
**Nanotechnologies — Nanoparticules
sous forme de poudre —
Caractéristiques et mesures**

*Nanotechnology — Nanoparticles in powder form — Characteristics
and measurements*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 17200:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 17200:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013>



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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|----|
| Avant-propos..... | iv |
| Introduction..... | v |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes, définitions et abréviations | 1 |
| 4 Caractéristiques fondamentales avec les méthodes de mesure correspondantes | 2 |
| 5 Préparation des échantillons | 2 |
| 6 Méthodes de mesure | 3 |
| 6.1 Composition chimique..... | 3 |
| 6.2 Aire massique (surface spécifique) par la méthode BET..... | 4 |
| 6.3 Structure cristalline par la méthode XDR..... | 4 |
| 6.4 Taille moyenne des cristallites par la méthode DRX (formule de Scherrer)..... | 4 |
| 6.5 Moyenne et écart-type des tailles de particule primaire mesurées par la méthode MET..... | 4 |
| 7 Rapport d'essai | 4 |
| Annexe A (informative) Applicabilité de la présente Spécification technique | 6 |
| Bibliographie | 7 |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 17200:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013>

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.

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.

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 17200:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013>

Introduction

Comme cela est souvent le cas pour toutes les technologies concernées par le développement de nouveaux matériaux, et pour la nanotechnologie en particulier, le partage des informations relatives aux caractéristiques du matériau par les vendeurs et les acheteurs, et parfois même par les organismes de réglementation, est important et est facilité par le développement de spécifications appropriées du matériau. Pour assurer un échange complet et détaillé des informations, il est essentiel de se mettre d'accord sur la description des caractéristiques du matériau. Toutefois, de nombreuses caractéristiques des nanomatériaux ne peuvent pas être déterminées par des méthodes de mesure courantes et largement validées. Cela peut être à l'origine d'incohérence dans les résultats expérimentaux et semer la confusion dans les échanges commerciaux et le transfert de technologie. De plus, la découverte rapide de nouveaux matériaux issus de la nanotechnologie augmente le nombre de caractéristiques à spécifier pour une diffusion appropriée des informations.

Afin de répondre à ce besoin, une composition systématique de caractéristiques a été déterminée pour les différents domaines d'application spécifiques à chaque nano-objet, basée sur l'identification d'une liste de caractéristiques fondamentales communément utilisées dans ces circonstances et de développer une Spécification technique sur mesure pour cette liste, comme dans l'ISO/TS 11931 et l'ISO/TS 11937.

Une autre démarche, dont a fait l'objet l'ISO/TS 12805, a mené au développement d'une liste de caractéristiques appropriées pour la caractérisation des nano-objets, et qui soient utiles à la majorité des utilisateurs d'informations sur les nano-objets.

Pour augmenter les chances de réussite, les membres de l'ISO TC 229 ont abordé et planifié le développement systématique d'une Spécification technique ISO visant à définir une liste de caractéristiques de base largement applicables à un large éventail de nano-objets. Cette Spécification technique a pour objet de définir une liste de caractéristiques de base et universelles pour les nanoparticules sous forme de poudre, et qui couvre un large éventail de nano-objets.

Afin de permettre aux vendeurs, acheteurs et organismes de réglementation de mieux se comprendre, la présente Spécification technique utilise la composition chimique, la structure cristalline, la granulométrie et l'aire massique (surface spécifique) comme mesures de base pour caractériser les nano-objets d'un point de vue chimique, physique et surfacique. Ces mesures présentent en effet un intérêt significatif pour les utilisateurs des nano-objets. Toutefois, les procédures de mesurage utilisées pour déterminer les caractéristiques des nano-objets s'appuyant souvent sur des hypothèses idéales différentes, les caractéristiques obtenues pour des nano-objets de mêmes noms peuvent ne pas garantir l'équivalence des résultats mesurés. Ce problème peut être résolu en adoptant des méthodes de mesure reconnues qui peuvent fournir des résultats fiables.

Les méthodes de mesure adoptées dans la présente Spécification technique sont bien connues du secteur industriel. Les instruments de mesure utilisés et les logiciels de traitement de données sont bien développés et donnent des résultats de mesure fiables lorsqu'ils sont utilisés sous un système de qualité éprouvé.

Dans la présente Spécification technique, la description des méthodes de mesure se limite aux recommandations additionnelles et importantes. Pour obtenir des informations de base relatives à l'application des méthodes, les guides d'utilisation sont censées accompagner les instruments, les logiciels de traitement de données appropriés doivent être disponibles et l'analyse doit être menée par des compétences techniques appropriées. Les méthodes sont applicables lorsque les procédures sont sous-traitées à des laboratoires d'essai indépendants. Quand les critères quantitatifs concernant les caractéristiques dépendent d'intentions spécifiques d'utilisateurs, ils ne sont pas décrits dans la présente Spécification technique. Ces critères font l'objet d'un accord entre les utilisateurs de la présente Spécification technique, à savoir les vendeurs, acheteurs et organismes de réglementation des nanoparticules sous forme de poudre.

La nanotechnologie est un domaine à la croissance et l'évolution rapides. Il convient que les utilisateurs de la présente Spécification technique demeurent familiers avec l'environnement législatif et les derniers développements en matière de santé et de sécurité humaine et environnementale concernant la nanotechnologie.

Si le vendeur ou l'acheteur souhaite évaluer les risques liés à l'environnement, la sécurité ou la santé du matériau, il peut se référer à l'ISO/TR 12885:2008 pour plus d'informations. L'élaboration de la présente Spécification technique repose sur l'hypothèse selon laquelle la mise en application de ses dispositions est confiée à des personnes suffisamment qualifiées et expérimentées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 17200:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013>

Nanotechnologies — Nanoparticules sous forme de poudre — Caractéristiques et mesures

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique dresse la liste des caractéristiques fondamentales communément déterminées pour les nanoparticules sous forme de poudre. Elle spécifie les méthodes de mesure spécifiques pour chacune de ces caractéristiques.

La présente Spécification technique ne spécifie pas de critères quantitatifs acceptables pour les caractéristiques, car elles font l'objet d'un accord entre les vendeurs, les acheteurs et les organismes de réglementation.

Sont exclues de la présente Spécification technique les caractéristiques ayant spécialement trait aux questions de santé, de sécurité et d'environnement, ainsi que les caractéristiques liées aux applications spécifiques des nanoparticules sous forme de poudre.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 9277:2010, *Détermination de l'aire massique (surface spécifique) des solides par adsorption de gaz — Méthode BET*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013>

ISO 13322-1, *Analyse granulométrique — Méthodes par analyse d'images — Partie 1: Méthodes par analyse d'images statiques*

ISO 14488, *Matériaux particulaires — Échantillonnage et division des échantillons pour la caractérisation des propriétés particulières*

ISO/TS 27687, *Nanotechnologies — Terminologie et définitions relatives aux nano-objets — Nanoparticule, nanofibre et nanofeuillet*

3 Termes, définitions et abréviations

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO/TS 27687, ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 microscopie électronique à transmission

MET

méthode produisant des images agrandies ou des profils de diffraction de l'éprouvette en faisant passer à travers l'éprouvette un faisceau d'électrons qui interagit avec lui

[SOURCE: ISO 29301:2010, définition 3.37]

3.2 diffraction des rayons X

DRX

méthode de détermination des informations cristallographiques et géométries relatives à un échantillon par observation du profil de diffraction dû à un faisceau de rayons X dispersé par un échantillon

3.3
aire massique
surface spécifique

aire de surface absolue de l'échantillon divisée par la masse de l'échantillon

[SOURCE: ISO 9277:2010, définition 3.11]

Note 1 à l'article: Dans la présente Spécification technique, l'aire de surface absolue est estimée en mesurant la quantité gaz physiquement absorbée à l'aide de la méthode BET.^[14]

3.4
diamètre de Feret

distance entre deux tangentes parallèles aux côtés opposés de l'image d'une particule

[SOURCE: ISO 13322-1:2004, définition 3.1.6]

4 Caractéristiques fondamentales avec les méthodes de mesure correspondantes

Les caractéristiques fondamentales des nanoparticules sous forme de poudre figurent dans le [Tableau 1](#), avec l'unité et la méthode de mesure pour chaque caractéristique. Les caractéristiques doivent être mesurées à l'aide des méthodes de mesure répertoriées, et leurs résultats doivent être consignés comme indiqué dans [l'Article 7](#).

Les caractéristiques 1, 2, 3 et 4 doivent être mesurées pour les nanoparticules cristallines sous forme de poudre.

Les caractéristiques 1, 2 et 5 doivent être mesurées pour les nanoparticules non cristallines sous forme de poudre.

NOTE Le cas échéant, la caractéristique 5 peut également être mesurée pour les nanoparticules cristallines sous forme de poudre.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ffe81b-2c85-4455-8bf7-6004f613f7ed/iso-ts-17200-2013>

Tableau 1 — Caractéristiques fondamentales avec les unités et méthodes de mesure correspondantes

| Caractéristiques | Unité | Méthodes de mesure (voir l'Article 6 pour plus de détails). |
|---|-------------------|--|
| 1) Composition chimique (en termes de mesurande, de fraction massique de la substance) | 1 ou g/g | analyse donnant des résultats traçables d'un point de vue métrologique |
| 2) Aire massique (surface spécifique) | m ² /g | méthode BET |
| 3) Composition de la structure cristalline (en termes de mesurande, fraction molaire de la substance) | 1 ou mol/mol | méthode XDR |
| 4) Taille cristalline moyenne | nm | méthode XDR (formule de Scherrer) |
| 5) Moyenne et écart-type de la taille des particules primaires mesurées | nm | méthode MET |

5 Préparation des échantillons

L'échantillon faisant l'objet d'un mesurage doit être choisi de manière à être représentatif de la population d'origine des nanoparticules sous forme de poudre. L'ISO 14488 s'applique à l'échantillonnage et à la procédure de division de l'échantillon.

Tous les paramètres du processus d'échantillonnage influant sur les caractéristiques mesurées des nanoparticules doivent être estimées. Les corrections de ces paramètres d'influence doivent être appliquées ou des composants appropriés d'incertitude doivent être intégrés. Par exemple, la contrainte

mécanique peut briser les agrégats et/ou agglomérats, modifiant les résultats des mesurages de distribution granulométrique. Ce type de contrainte peut également induire une déformation cristalline, introduisant des écarts dans les mesurages de la taille cristalline moyenne utilisant la méthode XDR (formule de Scherrer).

NOTE 1 Pour plus d'informations générales relatives aux procédures d'échantillonnage, voir également l'ISO 2859.

NOTE 2 Certaines méthodes de mesure, préparations des échantillons et procédures de traitement préalable peuvent fortement influencer des caractéristiques autres que celles mesurées à l'aide de ces méthodes. Il convient donc d'accorder une attention particulière à la conception des procédures d'essai. Par exemple, les processus de dispersion utilisés avant l'analyse MET peuvent influencer de manière significative les mesurages de l'aire massique (surface spécifique). D'autre part, des échantillons préparés pour certaines méthodes d'essai peuvent être utilisés pour d'autres méthodes d'essai. Par exemple, un échantillon préparé pour le mesurage de la structure cristalline grâce à la méthode DRX peut être utilisé pour mesurer la taille cristalline moyenne par la méthode DRX (formule de Scherrer), sans tenir compte de l'erreur de justesse introduite par la procédure de préparation des échantillons.

Il convient que la manipulation et le stockage de l'échantillon satisfassent aux instructions des fournisseurs. Il convient que le laboratoire d'essai consulte le fournisseur pour s'informer des conditions optimales de préparation et de traitement des échantillons.

6 Méthodes de mesure

Dans le cas des nanoparticules modifiées en surface, notamment celles dotées d'un revêtement de surface, et pour les nanoparticules avec des agglomérats et/ou agglomérats modifiés, ces modifications peuvent introduire des écarts significatifs dans les caractéristiques d'un échantillon par rapport aux nanoparticules d'origine. Par conséquent, il doit être clairement précisé si les caractéristiques reportées concernent les nanoparticules avant ou après modification.

Les mesurages doivent être réalisés dans le cadre d'un système de qualité éprouvé, qu'il s'agisse d'un laboratoire d'essai en interne ou associé à une tierce partie indépendante.

6.1 Composition chimique

Selon la substance chimique considérée, une ou plusieurs méthodes d'analyse appropriées, sélectionnées dans la liste ci-dessous, doivent être appliquées au mesurage de la composition chimique, avec les procédures de traitement préalable et de contrôle qualité nécessaire au maintien de la traçabilité métrologique. Les méthodes d'analyse sont les suivantes:

- titrimétrie;
- gravimétrie;
- spectrométrie de fluorescence X (SFX);
- spectrométrie de masse à plasma couplé par induction (ICP-MS);
- spectrométrie d'émission optique à plasma couplé par induction (ICP-OES);
- chromatographie liquide à haute performance (HPLC);
- spectrométrie de masse à chromatographie en phase gazeuse (GC-MS);
- résonance magnétique nucléaire (RMN);
- spectrométrie d'absorption atomique (SAA);
- spectroscopie photoélectronique-X (SPX);
- spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF);
- spectrométrie infrarouge à réflexion totale atténuée (IR-RTA);