

---

---

**Nanotechnologies — Directives de  
développement de matériaux d'essai  
représentatifs constitués de nano-  
objets sous forme de poudre sèche**

*Nanotechnologies — Guidance for developing representative test  
materials consisting of nano-objects in dry powder form*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 16195:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-  
f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013)



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/TS 16195:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Exigences de caractérisation physico-chimique des matériaux d'essai représentatifs composés de nano-objets sous forme de poudre sèche</b> .....	<b>2</b>
4.1    Généralités.....	2
4.2    Propriétés et méthodes de mesure.....	2
<b>5</b> <b>Informations relatives au management de la qualité</b> .....	<b>4</b>
<b>6</b> <b>Contenu du rapport de vérification</b> .....	<b>4</b>
6.1    Généralités.....	4
6.2    Description du matériau d'essai représentatif.....	4
6.3    Résultat de mesure.....	4
<b>Annexe A (informative) Rapport de vérification (exemple)</b> .....	<b>6</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>8</b>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 16195:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2, [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

[ISO/TS 16195:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013>

## Introduction

Du fait que de nouveaux nano-objets manufacturés sont développés et qu'ils trouvent un plus large éventail d'applications industrielles, le rôle des essais physico-chimiques, de performances et de sécurité (ici appelés «essais») sur leurs poudres (c'est-à-dire les accumulations sèches non en suspension de ce type d'objet) est devenu plus important que jamais. Toutefois, de nombreuses méthodes d'essai sont encore en cours de développement et leur fiabilité doit être correctement évaluée. Dans la mesure du possible, de nouvelles méthodes de mesure sont validées à l'aide de matériaux de référence certifiés, dont les propriétés sont connues et quantifiées. En l'absence de ces matériaux, il suffit souvent de s'appuyer sur des matériaux de référence non certifiés, avec des valeurs assignées mais non certifiées. Toutefois, dans les domaines du mesurage et d'essai qui évoluent (par exemple ceux de la nanotechnologie), les matériaux de référence même non certifiés sont rares. Dans ces circonstances, les «matériaux d'essai», pour lesquels l'homogénéité et la stabilité d'une ou de plusieurs de leurs propriétés sont évaluées, seraient utiles afin d'améliorer la reproductibilité des méthodes d'essai dans les laboratoires et la comparaison des résultats d'essai obtenus avec différentes méthodes<sup>[9]</sup>. Le présent document spécifie, dans le cas des nano-objets sous forme de poudre sèche, les informations minimales à recueillir et à consigner dans un rapport de vérification afin de qualifier les matériaux de matériaux d'essai représentatifs à l'échelle nanométrique. Ces informations minimales sont les suivantes:

- informations relatives au processus de fabrication;
- informations relatives au management de la qualité du processus de fabrication;
- données issues des mesures physico-chimiques représentant les principales caractéristiques du matériau d'essai représentatif; et
- données sur la stabilité et l'homogénéité des paramètres ci-dessus.

La conformité au présent document, exprimée sous la forme d'un rapport de vérification, assure un niveau d'assurance concernant l'homogénéité, la stabilité et la représentativité statistique du processus de fabrication du matériau d'essai. Cela permettra d'augmenter la probabilité de mesures réalisées avec un matériau d'essai représentatif. Ces mesures pourront être comparables entre laboratoires qu'il s'agisse de mesures de sécurité ou de propriétés, même pour les caractéristiques pour lesquelles les méthodes sont en cours de développement et pour lesquelles l'homogénéité et la stabilité n'ont pas été évaluées de manière quantitative.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/TS 16195:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013>

# Nanotechnologies — Directives de développement de matériaux d'essai représentatifs constitués de nano-objets sous forme de poudre sèche

## 1 Domaine d'application

La présente Spécification technique fournit des recommandations pour le développement de matériaux d'essai représentatifs constitués de nano-objets sous forme de poudre sèche, dans l'objectif d'assurer le développement de méthodes d'essai et d'améliorer la comparaison des données dans le cadre d'applications nanotechnologiques. Ces recommandations portent sur les propriétés physico-chimiques (plus particulièrement la taille et la forme, la surface spécifique, la structure cristalline et la composition chimique globale) à mesurer et consigner avec le matériau d'essai représentatif.

## 2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 9276-1, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 1: Représentation graphique*

ISO/TS 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 1: Termes «cœur»*

Guide ISO 31:2001, *Matériaux de référence — Contenu des certificats et étiquettes*

Guide ISO 35, *Matériaux de référence — Principes généraux et statistiques pour la certification*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO/TS 80004-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

### 3.1

#### matériau d'essai représentatif

##### MER

matériau suffisamment homogène et stable eu égard à une ou plusieurs propriétés spécifiées, et censé être implicitement adapté à son utilisation prévue dans le cadre du développement de méthodes de mesure et d'essai, ciblant des propriétés autres que celles pour lesquelles l'homogénéité et la stabilité ont été démontrées

Note 1 à l'article: Il peut s'agir d'un matériau de référence<sup>[1]</sup> pour d'autres propriétés (c'est-à-dire des propriétés dont l'homogénéité et la stabilité ont été démontrées) et d'un matériau de référence candidat pour la propriété cible.

Note 2 à l'article: Un matériau d'essai représentatif peut être un outil utile au développement inter- ou intra-laboratoires de méthodes d'essai pour lesquelles les matériaux de référence ne peuvent pas (encore) être produits.

### 3.2

#### particule primaire

particule qui n'a pas été formée à partir d'un ensemble de particules plus petites

### 3.3 stabilité

aptitude d'un matériau d'essai représentatif, stocké dans les conditions spécifiées, à conserver une valeur de propriété définie dans les limites spécifiées et pendant une durée établie

[SOURCE: Adapté du Guide ISO 30:1992]

## 4 Exigences de caractérisation physico-chimique des matériaux d'essai représentatifs composés de nano-objets sous forme de poudre sèche

### 4.1 Généralités

Les propriétés physico-chimiques ci-dessous doivent être évaluées afin de décrire les principales caractéristiques du matériau d'essai représentatif composé de nano-objets sous forme de poudre sèche.

### 4.2 Propriétés et méthodes de mesure

#### 4.2.1 Dimension et forme des nano-objets

##### 4.2.1.1 Distribution granulométrique des particules primaires et de leurs agrégats

Une méthode de comptage des particules doit être mise en place pour mesurer la distribution granulométrique des particules primaires et leurs agrégats. La microscopie électronique à transmission (MET) est un exemple de ce type de méthode de mesure. La microscopie électronique à balayage (MEB) peut être utilisée si la résolution MEB est suffisante pour mesurer la taille de particule considérée. Il convient de préciser la méthode ou l'étalon utilisé pour étalonner la méthode de mesure de taille, comme indication de la traçabilité métrologique des données obtenues.

Une question essentielle concerne la préparation de l'échantillon, en particulier la dispersion des particules agglomérées et leur dépôt sur le substrat sans chevauchement. Une dispersion définie doit être suivie et ses détails consignés.

Une autre question essentielle est celle de la représentativité statistique des particules sélectionnées pour l'analyse. Selon la distribution granulométrique et la forme des particules, il peut s'avérer nécessaire de compter un grand nombre de particules pour obtenir une fiabilité statistique suffisante.

En règle générale, deux types différents de distribution granulométrique sont déterminés. La taille des particules primaires est déterminée à partir de particules primaires libres et par le mesurage des particules primaires composant des agglomérats et des agrégats. Les types de distribution granulométrique doivent être consignés. La distribution granulométrique obtenue doit être reportée dans un tableau et/ou à l'aide d'une représentation graphique (histogrammes, distributions densimétriques ou distributions cumulatives) conformément à l'ISO 9276-1.

NOTE Il est recommandé d'utiliser l'ISO 13322-1 en tant que guide exhaustif pour l'analyse d'image.<sup>[2]</sup> Elle donne également des informations relatives au nombre de particules à mesurer.

##### 4.2.1.2 Taille représentative des particules primaires et de leurs agrégats

La taille représentative des particules primaires et de leurs agrégats sera déduite de la distribution granulométrique (4.2.1.1). Elle peut, par exemple, être consignée comme un écart moyen ou un écart-type, et/ou 10<sup>e</sup>, 50<sup>e</sup> et 90<sup>e</sup> pourcentile de la distribution granulométrique cumulative.

NOTE Il convient d'utiliser l'ISO 9276-2 et l'ISO 9276-3 pour l'expression de la taille représentative.<sup>[3][4]</sup>

#### 4.2.1.3 Forme des particules primaires et de leurs agrégats

La forme des particules primaires et de leurs agrégats doit être déduite des techniques d'imagerie (MET, MEB ou microscopie à force atomique (MFA)). Une brève description qualitative doit être réalisée en utilisant un vocabulaire clairement défini ou largement répandu.

NOTE 1 Il convient d'accorder une attention particulière sur le fait que la microscopie électronique à transmission (MET) donne des images 2D des nano-objets, et que la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie à force atomique (MFA) fournissent la forme de la surface des nano-objets. L'acquisition d'image à l'aide de la microscopie à force atomique requiert une attention particulière, la géométrie de pointe pouvant générer une ambiguïté significative quant à la forme de particule.

NOTE 2 Des exemples de description sont: sphérique, sphéroïdale, polygonale, ellipsoïdale, agrégats sphériques, agrégats fractaux. Certaines recommandations utiles sont données dans l'ISO 3252 et l'ISO/TS 80004-3.[5][6] Une description quantitative plus détaillée peut être réalisée à l'aide des facteurs de forme définis, par exemple, dans l'ISO 9276-6.[7]

#### 4.2.1.4 Photomicrographies montrant des particules primaires représentatives et leurs agrégats

Les images MET, MEB ou MFA qui illustrent les particules primaires et leurs agrégats doivent être acquises. Pour garantir la représentativité, plusieurs photomicrographies de l'échantillon pour afficher la taille et la forme des différents nano-objets sont à prendre. L'identification des échantillons et l'échelle de grossissement doivent également être mentionnées. Il convient également de préciser les paramètres de mesurage de l'instrument et la méthode de préparation s'ils sont différents de ceux utilisés en 4.2.1.1.

#### 4.2.2 Surface spécifique

La surface spécifique du matériau d'essai représentatif doit être déterminée, par exemple, par absorption de gaz à l'aide de la méthode BET comme indiqué dans l'ISO 9277.[11]

#### 4.2.3 Composition chimique du matériau massif

La composition chimique du matériau massif d'essai représentatif doit être mesurée. Selon la nature du matériau, toutes les méthodes adaptées (par exemple la titrimétrie, la gravimétrie, la spectrométrie de fluorescence X, la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif, la spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif ou la spectrométrie d'absorption atomique, par exemple) peuvent être utilisées. Les résultats doivent être fournis avec la déclaration de traçabilité métrologique, le cas échéant.

#### 4.2.4 Structure cristalline

La structure des nano-objets composant le matériau d'essai représentatif doit être caractérisée. S'il s'agit de nano-objets cristallins, la phase cristalline (rutile et anatase du dioxyde de titane) doit être identifiée par diffraction de rayons X. Si les nano-objets ne sont pas cristallins (c'est-à-dire « amorphes »), cela doit être mentionné.

#### 4.2.5 Évaluation de la stabilité

La stabilité des propriétés physico-chimiques spécifiées en 4.2.1.2, 4.2.2 et 4.2.3 doit être évaluée conformément à le Guide ISO 35 par plusieurs mesurages réalisés dans le cadre d'études de stabilité classiques ou isochrones.[8] Lors des mesures, et selon le matériau, l'influence de la température, de l'humidité et/ou du rayonnement électromagnétique ambiants, ainsi que l'influence des vibrations, sont étudiées. Il convient d'en déduire un environnement de stockage tolérable. Il convient de fournir les matériaux représentatifs décrits dans le présent document dans un conditionnement approprié (bouteilles, fioles ou éprouvettes, par exemple) afin de limiter les éventuelles variations de conditions ambiantes qui influencent les propriétés physico-chimiques.