

---

---

**Нанотехнологии. Наночастицы в виде  
порошка. Характеристики и измерения**

*Nanotechnology – Nanoparticles in powder – 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>

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



Ссылочный номер  
ISO/TS 17200:2013(R)

# 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>



## ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2013

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

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 Фундаментальные характеристики и соответствующие методы измерения.....	2
5 Подготовка образцов.....	3
6 Методы измерения.....	3
6.1 Химический состав.....	3
6.2 Определение удельной площади поверхности методом BET.....	4
6.3 Определение кристаллической структуры методом XRD.....	4
6.4 Определение среднего размера кристаллита методом XRD (формула Шеррера).....	4
6.5 Определение среднего значения и стандартного отклонения измеренных размеров исходных частиц методом ПЭМ .....	4
7 Протокол испытания.....	5
Приложение А (информативное) Применяемость данных Технических условий .....	6
Библиография.....	7

ISO/TS 17200:2013

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

## 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.

ISO/TS 17200:2013

За данный документ несет ответственность Технический комитет, ISO/TC 229, *Нанотехнологии*. [/iso-ts-17200-2013](http://www.iso.org/iso-ts-17200-2013)

## Введение

Как обычно отмечают, для каждой технологии, связанной с разработкой новых материалов, и для нанотехнологии, в частности, важна информация о характеристиках материалов, общая для продавцов и покупателей, и иногда, для регулирующих органов, которая обеспечивается разработкой соответствующих технических условий на материал. Для полноценного обмена информацией важно прийти к соглашению в отношении описания характеристик материала. В то же время, большинство характеристик наноматериалов невозможно определить с помощью общих и признанных методов измерения. Это может стать причиной противоречивости результатов эксперимента и путаницы при продаже или передаче технологий. Более того, бурное открытие новых материалов в области нанотехнологий увеличивает количество характеристик, которые необходимо задать для соответствующего распространения информации.

Для удовлетворения этой потребности осуществляют систематизацию характеристик в различных областях применения, специфичных для каждого нанобъекта посредством идентификации перечня основных характеристик, обычно используемых в этих обстоятельствах, и разработки нестандартных технических условий для этого перечня, как видно из ISO/TS 11931 и ISO/TS 11937.

Другой подход, который используется в ISO/TS 12805, привел к разработке перечня характеристик, применяемых при установлении нанобъектов, которые используются более широким кругом пользователей информации по нанобъектам.

Чтобы увеличить доступ к результатам приложенных усилий, члены комитета ISO/TC 229 обсудили и распланировали систематическую разработку технических условий ISO для определения перечня фундаментальных характеристик, которые широко применяются к большому разнообразию нанобъектов. Настоящие Технические условия предназначены для определения перечня фундаментальных характеристик, общих для наночастиц в виде порошка, который охватывает очень широкий диапазон нанобъектов.

Чтобы достичь общего понимания среди продавцов, покупателей и регулирующих структур, данные Технические условия используют химический состав, кристаллическую структуру, размер частиц и площадь поверхности в качестве основных параметров для описания нанобъектов с научной точки зрения в отношении химических, физических и поверхностных свойств, т.е. свойств, представляющих интерес для пользователей нанобъектов. В то же время, поскольку процедуры измерения, используемые для определения характеристик нанобъектов, часто опираются на различные идеализированные допущения, результирующие характеристики нанобъектов с одинаковым наименованием не могут гарантировать равнозначность результатов измерений. Эту проблему можно решать принятием признанных методов измерения, которые могут давать надежные результаты измерений.

Методы измерений, принятые в данных Технических условиях, хорошо известны в промышленности. Приборы, используемые для измерения, и программы для обработки данных хорошо развиты и дают надежные результаты измерений при работе в условиях действующей системой качества.

Описание методов измерения в данных Технических условиях ограничено важными дополнительными предупреждениями. Для основной информации о применении методов предполагают, что к прибору прилагаются инструкции по эксплуатации, имеются подходящие компьютерные программы по обработке данных, и анализ требует большого опыта работы в данной области. Описанные методы применимы к ситуациям, когда измерения поручаются независимым испытательным лабораториям в качестве подряда. Поскольку количественные критерии, касающиеся характеристик, зависят от конкретных намерений пользователей, они не описаны в данных Технических условиях. Эти критерии являются предметом соглашения между пользователями данных Технических условий, а именно, продавцами, покупателями, и регулируемыми структурами в отношении наночастиц в порошкообразной форме.

Нанотехнология является быстро развивающейся областью. Пользователям данных Технических условий следует поддерживать нормативно-правовое обеспечение и быть в курсе последних разработок по охране здоровья и окружающей среды и достижений в области соблюдения техники безопасности, касающейся нанотехнологий.

Если продавец или покупатель желают оценить безопасность для окружающей среды или риски для здоровья, связанные с рассматриваемым материалом, они могут обратиться к ISO/TR 12885:2008 для дополнительного руководства. При подготовке данных Технических условий предполагалось, что исполнение их положений будет возложено на соответствующим образом подготовленный опытный персонал.



# Нанотехнологии. Наночастицы в виде порошка. Характеристики и измерения

## 1 Область применения

Настоящие Технические условия перечисляют основные характеристики, которые обычно определяют для наночастиц в виде порошка также предписывают конкретные методы измерений для каждой из этих характеристик.

Настоящие Технические условия не устанавливают приемлемые количественные критерии для указанных характеристик, поскольку это является предметом соглашения между продавцами, покупателями и регулирующими структурами.

Из данных Технических условий исключены характеристики, конкретно связанные с проблемами безопасности, охраны здоровья и окружающей среды, а также характеристики, которые относятся к конкретным применениям наночастиц в виде порошка.

## 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 9277:2010, *Определение удельной площади поверхности дисперсных и пористых материалов методом газовой адсорбции. Метод Брунауэра, Эммета и Теллера (BET метод)*

ISO 13322-1, *Анализ гранулометрический. Методы анализа изображений. Часть 1. Статические методы анализа изображений*

ISO 14488, *Материалы на основе твердых частиц. Отбор и деление проб для определения характеристик частиц*

ISO/TS 27687, *Нанотехнологии. Терминология и определения для нанообъектов. Наночастицы, нановолокна и нанопластинки*

## 3 Термины и определения

В данном документе используются термины и определения, приведенные в ISO/TS 27687, а также следующие.

### 3.1 просвечивающая электронная микроскопия transmission electron microscopy

**ПЭМ**

**ТЕМ**

метод, дающий увеличенные изображения или дифракционные картины образца с помощью электронного пучка, проходящего через образец и взаимодействующего с ним

[ИСТОЧНИК: ISO 29301:2010]

**3.2**  
**рентгеновская дифракция**  
**X-ray diffraction**  
**РД**  
**XRD**

метод определения кристаллографической и геометрической информации о пробе путем наблюдения дифракционной картины за счет рассеяния рентгеновского пучка образцом

**3.3**  
**удельная площадь поверхности**  
**specific surface area**

абсолютная площадь поверхности образца, деленная на его массу

[ИСТОЧНИК: ISO 9277:2010, определение 3.11]

Примечание к статье: В данных Технических условиях абсолютную площадь поверхности оценивают по измерению количества физически адсорбированного газа методом BET.<sup>[14]</sup>

**3.4**  
**диаметр Фере**  
**Feret diameter**

Расстояние между двумя параллельными касательными, проведенными на противоположных сторонах изображения частицы

[ИСТОЧНИК: ISO 13322-1:2004]

iteh STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)

**4 Фундаментальные характеристики и соответствующие методы измерения**

ISO/TS 17200:2013

Фундаментальные характеристики наночастиц в виде порошка перечислены в Таблице 1, с указанием единиц измерения и метода измерения для каждой характеристики. Эти характеристики должны быть измерены, используя каждый приведенный метод измерения, а результаты измерений должны сообщаться в соответствии с Разделом 7.

Характеристики 1, 2, 3, и 4 должны измеряться для кристаллических наночастиц в виде порошка.

Характеристики 1, 2, и 5 должны измеряться для некристаллических наночастиц в виде порошка.

ПРИМЕЧАНИЕ При необходимости, характеристику 5 можно также измерить для кристаллических наночастиц в виде порошка.

**Таблица 1 — Фундаментальные характеристики, и соответствующие методы измерения и единицы измерения**

Характеристики	Единицы	Методы измерений (подробно см. в Разделе 6)
1) Химический состав (в пересчете на измеряемую величину, массовую долю вещества)	1 или г/г	Анализ дает метрологически прослеживаемые результаты
2) Удельная площадь поверхности	м <sup>2</sup> /г	Метод BET
3) Состав кристаллической структуры (в пересчете на измеряемую величину, молярная доля вещества)	1 или моль /моль	Метод XRD
4) Средний размер кристалла	нм	Метод XRD (формула Шеррера)
5) Среднее и стандартное отклонение измеренных размеров первичных частиц	нм	Метод ПЭМ



## 5 Подготовка образцов

Пробу, подлежащую измерениям, необходимо выбрать, так чтобы она была представительной для исходной совокупности наночастиц в виде порошка. ISO 14488 применяется в методах пробоотбора и деления пробы.

Необходимо оценить все влияния процесса пробоотбора на измеряемые характеристики наночастиц. Поправки на такие влияния необходимо применить или ввести соответствующие компоненты неопределенности. Например, механические напряжения могут разрушить агрегаты и/или агломераты, изменив результаты измерения распределения (частиц) по размерам. Такие напряжения также могут вызвать деформацию кристаллов, вводя отклонения в средний измеренный размер кристалла методом XRD (формула Шеррера).

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Общую информацию о методах пробоотбора см. также в ISO 2859.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Некоторые методы измерений, подготовки проб и предварительной обработки могут значительно повлиять на другие характеристики, кроме тех, которые измеряют этими методами. Поэтому следует особое внимание проявлять при планировании испытаний. Например, процессы диспергирования, которые используют перед анализом ПЭМ, могут оказать значительное влияние на измерения удельной площади поверхности. В другой стороны, пробы, подготовленные для некоторых методов испытаний можно использовать для других методов. Например, пробу, приготовленную для измерения кристаллической структуры методом XRD, можно использовать для измерения среднего размера кристалла методом XRD (формула Шеррера), не беря во внимание систематическую погрешность, введенную методом подготовки.

Обращение с пробой и ее хранение должно осуществляться по инструкции от поставщиков. Испытательной лаборатории следует проконсультироваться с поставщиком в отношении оптимальных условий приготовления и обработки проб.

## 6 Методы измерения

Для наночастиц с модифицированной поверхностью, включая наночастицы, имеющие модифицированное поверхностное покрытие, и для наночастиц с модифицированными агрегатами и/или агломератами, эти модификации могут привести к заметным отклонениям в характеристиках пробы относительно исходных наночастиц. Поэтому должно быть четко установлено, какие наночастицы обладают указанными (измеренными) характеристиками – до или после модификации.

Измерения должны выполняться в рамках признанной системы (менеджмента) качества, независимо от того, выполняет испытательная лаборатория анализ сама или привлекает независимую третью сторону.

### 6.1 Химический состав

В зависимости от рассматриваемого химического вещества, необходимо применить один или несколько методов анализа, выбранных из следующего списка, для определения химического состава наряду с методами необходимой предварительной обработки и контроля качества, поддерживающими метрологическую прослеживаемость. Аналитические методы следующие:

- титриметрия,
- гравиметрия,
- рентгеновская флуоресцентная спектрометрия (XRF= РФС),
- масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS = МС-ИСП),
- оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES= ОЭС-ИСП),
- высокоэффективная жидкостная хроматография (HPLC = ВЭЖХ),

- газовая хроматография – масс-спектрометрия (GCMS = ГХ-МС),
- ядерный магнитный резонанс (NMR = ЯМР),
- атомно-абсорбционная спектрометрия (AAS = ААС),
- рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (XPS = РФЭС),
- инфракрасная спектрометрия с преобразованием Фурье (FTIR = Фурье-ИКС),
- ИК-спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (ATR-IR = ИК-НПВО),
- ИК-спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения с преобразованием Фурье (ATR-FTIR = НПВО-Фурье-ИКС), and
- вторично-ионная масс-спектрометрия (масс-спектрометрия вторичных ионов) (SIMS = ВИМС = МСВИ).

Необходимо использовать подходящие аттестованные стандартные образцы (АСО), если имеются, для требующейся калибровки и квалификационных испытаний. Для валидации метода измерения следует использовать, если имеются, порошкообразные стандартные образцы.

Примеры некоторых применений показаны в ISO 3262-6:1998 для карбонатов кальция и в ISO 591-1:2000 для диоксидов титана.

## 6.2 Определение удельной площади поверхности методом BET

Метод измерения, ISO 9277:2010 применяется для измерения удельной площади поверхности. ISO 18757 предоставляет некоторые подробные сведения для конкретных материалов. Измерительные приборы для метода BET имеются в продаже.

Следует поддерживать метрологическую прослеживаемость. Для применения метода BET к наночастицам в виде порошка имеются стандартные образцы.

## 6.3 Определение кристаллической структуры методом XRD

Методы измерений, описанные в стандартах EN 13925-1:2003 и JIS K 0131:1996, применяются к определению кристаллической структуры. Приборы для измерения рентгеновской дифракции (рентгеновские дифрактометры с соответствующим программным обеспечением для анализа данных имеются в продаже).

О длине волны характеристических рентгеновских лучей следует справиться в надежной базе данных. Опорное значение для периода кристаллической решетки следует также искать в надежной базе данных или в сертификатах на используемые порошкообразные стандартные образцы.

## 6.4 Определение среднего размера кристаллита методом XRD (формула Шеррера)

Методы измерения, описанные в стандартах EN 13925-1:2003 и JIS K 0131:1996, применяются для определения среднего размера кристаллита. Рентгеновские дифрактометры с соответствующим программным обеспечением для анализа данных имеются в продаже. Применение формулы Шеррера годится для измерения кристаллической структуры, поскольку одну и ту же пробу и оборудование можно использовать для обоих измерений.

## 6.5 Определение среднего значения и стандартного отклонения измеренных размеров исходных частиц методом ПЭМ

Метод ПЭМ должен выполняться с использованием имеющихся в продаже измерительных приборов. Стандартны ISO 14488, ISO 14887, и ISO 2859 применяются при подготовке проб, а ISO 13322-1, или равноценный стандарт, при обработке изображений. Первичные (исходные) частицы следует идентифицировать посредством обработки изображений. Их размеры следует оценивать как диаметр