پروب گرمایی روبشی ترکیبی از تفکیک پذیری فضایی، تصویربرداری و اندازه گیری موضعی دما و رسانندگی گرمایی را ارائه میدهد. میکروسکوپی گرمایی روبشی از روش میکروسکوپی پروبی روبشی برای حصول تفکیک پذیری ویژه بالا در حد تک ذره از طریق روبش یک پروب روی نمونه، استفاده می کند. توپو گرافی نمونه و همچنین اندازه گیری موضعی دما و هدایت گرمایی ممکن است به دست آید. دمای موضعی ممکن است به وسیله یک اتصال گرماجفت در سوزن پروب و پروبهای مقاومتی یا تفسنجی ۲، که در آن دمای پروب با یک مقاومت فیلم نازک در سوزن پروب کنترل می شود، پایش شود. از آنجائی که سوزن در تماس مستقیم با نمونه قرار می گیرد، گرما به نمونه شارش می یابد و رسانندگی گرمایی را می توپو گرافی و اطلاعات گرمایی، می دهد.

لازم به ذکر است که تبادل حرارت بین سوزن و نمونه ممکن است با تماس مستقیم (جامـد-جامـد)، کـه منجر به نقشهبرداری رسانندگی میشود، از طریق همرفت^۳ مایع سـطح نمونـه و سـوزن (جامـد-مـایع) و همرفت هوا (گاز-جامد) انجام گیرد. گستره روبش این روش به مرحله روبش مورداستفاده بستگی دارد و از مرتبه μ مرتبه μ ۱۰۰ در μ مکن است بهدست آید.

۱۴–۳ استانداردهای مرتبط

ISO 11357-7, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 7: Determination of crystallization kinetics

۱۵ سایر اندازه ده های مربوط به عملکرد ۱–۱۵ کلیات سایر اندازه ده های مربوط به عملکرد برای مشخصه یابی نانواشیاء به شکل های مختلف در بند ۱۵ به تفصیل توضیح داده شده اند. این اندازه ده ها گرد و غبار، حلالیت و قابلیت پراکنش پذیری و خواص مکانیکی را پوشش می دهند.

2 - Bolometer

¹⁻ Thermocouple junction

³⁻ Convection

۲-۱۵ پودرها - گرد و غبار

10-۲-۱۵ اندازهدهها

گردوغبار یک ویژگی ذاتی فیزیکی یا شیمیایی تعریفشده یک پودر نیست. گرد و غبار بهعنوان «تمایل یک ماده برای تولید گردوغبار هوابرد در حین کار با آن» [86] تعریف شدهاست. گردوغبار به عوامل متعددی از جمله مشخصههای فیزیکی پودرها [بهعنوان مثال شکلهای (پودر، گرانولها، قرصها') و محتوی رطوبت]، خواص فیزیکوشیمیایی ذرات موجود در پودر (مانند اندازه و شکل، مساحت سطح، نوع پوشش، خواص فیزیکوشیمیایی ذرات موجود در پودر (مانند اندازه و شکل، مساحت سطح، نوع پوشش، خواص أب دواص فیزیکوشیمیایی ذرات موجود در پودر (مانند اندازه و شکل، مساحت سطح، نوع پوشش، خواص فیزیکوشیمیایی ذرات موجود در پودر (مانند اندازه و شکل، مساحت سطح، نوع پوشش، خواص فعال اندژی و آبگریزی، انبوهش ذرات)، محیط (بهعنوان مثال رطوبت، دما)، نوع تولید هواسل (انرژی فعال سازی یا انرژی ورودی) و برهمکنش بین ذرات در حین همزدن پرتلاطم^۲ (مانند برش اصطکاکی، نیروهای واندروالس) بستگی دارد. بنابراین، مقادیر متفاوتی ممکن است با روشهای آزمون مختلف بهدست آیند.

خلاصهای از اندازه دههای مربوط به گرد و غبار در جدول ۱۷ ارائه شده است.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپ ذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
EN 481 EN 15051-1 EN 15051-2 EN 15051-3	روش های جرمی مرتبط زیست شناختی بر اساس EN 15051-1 و EN 15051-3 EN 15051-3 استاندارد شدهاند. های غیر وزن سنجی در دست تدوین است.	بستگی به روشها و کارکرد دستگاهی اندازه گیر ی دارد.	چند نانومتر تا چند نانومتر تا برای مقادیر گرد و غبار بر ذرات، توزیع ذرات، توزیع اندازه ذرات و برای مقادیر برای مقادیر جسب کسر EN 481 تعریف شده است.	مثالها: روش استوانه چرخشی، روش قطره مداوم، روش استوانه چرخان کوچک، ورتکس ^۳ در دست تدوین)	مقادیر گرد و غبار بر حسب تعداد ذرات، توزیع اندازه ذرات (قطر آئرودینامیکی معادل یا قطر تحرکپذیری الکتریکی) و گرد و غبار بر حسب بیولوژیکی (قابل استنشاق، مربوط به قفسه سینه و قابل تنفس) همانگونه که در است.	مقادیر گرد و غبار برحسب جرم و تعداد ذره

جدول ۱۷- اندازهدههای مربوط به گرد و غبار

- 1- Pellets
- 2- Agitation
- 3- Vortex shaker

۲-۲-۱۵ استانداردهای مرتبط

EN 481:1993, Workplace atmospheres - Size fraction definitions for measurement of airborne particles

EN 15051-1:2013, Workplace exposure - Measurement of the dustiness of bulk materials - Part 1: Requirements and choice of test methods

EN 15051-2:2016, Workplace exposure - Measurement of the dustiness of bulk materials - Part 2: Rotating drum method

EN 15051-3:2013, Workplace exposure - Measurement of the dustiness of bulk materials - Part 3: Continuous drop method

۱۵ – ۳ پراکنههای مایع
۱۵ – ۱۰ اندازهدهها
۱۵ – ۱۰ اندازهدهها
۱۵ – ۱۰ می تواند این دسته از مواد بهعنوان تعلیقههای نانواشیاء جامد در مایعات نیز شناخته می شوند. وجود نانواشیاء می تواند خواص مکانیکی، گرمایی، الکتریکی یا نوری مایع را تغییر دهد. در زیربند ۱۵ – ۳، حالت و پایداری پراکنه مهم است و ماهیت زمانی پراکنه است. اندازهدهها در جدول ۱۸ خلاصه شده اند.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
ISO 3219-1 ISO 3219-2	گرانرویسنج دیسک دوار به مقادیر زیاد نمونه نیاز دارد.	درستی ۱±٪ گستره کامل	\cdot_{i}) Pas< η <)····Pas	گرانرویسنج	گرانروی (Pa s)	گرانروی
ISO 3219-1 ISO 3219-2		درستی 1±٪ مقدار اندازهگیریشده فعلی	•,• \ Pa s < η <\Pa s	شارشسنج ^۲	گرانروی (Pa s) رفتار گرانرو کشسان: مدول ذخیرهسازی و مدول اتلاف (Pa)	گرانروی
ISO/TS 21357	به مقداری کالیبراسیون مستقل نیاز دارد و فقط میانگین اندازه ذره یا غلظت ذره را می دهد.	.⁄۵ میانگین اندازه ذرات	اندازه ۱۰ nm تا ۱۰۰۰μ کسر حجمی ۰/۰۱٪ تا کسر حجمی ٪۹۵ غلظت.	SMLS	شدت عبورداده شده و منعکس شده	قابلیت پراکنش پذیری

جدول ۱۸- اندازهدههای مربوط به خواص تعلیقههای نانواشیاء در مایعات

1- Viscometer

2 - Rheometer

1۵-۳-۲ گرانروی

10-۳-۲-۱ مرور کلی

گرانروی یک مایع اغلب تابعی از دما و سایر عوامل خارجی است. تعلیقه نانواشیاء در مایع ممکن است رفتار پیچیدهتری داشته باشد که منجر به تغییر در گرانروی می شود. به عنوان مثال، اگر پودر ریزی از مواد مغناطیسی (مانند آهن یا Fe₂O₃) در روغن یا آب پراکنده شود، مایع ترکیبی ممکن است دارای گرانرویای باشد که به صورت تابعی از میدان مغناطیسی اعمال شده خارجی تغییر می کند. چنین سیالی به نام فروسیال نیز شناخته می شود.

در بیشتر موارد عملی، گرانروی یک پراکنه دقیقاً به همان روش یک مایع خالص اندازه گیری میشود. بنابراین، اثر نانواشیاء پراکنده را میتوان با روشهای تثبیتشدهای مانند گرانرویسنج چرخشی، اصل موئینگی گرانشی، روش گوی چرخان و شارشسنج به دست آورد. لازم به ذکر است که هیچیک از این روشها مختص اندازه گیریهای نانومقیاس نیستند، اما معمولاً برای تعلیقه های پیچیده نانومواد استفاده میشوند. یکاهای گرانروی، پاسکال در ثانیه ((Pa·s = kg/(s·m)) است.

۱۵ - ۳ - ۲ گرانروی سنج چرخشی

این نوع گرانرویسنج از یک فنجان پرشده از نمونه و چرخک آزمون ^۲ تشکیل شدهاست. در بیشتر موارد، چرخک چرخانده می شود (اصل سرل^۲). I-ISO 3219 و ISO 3219 را می توان برای تعلیقه های حاوی NOAA اعمال کرد، اگرچه آنها برای استفاده برای همه مایعات گرانرو نوشته شده باشند.

1۵-۳-۲-۳ اصل موئینگی وزنی^۳

سرعت شارش یک مایع گرانرو از درون یک لوله عمودی یا موئینه تحت نیروی گرانش را میتوان برای تعیین گرانروی مایع استفاده کرد. این روش اغلب برای بسپارها و نمونههای زیستی استفاده میشود. این روش دارای مزیت کوچکسازی تا اندازه نمونههای نانولیتری میباشد. با لولههایی به قطر ۳۰ µm ۳۰ تا ۳۳ و زمان اندازه گیری از مرتبه ۲۰۰۶، میتوان به درستی ۳ درصد در اندازه گیریها دست یافت.

1۵-۳-۲-۴ اصل گوی چرخان یا اُفتان^۴

روش گوی چرخان از کشش جاذبه روی گویی که از درون لوله پرشده از نمونه در حرکت است، استفاده می کند. لوله ممکن است در یک زاویه نسبت به عمود باشد که اجازه میدهد کشش را تغییر داد. گرانرویسنجهای گوی چرخان پیشرفته بین C° ۵ تا C° ۱۰۰ کار میکنند و میتوانند برای نمونههایی از

¹⁻ Testing bob

²⁻ Searle principle

³⁻ Gravimetric capillary principle

⁴⁻ Rolling or falling ball principle

۵ mPa.s تا ۱۰۰۰۰ mPa.s با حجمهای حدود ۱۰۰ µ اعمال شوند. زمانهای اندازه گیـری از مرتبـه دههـا ثانیه است.

1۵-۳-۲-۵ شارشسنجی

هدف شارش سنجی به طور کلی آزمون خواص سیالات در پاسخ به فشار اعمالی است. شارش سنجی اغلب برای مایعاتی استفاده می شود که نمی توان آنها را با یک مقدار گرانروی توصیف کرد (به عنوان مثال، تعلیقه های پیچیده، دوغاب^۱). مایعات با مقادیر گرانروی از mPa s تا No Pa s ممکن است مورد مطالعه قرار گیرند. برخی از شارش سنجها از فناوری میکروسیال استفاده می کنند که به حجمهای نمونه به کمی اس ۱۰۰ با درستی ۲٫۲± و تکرارپذیری ۲٫۵۰± از مقدار اندازه گیری شده فعلی نیاز دارد. محدوده دمایی برای چنین اندازه گیری هایی تقریباً ۲۰ ۲۰ – تا ۲۰ ۵۶ است. محدوده دماهای بزرگتر تا ۲۰ ۵۰۰ تحت شرایط نیرو (یا فشار) بالا یا سرعت برشی بالا، یا هر دو، به صورت تجاری در دسترس هستند.

۱۵–۳–۲–۶ استانداردهای مرتبط

ISO 1628-1, Plastics - Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers - Part 1: General principles

ISO 2884-1, Paints and varnishes - Determination of viscosity using rotary viscometers - Part 1: Cone-and-plate viscometer operated at a high rate of shear

ISO 2884-2, Paints and varnishes - Determination of viscosity using rotary viscometers - Part 2: Disc or ball viscometer operated at a specified speed

ISO 3219-1, Rheology - Part 1: Vocabulary and symbols for rotational and oscillatory rheometry

ISO 3219-2, Rheology - Part 2: General principles of rotational and oscillatory rheometry

ISO 4575, Plastics - Poly(vinyl chloride) pastes - Determination of apparent viscosity using the Severs rheometer

ISO 6721-10, Plastics - Determination of dynamic mechanical properties - Part 10: Complex shear viscosity using a parallel-plate oscillatory rheometer

ISO 11443, Plastics - Determination of the fluidity of plastics using capillary and slit-die rheometers

ISO 12058-1, Plastics - Determination of viscosity using a falling-ball viscometer - Part 1: Inclined-tube method

ISO 13145, Rubber - Determination of viscosity and stress relaxation using a rotorless sealed shear rheometer

ISO 16790, Plastics - Determination of drawing characteristics of thermoplastics in the molten state

¹⁻ Slurry

ISO/TS 21357, Nanotechnologies - Evaluation of the mean size of nano-objects in liquid dispersions by static multiple light scattering (SMLS)

۱۵ – ۳ – ۳ قابلیت پراکنش پذیری پراکنش نانواشیاء در یک مایع اغلب از نظر یکنواختی یا پایداری ارزیابی می شود. نانواشیاء تمایل به انبوهه شدن و سپس لخته شدن یا رسوب دهی دارند. برای فرموله کردن محصولی که به یکنواختی چنین پراکنهای در طی زمان یا سایر شرایط (مانند دما) بستگی دارد، پارامتر پراکنش پذیری بسیار مهم است.

تعدادی روش برای تعیین یکنواختی و پایداری زمانی پراکنه موجود است. یکی از روشها، پراکندگی ایستای نور چندگانه است که امکان آزمون پراکنههای بسیار متراکم (پراکنههای رقیقنشده) را فراهم می کند و میتواند میانگین اندازه ذرات و همچنین غلظت ذرات را بهعنوان تابعی از زمان و موقعیت در ظرف آزمون فراهم آورد.

پراکندگی ایستای نور چندگانه مبتنی بر اصل پراکندگی ایستای نور است که در محیطهای غلیظ به کار میرود. این روش شامل پراکندگی متوالی تابش در محیط پراکنده کننده است. در نمونههای غلیظ، نور فرودی به طور متوالی بارها پراکنده می شود و در نتیجه به سرعت حافظه جهت تابش فرودی ^۱ را از دست می دهد. شدت نور چندپراکنده^۲ به طول موج نور نشریافته، غلظت ذرات، اندازه ذرات، ضریب شکست فاز پیوسته و پراکنده، قابلیت جذب و موقعیت حسگر بستگی دارد.

یادآوری- تلفیقی از روبش عمودی و گردآوریهای متعدد از ارتفاع نمونه، ثبت ناهمگونیهای محلی نمونه، حالت پراکنه و تکامل زمانی آن (پایداری فیزیکی) را امکانپذیر میسازد.

در این روش نیازی به آمادهسازی نمونه نیست (یعنی رقیقسازی حتی برای نمونههای خیلی غلیظ مورد نیاز نیست) زیرا گستره وسیعی از غلظت (کسر حجمی ۲۰/۰۷ تا ۲۵۵٪) را پوشش میدهد. این روش میتواند گستره وسیعی از اندازه ذرات (۱۰ nm ۱۰۰ تا ۲۰۰۰) را اندازه گیری کرده و به حالت پراکنه حساس است. روش پراکندگی ایستای نور آنالیز وابسته به زمان حالت پراکنه را در نمونه بسیار مشابهی ارائه میدهد: و از این رو، به سازوکارهای بی ثبات کننده (بهعنوان مثال رسوبدهی) زمانی که با فناوری روبش همراه شود، حساس است.

محدودیتهای این روش آن است که روش فقط میانگین اندازه ذرات را به جای توزیع اندازه میدهـد. کسـر حجمی و ضرایب شکست برای محاسبه میانگین اندازه ذرات مورد نیاز اسـت و قابلیـت جـذب ممکـن اسـت برخی از اندازه گیریها را محدود کند.

۱۵–۳–۴ استانداردهای مرتبط

ISO/TR 13097, Guidelines for the characterization of dispersion stability

¹⁻ Memory of the incident direction

²⁻ Multi-scattered light

10-۳-۵ حلالیت و سرعت انحلال

حلالیت به بیشینه جرم نانوشیء اطلاق میشود که میتواند در یک حلال حل شده تا یک فاز منفرد، همگن و از لحاظ زمانی پایدار بهدست آید. حلالیت زمانی اتفاق میافتد که ماده در سطح مولکولی با حلال احاطه شده باشد.

این امر اهمیت دارد که حلالیت و پراکنش پذیری اشتباه گرفته نشوند. در مورد اول، ذرات مشخصه ذرهای خود را از دست میدهند و شکل خود را تغییر داده تا به مولکولها و یونهای کوچکتر تبدیل شوند. پراکنش پذیری شامل توزیع ذرات در یک مایع برای تشکیل یک تعلیقه است. تاکید بر این تفاوت مهم است، زیرا تشخیص این تمایز در مورد نانواشیاء دشوار میباشد.

ممکن است با اصطلاحات امتزاج پذیر و غیرقابل امتزاج در هنگام در نظر گرفتن حلالیت یک مایع در مایع دیگر، بطوریکه امتزاج پذیر به معنای محلول بودن بدون محدودیت است، مواجه شویم. هنگامی که یافته هایی در مورد حلالیت نانومواد در محیط های زیست شناختی موجود باشد، این یافت ه ها باید در درجه اول برای ارزیابی پایداریزیستی^۱ مورد استفاده قرار گیرند. حلالیت در آب ممکن است به عنوان معیاری برای پایداری زیست شناختی به کار رود. چنانچه حلالیت در آب مطلوب باشد، معمولاً ممکن است حلالیت مطلوبی در محیط های زیست شناختی فرض شود. با این حال، این نکته در تمام موارد صادق نمی باشد. در موارد مجزا، حلالیت ضعیف در آب ممکن است با حلالیت مطلوب در محیط های زیست شناختی همراه باشد. به عنوان مثال، کبالت فلزی در آب ممکن است با حلالیت مطلوب در محیط های زیست شناختی همراه باشد. به عنوان تعریف واحدی از محدوده غلظت برای توصیف حلالیت در آب وجود ندارد. تعادی از نانواشیاء به طور عمدی به گونه ای ساخته می شوند تا پوشش خاصی داشته باشند که بر حلالیت آنها تأثیر می گذارد. در چنین مواردی، استفاده از داده های حلالیت هسته برای تخمین پایداری زیستی کل نانوذره مناسب نیست. نانواشیاء پوشش داده شده ممکن است کمتر و یا بیشتر از معادل های بدون پوشش آنها حال شود. مانوا ساد

اندازهده برای حلالیت، بیشینه جرم یا غلظت حل شونده، در این مورد نانواشیایی است، که می توانند در واحد جرم یا حجم حلال در دما و فشار معین (یا استاندارد) حل شوند، یکاها: [kg/kg] یا [kg/m³]، یا g/l یا [mole/mole].

پ- نیروهای بین ذرات، یکی از عواملی که بر حلالیت تأثیر می گذارد، ماهیت نیروهای بین مولکولی یا
 نیروهای بینیونی در هر دو ماده حل شونده و حلال است. هنگامی که یک ماده در ماده دیگر حل
 می شود، باید بر نیروهای جاذبه هر دو غلبه شود. حل شونده باید بتواند انبوهه مولکول ها در حلال را

¹⁻ Biopersistence

شکسته و مولکولهای حلال باید جاذبه کافی برای ذرات حل شونده داشته باشند تا آنها را یکییکی از همسایگان خود در حل شونده حل نشده جدا کنند. اگر حل شونده یونی باشد، تنها یـک حـلال بسـیار قطبی مانند آب، برهم کنش کافی را برای تأثیر بر انحلال فراهم میکنـد. در ایـن ترکیبات نـامحلول یونی، برهم کنش بین یونها بیشتر از آن است که بتوان با برهم کنش با مولکولهای قطبی آب بـر آن غلبه کرد. اگر ذرات حل شونده مولکولهای قطبی باشند، حـلالهـای قطبی ماننـد الکـلهـا معمولاً میتوانند بر انحلال تأثیر بگذارند. اگر حل شونده غیرقطبی باشد، فقط در حـلالهـای غیرقطبی حـل میشود، نه به این دلیل که مولکولهای قطبی حلال قادر به غلبه بر نیروهای پـراکنش ضعیف بـین مولکولهای حل شونده نیستند، بلکه به این دلیل که این نیروهای پراکندگی برای غلبه بر برهم کـنش برای هر ترکیب حلال–حل شونده اندازه گیری شود و میتوانـد بـه همین دلیل، مقـدار حلالیت بایـد برای هر ترکیب حلال–حل شونده اندازه گیری شود و میتوانـد بـه عنـوان تـابعی از دما، غلظـتهـای ناخالصی و سایر پارامترهای خارجی مشخصه یابی شود.

سرعت انحلال عموماً به مساحت سطح، دما و مقدار حل شونده موضعی در دسترس بستگی دارد. تخمینی از این سرعت را میتوان با مطالعه سرعت تغییر اندازه نانوشیء به عنوان تابعی از زمان به دست آورد. اگرچه، به تمایز بین رسوب دهی و انحلال باید دقت شود. انحلال نانوذرات فلزی و اکسید فلزی اغلب با ICP-MS یا ICP-OES اندازه گیری می شود.

۱۵–۳–۶ استانداردهای مرتبط

ISO 7579, Dyestuffs - Determination of solubility in organic solvents - Gravimetric and photometric methods

ISO/TR 13014, Nanotechnologies - Guidance on physico-chemical characterization of engineered nanoscale materials for toxicologic assessment

10-۴ خواص مکانیکی

۱-۴-۱ کلیات افزودن نانواشیاء به مواد زمینه مانند پلاستیک، لاستیک یا ساخت مواد جامد از نانواشیاء مانند سرامیک، خواص مکانیکی مواد زمینه و همچنین سایر پارامترها را تغییر میدهد. پارامترهای کلیدی مکانیکی چنین چندسازهای را میتوان بهعنوان اندازه دههای توده ای طبقه بندی کرد که در آن هیچ تفکیک پذیری فضایی وجود ندارد یا پارامترهای تفکیک شده فضایی با پروبهای با تفکیک پذیری بالا در مقیاس نانو اندازه گیری میشوند. برخی از روشها امکان اندازه گیری خواص با تفکیک فضایی را فراهم میکنند (مانند MFA)، در حالی که برخی دیگر فقط خواص کل ماده را اندازه گیری میکنند. نتایج سختی موضعی یا هدایت الکتریکی ممکن است به طور قابل توجهی با اندازه گیریهای مقیاس بزرگتر متفاوت باشند. این خواص مکانیکی باید با همان روشهای آزمونی اندازه گیری شوند که طی سالهای متمادی برای مواد معمول توسعه یافته اند.

یادآوری- خلاصه مطلوبی از روشهای آزمون در مرجع [90] ارائه شدهاست.

مراجع	محدوديتها	تفکیکپذیری	محدوده	روش	اندازهده ویژه هر روش	اندازەدە نھايى
[91]	دماهای زمزایشی یا تا دمای ۶۵۰°C درستی ٪۵ تا ٪۷	اندازه گیری تودهای	۱۰۰ nm ۵۰۰mm	مبدل تفاضلی متغیر خطی یا کرنشسنج	مدول یانگ، نسبت پواسون، مدول برشی	خواص کشسانی در مقیاس بزرگ
[92], [93]	تنها برای اندازه گیریهای کرنش کم قابل استفاده است. درستی ٪۰٫۱ تا ٪ ۱	اندازه گیری تودهای	فقط نوسانات کوچک	روش فراصوت تپی، روش ارتعاش آزاد، تشدید آزاد با تحریک ضربه ای، تشدید آزاد با تحریک	بسامد تشدید	خواص کشسانی در مقیاس بزرگ
ISO 14577-1, ISO 14577-2, ISO 14577-3, ISO 14577-4	تفکیکپذیری بار نوعی: ۱ nN و تفکیک پذیری جابجایی: ۰٬۰۰۰۴ nN	تفکیک پذیری آزمون موضعی می تواند در مقیاس نانو باشد.	کاوش در مقیاس طول نانومتر تا میکرومتر	فروروندگی ابزاری ^۱ یا AFM	مدول یانگ (Pa)، سختی (Pa). بطور بالقوه پارامترهای استحکام تسلیم، حداکثر کرنش پلاستیک، شکل پذیری (چکش خواری) و خزش را میدهد.	خواص تغییر شکل کشسان و پلاستیکی موضعی
ISO 6892-1		عدم قطعیت نوعی بین ٪۱ تا ٪۵ است.	بسته به روش مورد استفاده	آزمون کشش	استحکام تسلیم (Pa)، مدول یانگ، UTS	خواص مكانيكي
	تفکیکپذیری فضایی ضعیف	روش آزمون در مقیاس بزرگ	معمولاً mm تا ۱۰۰۰mm	تريبومترى ^۳	سرعت سایش (m ³ /Nm)، ضریب اصطکاک، مقاومت در برابر سایش، مقاومت در برابر فرسایش	عملكرد تريبولوژى

جدول ۱۹– اندازهدههای مربوط به خواص مکانیکی مواد نانوچندسازه جامد

1- Instrumented indentation

2 - Ultimate tensile strength

3 - Tribometry

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۲۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

۱۵-۴-۳ استانداردهای مرتبط

ASTM C1341-13, Standard Test Method for Flexural Properties of Continuous Fibre-Reinforced Advanced Ceramic Composites [96]

ASTM D882-12, Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting [97]

ASTM E111-04, Standard test method for Young's modulus, tangent modulus, and chord modulus [91]

ASTM E132-04, Standard test method for Poisson's ratio at room temperature [94]

ASTM E143-13, Standard test method for shear modulus at room temperature [95]

۱۵ -۴-۴ اندازهگیری ثابتهای کشسانی با روشهای پویا

روشهای پویا برای اندازه گیری خواص کشسانی مانند مدول یانگ، مدول برشی و نسبت پواسون برای تعدادی از مواد جامد، درستی بالایی ارائه میدهند و از اثراتی مانند خزش یا پسماند کشسان جلوگیری میکنند. روشهای پویا برای تعیین ثابتهای کشسانی شامل روش فراصوت تپی، روش ارتعاش آزاد، تشدید آزاد با تحریک ضربهای و تشدید آزاد با تحریک مداوم است.

در عمل دو نوع آزمون تست پویا وجود دارد. یکی از روشها از اندازه گیری زمان پرواز یک تپ فراصوت استفاده می کند و سرعت فراصوت را در مواد با ابعاد و چگالی شناخته شده به دست می دهد که به مدول یانگ با درستی ۰٫۱ درصد منجر می شود. روش دیگر میله (آزمونه) که بطور آزادانه ارتعاش می کند را برای یافتن بسامد تشدید، به طور مکانیکی تحریک می کند. ابعاد آزمونه برای محاسبه پارامترهای کشسانی استفاده می شود. مزایا این روش آنست که از اثرات پیچیده کرنش بزرگ مانند خزش یا پسماند کشسان اجتناب می شود. بسامدهای آزمایشی از ۵۰۰ Hz تا ۸۲ استفاده می شود.

۵–۴–۵ استانداردهای مرتبط

ASTM E1875-13, Standard test method for dynamic young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by sonic resonance [92]

ASTM E1876-09, Standard test method for dynamic young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by impulse excitation of vibration [93]

۱۵–۴–۶ اندازه گیری خواص کشسانی و پلاستیک با روش های فروروند گی ابزاری بیشتر اندازه گیری های کشسانی به خواص ماکرومقیاس مانند مدول یانگ یا نسبت پواسون و سختی سطح اشاره دارد، اگرچه در برخی موارد اندازه گیری ماکرومقیاس به سادگی ممکن نیست یا در حالتی که اندازه گیری اجزای خاصی از یک سامانه مواد از قبیل فازهای مجزا در چندسازه ها یا پوشش ها مورد نیاز است، مناسب نیست.

در این حالت، یک فروروندگی در سطح نمونه ایجاد می شود. یک نیروی معین (با عناصر پیزوالکتریک، بصورت الکتروایستایی یا الکترومغناطیسی) اعمال می شود و جابجایی به وسیله انواع سنجهها (حسگرهای خازنی، مبدلهای تفاضلی متغیر خطی یا تداخل سنجهای لیزری) اندازه گیری می شود. فرورونده ها می توانند به شکل هرمهای ۴ یا ۳ وجهی (یا هندسه گوشه مکعبی) و همچنین کروی باشند. ساخت مورد دومی دشوار است اما داده های تغییر شکل کشسانی مطلوبی به دست می دهد. تغییر شکل اغلب ترکیبی از تغییر شکل پلاستیک و کشسان در نمونه است. منحنی بار در مقابل جابجایی را می توان برای به دست آوردن سختی از معق دائمی فرورفتگی، و مدول یانگ از شیب منحنی باربرداری^۱ تحلیل کرد، اما این تحلیل متکی بر یک سامانه آزمون خوب کالیبره شده از جمله کالیبراسیون شکل سوزن و ورودی مقدار نسبت پواسون (بر آورد شده یا اندازه گیری شده با روشهای دیگر) است، اما نتیجهای برای مدول یانگ با خطای/ ۵ قابل دستیابی است. سایر پارامترها، پارامترهای تغییر شکل پلاستیک مانند استحکام تسلیم، بیشنیه کرنش پلاستیک و شکل پذیری و خواص گرانروکشسانی برای مواد گرانروکشسان را می توان با این روش اینی پلاستیک و شکل پذیری و خواص گرانروکشسانی برای مواد گرانروکشسان را می توان با این روش ایستی کرد. این

۱۵–۴–۷ استانداردهای مرتبط

ISO 14577-1, Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 1: Test method

ISO 14577-2, Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 2: Verification and calibration of testing machines

ISO 14577-3, Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 3: Calibration of reference blocks

ISO 14577-4, Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings

¹⁻ Unloading curve

۸–۴–۸ اندازه گیری خواص سطح و سایش سایش مکارو و ماکرومقیاس یا نانومقیاس با استفاده از AFM سایش مکانیکی ممکن است با تعدادی از روش های میکرو و ماکرومقیاس یا نانومقیاس با استفاده از AFM اندازه گیری شود. روش آزمون مناسب به سازو کار سایش که در حال مطالعه است، بستگی دارد. سایش از طریق برهم کنش دو سطح با انواع مختلف سایش از جمله تماس لغزشی ، غلتشی ، فرسایش ^۳ و سایش [†] رخ می دهد. روش های مختلف آزمون برای این انواع مختلف تماس مکانیکی موجود است. اکثر آزمون های سایش مکانیکی موجود است. کثر آزمون های سایش مکانیکی به طور خاص به مقیاس نانو مربوط نمی شوند، اما بزرگی سایش و اصطکاک ایجاد شده تقریباً همیشه مکانیکی به طور خاص به مقیاس نانو مربوط نمی شوند، اما بزرگی سایش و اصطکاک ایجاد شده تقریباً همیشه به وسیله پدیده های در مقیاس میکرو و نانو که در فصل مشترک تماس رخ می دهند، کنترل می شوند. اندازه دههای کلیدی، ضریب اصطکاک و نرخ سایش^۵ هستند که با بار عمودی و فاصله لغزش و همچنین خواص مواد مرتبط هستند.

۵–۱۵ استانداردهای مرتبط

ISO/TR 11811, Nanotechnologies - Guidance on methods for nano- and microtribology measurements

¹⁻ Sliding

²⁻ Rolling contact

³⁻ Erosion

⁴⁻ Abrasion

⁵⁻ Wear rate

كتابنامه

- KESKINEN J., PIETARINEN K., LEHTIMÄKI M. Electrical-low pressure impactor. J. Aerosol Sci. 1992, 23 pp. 353–360
- WANG S.C., FLAGAN R.C. Scanning electrical mobility spectrometer. Aerosol Sci. Technol. 1990, 13 pp. 230–240
- [3] KOO J.H. HIRLEMAN E.D. Review of principles of optical techniques for particle size measurements. In: Recent advances in spray combustion: spray atomization and drop burning phenomena, (Kuo K.K., ed.). American Institute of Aeronautics, Reston, VA, Vol. 1, 1996, pp. 3–32.
- [4] WILSON J.C., LIU B.H.Y. Aerodynamic particle size measurement by Laser-Doppler velocimetry. J. Aerosol Sci. 1980, 11 pp. 139–150
- [5] R'MILI B., LE BIHAN O., DUTOUQUET C., AGUERRE-CHARIOL O., FREJAFON
 E., Particle Sampling by TEM Grid Filtration. Aerosol Sci. Technol. 2013, 47 (7)
 pp. 767–775
- [6] LE BIHAN O., ZANTMAN A., THEVENET S. R'Mili, B.; Ustache, A. Evaluation de l'efficacité de prélèvement d'un précipitateur électrostatique. 26eme Congrès Français sur les Aérosols (CFA 2011), Paris, France, 2011, pp.NC. HAL Id: ineris-00973609 http:// hal -ineris .ccsd .cnrs .fr/ ineris -00973609
- [7] PACHAURI T., SINGLA V., SATSANGI A., LAKHANI A., MAHARAJ KUMARI K. SEM-EDX Characterization of Individual Coarse Particles in Agra, India. Aerosol Air Qual. Res. 2013, 13 pp. 523–536
- [8] HODOROABA V.-D., RADES S., KISHORE N., ORTS-GIL G., UNGER W.E.S. Morphology of Nanoparticles: A Characterization Using High-Resolution SEM. Imaging & Microscopy. 2013, 15 p. 54
- [9] BRUNAUER S., EMMETT P.H., TELLER E. Adsorption of gases in multimolecular layers. J. Am. Chem. Soc.1938, 60 pp. 309–319
- [10] MCCAVE I.N., BRYANT R.J., COOK H.F., COUGHANOWR C.A. Evaluation of a Laser-Diffraction-Size Analyzer For Use with Natural Sediments. J. Sediment. Res. 1986, 56 (4) pp. 561–564
- [11] INGHAM B X-ray scattering characterisation of nanoparticles, Crystallography Reviews, 2015 21(4), pp. 229-303

- [12] DRESSELHAUS M.S., JORIO A., HOFMANN M., DRESSELHAUS G., SAITO R. Perspectives on Carbon Nanotubes and Graphene Raman Spectroscopy. Nano Lett. 2010, 10 (3) pp. 751–758
- [13] BOKOVA S.N., OBRAZTSOVA E.D., GREBENYUKOV V.V., ELUMEEVA K.V., ISHCHENKO A.V., KUZNETSOV V.L. Raman diagnostics of multi-wall carbon nanotubes with a small wall number. Phys. Status Solidi. 2010, 247 (11-12) pp. 2827– 2830 [b]
- BRAUN A.COUTEAU O., FRANKS K., KESTENS V., ROEBBEN G., LAMBERTY
 A. et al., Validation of dynamic light scattering and centrifugal liquid sedimentation methods for nanoparticle characterization. Adv. Powder Technol. 2011, 22 (6) pp. 766– 770
- [15] GUINIER A., FOURNET G. Small-Angle Scattering of X-rays. Wiley, New York, 1955
- [16] QIAN H., SHEETZ M.P., ELSON E.L. Single particle tracking. Analysis of diffusion and flow in two dimensional systems. Biophys. J. 1991, 60 (4) pp. 910–921
- [17] SCHIMPF, ME; CALDWELL, K; GIDDINGS, JC, Field flow fractionation handbook. Wiley-Interscience: New York, 2000.
- [18] GIGAULT, J; PETTIBONE, JM; SCHMITT, C; HACKLEY, VA, Rational strategy for characterization of nanoscale particles by asymmetric-flow field flow fractionation: A tutorial. Anal Chim Acta 2014, 809, 9-24
- [19] DEGUELDRE C. AND FAVARGER P.Y., Colloid analysis by single particle inductively coupled plasma mass spectroscopy: a feasibility study. Colloids Surf., A, 2003, 217, 137–142
- [20] ASTM E2490-09, Standard guide for measurement of particle size distribution of nanomaterials in suspension by Photon Correlation Spectroscopy (PCS)
- [21] ASTM E3247-20, Standard Test Method for Measuring the Size of Nanoparticles in Aqueous Media Using Dynamic Light Scattering
- [22] KESTENS V., BOZATZIDIS V, DE TEMMERMAN P-J, RAMAYE Y, ROEBBEN G, J. Nanopart. Res., 2017, 19:271
- [23] ASTM E2834-12, Standard Guide for Measurement of Particle Size Distribution of Nanomaterials in Suspension by Nanoparticle Tracking Analysis (NTA)
- یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۴۵۴: سال ۱۳۹۵، موضوع: اندازه گیری توزیع اندازه ذرات نانومواد در سوسپانسیون به روش آنالیز ردیابی مسیر حرکت نانو ذره (NTA) با استفاده از استاندارد ASTM E 2834: 2012 تدوین شدهاست.

[24] GROBELNY J. W., Pradeep, N.; Kim D. I.; Hackley V. A.; Cook R. F. Size measurement of nanoparticles using atomic force microscopy. Methods Mol. Biol. 2011, 697 pp. 71–82. Available at: Del Rio, F.

[۲۵] استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۶۰۳: سال ۱۳۹۷، فناوری نانو- تعیین اندازه نانوذرات با استفاده از روش میکروسکوپی نیروی اتمی- راهنما

- [26] BRIGGS D., SEAH M.P. Practical Surface Analysis by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy. John Wiley & Sons, Chichester, 1983
- [27] RADES S., WIRTH T., UNGER W., Investigation of silica nanoparticles by Auger electron spectroscopy (AES), Surf. Interface Anal. 2014, 46, 952–956
- [28] BAER DR, GASPAR DJ, NACHIMUTHUA P., TECHANE SD, CASTNER DG Application of Surface Chemical Analysis Tools for Characterization of Nanoparticles. Anal. Bioanal. Chem. 2010 February, **396** (3) pp. 983–1000.
- [29] HODOROABA V-D, UNGER W, SHARD A (Eds), Characterization of Nanoparticles, Measurement Processes for Nanoparticles, Elsevier, 2019
- [30] EGERTON R.F. Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope. Springer New York, Third Edition, 2011 – lots of references elswhere
- [31] IAKOUBOVSKII K., MITSUISHI K., NAKAYAMA Y., FURUYA K. Thickness measurements with electron energy loss spectroscopy. Microsc. Res. Tech. 2008, 71 (8) pp. 626–631. DOI: 10.1002/ jemt.20597
- [32] BENNINGHOVEN F.G., Rüdenauer, H. W. Werner "Secondary Ion Mass Spectrometry: Basic Concepts, Instrumental Aspects, Applications, and Trends". Wiley, New York, 1987, 1227 p.
- [33] SENONERA M, UNGER WES, SIMS imaging of the nanoworld: applications in science and technology, (Critical Review) J. Anal. At. Spectrom., 2012, 27, 1050-1068
- [34] LACHANCE G.R., CLAISSE F. Quantitative X-ray fluorescence analysis. Wiley-Interscience, New York, 1994
- [35] BECKHOFF B., KANNGIEßER N., LANGHOFF, WEDELL R, WOLFF H, Handbook of practical X-ray fluorescence analysis. Springer, 2006
- [36] SCHOONJANS T.SILVERSMIT G., VEKEMANS B., SCHMITZ S., BURGHAMMER M., RIEKEL C. et al., Fundamental parameter based quantification algorithm for confocal nano-X-ray fluorescence analysis. Spectrochim. Acta B At. Spectrosc. 2012, 67 pp. 32–42

- [37] A. BUNACIUA A., UDRIȘTIOIUB E.G. ABOUL-ENEIN H.Y., X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. Crit. Rev. Anal. Chem. 2015, **45** (4) pp. 289–299
- [38] KJÆRVIK M. et al, 2017 J. Phys.: Condens. Matter 29 47400 DOI 10.1088/1361-648X/aa8b9d
- [39] HODOROABA V-D RADES S, SALGE T, MIELKE J, ORTEL E, SCHMIDT R, Characterisation of nanoparticles by means of high-resolution SEM/EDS in transmission mode, 2016 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 109 012006
- [40] BELSEY NACANT DJH, MINELLI C,ARAUJO JR, BOCK B, SHARD AG et al, Versailles Project on Advanced Materials and Standards Interlaboratory Study on Measuring the Thickness and Chemistry of Nanoparticle Coatings Using XPS and LEIS, J Phys Chem C Nanomater Interfaces. 2016 Oct 27; 120(42): 24070–24079.
- [41] FONDEUR F, MITCHELL B S. A modified diffuse reflectance infrared Fourier transform spectroscopy cell for depth profiling of ceramic fibers Spectrochimica Acta Part A 56 (2000) pages 467–473
- [42] SAPTARI V., Fourier-Transform Spectroscopy Instrumentation Engineering. SPIE Publication, Bellingham, 2003
- [43] SHERMAN HSU C.-P., Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry Infrared Spectroscopy. *Chapter 15*. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ, 2000
- [44] MALKA I J. BYSTRZYCKI. The effect of storage time on thermal behavior of nanocrystalline magnesium hydride with metal halide additives, Int. J. Hydrogen Energy, 2014 (39:7) pages 3352- 3359;
- [45] DOUGLAS A. SKOOG, F., HOLLER J., STANLEY R. CROUCH; Principles of Instrumental Analysis. Thomson Brooks/Cole, Belmont, CA, Sixth Edition, 2007
- [46] http://www.raman.de/
- [47] LABORDA F., JIMENEZ-LAMANA J., BOLEA E., AND CASTILLO J., Selective identification, characterization and determination of dissolved silver(I) and silver nanoparticles based on single particle detection by inductively coupled plasma mass spectrometry, J. Anal. At. Spectrom., 2011, 26, 1362-1371.
- [48] LIU, J. Y., MURPHY, K. E., MACCUSPIE, R. I., AND WINCHESTER, M. R., "Capabilities of Single Particle Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry for the Size Measurement of Nanoparticles: A Case Study on Gold Nanoparticles," Analytical Chemistry, 86, 3405-3414 (2014).

- [49] PETERS, R.J.B., VAN BEMMEL, G., HERRERA-RIVERA, Z., HELSPER, H.P.F.G., MARVIN, H.J.P., WEIGEL, S., TROMP, P.C., OOMEN, A.G., RIETVELD, A.G., BOUWMEESTER, H. Characterization of titanium dioxide nanoparticles in food products: Analytical methods to define nanoparticles. J. Agric. Food Chem., 2014, 62, 6285–6293
- [50] OLESIK W., Elemental analysis using ICP-OES and ICP-MS, Anal. Chem., 1991, **63**, 12A-21A.
- [51] EHARA K., HAGWOOD C., COAKLEY K.J. Novel method to classify aerosol particles according to their mass-to-charge ratio—Aerosol particle mass analyser. J. Aerosol Sci. 1996 March, 27 (2) pp. 217–234
- [52] NOBLE C.A., PRATHER K.A. Real-time single particle mass spectrometry: A historical review of a quarter century of the chemical analysis of aerosols. Mass Spectrom. Rev. 2000, 14 pp. 248–274
- [53] TAMARI S., Optimum design of the constant-volume gas pycnometer for determining the volume of solid particles. Meas. Sci. Technol. 2004, 5 pp. 549–558
- [54] LOWELL S, SHIELDS J E, THOMAS M A, THOMMES M, Characterization of Porous Solids and Powders: Surface Area, Pore Size and Density, Springer, 2004
- [55] WYATT P.J., Light scattering and the absolute characterization of macromolecules. Anal. Chim. Acta. 1993, **272** pp. 1–40
- [56] BURG T P, GODIN M, KNUDSEN S M, SHEN W, CARLSON G, FOSTER J S, BABCOCK K, MANALIS S R, Weighing of biomolecules, single cells and single nanoparticles in fluid, Nature . 2007 Apr 26; 446(7139):1066-9.
- [57] XU R., Progress in nanoparticles characterization: Sizing and zeta potential measurement. Particuology. 2008 April, 6 (2) pp. 112–115
- [58] LOWRY G.V., HILL R.J., HARPER S., RAWLE A.F., HENDREN C.O., KLAESSIG F., NOBBMANN U., SAYREH P., RUMBLE J. Guidance to improve the scientific value of zeta-potential measurements in nanoEHS. Environ. Sci.: Nano. 2016, 3 pp. 953-965
- [59] O'BRIEN R.W., CANNON D.W., ROWLANDS W.N. Electroacoustic determination of particle size and zeta potential. J. Colloid Interface Sci. 1995 August, 173 (2) pp. 406–418
- [60] CRAIEVICH A.F. Synchrotron SAXS Studies of Nanostructured Materials and Colloidal Solutions, A Review. Mater. Res. 2002, **5** (1) pp. 1–11

- [61] GRAEWERT M.A., SVERGUN D.I. Impact and progress in small and wide angle Xray scattering (SAXS and WAXS). Curr. Opin. Struct. Biol. 2013, 23 (5) pp. 748–754
- [62] ZHANG F., ILAVSKY J. Ultra-small-angle X-ray scattering of polymers. J. Macromol. Sci. Part C Polym. Rev. 2010, 50 (1) pp. 59–90
- [63] CLEGG, W. (1998). Crystal structure determination. Oxford Chemistry Primers, 60(1)
- [64] KISIELOWSKI C.FREITAG B., BISCHOFF M., VAN LIN H., LAZAR S., KNIPPELS G. et al., Detection of single atoms and buried defects in three dimensions by aberration-corrected electron microscope with 0.5-Å information limit. Microsc. Microanal. 2008, 14 (05) pp. 469–477
- [65] BABA-KISHI K.Z., Review Electron backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope for crystallographic analysis. J. Mater. Sci. 2002, 37 (9) pp. 1715– 1746
- [66] SUBRAMANIAN A., MARKS L.D. Surface crystallography via electron microscopy. Ultramicroscopy. 2004, 98 (2) pp. 151–157
- [67] BLAKELEY M.P., LANGAN P., NIIMURA N., PODJARNY A. Neutron crystallography: opportunities, challenges, and limitations. Curr. Opin. Struct. Biol. 2008, 18 (5) pp. 593–600
- [68] WILLIAMS H.W., CHAMBERLAND B.L. Determination of Curie, Neel, or crystallographic transition temperatures via differential scanning calorimetry. Anal. Chem. 1969, 41 (14) pp. 2084–2086
- [69] FLAMMERSHEIM H.-J. Differential Scanning Calorimetry, An Introduction for Practitioners. Springer- Verlag, Berlin, 1996
- [70] HARRIS R.K., NMR crystallography: the use of chemical shifts. Solid State Sci. 2004, 6 (10) pp. 1025–1037
- [71] TAULELLE F., NMR crystallography: crystallochemical formula and space group selection. Solid State Sci. 2004 October, **6** (10) pp. 1053–1057
- [72] CAREY P.R., Raman crystallography and other biochemical applications of Raman microscopy. Annu. Rev. Phys. Chem. 2006, 57 pp. 527–554
- [73] TISSUE, B. M. (2002). Ultraviolet and Visible Absorption Spectroscopy. Characterization of Materials
- [74] GILLILAND G.D., Photoluminescence spectroscopy of crystalline semiconductors. Mater. Sci. Eng. Rep. 1997, 18 (3) pp. 99–399

- [75] LAKOWICZ J.R., ed. Principles of fluorescence spectroscopy. Springer Science & Business Media, 2013
- [76] DEEN M.J., PASCAL F. Electrical characterization of semiconductor materials and devices - review. J. Mater. Sci. Mater. Electron. 2006, 17 (8) pp. 549–575
- [77] STALLINGA P., Electrical Characterization of Organic Electronic Materials and Devices. John Wiley & Sons, 2009
- [78] KANO S, TADA T, MAJIMA Y, Nanoparticle characterization based on STM and STS, Chemical Society Reviews, 44 970-987, 2015
- [79] LANZA M (Editor), Conductive Atomic Force Microscopy: Applications in Nanomaterials, Wiley, 2017.
- [80] PROKSCH R., KALININ S. Piezoresponse Force Microscopy. Micros. Today. 2009, 17 (06) pp. 10–15
- [81] NASIRPOURI F., NOGARET A. Nanomagnetism and spintronics: fabrication, materials, characterization and applications. World Scientific, 2011
- [82] MILLS D.L.L., BLAND J.A.C. Nanomagnetism: ultrathin films, multilayers and nanostructures. Elsevier, Vol. 1, 2006
- [83] FONER S. Review of magnetometry. Magnetics. IEEE Transactions on. 1981, 17 (6) pp. 3358–3363
- [84] KLEEMANN, W. Magneto-optical Materials. Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials
- [85] FOCK J, BOGART L K, GONZÁLEZ-ALONSO D, ESPESO J I, MIKKEL HANSEN F, VARÓN M, FRANDSEN C, PANKHURST Q. A., On the 'centre of gravity' method for measuring the composition of magnetite/maghemite mixtures, or the stoichiometry of magnetite-maghemite solid solutions, via 57Fe Mössbauer spectroscopy, Journal of Physics D: Applied Physics, 50, 265005
- [86] BOGART L K., BLANCO-ANDUJAR C, PANKHURST Q.A., Environmental oxidative aging of iron oxide nanoparticles featured, Appl. Phys. Lett. 113, 133701 (2018);
- [87] RUGAR D.MAMIN H.J., GUETHNER P., LAMBERT S.E., STERN J.E., MCFADYEN I. et al., Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media. J. Appl. Phys. 1990, 68 (3) pp. 1169–1183
- [88] ASTM A342/A342M-14, Standard Test Methods for Permeability of Weakly Magnetic Materials

- [89] GOMÈS S ASSY A, CHAPUIS P-O, Scanning thermal microscopy: A review, physica status solidi (a), 212, 477-494, 2015
- [90] CZICHOS S. SMITH S., eds. Handbook of Metrology and Testing. 2011
- [91] ASTM E111 -04: 2010, Standard test method for Young's modulus, tangent modulus, and chord modulus
- [92] ASTM E1875-13, Standard test method for dynamic young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by sonic resonance
- [93] ASTM E1876-09, Standard test method for dynamic young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by impulse excitation of vibration
- [94] ASTM E132 -04: 2010, Standard test method for Poisson's ratio at room temperature
- [95] ASTM E143-13, Standard test method for shear modulus at room temperature
- [96] ASTM C1341-13, Standard Test Method for Flexural Properties of Continuous Fibre-Reinforced Advanced Ceramic Composites
- [97] ASTM D882-12, Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting
- [98] ISO 26824:2013, Particle characterization of particulate systems Vocabulary
- [99] ISO/IEC Guide 99, International vocabulary of metrology Basic and general concepts and associated terms (VIM)
- [100] 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 آنالیز تصویری قسمت ۱: روشهای آنالیز تصویری ایستا با استفاده از استاندارد 2014 :1:332- ISO تدوین شدهاست.
- [101] ISO 23210, Stationary source emissions Determination of PM10/PM2,5 mass concentration in flue gas - Measurement at low concentrations by use of impactors

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۲۱۰: سال ۱۳۹۱، انتشارات ذرات از منبع ثابت- تعیین غلظت جرمی ذرات PM10 خروجی از گاز دودکش اندازه گیری در غلظت کم با استفاده از ایمپکتورها با استفاده از استاندارد ISO 23210: 2009 تدوین شدهاست.

[102] ISO 13138, Air quality - Sampling conventions for airborne particle deposition in the human respiratory system

[103] EN 16966:2018, Workplace exposure. Measurement of exposure by inhalation of nanoobjects and their aggregates and agglomerates. Metrics to be used such as number concentration, surface area concentration and mass concentration

- [104] ISO 21432, Non-destructive testing Standard test method for determining residual stresses by neutron diffraction
- [105] ISO 18115-1, Surface chemical analysis Vocabulary Part 1: General terms and terms used in spectroscopy

[106] ISO 11358-1, Plastics - Thermogravimetry (TG) of polymers - Part 1: General principles

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۶۷۶؛ سال ۱۳۹۳، پلاستیک - وزن سنجی-گرمایی (TG) – پلیمرها- قسمت ۱: اصول کلی با استفاده از استاندارد 2014 :ISO 11358 تدوین شدهاست.

[107] ISO 13826, Metallic and other inorganic coatings - Determination of thermal diffusivity of thermally sprayed ceramic coatings by laser flash method

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۴۰۹: سال ۱۳۹۳، پوششهای فلزی و سایر پوششهای معدنی- تعیین نفوذپذیری گرمایی پوششهای سرامیک پاششی گرمایی بوسیله روش تاباندن لیزر با استفاده از استانداردISO 13826: 2013 تدوین شدهاست.

- [108] ISO/TS 12901-2, Nanotechnologies Occupational risk management applied to engineered nanomaterials Part 2: Use of the control banding approach
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۲ –۱۹۸۱۶: سال ۱۳۹۷، فناوری نانو مدیریت ریسک شغلی نانومواد مهندسی شده قسمت ۲: استفاده از رویکرد دستهبندی اقدامات کنترلی با استفاده از استاندارد 2014 :2-ISO/TS I2901 تدوین شده است.
- [109] ISO/TS 22107, Dispersibility of solid particles into a liquid
- [110] ISO 9276-1, Representation of results of particle size analysis Part 1: Graphical representation
- یادآوری استاندارد ملی ایران شماره ۱–۸۲۰۱: سال ۱۳۸۴، ارائه نتایج دانهبندی قسمت اول: نمایش ترسیمی با استفاده از استاندارد ISO 9276-1: 1998 تدوین شدهاست.
- [111] ISO 9276-2, Representation of results of particle size analysis Part 2: Calculation of average particle sizes/diameters and moments from particle size distributions
- [112] ISO 9276-3, Representation of results of particle size analysis Part 3: Adjustment of an experimental curve to a reference model
- **یاد آوری** استاندارد ملی ایران شماره ۳ ۸۲۰۱: سال ۱۳۹۰، نمایش نتایج آنالیز اندازه ذره قسمت ۳ تطبیق منحنی تجربی با مدل مرجع با استفاده از استاندارد 2008 :3- ISO بدوین شده است.
- [113] ISO 9276-4, Representation of results of particle size analysis Part 4: Characterization of a classification process
- [۱۱۳] استاندارد ملی ایران شماره ۴–۸۲۰۱: سال ۱۳۸۴، ارائه نتایج دانهبندی- قسمت ۴: توصیف فرآیند طبقهبندی با استفاده از استاندارد ISO 9276-4: 2001 تدوین شدهاست.
[114] ISO 9276-5, Representation of results of particle size analysis - Part 5: Methods of calculation relating to particle size analyses using logarithmic normal probability distribution

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۵-۱۱۶۱۷: سال ۱۳۸۷، نمایش نتایج آنالیز اندازه ذره- قسمت ۵: روش های محاسبه مربوط به آنالیزهای اندازه ذره که از توزیع احتمال نرمال لگاریتمی استفاده می کنند با استفاده از استاندارد ISO 9276-5: 2005 تدوین شدهاست.

- [115] ISO 9276-6, Representation of results of particle size analysis Part 6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology
- [116] ISO/TR 27628, Workplace atmospheres Ultrafine, nanoparticle and nano-structured aerosols Inhalation exposure characterization and assessment
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۴۸۳: سال ۱۳۹۶، اتمسفرهای محل کار ذرات معلق (آئروسل) بسیار ریز، نانوذرات و نانو ساختار – خصوصیات و ارزیابی مواجهه استنشاق با استفاده از استانداردISO/TR 27628: 2007 تدوین شدهاست.
- [117] ISO/TR 18196, Nanotechnologies Measurement technique matrix for the characterization of nano-objects

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۶۱۱: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو – ماتریس روش اندازه گیری برای مشخصهیابی نانواشیاء با استفاده از استاندارد ISO/TR 18196: 2016 تدوین شدهاست.

[118] ISO 15900, Determination of particle size distribution - Differential electrical mobility analysis for aerosol particles

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۸۳۰: سال ۱۳۸۹، تعیین توزیع اندازه ذره-تحلیل قابلیت حرکت الکتریکی تفاضلی برای ذرات آیروسل با استفاده از استانداردISO 15900: 2009 تدوین شدهاست.

[119] EN ISO 28439, Workplace atmospheres - Characterization of ultrafine aerosols/nano aerosols - Determination of the size distribution and number concentration using differential electrical mobility analysing systems

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۲۹۹: سال ۱۳۹۶، هوای محل کار- ویژگیهای آیروسلهای بسیار- ریز/نانو آیروسلها- تعیین توزیع اندازه و غلظت عددی با استفاده از سامانه تحلیل تحرک الکتریکی تفاضلی با استفاده از استاندارد ISO 28439: 2011 تدوین شدهاست.

[120] ISO 27891, Aerosol particle number concentration - Calibration of condensation particle counters

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۷۲۷: سال ۱۳۹۴، تـراکم تعـداد ذرات آیروسـل- کالیبراسـیون شمارشـگرهای ذرات چگال شده با استفاده از استاندارد ISO 27891: 2015 تدوین شدهاست.

- [121] ISO 13320, Particle size analysis Laser diffraction methods
- [122] ISO 21501-1, Determination of particle size distribution Single particle light interaction methods Part 1: Light scattering aerosol spectrometer

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۲۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۱۰۵: سال ۱۳۸۹، هوای محل کار- ویژگیهای آیروسلهای بسیار- ریز/نانو آیروسلها- تعیین توزیع اندازه و غلظت عددی با استفاده از سامانه تحلیل تحرک الکتریکی تفاضلی با استفاده از استاندارد ISO 21501-1: 2009 تدوین شدهاست.

[123] ISO 21363, Nanotechnologies - Measurements of particle size and shape distributions by transmission electron microscopy

یادآوری – استاندارد ملی ایران، شماره ۲۲۸۹۳: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو – اندازه گیری توزیعهای اندازه و شکل ذرات بهوسیله میکروسکوپی الکترونی عبوری با استفاده از استاندارد ISO 21363: 2020 تدوین شدهاست.

- [124] ISO/TS 10797, Nanotechnologies Characterization of single-wall carbon nanotubes using transmission electron microscopy
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۸۵: سال ۱۳۹۳، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولولههای کربنی تک جداره با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (tem) با استفاده از استاندارد 2012 ISO/TS I0797 تدوین شدهاست.
- [125] ISO 13322-2, Particle size analysis Image analysis methods Part 2: Dynamic image analysis methods

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۲ –۱۰۰۹۹: سال ۱۳۸۶، تجزیه و تحلیل اندازه ذره – روشهای تجزیه و تحلیل تصویری دینامیک با استفاده از استاندارد 2006 ISO 13322-2: تدوین شدهاست.

[126] ISO 29301, Microbeam analysis - Analytical electron microscopy - Methods for calibrating image magnification by using reference materials with periodic structures

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۷۳۹۸: سال ۱۳۹۹، تحلیل میکروباریکه – میکروسکوپی الکترونی تحلیلی – روش های کالیبراسیون بزرگ نمایی تصویر با استفاده از مواد مرجع دارای ساختارهای متناوب با استفاده از استاندارد ISO 29301: 2017 تدوین شده است.

- [127] ISO 19749, Nanotechnologies Measurements of particle size and shape distributions by scanning electron microscopy
- [128] ISO 17200, Nanotechnology Nanoparticles in powder form Characteristics and measurements
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۷۸۵: سال ۱۳۹۴، فناوری نانو- نانوذرات پودری شکل- مشخصهها و اندازه گیریها با استفاده از استاندارد 2013 ISO/TS تدوین شدهاست.
- [129] ISO/TS 21356-1, Nanotechnologies Structural characterization of graphene Part 1: Graphene from powders and dispersions

یاد آوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱ – ۲۳۱۱۱: سال ۱۴۰۰، فناوری نانو – مشخصهیابی ساختاری گرافن – قسمت ۱: گرافن حاصل از پودرها و پراکنهها با استفاده از استاندارد ISO/TS 21356-1: 2021 تدوین شدهاست.

[130] ISO/TS 10798, Nanotechnologies - Charaterization of single-wall carbon nanotubes using scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۲۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۰۹۵: سال ۱۳۹۰، فناوری نانو – تعیین مشخصات نانولولههای کربنی تک جداره با استفاد از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز طیفسنجی پرتو ایکس براساس توزیع انرژی (EDX) با استفاده از استاندارد 2011 ISO DTS 10798 تدوین شدهاست.

[131] ISO 16700, Microbeam analysis - Scanning electron microscopy - Guidelines for calibrating image magnification

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۴۱: سال ۱۳۹۵، تجزیه میکروپرتویی- میکروسکوپ الکترونی روبشی- راهنما بـرای کالیبراسیون بزرگنمایی تصویربا استفاده از استاندارد ISO 16700: 2004 تدوین شدهاست.

- [132] ISO 9277, Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption BET method
- [۱۳۳] استاندارد ملی ایران شماره ۱–۲۲۹۳۸: سال ۱۳۹۹، آزمون غیرمخرب- پراش پرتو ایکس (XRD) از مواد چندبلوری و بیشکل- قسمت ۱: اصول کلی
- [۱۳۴] استاندارد ملی ایران شماره ۲-۲۲۹۳۸: سال ۱۳۹۹، آزمون غیرمخرب- پراش پرتو ایکس (XRD) از مواد چندبلوری و بیشکل-قسمت ۲: روشهای اجرایی
- [135] EN 13925-3:2005, Non-destructive testing X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials – Instruments

[136] ISO 13318-1, Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods - Part 1: General principles and guidelines

- [137] ISO 13318-3, Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods Part 3: Centrifugal X-ray method
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۳ –۱۸۱۴۷: سال ۱۳۹۲، تعیین توزیع اندازه ذره توسط روشهای سانتریفیوژیته نشستی مایع – قسمت ۳ – روش سانتریفیوژ توسط اشعه X با استفاده از استاندارد 2004 :3-ISO 13318 تدوین شدهاست.
- [138] ISO 13318-2, Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods Part 2: Photocentrifuge method
- [139] ISO 21501-2, Determination of particle size distribution Single particle light interaction methods Part 2: Light scattering liquid-borne particle counter

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۰۱۰۵: سال ۱۳۸۶، تعیین توزیع اندازه ذره- اندازه گیری با روشهای مبتنی بر تعامل نوری ذره منفرد- قسمت دوم- شمارشگر ذره مایع با پراکندگی نوری با استفاده از استاندارد 2007 :2-ISO ISO تدوین شدهاست.

[140] ISO 22412, Particle size analysis - Dynamic light scattering (DLS)

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۲۴۷: سال ۱۳۹۶، آنالیز اندازهٔ ذره- پراکندگی نور دینامیک (DLS) با استفاده از استاندارد ISO 22412: 2017 تدوین شدهاست.

[141] ISO 17867, Particle size analysis - Small angle X-ray scattering (SAXS)

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۲۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۲

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۱۳: سال ۱۴۰۰، آنالیز اندازه ذرات- پراکندگی پرتو ایکس زاویه- کوچک (SAXS) با استفاده از استاندارد 2020 :ISO 17867 تدوین شدهاست.

[142] ISO 19430, Particle size analysis - Particle tracking analysis (PTA) method

[143] ISO/TS 21362, Nanotechnologies - Analysis of nano-objects using asymmetrical-flow and centrifugal field-flow fractionation

[144] ISO/TS 19590, Nanotechnologies - Size distribution and concentration of inorganic nanoparticles in aqueous media via single particle inductively coupled plasma mass spectrometry

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۳۲۶: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو- توزیع اندازه و غلظت نانوذرات معدنی در محیط آبی با استفاده از طیفسنجی جرمی پلاسمای جفتشده القایی تکذرهای با استفاده از استاندارد ISO/TS 19590: 2017 تدوین شدهاست.

[145] ISO 11952, Surface chemical analysis - Scanning-probe microscopy - Determination of geometric quantities using SPM: Calibration of measuring systems

یاد آوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۹۲۲: سال ۱۳۹۹، آنالیز شیمیایی سطح - میکروسکوپی پروبی (کاوندی) روبشی (SPM) - تعیین مقادیر هندسی با استفاده از SPM: کالیبراسیون سامانه های اندازه گیر با استفاده از استاندارد ISO 11952: 2019 تدوین شدهاست.

- [146] ISO 11775, Surface chemical analysis Scanning-probe microscopy Determination of cantilever normal spring constants
- [147] ISO 13095, Surface Chemical Analysis Atomic force microscopy Procedure for in situ characterization of AFM probe shank profile used for nanostructure measurement
- [148] ISO 16531, Surface chemical analysis Depth profiling Methods for ion beam alignment and the associated measurement of current or current density for depth profiling in AES and XPS
- [149] ISO 18118, Surface chemical analysis Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy – Guide to the use of experimentally determined relative sensitivity factors for the quantitative analysis of homogeneous materials
- [150] ISO 16242, Surface chemical analysis Recording and reporting data in Auger electron spectroscopy (AES)
- [151] ISO 29081, Surface chemical analysis Auger electron spectroscopy Reporting of methods used for charge control and charge correction
- [152] ISO/TR 14187, Surface chemical analysis Characterization of nanostructured materials

- [153] ISO 15471, Surface chemical analysis Auger electron spectroscopy Description of selected instrumental performance parameters
- [154] ISO 18116, Surface chemical analysis Guidelines for preparation and mounting of specimens for analysis
- [155] ISO 18117, Surface chemical analysis Handling of specimens prior to analysis
- [156] ISO 20341, Surface chemical analysis Secondary-ion mass spectrometry Method for estimating depth resolution parameters with multiple delta-layer reference materials
- [157] ISO 18114, Surface chemical analysis Secondary-ion mass spectrometry Determination of relative sensitivity factors from ion-implanted reference materials
- [158] ISO 23830, Surface chemical analysis Secondary-ion mass spectrometry -Repeatability and constancy of the relative-intensity scale in static secondary-ion mass spectrometry
- [159] ISO 22048, Surface chemical analysis Information format for static secondary-ion mass spectrometry

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۶۶۹: سال ۱۳۹۲، تجزیه شیمیایی سطح – قالب اطلاعات برای طیف سنجی جرمی یون ثانویه استاتیک با استفاده از استاندارد 2004 ISO 22048: تدوین شده است.

- [160] ISO 14706, Surface chemical analysis Determination of surface elemental contamination on silicon wafers by total-reflection X-ray fluorescence (TXRF) spectroscopy
- [161] ISO/TS 18507, Surface chemical analysis Use of Total Reflection X-ray Fluorescence spectroscopy in biological and environmental analysis
- [162] ISO 16243, Surface chemical analysis Recording and reporting data in X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)
- [163] ISO 13424, Surface chemical analysis X-ray photoelectron spectroscopy Reporting of results of thin-film analysis
- [164] ISO 11357-1, Plastics Differential scanning calorimetry (DSC) Part 1: General principles
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۱۸۶: سال ۱۳۹۴، پلاستیک ها- گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) -قسمت ۱: اصول کلی با استفاده از استاندارد 2009 :1-ISO 11357 تدوین شدهاست.
- [165] ISO 11357-7, Plastics Differential scanning calorimetry (DSC) Part 7: Determination of crystallization kinetics
- [166] ISO 10640, Plastics Methodology for assessing polymer photoageing by FTIR and UV/visible spectroscopy

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۴۱۱: سال ۱۳۹۲، پلاستیکها – اصولی برای شناسائی پیرسازی نوری پلیمر به وسیله طیفسنجی FTIR و ماوراء بنفش -مرئی با استفاده از استاندارد ISO 10640: 2011 تدوین شدهاست.

- [167] ISO/TS 14101, Surface characterization of gold nanoparticles for nanomaterial specific toxicity screening: FT-IR method
- [168] ISO 21870, Rubber compounding ingredients Carbon black Determination of hightemperature loss on heating by thermogravimetry
- [169] ISO/TS 11308, Nanotechnologies Characterization of carbon nanotube samples using thermogravimetric analysis
- [170] ISO/TS 10868, Nanotechnologies Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۷۴۳: سال ۱۳۹۱، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانولولههای کربنی تکجداره با استفاده از طیف سنجی جذبی فرابنقش -مرئی- فرو سرخ نزدیک با استفاده از استاندارد ISO/TS 10868: 2011 تدوین شدهاست.

[171] ISO/TS 13278, Nanotechnologies - Determination of elemental impurities in samples of carbon nanotubes using inductively coupled plasma mass spectrometry

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۹۹۳: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو – تعیین ناخالصیهای عنصری در نمونههای نانولولههای کربنی با استفاده از طیفسنجی جرمی پلاسمای جفتشده -القایی با استفاده از استاندارد ISO/TS 13278: 2017 تدوین شده است.

[172] ISO 17294-1, Water quality - Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) - Part 1: General guidelines

یادآوری– استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۴۹۴۵: سال ۱۳۹۱، کیفیت آب- کاربرد طیفسنجی جرمی پلاسـمای جفـتشـده القایی- قسمت۱: راهنماییهای کلی با استفاده از استاندارد ISO 17294-1: 2004 تدوین شدهاست.

[173] ISO 17294-2, Water quality - Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) - Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۲ – ۱۴۹۴۵: سال ۱۳۹۹، کیفیت آب – کاربرد طیف سنج جرمی پلاسمای جفت شدهٔ القایی (ICP-MS) - قسمت ۲: تعیین عناصر انتخاب شده از جمله ایزوتو پ های اورانیم با استفاده از استاندارد ISO 17294-2: 2016 تدوین شده است.

- [174] ISO 11885, Water quality Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۴۸: سال ۱۳۸۷، کیفیت آب- اندازه گیری عناصر انتخاب شده به روش اسپکترومتری نشر نوری با پلاسمای جفت شده القایی با استفاده از استاندارد ISO 11885: 2007 تدوین شدهاست.

- [175] ISO/TS 12025, Nanomaterials Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols
- ی**ادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۱۴۹: سال ۱۳۹۲، فناوری نانو- تعیین کمی رهایش نانوشیء از پودرهای ناشی از تولید هواسلها با استفاده از استاندارد ISO/TS 12025: 2012 تدوین شدهاست.
- [176] ISO 12154, Determination of density by volumetric displacement Skeleton density by gas pycnometry
- [177] ISO 8573-8, Compressed air Part 8: Test methods for solid particle content by mass concentration
- [178] ISO 10808, Nanotechnologies Characterization of nanoparticles in inhalation exposure chambers for inhalation toxicity testing
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۱۱۱: سال ۱۳۹۳، فناوری نانو- تعیین مشخصات نانوذرات در محفظ مهای مواجهه استنشاقی برای آزمون سمیت استنشاقی با استفاده از استاندارد ISO 10808: 2010 تدوین شدهاست.
- 179] ISO 16014-5, Plastics Determination of average molecular weight and molecular weight distribution of polymers using size-exclusion chromatography - Part 5: Lightscattering method

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۵-۱۶۹۷۷: سال ۱۳۹۲، پلاستیکها – تعیین جرم مولکولی متوسط و توزیع جرم مولکولی پلیمرها با استفاده از کروماتوگرافی اندازه -طردی – قسمت ۵ – استفاده از روش آشکار سازی تفرق نور با استفاده از استاندارد 2012 :5-16014 ISO تدوین شدهاست.

- [180] ISO 18747-1, Determination of particle density by sedimentation methods Part 1: Isopycnic interpolation approach
- [181] ISO 18747-2, Determination of particle density by sedimentation methods Part 2: Multi-velocity approach
- [182] ISO 13099-1, Colloidal systems Methods for zeta-potential determination Part 1: Electroacoustic and electrokinetic phenomena
- [183] ISO 13099-2, Colloidal systems Methods for zeta-potential determination Part 2: Optical methods
- [184] ISO 13099-3, Colloidal systems Methods for zeta potential determination Part 3: Acoustic methods
- [185] ISO 24173, Microbeam analysis Guidelines for orientation measurement using electron backscatter diffraction
- [186] ISO 25498, Microbeam analysis Analytical electron microscopy Selected area electron diffraction analysis using a transmission electron microscope

- [187] ISO 13067, Microbeam analysis Electron backscatter diffraction Measurement of average grain size
- [188] ISO/TS 17466, Use of UV-Vis absorption spectroscopy in the characterization of cadmium chalcogenide colloidal quantum dots
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۶۱۲: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو- استفاده از طیفسـنجی جـذب فـرابنفش-مرئـی در مشخصهیابی نقاط کوانتومی کلوییدی کالکوژنیدی کادمیومی با استفاده از استاندارد ISO 17466: 2015 تدوین شدهاست.

[۱۸۹] استاندارد ملی ایران شماره ۶-۹۸۱۹: سال ۱۳۹۱، کمیتها و یکاها- قسمت ۶: الکترومغناطیس

- [190] EN 481:1993, Workplace atmospheres Size fraction definitions for measurement of airborne particles
- [191] EN 15051-1:2013, Workplace exposure Measurement of the dustiness of bulk materials Requirements and choice of test methods
- [192] EN 15051-2:2016, Workplace exposure Measurement of the dustiness of bulk materials - Part 2: Rotating drum method
- [193] EN 15051-3:2013, Workplace exposure. Measurement of the dustiness of bulk materials. Continuous drop method
- [194] ISO 3219-1, Rheology Part 1: Vocabulary and symbols for rotational and oscillatory rheometry
- [195] ISO 3219-2, Rheology Part 2: General principles of rotational and oscillatory rheometry
- [196] ISO 1628-1, Plastics Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers - Part 1: General principles
- [۱۹۶] استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۲۴۹: سال ۱۴۰۰، پلاستیکها- تعیین گرانروی پلیمرهای محلول رقیق با استفاده از گرانرویسنجهای مویینه- قسمت ۱: اصول کلی با استفاده از استاندارد 2009 :ISO 1628-1 تدوین شدهاست.
- [197] ISO 2884-1, Paints and varnishes Determination of viscosity using rotary viscometers
 Part 1: Cone-and-plate viscometer operated at a high rate of shear
- [198] ISO 2884-2, Paints and varnishes Determination of viscosity using rotary viscometers
 Part 2: Disc or ball viscometer operated at a specified speed
- [199] ISO 12058-1, Plastics Determination of viscosity using a falling-ball viscometer -Part 1: Inclined-tube method
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۷۱۳۸: سال ۱۳۹۸، پلاستیکها تعیین گرانروی با استفاده از گرانرویسنج سقوط گوی – قسمت ۱: روش لوله شیبدار با استفاده از استاندارد ISO 12058 -1: 2018 تدوین شدهاست.

- [200] ISO 4575, Plastics Poly(vinyl chloride) pastes Determination of apparent viscosity using the Severs rheometer
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۱۲: سال ۱۳۸۷، پلاستیکها خمیر پلی وینیل کلرید تعیین گرانروی ظاهری با استفاده از ریومتر سیورس با استفاده از استاندارد ISO 4575: 2007 تدوین شدهاست.
- [201] ISO 16790, Plastics Determination of drawing characteristics of thermoplastics in the molten state

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۵۷: سال ۱۳۹۲، پلاستیکها – تعیین مشخصههای کششی مواد گرمانرم در حالت . مذاب با استفاده از استاندارد 2005 ISO 16790 تدوین شدهاست.

- [202] ISO 11443, Plastics Determination of the fluidity of plastics using capillary and slitdie rheometers
- [203] ISO 6721-10, Plastics Determination of dynamic mechanical properties Part 10: Complex shear viscosity using a parallel-plate oscillatory rheometer

[204] ISO 13145, Rubber - Determination of viscosity and stress relaxation using a rotorless sealed shear rheometer

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۲۰۱: سال ۱۳۹۳، لاستیک – تعیین ویسکوزیته و تنش رهایی با استفاده از رئومتر برشی درزبندی شده بی چرخانه با استفاده از استاندارد ISO 13145: 2012 تدوین شدهاست.

[205] ISO/TS 21357, Nanotechnologies – Evaluation of the mean size of nano-objects in liquid dispersions by static multiple light scattering (SMLS)

[206] ISO/TR 13097, Guidelines for the characterization of dispersion stability

[207] ISO 7579, Dyestuffs - Determination of solubility in organic solvents - Gravimetric and photometric methods

یادآوری – استاندارد ملی ایران شماره ۶۰۳۸ سال ۱۳۸۹، مواد رنگزا-تعیین میزان حلالیت در حلالهای آلی-روش وزنی با استفاده از استاندارد ISO 7579: 2009 تدوین شدهاست.

- [208] ISO/TR 13014, Nanotechnologies Guidance on physico-chemical characterization of engineered nanoscale materials for toxicologic assessment
- **یادآوری** استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۲۰۶: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- راهنمای مشخصهیابی فیزیکو-شیمیایی مواد نانو مقیاس مهندسی شده برای ارزیابی توکسیکولوژیک با استفاده از استاندارد ISO/TR 13014: 2012 تدوین شدهاست.
- [209] ISO 14577-1, Metallic materials Instrumented indentation test for hardness and materials parameters Part 1: Test method

[210] ISO 14577-2, Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 2: Verification and calibration of testing machines

یاد آوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۲۶۹۶: سال ۱۳۹۵، مواد فلزی - آزمون سختی و خواص مواد به روش فرورفتگی ابزاری - قسمت ۲ - تصدیق و کالیبراسیون دستگاههای آزمون با استفاده از استاندارد ISO 14577-2: 2015 تدوین شده است.

[211] ISO 14577-3, Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 3: Calibration of reference blocks

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۲۶۹۶: سال ۱۳۹۵، مواد فلزی- آزمون سختی و خواص مواد به روش فرورفتگی ابزاری- قسمت ۳- کالیبراسیون بلوکهای مرجع با استفاده از استاندارد 2015 :ISO 14577 تدوین شدهاست.

[212] ISO 14577-4, Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۴-۱۲۶۹۶: سال ۱۳۹۵، مواد فلزی - آزمون سختی و خواص مواد به روش فرورفتگی ابزاری - قسمت ۴ - روش آزمون پوشش های فلزی و غیرفلزی با استفاده از استاندارد 2016 :4-ISO I4577 تدوین شده است.

[213] ISO/TR 11811, Nanotechnologies - Guidance on methods for nano- and microtribology measurements

یادآوری – استاندارد ملی ایران شـماره ۱۸۰۸۶: سـال ۱۳۹۳، فنـاوری نـانو- راهنمـای روشهـایی بـرای انـدازه گیـری نـانو و میکروتریبولوژی با استفاده از استاندارد ISO/TR 11811: 2012 تدوین شدهاست.