

---

---

**Нанотехнологии. Руководство по  
разработке представительных  
образцов на основе нанобъектов в  
форме сухого порошка**

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

iTeh STANDARDS REVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 16195:2013

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

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO/TS 16195:2013(R)

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>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2013

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office

Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 734 09 47

E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)

Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

|  |    |
|--|----|
| Предисловие.....   | iv |
| Введение .....   | v  |
| 1 Область применения.....  | 1  |
| 2 Нормативные ссылки .....   | 1  |
| 3 Термины и определения.....   | 1  |
| 4 Конкретные требования к определению физических и химических свойств<br>(характеризации) представительных образцов, представляющих собой<br>нанообъекты в форме сухого порошка..... | 2  |
| 4.1 Общие положения .....  | 2  |
| 4.2 Свойства и методы их измерений.....  | 2  |
| 5 Информация, относящаяся к менеджменту качества.....  | 4  |
| 6 Содержание отчета по верификации .....   | 4  |
| 6.1 Общие положения .....  | 4  |
| 6.2 Описание представительного образца .....   | 4  |
| 6.3 Результат измерений .....  | 4  |
| Приложение А (информативное) Отчет о верификации (пример).....   | 6  |
| Библиография .....   | 8  |

[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>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC Directives, Part 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC Directives, Part 2. [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives).

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлениях о патентном праве. [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents).

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

За данный документ несет ответственность Технический комитет, ISO/TC 229, *Нанотехнологии*. [www.iso-16195-2013](http://www.iso.org/iso-16195-2013)

## Введение

По мере разработки новых искусственных нанообъектов и нахождения все более широкого диапазона промышленного применения, более важным, чем когда-либо, становится роль физических и химических, эксплуатационных испытаний и испытаний на безопасность (далее “испытаний”) порошков, полученных из этих объектов (т.е. сухих не находящихся во взвешенном состоянии скопления таких объектов). В то же время в разработке находится множество методов испытаний и должны быть правильно оценены по повторяемости. Там где возможно, выполняют валидацию новых методов измерений, используя аттестованные стандартные образцы, обладающие известными и количественно оцененными свойствами. В отсутствие аттестованных стандартных образцов приходится опираться на неаттестованные стандартные образцы, значения свойств которых приписаны, но не аттестованы. В то же время в развивающихся областях измерений и испытаний, таких как нанотехнологии, даже неаттестованные стандартные образцы немногочисленны. В таких случаях для улучшения воспроизводимости методов испытаний в испытательных лабораториях и сопоставимости результатов испытаний от разных методов испытаний [9] помогает применение “испытательных материалов”, оцененных по однородности и стабильности одного или нескольких показателей. Данный документ устанавливает, что для сухих порошков нанообъектов может быть собран следующий минимальный объем информации и представлен в отчете о верификации, чтобы квалифицировать материал как образец для испытаний, являющийся представительным в наномасштабе:

- данные о процессе производства;
- данные по менеджменту качества процесса производства;
- данные физических и химических измерений, представляющих основные характеристики представительного образца; и
- данные о стабильности и однородности вышеуказанных параметров.

Соответствие данному документу, выраженное в форме отчета по верификации, обеспечит уровень гарантии, что представительный образец является однородным, статистически репрезентативным для производственного процесса, и обладает стабильностью. Это увеличит вероятность того, что измерения, предпринятые на представительном образце, будь то измерения по безопасности или измерения функций, являются сопоставимыми по испытательным лабораториям, даже для свойств, для которых методы находятся в стадии разработки и для которых однородность и стабильность еще не оценены количественно.



# Нанотехнологии. Руководство по разработке представительных образцов на основе нанобъектов в форме сухого порошка

## 1 Область применения

Настоящие Технические условия обеспечивают руководство по разработке представительных образцов на основе нанобъектов в форме сухого порошка, чтобы способствовать разработке метода испытания и улучшению сопоставимости данных для применения нанотехнологий. Это руководство включает физико-химические свойства (особенно размер и форму, удельную площадь поверхности, кристаллическую структуру и общий химический состав), которые требуется измерить и сообщить для представительного образца.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем документе даются нормативные ссылки на следующие документы либо их части, которые обязательны для его применения. Для датированных документов, допускаются к использованию только указанное издание. Для недатированных документов - последнее издание указанного документа (включая любые изменения).

ISO 9276-1, *Представление результатов анализа размеров частиц. Часть 1. Графическое представление* [is.iteh.ai/catalog/standards/sist/d93478ea-aab4-4c3d-9e6f-f3bb7464cb8b/iso-ts-16195-2013](https://www.iso.org/obp/ui/#iso:ts:16195:2013)

ISO/TS 80004-1:2010, *Нанотехнологии. Словарь. Часть 1. Основные термины*

ISO Guide 31, *Стандартные образцы. Содержание сертификатов, этикеток и других документов*

ISO Guide 35, *Стандартные образцы. Общие и статистические принципы аттестации*

## 3 Термины и определения

В данном документе используются термины и определения, приведенные в ISO/TS 80004-1:2010, а также следующие.

### 3.1

**представительный образец**

**representative test material**

**ПО**

**RTM**

материал, достаточно однородный и стабильный в отношении одного или нескольких установленных свойств, и потенциально подходящий для своего назначения в разработке методов испытаний (измерений) других показателей, для которых уже продемонстрирована однородность и стабильность

Примечание 1 к статье: ПО может представлять собой стандартный образец [1] в отношении других свойств (т.е. свойств, для которых продемонстрированы однородность и стабильность) и потенциальный стандартный образец в отношении конкретного целевого свойства.

Примечание 2 к статье: ПО может оказаться полезным инструментом для межлабораторных и внутрилабораторных разработок методов испытаний, для которых стандартные образцы (пока) невозможно изготовить.

### 3.2

**первичная частица**

**primary particle**

частица, сформированная отличным от скопления более мелких частиц образом

### 3.3

**стабильность**

**stability**

способность представительного образца при хранении в заданных условиях поддерживать значение установленного свойства в заданных пределах в течение заданного периода времени

[ИСТОЧНИК: ISO Guide 30:1992]

## 4 Конкретные требования к определению физических и химических свойств (характеризации) представительных образцов, представляющих собой нанообъекты в форме сухого порошка

### 4.1 Общие положения

Следующие физические и химические свойства должны оцениваться, чтобы представлять основные особенности представительного образца, представляющего собой нанообъекты в форме сухого порошка.

### 4.2 Свойства и методы их измерений

#### 4.2.1 Размер и форма нанообъектов

##### 4.2.1.1 Распределение первичных частиц и их агрегатов по размерам

Для определения распределения частиц и их агрегатов по размерам, должен применяться метод, основанный на подсчете частиц. Примером такого метода является метод с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ = TEM). Сканирующую электронную микроскопию (СЭМ = SEM) можно использовать в том случае, если ее чувствительности достаточно для измерения размера рассматриваемых частиц. Метод с применением калибрующего вещества, используемый для калибровки метода определения размеров, следует установить в качестве индикатора метрологической прослеживаемости полученных данных.

Одной из критических проблем является подготовка пробы, в частности, диспергирование агломерированных частиц и нанесение их на определенную поверхность без наложения частиц друг на друга. Необходимо следовать определенной процедуре диспергирования и указать в протоколе подробности.

Другой критической проблемой является статистическая репрезентативность частиц, выбранных для анализа. В зависимости от ширины распределения по размерам и от формы частиц, может потребоваться сосчитать большое число частиц, чтобы получить достаточную статистическую надежность.

Обычно будут определяться два различных типа распределения частиц по размерам. Размер первичных частиц, определенный по свободным первичным частицам и посредством измерения этих первичных частиц в составе агломератов и агрегатов. Типы распределения частиц по размерам необходимо указывать. Результирующий тип распределения частиц по размерам необходимо указать в таблице и/или в графической форме (гистограммы, вероятностные распределения или интегральная функция распределения) согласно ISO 9276-1.

ПРИМЕЧАНИЕ Рекомендуется использовать ISO 13322-1 как полноценное руководство по анализу



изображений<sup>[2]</sup>. В этом документе также имеются данные о ряде частиц, которые предполагается измерять.

#### 4.2.1.2 Представительный размер первичных частиц и их агрегатов

Представительный размер первичных частиц и их агрегатов должен выводиться из распределения по размерам (4.2.1.1). Он должен указываться, например, как среднее и как стандартное отклонение, и/или как 10-я, 50-я и 90-я процентиля интегральной функции распределения по размерам.

ISO 9276-2 и ISO 9276-3 следует использовать для выражения представительного размера.<sup>[3],[4]</sup>

#### 4.2.1.3 Форма первичных частиц и их агрегатов

Форма первичных частиц и их агрегатов должна выводиться методами воспроизведения изображений, например, ТЭМ, СЭМ, АСМ (атомно-силовая микроскопия, AFM). Краткое описание качественных характеристик следует делать с использованием четко определенного или широко известного словаря.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Следует обратить внимание на то, что ТЭМ дает изображения нанообъектов, спроектированные в 2D, а СЭМ и АСМ дает поверхностную форму нанообъектов. Получение изображений с помощью АСМ требует особого внимания, поскольку геометрия края частицы может привести к значительной неопределенности в отношении формы частицы.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Примеры описания: сферические, сфероидные, многоугольные, эллипсоидные, сферические агрегаты, фрактальные агрегаты. Полезное руководство приведено в ISO 3252 и ISO/TS 80004-3,<sup>[5], [6]</sup>. Более подробное количественное описание можно выполнить, используя коэффициенты формы, определенные, например, в ISO 9276-6.<sup>[7]</sup>

#### 4.2.1.4 Микрофотографии с изображениями представительных первичных частиц и их агрегатов.

Необходимо получить микрофотографии ТЭМ, СЭМ и АСМ с изображениями представительных первичных частиц и их агрегатов. Чтобы обеспечить представительность, снимают несколько микрофотографий образца, чтобы показать размер и форму различных нанообъектов. Также должны быть представлены идентификация пробы и масштаб увеличения. Установочные параметры приборов и метод подготовки необходимо указывать, если они отличаются от описанных в 4.2.1.1.

#### 4.2.2 Удельная площадь поверхности

Необходимо определить удельную площадь поверхности представительного образца, например, методом БЭТ (ВЕТ) с применением газовой адсорбции, описанный в ISO 9277.<sup>[11]</sup>

#### 4.2.3 Общий химический состав

Необходимо измерить общий химический состав представительного образца. В зависимости от материала можно использовать любой подходящий метод(ы) (например, титриметрию, гравиметрию, рентгеновскую флуоресцентную спектрометрию, масс-спектрометрию с индуктивно связанной плазмой или атомно-эмиссионную спектрометрию с индуктивно связанной плазмой). Там где необходимо, результаты должны быть представлены с заявлением о метрологической прослеживаемости.

#### 4.2.4 Кристаллическая структура

Необходимо охарактеризовать структуру нанообъектов, составляющих представительный образец. В случае кристаллической структуры нанообъектов, кристаллическая фаза (например, рутиловая и анатазовая модификации диоксида титана) должна быть идентифицирована методом рентгеновской дифракции. В том случае, когда нанообъекты являются не кристаллическими (т.е. "аморфными"), это необходимо указать.

#### 4.2.5 Оценивание стабильности

Стабильность физических и химических свойств, установленных в 4.2.1.2, 4.2.2 и 4.2.3, должна

оцениваться согласно ISO Guide 35 посредством ряда измерений, описанных в классических или периодических исследованиях стабильности.<sup>[9]</sup> В ходе измерений и в зависимости от материала изучают влияние температуры окружающей среды, влажности и/или электромагнитного излучения, а также влияние вибрации и вырабатывают толерантные условия окружающей среды для хранения такого материала. Представительные образцы, описанные в данном документе, следует поставлять в соответствующей упаковке (например, в склянках, ампулах или в форме образцов для испытания), чтобы минимизировать возможность изменения влияния условий окружающей среды на физические и химические свойства материала.

#### 4.2.6 Оценивание однородности

Однородность физических и химических свойств, установленных в 4.2.1.2, 4.2.2 и 4.2.3, должна оцениваться от упаковки к упаковке (например, склянок, ампул или образцов для испытания) согласно ISO Guide 35. Следует также оценить, если необходимо, однородность в каждой отдельной упаковке ("однородность внутри упаковки" по ISO Guide 35).

ПРИМЕЧАНИЕ Как руководство по отбору проб можно использовать ISO 14488.<sup>[10]</sup>

### 5 Информация, относящаяся к менеджменту качества

Информация о технологии производства представительных образцов и уровне контроля качества требуется в поддержку заявлений об однородности и репрезентативности представительных образцов. Документ, декларирующий соответствие требованиям к менеджменту контроля качества процесса производства, техническое описание системы менеджмента, описание менеджмента измерительной системы и запись о внедрении менеджмента, может быть включен как справочная ссылка. Система менеджмента качества должна соответствовать ISO 9001 или равноценному стандарту.<sup>[12]</sup>

### 6 Содержание отчета по верификации

#### 6.1 Общие положения

Необходимо отразить в отчете следующие пункты. Заголовки отчета должны быть подготовлены в соответствии с главой 5 ISO Guide 31:2000.

#### 6.2 Описание представительного образца

- a) Процесс изготовления необработанных нанообъектов, используемых для приготовления представительного образца. Краткое описание, устанавливающее метод изготовления и/или оборудование, должно даваться, например, как "Углеродная нанотрубка, изготовленная методом CVD" и "Диоксид титана, изготовленный методом с применением серной кислоты". Процессы обработки после изготовления, которые могут повлиять на физические и химические свойства, также должны быть описаны (например, очистка с использованием кислот и щелочей, термическое окисление или интенсивное измельчение).
- b) Покрытие поверхности. Если поверхность частиц представительного образца имеет покрытие или модификацию какими-либо другими веществами, информация о поверхности (например, материалы и толщина покрытия) должны быть указаны.
- c) Примеси и добавки в материал представительного образца. Примеси и добавки, такие как металлические катализаторы и стабилизаторы, должны быть идентифицированы и определены количественно в общем заявлении (например, 99,2 % чистоты, или перечисление примесей, имеющих значимую массовую долю, включая ссылку на метод(ы), используемые для количественного анализа примесей).

#### 6.3 Результат измерений

Отчет по верификации должен содержать следующие пункты в отношении условий измерения и