



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۳۰۰

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO
19300

1st. Edition

2015

فناوری نانو - تعیین مشخصات اجزای فرار در
نمونه‌های نانولوله کربنی تک‌جداره با استفاده از
آنالیز گاز خروجی / کروماتوگرافی گازی -
طیف‌سنجی جرمی

**Nanotechnologies—Characterization of volatile
components in single-wall carbon nanotube
samples using evolved gas analysis/gas
chromatography-mass spectrometry**

ICS:07.030

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

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

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردها کالاها صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

" فناوری نانو- تعیین مشخصات اجزای فرار در نمونه‌های نانولوله کربنی تک‌جداره با استفاده از آنالیز گاز خروجی / کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی "

رئیس:

حسینی، حمید
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سمت و/یا نمایندگی

کارشناس آزمایشگاه اداره کل استاندارد استان
کردستان

دبیر:

بطی، فرید
(لیسانس شیمی)

رئیس اداره صادرات و واردات اداره کل استاندارد
استان کردستان

اعضا:

ابراهیمی، بهرام
(دکتری شیمی)

عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی

اسلامی‌پور، الهه
(فوق لیسانس زیست‌شناسی)

کارشناس ستاد ویژه فناوری نانو

جواهری، هومن
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس آزمایشگاه اداره کل استاندارد استان
کردستان

جهان‌نمایی، آرمین
(لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه اداره کل استاندارد استان
کردستان

حسن‌زاده، شهناز
(لیسانس بیولوژی)

رئیس اداره نظارت بر اجرای استاندارد اداره کل
استان کردستان

کارشناس آزمایشگاه جامع علوم پزشکی شهید بهشتی	حسین زاده اقدم، وحید (لیسانس شیمی)
کارشناس دانشگاه آزاد اسلامی واحد سنندج	حسینی، سیده دنیا (لیسانس صنایع)
عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد	مسروری، حسن (دکتری شیمی)
عضو هیئت علمی دانشگاه کردستان	سلیمی، عبدالله (دکتری شیمی)
کارشناس سازمان ملی استاندارد	سیفی، مهوش (فوق لیسانس مدیریت)
عضو هیئت علمی دانشگاه شهید بهشتی	قاسم پور، علیرضا (دکتری شیمی)
عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی	محمدی آذر، سیروان (دکتری شیمی)
کارشناس اداره کل استاندارد استان کردستان	نبوی، فواد (لیسانس رایانه)
عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی	نصری، فریبرز (دکتری شیمی)
معاون ارزیابی انطباق اداره کل استاندارد استان کردستان	یزدانی، ژیلا (فوق لیسانس شیمی فیزیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۳	۵ دستگاه‌ها
۴	۶ آماده‌سازی نمونه
۴	۷ روش‌های اندازه‌گیری برای EGA/MS و EGA/GCMS
۶	۸ آنالیز داده‌ها و تفسیر نتایج
۶	۹ دقت و عدم قطعیت‌ها
۷	۱۰ گزارش آزمون
۸	پیوست الف (اطلاعاتی) مطالعه موردی
۱۴	کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد " فناوری نانو- تعیین مشخصات اجزای فرار در نمونه‌های نانولوله کربنی تک‌جداره با استفاده از آنالیز گاز خروجی/ کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در هفدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۹۳/۱۲/۱۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO/TS 11251:2010, Nanotechnologies - Characterization of volatile components in single-wall carbon nanotube samples using evolved gas analysis/gas chromatography-mass spectrometry

فناوری نانو- تعیین مشخصات اجزای فرار در نمونه‌های نانولوله کربنی تک‌جداره با استفاده از آنالیز گاز خروجی / کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای تعیین مشخصات اجزای فرار موجود در نمونه‌های نانولوله‌های کربنی تک‌جداره (SWCNTs)^۱ با استفاده از آنالیز گاز خروجی / کروماتوگرافی گازی- طیف‌سنجی جرمی (EGA/GCMS)^۲ می‌باشد.

۲ مراجع الزامی

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

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۰۹۸: سال ۱۳۸۸ " فناوری نانو - واژه‌ها، اصطلاحات و تعاریف اصلی "

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف بیان شده در استاندارد ملی ۱۲۰۹۸ اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود.

۱-۳

آنالیز گاز خروجی EGA

روشی است که در آن ماهیت و/ یا مقدار ترکیب (ترکیبات) فرار خارج شده از یک ماده که در معرض یک برنامه دمایی کنترل شده قرار دارد، اندازه‌گیری می‌شود.

یادآوری- روش آنالیز همیشه باید به وضوح بیان شود (به مرجع [۱] در کتابنامه مراجعه کنید).

1-Single-wall carbon nanotubes

2-Evolved gas analysis/gas chromatograph mass spectrometry

آنالیز گاز خروجی / طیفسنجی جرمی^۱ EGA/MS

روشی است که در آن از طیفسنج جرمی برای آنالیز اجزای گازی خارج شده از نمونه به عنوان تابعی از دما استفاده می‌شود.

یادآوری- هرچند گازهای خارج شده در یک دمای خاص به طور همزمان آشکار می‌شوند، شناسایی تک تک اجزای مختلف در یک مخلوط با استفاده از طیفسنجی جرمی به تنهایی ممکن نیست.

آنالیز گاز خروجی / کروماتوگرافی گازی - طیفسنج جرمی EGA/GCMS

روشی است که در آن از ترکیب کروماتوگرافی گازی و طیفسنجی جرمی برای شناسایی ترکیب شیمیایی گاز خارج شده از نمونه، به عنوان تابعی از دما استفاده می‌شود.

یادآوری- گازهای خروجی از طریق کروماتوگراف گازی (GC) به اجزاء جداسازی می‌شوند، تا در طیف سنج جرمی شناسایی شوند.

ترکیبات فرار^۲

ترکیباتی هستند که تحت شرایط دمایی مورد بررسی از نمونه خارج می‌شوند.

۴ اصول آزمون

روش‌های EGA/MS و EGA/GCMS برای تشخیص ناخالصی‌های فرار موجود در نمونه‌های SWCNT استفاده می‌شوند. ترکیبات فرار، با اندازه‌گیری اجزای گازی خارج شده از نمونه‌های حرارت داده شده در کوره یا دیگر وسایل گرمایشی مناسب، از قبیل تجزیه گرمایی در یک دمای پیرولیز برنامه‌ریزی شده^۳ یا وزن سنجی حرارتی (TGA)^۴، توسط طیفسنج جرمی شناسایی می‌شوند. روش EGA/MS برای تعیین محدوده دمایی که در آن خروج ترکیبات فرار اتفاق می‌افتد، استفاده می‌شود. آنالیز EGA/GCMS برای تشخیص هر

1- Evolved gas analysis/mass spectrometry
2- Volatile compounds
3- Programmed temperature pyrolysis
4- Thermogravimetric analysis

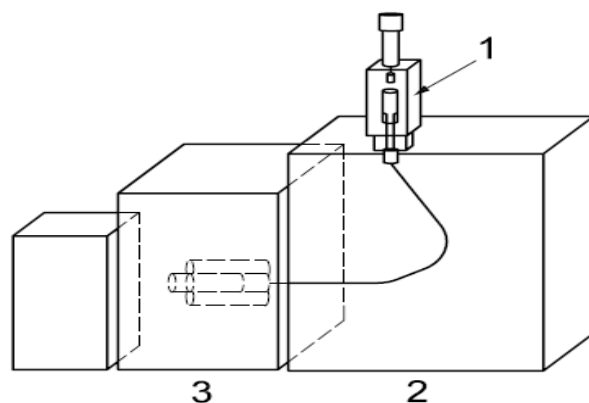
ترکیبی که با استفاده از ستون مویین جداسازی شده است، انجام می‌شود. علاوه بر این می‌توان اطلاعاتی کمی را از کاهش جرم در وزن سنجی حرارتی (TGA) و سطح زیر پیک در روش EGA/MS بدست آورد.

یادآوری- بعضی از جزئیات این روش‌ها در مراجع [۲] تا [۶] در کتابنامه توصیف شده‌اند. روش EGA/GCMS نقش تکمیلی را در TGA به عهده دارد، که در آن نقش اساسی را در اندازه‌گیری کمی جرم اجزاء فرار بازی می‌کند.

۵ دستگاه‌ها

شکل ۱ شمایی از طرح دستگاه EGA/MS را نشان می‌دهد که از کوره، واحد حرارتی بدون ستون جداسازی و واحد MS تشکیل شده است. در EGA/MS گاز خارج شده از کوره توسط لوله مویین بدون فرایند جداسازی، مستقیماً به درون واحد MS هدایت می‌شود.

شکل ۲ شمایی از طرح دستگاه EGA/GCMS را نشان می‌دهد، که از کوره، دستگاه GC با ستون جداسازی و واحد MS تشکیل شده است. در EGA/GCMS همه ترکیبات خارج شده از نمونه، در کوره توسط تله‌های خنک کننده به دام می‌افتد و سپس با حرارت دادن تله به واحد GC هدایت می‌شوند. ترکیبات توسط ستون موجود در واحد GC جدا می‌شوند.



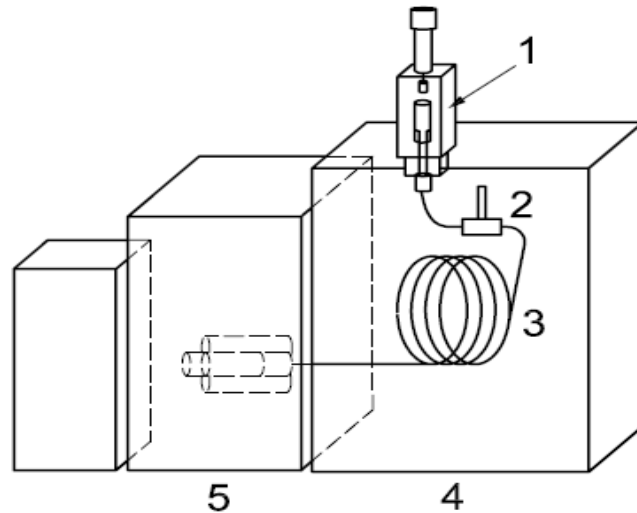
راهنما:

۱- کوره

۲- واحد حرارتی

۳- واحد MS

شکل ۱- شمایی از طرح EGA/MS



راهنما:

۱- کوره

۲- تله خنک کننده

۳- ستون موئین

۴- واحد GC

۵- واحد MS

شکل ۲- شمایی از طرح EGA/GCMS

۶ آماده سازی نمونه

آماده سازی نمونه، از قبیل انحلال و پخش لازم نیست. برای آنالیز کیفی، نمونه را باید همان گونه که هست به EGA/MS یا EGA/GCMS هدایت کنید. به منظور اجتناب از تبخیر هرگونه ترکیب فرار که ممکن است حضور داشته باشد، نمونه‌ها را نباید قبل از آنالیز خشک کنید.

۷ روش‌های اندازه‌گیری برای EGA/MS و EGA/GCMS

۱-۷ کلیات

نمونه SWCNT درون کوره بارگذاری و محدوده دمایی تولید گاز مورد استفاده در اندازه‌گیری EGA/MS را مشخص کنید و با استفاده از EGA/GCMS، هر جزء را در محدوده دمایی تعیین شده شناسایی کنید.

۲-۷ روش اندازه‌گیری با استفاده از EGA/MS

مابین ۰٫۵ mg تا ۲ mg از نمونه SWCNT را با تقریب ۰٫۰۱ mg و با استفاده از ترازوی جرمی کالیبره شده توزین کنید.

نمونه وزن شده، شامل ظرف نمونه استفاده شده برای توزین را درون کوره قرار دهید.

نمونه را تا زمان توقف خروج گاز با سرعت ثابت حرارت دهید. کل یون‌های تشکیل شده از اجزای فرار را اندازه‌گیری کنید. با استفاده از نمودار EGA دمای آغازی و نقطه پایان گازی شدن را تعیین کنید.

طیف MS به دست آمده را با پایگاه داده‌های طیفی MS مقایسه و هر یک از ترکیبات موجود در گونه‌های گازی خروجی را مشخص کنید. برای مقایسه مناسب طیف‌های MS، ولتاژ یونش نمونه باید با ولتاژ یونش طیف‌های پایگاه داده‌های طیفی مطابقت داشته باشد.

اگر طیف اندازه‌گیری شده قابل شناسایی نباشد، روش EGA/GCMS را با استفاده از پایگاه داده‌های طیفی MS مخلوط اجزا، انجام دهید (به بند ۳-۷ مراجعه شود).

پس از اندازه‌گیری EGA/MS نمونه را با تقریب ۰٫۰۱ mg وزن کنید.

یادآوری- سرعت حرارت دادن وابسته به ظرفیت گرمایی نمونه است. به‌طور کلی گستره دمایی $25^{\circ}\text{C}/\text{min}$ - $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ برای EGA/MS استفاده می‌شود.

۳-۷ روش اندازه‌گیری با استفاده از EGA/GCMS

مابین ۰٫۵ mg تا ۲ mg از همان نمونه SWCNT استفاده شده در بند ۲-۷ را با تقریب ۰٫۰۱ mg توزین کنید.

نمونه را درون کوره بارگذاری کنید.

با یک سرعت ثابت نمونه را از دمای کمتر، به یکی از دو حالت نقطه پایان گازسازی یا بالاترین حد مجاز دستگاه حرارت دهید.

طیف MS مشاهده شده را باید با پایگاه داده‌های طیف جرمی مقایسه و هرکدام از ترکیبات اجزای گاز خروجی را مشخص کنید. ولتاژ یونش نمونه باید با ولتاژ یونش طیف‌های استاندارد مطابقت داشته باشد.

آشکار ساز MS باید با استفاده از مواد مرجع کالیبراسیون، کالیبره شده باشد.

یادآوری- سرعت حرارت دادن بستگی به نمونه دارد. به‌طور کلی به منظور کم کردن زمان آنالیز در EGA/GCMS از گستره دمایی $65^{\circ}\text{C}/\text{min}$ - $45^{\circ}\text{C}/\text{min}$ استفاده می‌شود.

۸ آنالیز داده‌ها و تفسیر نتایج

۱-۸ آنالیز کیفی

آنالیز کیفی باید بر اساس اطلاعات طیف استاندارد ترکیبات باشد. اجزای گاز خروجی را باید از مقایسه طیف اندازه‌گیری شده با پایگاه داده‌های طیف جرمی مشخص کنید.

۱-۱-۸ ترکیباتی که نیاز به شناسایی دارند، انتخاب کنید.

۲-۱-۸ طیف زمینه را از طیف MS هدف کم کنید.

۳-۱-۸ از میان پایگاه داده‌های طیفی، طیف مشابه را جستجو کنید.

۴-۱-۸ از میان طیف‌های استاندارد شناسایی شده، اجزای احتمالی موجود در نمونه را انتخاب کنید.

یادآوری ۱- بسیاری از انواع نرم افزار جستجو و پایگاه داده‌های طیف جرمی، به عنوان مثال کتابخانه طیف جرمی NIST/EPA/NIH به همراه برنامه جستجو در دسترس هستند.

یادآوری ۲- با استفاده از این روش، n - هگزان، بنزن و تولوئن در مثال نشان داده شده در پیوست الف و شکل الف-۴ شناسایی می‌شوند.

۲-۸ آنالیز کاهش جرم

اجزای فرار موجود در نمونه‌های SWCNT با استفاده از فرمول زیر اندازه‌گیری می‌شوند

$$P = \frac{W_0 - W_t}{W_0} \times 100$$

که در آن:

P مقدار ناخالصی فرار است که با درصد بیان می‌شود؛

W_0 جرم نمونه بر حسب میلی‌گرم قبل از حرارت دادن؛

W_t جرم نمونه بر حسب میلی‌گرم بعد از حرارت دادن می‌باشند.

یادآوری - معمولاً آنالیز کمی با GC/MS به منحنی‌های کالیبراسیون نیاز دارد که رابطه بین شدت سیگنال و غلظت هر جزء را نشان می‌دهد. آماده کردن نمودار کالیبراسیون برای همه اجزا غیر ممکن می‌باشد، به همین دلیل فقط از آنالیز کاهش جرم در فرایند EGA استفاده می‌شود.

۹ دقت و عدم قطعیت‌ها

معمولاً عدم قطعیت در تعیین مشخصات اجزای فرار برای SWCNTs با آنالیز EGA/GCMS، از موارد زیر به وجود می‌آیند:

۱-۹ نوسان دمایی در آون یا آشکار ساز؛

۲-۹ خارج شدن کالیبراسیون آشکارساز MS یا؛

۳-۹ نوسان در ولتاژ یونش.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۰ ارجاع به این استاندارد ملی؛

۲-۱۰ اجزای شناسایی شده؛

۳-۱۰ کاهش جرم برحسب درصد(./)؛

۴-۱۰ شرایط گرمایشی.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مطالعه موردی

الف-۱ کلیات

مثالی از شرایط تجزیه‌ای متفاوت در بند الف-۲ درج شده است.

الف-۲ پارامترهای اندازه‌گیری

پارامترهای اندازه‌گیری در زیر درج شده است:

الف-۲-۱ EGA/MS

واحد EGA

- ۱- دمای کوره نمونه را برای مدت زمان ۲ دقیقه در دمای 40°C بگذارید.
- ۲- نمونه را با سرعت $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از دمای 40°C تا 750°C حرارت دهید.

GC (آون)

- ستون لوله موئینه غیر فعال شده [قطر داخلی (ID) $2,5\text{ mm} \times 0,15\text{ mm}$]
- دمای ستون 300°C (دمایی که آون GC دارد)
- گاز حامل هلیوم (۹۹,۹۹٪)
- فشار سر ستون 60 KPa
- دمای تزریق 230°C
- روش تزریق تقسیمی ۱:۱۵

MS

- دمای منبع یون 200°C
- دمای حد واسط 300°C
- روش یونش یونش الکترونی
- انرژی یونش 70 eV
- محدوده روبش نسبت جرم به بار m/z ۱۰ تا ۴۰۰
- فاصله زمانی روبش $0,5\text{ s}$

الف-۲-۲ EGA/GCMS

واحد EGA

دمای کوره حرارت دادن نمونه با سرعت $60^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از دمای 150°C تا 600°C

GC (آون)

ستون GS-Gas Pro [2/5 m x 0.15 mm (ID)]

دمای ستون 40°C (۱ دقیقه بگذارید) تا 200°C با سرعت $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، تا دمای

250°C با سرعت $25^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و در 250°C (۲۳ دقیقه بگذارید).

گاز حامل هلیوم (۹۹/۹۹٪)

فشار سر ستون ۶۰ KPa

دمای تزریق 230°C

روش تزریق تقسیمی ۱:۱۵

MS

دمای منبع یون 200°C

دمای حد واسط 260°C

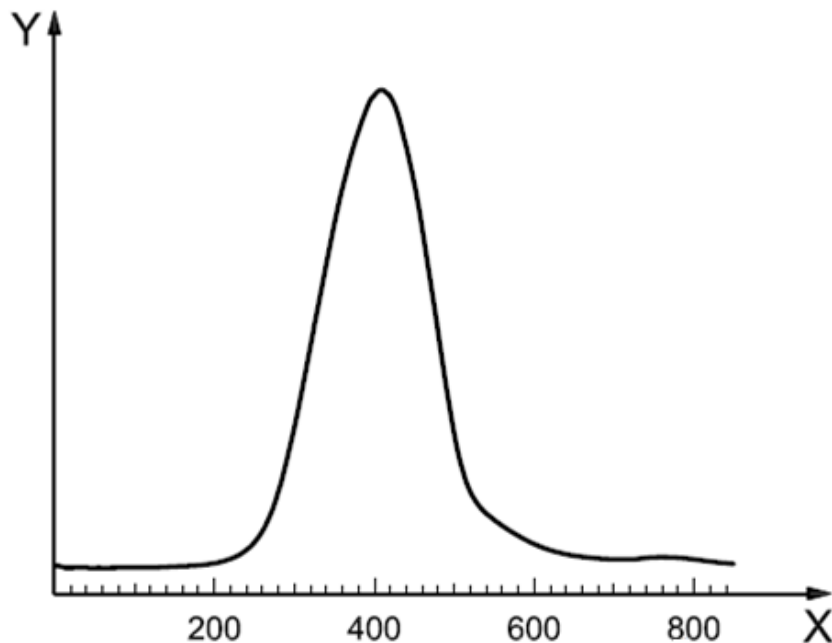
روش یونش یونش الکترونی

انرژی یونش ۷۰ eV

محدوده روبش نسبت جرم به بار m/z ۱۰ تا ۴۰۰

فاصله زمانی روبش ۰٫۵ s

در شکل الف-۱، یک کروماتوگرام EGA از روش EGA/MS نشان داده شده است. برای این نمونه SWCNT، اجزای اصلی خارج شده در محدوده دمایی بین 200°C و 600°C مشاهده می‌شوند. برای کاهش اثرات، m/z (نسبت جرم به بار) آب، اکسیژن و نیتروژن از نمودار گاز خروجی کسر شده است.



راهنما:

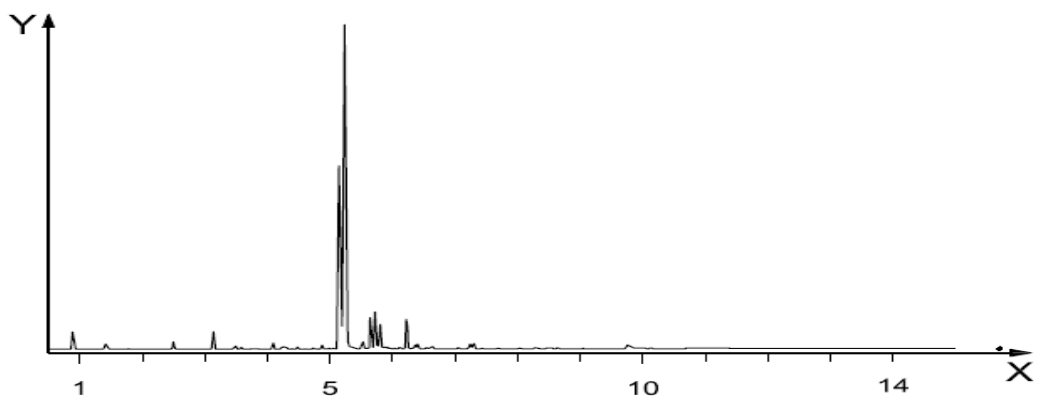
X دما ($^{\circ}\text{C}$)

Y فراوانی

شکل الف-۱ - نمودار گاز خروجی در EGA/MS

بر اساس نتایج نمودار گاز خروجی، آنالیز EGA/GCMS برای شناسایی اجزای فرار انجام شد. کروماتوگرام یونی کل (TIC)^۱ از روش EGA/GCMS در شکل الف-۲ نشان داده شده است. کروماتوگرام بدست آمده از رسم کل جریان الکترونی نشر شده آشکارساز از اجزای تشکیل شده در MS است که به عنوان تابعی از زمان بازداری است.

با آنالیز طیفی پیک‌های طیف MS این کروماتوگرام، شناسایی هر جزء انجام می‌شود. چندین پیک در TIC مشاهده می‌شود. شکل الف-۳ پیک طیف MS را در زمان بازداری حدود ۵ دقیقه نشان می‌دهد.

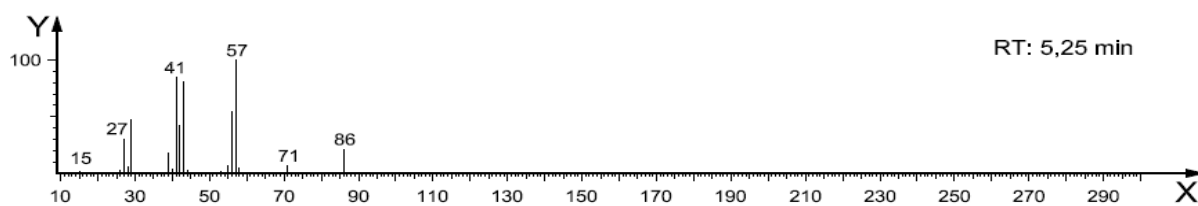


راهنما:

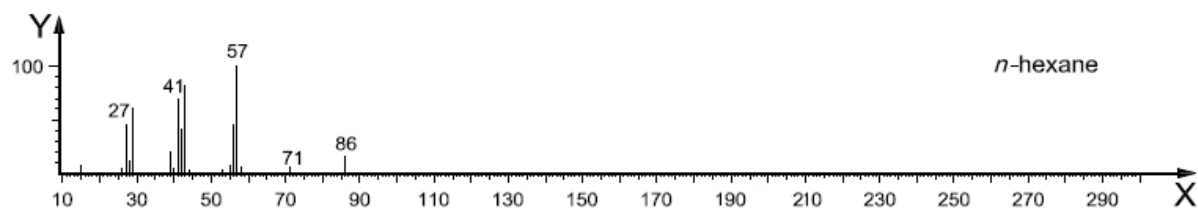
X زمان بازداری (دقیقه)

Y فراوانی

شکل الف-۲ - کروماتوگرام یونی کل EGA/GCMS



الف - پیک طیف MS در زمان بازداری (RT) حدود ۵ دقیقه



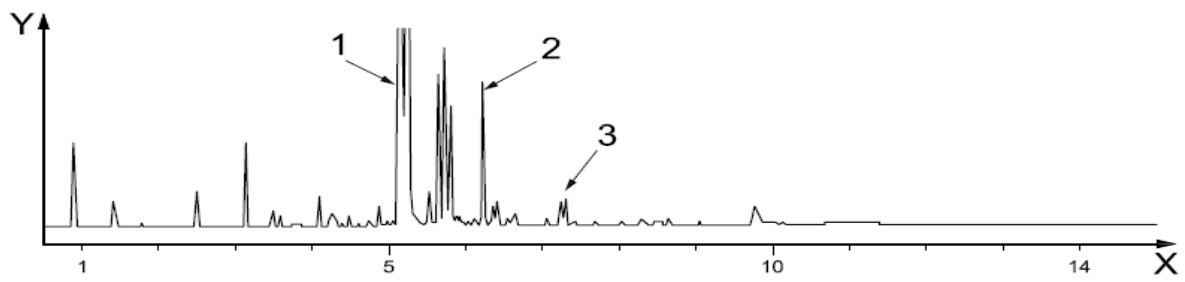
ب- طیف MS n-هگزان از کتابخانه استاندارد

راهنما:

m/z X

Y فراوانی نسبی

شکل الف-۳ - شناسایی طیف MS



راهنما:

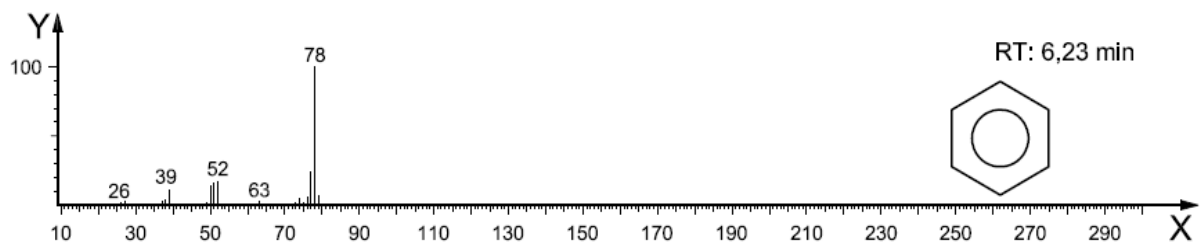
۱- n-هگزان

۲- بنزن

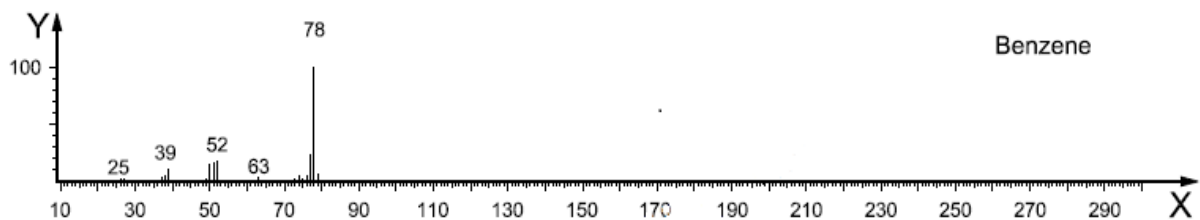
۳- تولوئن

شکل الف-۴ - تخصیص چندین ترکیب به نمونه SWCNT

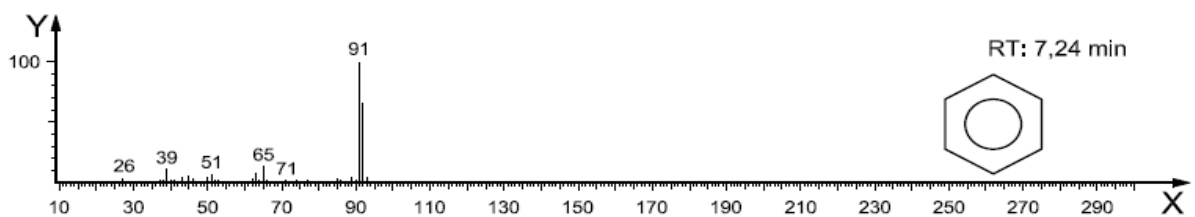
با مقایسه این طیف با طیف مرجع، این ترکیب به عنوان n-هگزان شناسایی شد. با آنالیز طیف MS، پیک‌های دیگر به بنزن و تولوئن نسبت داده شده است، همان‌طور که در شکل الف-۴ نشان داده شده است. کاهش جرم نمونه تقریباً ۰٫۰۵۵ mg از ۱٫۳۲۸ mg جرم کل اولیه بود. این نشان می‌دهد که ۰٫۴٪ از جرم کل نمونه به واسطه ناخالصی‌های فرار از جمله رطوبت موجود در SWCNTs بوده است.



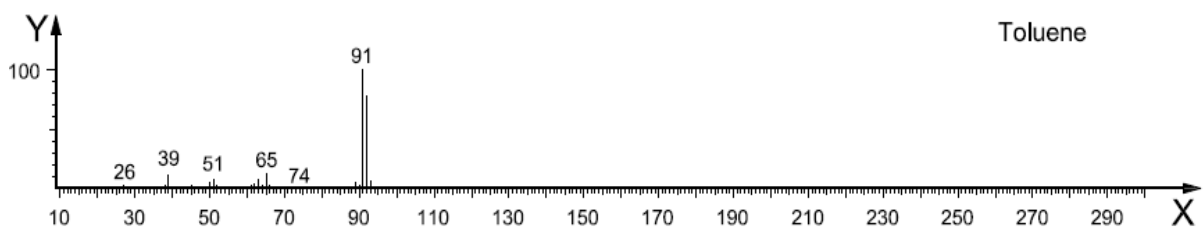
الف- پیک طیف MS با زمان بازداری حدود ۶ دقیقه در شکل الف-۲



ب- طیف MS بنزن از کتابخانه استاندارد



پ- پیک طیف MS با زمان بازداری حدود ۷ دقیقه در شکل الف-۲



ت- طیف MS تولوئن از کتابخانه استاندارد

راهنما:

m/z X

Y فراوانی نسبی

شکل الف-۵ - پیک طیف MS در زمانهای ۶ و ۷ دقیقه در شکل الف-۴ (بالایی) و طیف MS بنزن و تولوئن از

پایگاه داده های طیفی استاندارد (پایینی)

کتابنامه

- [1]IUPAC Compendium of Chemical Terminology 2nd Edition (1997)
- [2]STEVENS, M. P.; *Characterization and Analysis of Polymers by Gas Chromatography*, (Marcel Dekker), New York (1969)
- [3]TSUGE, S.; Structural Characterization of Polymers by Pyrolysis-Gas Chromatography. *Trends Anal. Chem.*, 1981, **1**, pp. 87-90
- [4]TSUGE, S and OHTANI, H.; Structural Characterization of Polymeric Materials by Pyrolysis-GC/MS, *Plym. Degrad. and Stab.*, 1997, **58**, pp. 109-130
- [5]MOLDOVEANU, S. C.; Pyrolysis GC/MS, Present and Future (Recent Past and Present Needs), *J. Microco. Sep.*, 2001, **13**, pp. 102-125
- [6]TSUGE, S and OHTANI, H.; WATANABE, C. and KAWAHARA, Y; Application of a Multifunctional Pyrolyzer for Evolved Gas Analysis and Pyrolysis-GC of Various Synthetic and Natural Materials, *Am. Lab.*, 2003, **35(1)**, pp. 32-37