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

*Nanotechnologies — Specification for developing representative test
materials consisting of nano-objects in dry powder form*
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 16195:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f38c983e-8777-40d0-b43c-4b80c03fb97c/iso-ts-16195-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f38c983e-8777-40d0-b43c-4b80c03fb97c/iso-ts-16195-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 16195:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f38c983e-8777-40d0-b43c-4b80c03fb97c/iso-ts-16195-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f38c983e-8777-40d0-b43c-4b80c03fb97c/iso-ts-16195-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 et définitions	1
4 Exigences de caractérisation physico-chimique des matériaux d'essai représentatifs composés de nano-objets sous forme de poudre sèche	2
4.1 Généralités.....	2
4.2 Propriétés et méthodes de mesure.....	2
4.2.1 Dimension et forme des nano-objets.....	2
4.2.2 Aire de surface spécifique.....	3
4.2.3 Composition chimique du matériau massif.....	3
4.2.4 Structure cristalline.....	3
4.2.5 Évaluation de la stabilité.....	3
4.2.6 Évaluation de l'homogénéité.....	4
5 Informations relatives au management de la qualité	4
6 Contenu du rapport de vérification	4
6.1 Généralités.....	4
6.2 Description du matériau d'essai représentatif.....	4
6.3 Résultat de mesure.....	5
6.3.1 Dimension et forme des nano-objets.....	5
6.3.2 Aire de surface spécifique.....	5
6.3.3 Composition chimique du matériau massif.....	5
6.3.4 Structure cristalline.....	5
Annexe A (informative) Rapport de vérification (exemple)	7
Bibliographie	9

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO/TS 16195:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

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 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, la validation de nouvelles méthodes de mesure est réalisée à l'aide de matériaux de référence certifiés, dont les propriétés sont connues et quantifiées. En l'absence de ces matériaux, il est souvent nécessaire de s'appuyer sur des matériaux de référence non certifiés, avec des valeurs de propriété assignées, mais non certifiées. Toutefois, dans les domaines de mesure et d'essais en évolution (par exemple celui de la nanotechnologie), même les matériaux de référence 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 entre les laboratoires et la comparaison des résultats d'essai obtenus avec différentes méthodes. Le présent document spécifie, dans le cas des nano-objets sous forme de poudre sèche, les informations minimales suivantes à recueillir et à consigner dans un rapport de vérification afin de qualifier le matériau comme un matériau d'essai représentatif à l'échelle nanométrique:

- informations décrivant le processus de fabrication;
- informations relatives au management de la qualité du processus de fabrication;
- données issues des mesurages 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 que les mesurages réalisés avec un matériau d'essai représentatif soient comparables entre laboratoires d'essais, que cela soit pour des questions de sécurité ou de performances, même pour les propriétés 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 16195:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f38c983e-8777-40d0-b43c-4b80c03fb97c/iso-ts-16195-2018>

Nanotechnologies — Spécifications relatives au développement de matériaux d'essai représentatifs constitués de nano-objets sous forme de poudre sèche

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie 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 des nanotechnologies. Il inclut les propriétés physico-chimiques (plus particulièrement la taille et la forme, l'aire de surface spécifique, la structure cristalline et la composition chimique du matériau massif) qu'il est nécessaire de mesurer et de consigner avec le matériau d'essai représentatif.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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).

Guide ISO 31:2015, *Matériaux de référence — Contenu des certificats, des étiquettes et de la documentation d'accompagnement*

Guide ISO 35, *Matériaux de référence — Lignes directrices pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et la stabilité*

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

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

ISO/TS 80004-2:2015, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 2: Nano-objets*

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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 matériau d'essai représentatif MER

matériau suffisamment homogène et stable pour une ou plusieurs propriétés spécifiées, et pour lequel il est fait l'hypothèse implicite qu'il est 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: Un MER peut être un matériau de référence 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 MER 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.

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 de taille des particules primaires et de leurs agrégats

Une méthode de comptage des particules doit être mise en place pour mesurer la distribution de taille des particules primaires ou de 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 également être utilisée si la résolution du 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 [1] 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 procédure de dispersion définie doit être suivie et ses détails consignés.

Un autre point essentiel est celui de la représentativité statistique des particules sélectionnées pour l'analyse. Selon la largeur de la distribution de taille 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 de taille peuvent être déterminés. Il faut préciser si la distribution de taille est celle des particules primaires ou celle de leurs agrégats. La distribution de taille obtenue doit également être reportée dans un tableau et/ou à l'aide d'une représentation graphique (histogrammes, densité de distribution ou distributions cumulées) conformément à l'ISO 9276-1.

Si la traçabilité aux unités SI n'est pas possible, il convient d'établir la traçabilité métrologique à un étalon de mesure approprié [1][2] tel que:

- l'utilisation de matériaux de référence certifiés délivrés par un fournisseur compétent pour obtenir une caractérisation physique ou chimique fiable du matériau;
- l'utilisation de méthodes spécifiées et/ou de normes consensuelles qui sont clairement décrites et qui ont fait l'objet d'un accord entre toutes les parties concernées.

Il est recommandé d'utiliser l'ISO 13322-1 en tant que guide exhaustif pour l'analyse d'image [3]. 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 doit être déduite de la distribution de taille (4.2.1.1). On peut, par exemple, reporter la moyenne et l'écart-type, et/ou les 10^e, 50^e et 90^e percentiles de la distribution de taille cumulée.

Il convient d'utiliser l'ISO 9276-2 et l'ISO 9276-3 pour l'expression de la taille représentative[4][5].

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 (AFM)]. Une brève description qualitative doit être réalisée en utilisant un vocabulaire clairement défini ou largement répandu.

Il convient d'accorder une attention particulière au fait que le MET et le MEB donnent des images 2D des contours (MET) ou de la surface (MEB) des nano-objets, et que l'AFM fournit une image de la topographie de surface des particules. L'acquisition d'image à l'aide de l'AFM requiert une attention particulière, la géométrie de la pointe pouvant générer une ambiguïté significative quant à la forme des particules.

NOTE 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[6][7]. Une description quantitative plus détaillée peut être réalisée à l'aide des facteurs de forme définis, par exemple, dans l'ISO 9276-6[8].

4.2.1.4 Images montrant des particules primaires représentatives et leurs agrégats

Des images MET, MEB ou AFM (standards, itech) à la fois les particules primaires et leurs agrégats, doivent être acquises. Pour garantir la représentativité, prendre plusieurs images de l'échantillon pour afficher la taille et la forme des différents nano-objets. L'identification des échantillons et l'échelle graphique doivent être indiquées sur chaque image. Il convient également de préciser les paramètres instrumentaux et la méthode de préparation de l'échantillon s'ils sont différents de ceux utilisés en 4.2.1.1.

4.2.2 Aire de surface spécifique

L'aire de surface spécifique du matériau d'essai représentatif doit être déterminée, par exemple, par adsorption de gaz à l'aide de la méthode BET, comme indiqué dans l'ISO 9277[12].

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 une déclaration de traçabilité métrologique,[1] 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 (par exemple rutile et anatase pour le dioxyde de titane) doit être identifiée par diffraction des 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, 4.2.3 et 4.2.4 doit être évaluée conformément au Guide ISO 35 par plusieurs mesurages réalisés dans le cadre d'études de stabilité