
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
55723—
2013/ISO/TS
12805:2011

НАНОТЕХНОЛОГИИ

Руководство по определению характеристик промышленных нанообъектов

ISO/TS 12805:2011

Nanotechnologies — Materials
specifications — Guidance on specifying
nano-objects
(IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации и сертификации в машиностроении» (ФГУП «ВНИИНМАШ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного документа, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 441 «Нанотехнологии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 08 ноября 2013 г. № 1406-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TS 12805:2011 «Нанотехнологии. Требования к материалам. Руководство по определению нанообъектов» (ISO/TS 12805:2011 «Nanotechnologies – Materials specifications – Guidance on specifying nano-objects»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5–2012 (пункт 3.5)

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Необходимость разработки настоящего стандарта вызвана неудачными попытками установить такие технические требования к промышленным нанообъектам, которые удовлетворяли бы одновременно изготовителей и потребителей, гарантировали бы поставку материалов, соответствующих требованиям их переработки, обеспечивали бы изготовление конечного продукта со стабильными свойствами и поставку партий одного и того же материала с одинаковыми характеристиками.

Причина получения отдельных партий материала с характеристиками, отличающимися от характеристик других партий этого же материала, связана с одним или несколькими следующими факторами:

- a) технические требования, которые согласовывают изготовитель и потребитель, не охватывают всех свойств материала, влияющих на его рабочие и/или эксплуатационные характеристики, или технические требования изготовитель и потребитель интерпретируют по-разному;
- b) одну или несколько характеристик материала измеряют с помощью несоответствующего оборудования;
- c) при выполнении измерений одну или несколько методик применяют неправильно.

Настоящий стандарт предназначен для того, чтобы помочь выявить проблемы, связанные с этими факторами. Такие же проблемы возникают в процессе предварительной оценки материалов до описания их характеристик и применения, поэтому настоящий стандарт можно применять и для этих целей.

В настоящем стандарте каждая категория промышленных нанообъектов рассмотрена в отдельном пункте: нанообъекты, линейные размеры которых по всем трем измерениям находятся в нанодиапазоне, нанообъекты, линейные размеры которых по двум измерениям находятся в нанодиапазоне, и нанообъекты, линейные размеры которых по одному измерению находятся в нанодиапазоне. Многие нанообъекты поставляют в виде жидких дисперсий, поэтому в настоящем стандарте рассмотрены характеристики промышленных нанообъектов, изготавливаемых в виде дисперсии.

В настоящем стандарте для каждой категории промышленных нанообъектов:

- установлен перечень характеристик, которые применяют для предварительной оценки материалов и включают в технические требования к материалам независимо от области их применения;
- установлен перечень дополнительных характеристик, которые применяют для предварительной оценки материалов и включают в технические требования к материалам в зависимости от области их применения;
- установлен перечень дополнительных характеристик, которые включают в технические требования к материалам в случае, если нет гарантии того, что все партии одного и того же материала будут иметь одинаковые характеристики или же эти характеристики влияют на переработку материалов и качество конечной продукции;
- рекомендованы соответствующие методы измерений, которые разделены на две группы:
 - a) методы, в которых используют стандартное оборудование и которые применяют в промышленных условиях для контроля качества отдельных партий материалов,
 - b) методы, в которых используют специальное оборудование и которые применяют для контроля качества материалов в отдельных случаях;
- представлено краткое описание основных методов определения характеристик с указанием соответствующих стандартов, в которых установлены требования к выполнению измерений, т. е. методы измерений стандартизованы.

Для некоторых характеристик нанообъектов в настоящее время отсутствуют как стандартизованные методы измерений, так и методы измерений вообще. В настоящем стандарте даны соответствующие разъяснения о возможности определять значения таких характеристик.

Для некоторых характеристик не указаны стандарты, в которых установлены методы измерений, т. к. в настоящее время стандарты для определения таких характеристик еще не разработаны. Однако существуют стандарты, в которых установлены требования к конкретным материалам и определению их характеристик. Такие стандарты можно использовать при применении настоящего стандарта.

Руководство по применению настоящего стандарта представлено в приложении А в виде «дерева решений».

НАНОТЕХНОЛОГИИ

Руководство по определению характеристик
промышленных нанообъектов

Nanotechnologies. Guidance on determination the characteristics of manufactured nano-objects

Дата введения — 2014—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает перечень характеристик промышленных нанообъектов, которые должны согласовывать между собой изготовитель и потребитель и включать в технические требования к материалам. Применение настоящего стандарта позволит обеспечить поставку материалов, соответствующих требованиям их последующей переработки, и изготовление конечного продукта со стабильными характеристиками.

Настоящий стандарт является руководством по определению характеристик промышленных нанообъектов и рекомендует соответствующие методы измерений (приложение В).

Примечание – Настоящий стандарт распространяется на нанообъекты, поставляемые в сухой форме или в виде жидких дисперсий.

Настоящий стандарт не рассматривает влияние характеристик промышленных нанообъектов на окружающую среду, здоровье и безопасность.

Примечание – Нанотехнологии – стремительно развивающееся направление науки и техники, поэтому при пользовании настоящим стандартом целесообразно иметь представление о достижениях в области исследований нанотехнологий и их влиянии на окружающую среду, здоровье и безопасность [1] – [4], [15], [16], [38] – [43]. Для оценки безопасности материалов, содержащих нанообъекты, допускается применять ИСО/ТО 12885 [15] и ИСО/ТО 13121 [16].

Настоящий стандарт не содержит указаний по определению характеристик материалов, содержащих наноразмерные фазы, сформированные в результате преобразования материалов, например зоны Гинье-Престона концентрации металла при закалке. Настоящий стандарт не устанавливает количественные характеристики промышленных нанообъектов. Настоящий стандарт не распространяется на устройства, имеющие размеры в нанодиапазоне.

Настоящий стандарт допускается применять для оценки качества материалов, но он не распространяется на разработку систем менеджмента качества. Разработка систем менеджмента качества – согласно ИСО 9000 [11].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ИСО/ТС 27687 Нанотехнологии. Термины и определения нанообъектов. Наночастица, нановолокно и нанопластина (ISO/TS 27687, Nanotechnologies – Terminology and definitions for nano-objects – Nanoparticle, nanofibre and nanoplate)

ИСО/ТС 80004-1 Нанотехнологии. Словарь. Часть 1. Основные термины и определения (ISO/TS 80004-1, Nanotechnologies – Vocabulary – Part 1: Core terms)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины с соответствующими определениями по ИСО/ТС 27687, ИСО/ТС 80004-1:

3.1 **нанообъект** (nano-object): Материальный объект, линейные размеры которого по одному, двум или трем измерениям находятся в нанодиапазоне.

3.2 **нанодиапазон** (nanoscale): Диапазон линейных размеров приблизительно от 1 до 100 нм.

3.3 **промышленный нанообъект** (manufactured nano-object): Нанообъект с определенными свойствами или с определенным составом, преднамеренно изготовленный для коммерческих целей.

4 Характеристики промышленных нанообъектов

4.1 Общие сведения

Характеристика продукции – важный элемент информации, которую изготовитель обязан указывать при поставке потребителю так же, как и торговую марку, сорт, сведения о безопасности, наличие свидетельств и сертификатов.

Для изготовителя характеристики продукции являются демонстрацией его производственных возможностей, а также способом подразделять продукцию по сортам и маркам. Для потребителя характеристики продукции необходимы для того, чтобы различать материалы и их изготовителей с целью выбора и иметь возможность устанавливать технические требования к конечной продукции. Для изготовителя и потребителя характеристики продукции важны при сертификации систем менеджмента качества организаций на соответствие требованиям ИСО 9001 [12]. Установленные характеристики продукции формируют основы коммерческой деятельности организаций, такие как гарантии изготовителя, разрешение спорных вопросов по рекламациям, отзыв и возврат продукции.

Промышленные нанообъекты не всегда соответствуют требованиям, необходимым для их последующей переработки с целью получения конечного продукта, по причинам не вполне понятным изготовителю и потребителю. В таких случаях важно сотрудничество двух сторон по вопросам разработки и согласования технических требований к продукции, которые удовлетворяли бы обе стороны. В настоящем стандарте использован опыт изготовителей порошкообразных материалов. Существует универсальный общеизвестный способ идентификации продукции по форме и размеру частицы, позволяющий определять, является ли продукт нанообъектом или нет. Такой способ предназначен для идентификации дискретных твердых нанообъектов, поставляемых в сухом виде или в виде жидких дисперсий, и распределения нанообъектов по категориям, т. е. по числу измерений, находящихся в нанодиапазоне (3D – наночастицы; 2D – нановолокна; 1D – нанопластины).

В разделе 5 настоящего стандарта установлен перечень дополнительных характеристик промышленных нанообъектов, которые должны согласовывать между собой потребитель и изготовитель. В 5.2 установлен перечень дополнительных характеристик, которые включают в технические требования к материалам в зависимости от области их применения. В 5.3 установлен перечень дополнительных характеристик, которые включают в технические требования к материалам в случае, если нет гарантии того, что все партии одного и того же материала будут иметь одинаковые характеристики или же эти характеристики влияют на переработку материалов и качество конечной продукции.

4.2 Характеристики промышленных нанообъектов, линейные размеры которых по всем трем измерениям находятся в нанодиапазоне (наночастицы)

В таблице 1 приведен перечень характеристик промышленных наночастиц, для которых установлены типичные значения или стандартные требования. Эти характеристики применяют для предварительной оценки материалов и включают в технические требования к материалам независимо от области их применения. В скобках указаны пункты таблиц В.1 и В.2 приложения В, в которых предложены методы определения характеристик наночастиц. Если ссылок на пункты приложения В нет, то общие требования к методам измерений соответствующей характеристики отсутствуют.

Т а б л и ц а 1 – Перечень характеристик промышленных наночастиц

| Характеристика | Сухая форма | Диспергированная форма |
|--|--|--|
| Химический состав, включая функционализацию поверхности, поперечное сечение для частиц «ядро-оболочка» (см. 1.9, 1.13, 1.14, 2.9 и 2.10) | Да | Да |
| Удельная площадь поверхности (см. 1.4) | Да | Да |
| Средний размер частиц и гранулометрический состав (см. 1.1 и 2.1) | Да | Да |
| Средний размер и распределение по размерам первичных кристаллических частиц (см. 1.2 и 2.4) | Да, если наночастицы имеют кристаллическую структуру | Да, если наночастицы имеют кристаллическую структуру |
| Степень агрегации/агломерации (см. 1.3 и 2.5) | Да | Да |
| Стабильность дисперсии | Не применяют | Да |
| pH | Не применяют | Да, только для водной дисперсии |
| Срок сохраняемости | Да, если материал чувствителен к условиям хранения | Да |
| Удельный вес или содержание твердого вещества, % | Не применяют | Да |

4.3 Характеристики промышленных нанообъектов, линейные размеры которых по двум измерениям находятся в нанодиапазоне (нановолокна)

Нановолокно может быть цельным (например, наностержнем, нанопроволокой) или полым (например, нанотрубкой). В таблице 2 приведен перечень характеристик промышленных нановолокон, для которых установлены типичные значения или стандартные требования. Эти характеристики применяют для предварительной оценки материалов и включают в технические требования к материалам независимо от области их применения. В скобках указаны пункты таблиц В.1 и В.2 приложения В, в которых предложены методы определения характеристик нановолокон. Если ссылок на пункты приложения В нет, то общие требования к методам измерений соответствующей характеристики отсутствуют.

Т а б л и ц а 2 – Перечень характеристик промышленных нановолокон

| Характеристика | Сухая форма | | Диспергированная форма |
|--|-----------------------------------|----------------|------------------------|
| | для наностержня или нанопроволоки | для нанотрубки | |
| Химический состав, включая химическую чистоту материала (наличие добавок), функционализацию поверхности, поперечное сечение для частиц «ядро-оболочка» (см. 1.9, 1.13, 1.14, 2.9, 2.10 и 2.11) | Да | Да | Да |
| Средняя длина и распределение нановолокон по длине (см. 2.15) | Да | Да | Да |
| Средний диаметр и распределение нановолокон по диаметру (см. 2.14) | Да | Да | Да |

Продолжение таблицы 2

| Характеристика | Сухая форма | | Диспергированная форма |
|--|--|--|-------------------------------|
| | для наностержня или нанопроволоки | для нанотрубки | |
| Среднее аспектное отношение и распределение нановолокон по аспектному отношению (см. 2.16) | Да | Да | Да |
| Степень агломерации (см. 1.3 и 2.5) | Да | Да | Да |
| Удельная площадь поверхности (см. 1.4) | Да | Да | Да |
| Число стенок, т. е. одностенное, двустенное или многостенное нановолокно (см. 2.17) | Не применяют | Да | Да, только для нанотрубок |
| Средняя толщина стенок и распределение нановолокон по толщине стенок (см. 2.17) | Не применяют | Да | Да, только для нанотрубок |
| Остаток катализатора (см. 1.9 и 2.11) | Не применяют | Да | Да |
| Структурная чистота углерода | Не применяют | Да, для углеродных нанотрубок | Да, для углеродных нанотрубок |
| Стабильность дисперсии | Не применяют | Нет | Да |
| Удельный вес или содержание твердого вещества, % | Не применяют | Нет | Да |
| pH | Не применяют | Нет | Да, для водной дисперсии |
| Срок сохраняемости | Да, если материал чувствителен к условиям хранения | Да, если материал чувствителен к условиям хранения | Да |

4.4 Характеристики промышленных нанобъектов, линейные размеры которых по одному измерению находятся в нанодиапазоне (нанопластины)

Нанопластины встречаются в свободной форме (например, хлопья или расслоившаяся глина). В таблице 3 приведен перечень характеристик промышленных нанопластин, для которых установлены типичные значения или стандартные требования. Эти характеристики применяют для предварительной оценки материалов и включают в технические требования к материалам независимо от области их применения. В скобках указаны пункты таблиц В.1 и В.2 приложения В, в которых предложены методы определения характеристик нанопластин. Если ссылок на пункты приложения В нет, то общие требования к методам измерений соответствующей характеристики отсутствуют.

Т а б л и ц а 3 – Перечень характеристик промышленных нанопластин

| Характеристика | Сухая форма | Диспергированная форма |
|---|---|---|
| Химический состав, включая функционализацию поверхности и кристаллическую структуру (см. 1.9, 1.13, 1.14, 2.9 и 2.10) | Да | Да |
| Удельная площадь поверхности (см. 1.4) | Да | Да |
| Средний размер n и гранулометрический состав (см. 1.1 и 2.1) | Да | Да |
| Средний размер и распределение по размерам первичных кристаллических частиц (см. 1.2 и 2.4) | Да, если нанопластины имеют кристаллическую структуру | Да, если нанопластины имеют кристаллическую структуру |

Окончание таблицы 3

| Характеристика | Сухая форма | Диспергированная форма |
|--|--|--------------------------|
| Степень агрегации/агломерации (см. 1.3 и 2.5) | Да | Да |
| Морфология поверхности (см. 1.15, 2.2 и 2.13) | Да | Не применяют |
| Стабильность дисперсии | Не применяют | Да |
| pH | Не применяют | Да, для водной дисперсии |
| Срок сохраняемости | Да, если материал чувствителен к условиям хранения | Да |
| Удельный вес или содержание твердого вещества, % | Не применяют | Да |

5 Дополнительные характеристики промышленных нанобъектов

5.1 Общие сведения

Перечень характеристик промышленных нанобъектов, которые должны быть включены в технические требования к материалам независимо от области их применения, установлен в разделе 4.

Перечень дополнительных характеристик промышленных нанобъектов, которые должны быть включены в технические требования к материалам в зависимости от области их применения, установлен в 5.2.

Если определения характеристик промышленных нанобъектов, установленных в разделе 4 и 5.2, недостаточно, для того чтобы обеспечивать соответствие материалов требованиям их дальнейшей переработки и качество конечной продукции, а также гарантировать идентичность характеристик различных партий материала, необходимо включать в технические требования к материалам дополнительные характеристики, перечень которых установлен в 5.3.

5.2 Дополнительные характеристики промышленных нанобъектов, включаемые в технические требования к материалам в зависимости от области их применения

Перечень дополнительных характеристик промышленных нанобъектов, которые должны быть включены в технические требования к материалам в зависимости от области их применения, приведен в таблице 4. В скобках указаны пункты таблиц В.1 и В.2 приложения В, в которых предложены методы определения характеристик промышленных нанобъектов. Если ссылок на пункты приложения В нет, то общие требования к методам измерений соответствующей характеристики отсутствуют.

Т а б л и ц а 4 – Перечень дополнительных характеристик промышленных нанобъектов, включаемых в технические требования к материалам в зависимости от области их применения

| Характеристика (область применения) | Наночастица | Нановолокно | Нанопластина |
|--|--------------|-------------|--------------|
| Дисперсность в твердых матрицах (при применении нанобъектов для армирования композиционных материалов) (см. 1.8 и 2.8) | Да | Да | Да |
| Дисперсность в жидкостях – полярных и неполярных (см. 1.7) | Да | Да | Да |
| Площадь активной поверхности (при применении нанобъектов в аэрозолях) (см. 2.3) | Да | Да | Да |
| Симметрия (при применении электрических свойств нанотрубок) (см. 2.18) | Не применяют | Да | Не применяют |

Окончание таблицы 4

| Характеристика (область применения) | Наночастица | Нановолокно | Нанопластина |
|---|-------------|-------------|--------------|
| Сила взаимодействия матрицы и армирующих элементов (при применении нанобъектов для армирования композиционных материалов) (см. 2.7) | Да | Да | Да |
| Кристаллографическая и механическая анизотропия (см. 1.6) | Да | Да | Да |

5.3 Дополнительные характеристики промышленных нанобъектов, влияющие на последующую переработку материалов и качество конечной продукции

С целью получения материалов и конечной продукции, соответствующих заданным требованиям, и обеспечения идентичности характеристик различных партий материала необходимо включать в технические требования к материалам дополнительные характеристики промышленных нанобъектов. Перечень дополнительных характеристик промышленных нанобъектов, влияющих на последующую переработку материалов и качество конечной продукции, приведен в таблице 5. В скобках указаны пункты таблиц В.1 и В.2 приложения В, в которых предложены методы определения характеристик промышленных нанобъектов. Если ссылок на пункты приложения В нет, то общие требования к методам измерений соответствующей характеристики отсутствуют.

Т а б л и ц а 5 – Перечень дополнительных характеристик промышленных нанобъектов, влияющих на последующую переработку материалов и качество конечной продукции

| Характеристика | Наночастица | Нановолокно | Нанопластина |
|---|--------------|--------------------|--------------|
| Морфология частиц (см. 2.2) | Да | Не применяют | Не применяют |
| Текущность (см. 1.10) | Да | Да | Да |
| Плотность после утряски (см. 1.11) | Да | Да | Да |
| Насыпная плотность (см. 1.12) | Да | Да | Да |
| Пористость (см. 1.5 и 2.6) | Да | Да | Да |
| Кристаллическая структура и степень кристалличности (см. 1.6) | Да | Да | Да |
| Цвет | Да | Да | Да |
| Прозрачность | Да | Да | Да |
| Прочность при сжатии одиночного агломерата (см. 2.12) | Да | Да | Не применяют |
| Структура концов нанотрубок (см. 2.17) | Не применяют | Да, для нанотрубок | Не применяют |

6 Методы определения характеристик промышленных нанобъектов

В настоящем стандарте методы определения характеристик промышленных нанобъектов разделены на две группы:

а) методы, в которых используют стандартное оборудование и которые применяют в промышленных условиях для контроля качества отдельных партий материалов (см. таблицу В.1, приложение В);

б) методы, в которых используют специальное оборудования и которые применяют для контроля качества материалов в отдельных случаях (см. таблицу В.2, приложение В).

Отбор проб порошкообразных материалов проводят по ИСО 14488 [23].

Для проведения измерений с помощью ряда методов необходимо выполнить диспергирование порошка в дисперсионную жидкость. Диспергирование порошка в дисперсионную жидкость осуществляют в соответствии с ИСО 14887 [25].

Многие промышленные нанобъекты подвержены воздействию окружающей среды, и их физические и химические характеристики могут изменяться в процессе отбора проб или хранения. Условия хранения образцов и отбора проб должны быть согласованы между потребителем и изготовителем.

Значения, полученные при определении характеристик промышленных нанобъектов с помощью одного метода, не всегда могут быть сопоставлены со значениями, полученными с помощью других методов, т. к. одна и та же характеристика, измерение которой выполнено разными методами, может иметь разное значение. Методы определения характеристик промышленных нанобъектов должны быть согласованы между потребителем и изготовителем.

В настоящем стандарте предложены методы определения характеристик промышленных нанобъектов. Допускается применять другие методы, обеспечивающие требуемую точность измерений для определения характеристик промышленных нанобъектов.

7 Влияние загрязнений на характеристики промышленных нанобъектов и меры по снижению влияния этих воздействий

Благодаря большой удельной площади поверхности и соответственно высокой поверхностной энергии, многие нанобъекты имеют тенденцию к агрегации, адсорбированию вещества на своей поверхности или прикреплению к поверхности более крупных объектов. Таким образом, происходит изменение их физических и химических характеристик под воздействием окружающей среды. Механизм и степень повреждения материала зависят от нескольких факторов, включая состав нанобъекта, его морфологию, срок хранения и условия хранения.

Меры, направленные на снижение влияния загрязнений на характеристики промышленных нанобъектов, должны быть установлены с учетом подверженности материалов повреждению. Упаковка и условия хранения материалов должны быть согласованы между потребителем и изготовителем.

Упаковка, маркировка и транспортирование материалов должны соответствовать требованиям, установленным в стандартах или технических условиях на конкретные виды продукции.

Требования к условиям хранения материалов должны учитывать воздействия, ухудшающие их характеристики, такие как влажность, высокая температура и свойства материалов вступать в реакции с хранящимися в том же месте другими материалами.

Приложение А
(справочное)

Руководство по применению настоящего стандарта

Руководство по применению настоящего стандарта представлено на рисунке А.1 в виде «дерева решений».

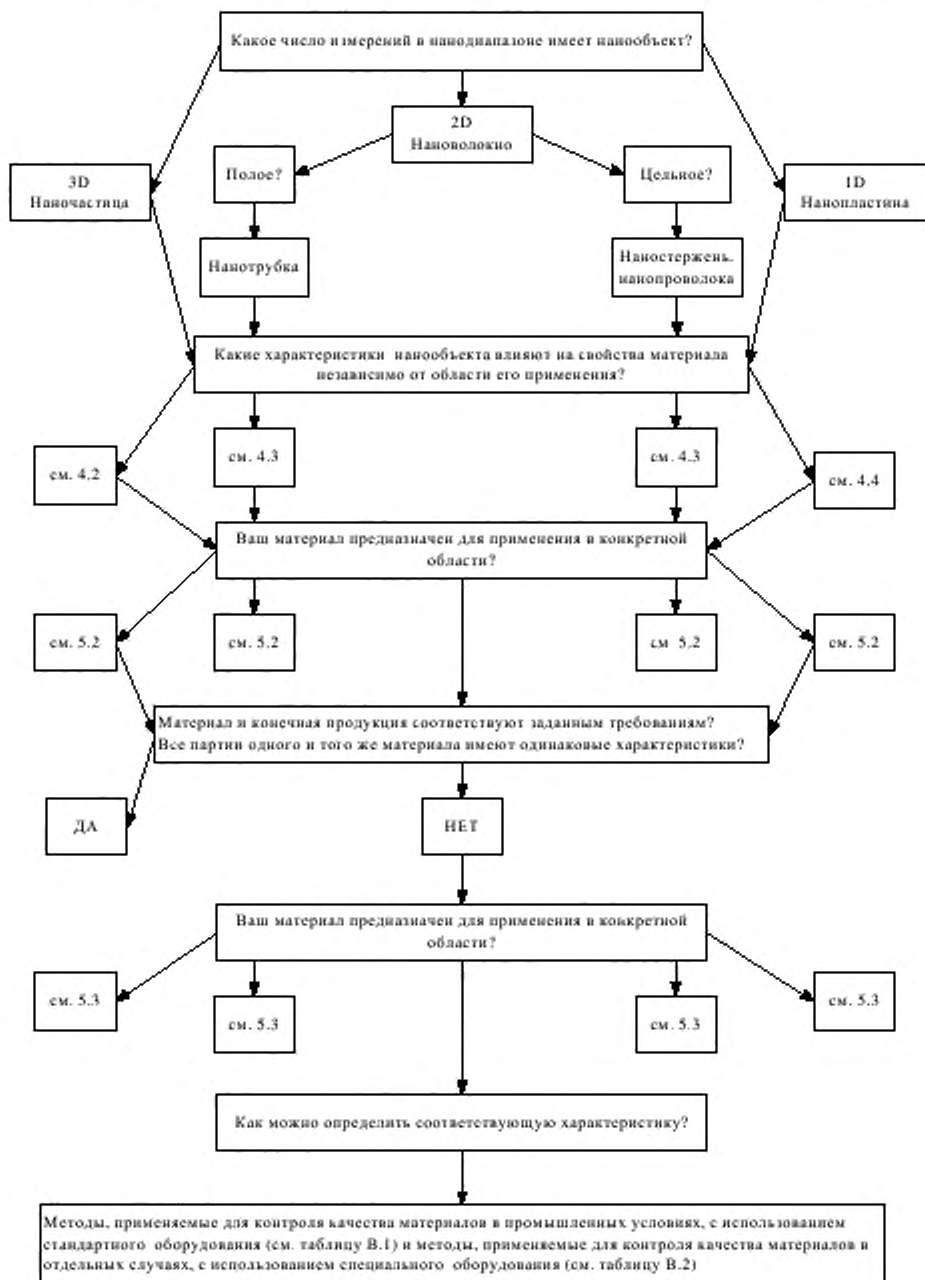


Рисунок А.1 — «Дерево решений»

Приложение В
(справочное)

Методы определения характеристик промышленных нанобъектов

Т а б л и ц а В.1 – Методы, применяемые для контроля качества материалов в промышленных условиях, с использованием стандартного оборудования

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|---|--|--|
| 1.1 | Средний размер частиц и гранулометрический состав | — | При применении различных методов измерений для определения характеристик материала одной и той же партии могут быть получены различные результаты. Изготовитель и потребитель должны согласовывать метод определения гранулометрического состава |
| | | Рассеяние света и дифракция | Метод применяют для частиц диаметром более 40 нм, имеющих сферическую или почти сферическую форму. Калибровку оборудования и измерения выполняют в соответствии с ИСО 13320-1 [17] или ИСО 21501-2 [34] |
| | | Спектроскопия с фотонной корреляцией | Метод применяют для измерения гидродинамического диаметра наночастиц, находящихся в состоянии броуновского движения. С помощью этого метода измеряют частицы диаметром более 3 нм. Применение данного метода зависит от исследуемого материала. Измерения выполняют в соответствии с ИСО 13321 [18] и ИСО 22412 [36] |
| | | Электрокинетическая звуковая амплитуда | Метод применяют для измерения Z-потенциала поверхности твердых частиц и их динамическую мобильность в переменном электрическом поле. Переменное напряжение подают к суспензии для возбуждения звуковых волн, излучаемых движущимися частицами. В зависимости от плотности материала и диаметра частиц информацию о гранулометрическом составе получают: для частиц диаметром более 100 нм, вызывая сдвиг фазы звуковой волны, для частиц диаметром от 5 нм до 100 нм включительно, ослабляя амплитуду звуковой волны |
| 1.2 | Средний размер и распределение по размерам первичных кристаллических частиц | Уширение дифракционных линий рентгеновских лучей | Метод применяют для получения информации о размере небольших кристаллических частиц независимо от того, агломерированы они или агрегированы в большие частицы. Измеряют размер и деформацию отдельных кристаллических частиц размером до 100 нм включительно методом уширения дебаевских линий. К уширению дебаевских линий приводит напряжение в материале и изменение размера кристаллической частицы. Измерения выполняют в соответствии с ЕН 13925-1 [20] – ЕН 13925-3 [22] |

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|--|--|---|
| 1.3 | Степень агрегации/агломерации | Вычисление коэффициента агрегации/агломерации | Измеряют средний размер кристалла d методом уширения дифракционных линий рентгеновских лучей (см. 1.2 данной таблицы) и средний размер частиц D одним из методов, предложенных в 1.1 данной таблицы. Коэффициент агломерации или агрегации T вычисляют по формуле $T = \frac{D}{d}.$ Размер наночастиц можно определять методом дифференциальной электрической подвижности аэрозольных частиц (первичных частиц и агрегатов/агломератов) или с помощью просвечивающей электронной микроскопии. П р и м е ч а н и е – Метод уширения дифракционных линий рентгеновских лучей применим только к кристаллическим материалам |
| 1.4 | Площадь поверхности и удельная площадь поверхности | Метод БЭТ | Метод, основанный на модели, предложенной Брунауэром, Эмметом и Тейлором, позволяет определять площадь поверхности порошков объемом адсорбированного газа. Для этого используют азот или углекислый газ. Для небольшой площади поверхности материалов следует использовать криптон или аргон из-за их чувствительности (увеличение массы на единицу площади). Удельная площадь поверхности – отношение площади поверхности к массе. Измерения выполняют в соответствии с ИСО 9277 [13] и ИСО 18757 [31] |
| 1.5 | Пористость | Ртутная пикнометрия или порометрия (с использованием адсорбции газа) | Пористость измеряют с помощью пикнометра (стеклянного сосуда, имеющего определенную форму и размеры). Порошок с известной массой и объемом помещают в пикнометр, взвешивают, затем пикнометр заполняют жидкостью или газом с известной плотностью, в которых порошок полностью не растворяется, и снова взвешивают. Вычисляют объем газа/жидкости и определяют объем пор порошка как разность суммарного объема порошка, жидкости/газа и объема пикнометра |
| 1.6 | Кристаллическая структура, степень кристалличности, кристаллографическая анизотропия | Рентгеноструктурный анализ | Измерения выполняют в соответствии с ЕН 13925-1 [20] – ЕН 13925-3 [22] |
| 1.7 | Дисперсность в жидкостях | Определение Z-потенциала | Z-потенциал является электростатическим потенциалом, который возникает на границе между дисперсной частицей и окружающей ее жидкости, т. е. между концентрированным слоем ионов на поверхности частицы и слоем ионов окружающей ее среды. Наличие Z-потенциала на границах скопления всех дисперсных частиц формирует на них одноименные заряды и электростатические силы отталкивания, что обеспечивает стабильность дисперсии. Измерение и определение характеристик частиц с помощью акустических методов выполняют в соответствии с ИСО 20998-1 [33] |
| | | Реометрия | Комплексную вязкость с использованием параллельно-пластинчатого колебательного реометра определяют в соответствии с ИСО 6721-10 [9] |
| 1.8 | Дисперсность в твердых матрицах | Рентгеноструктурный анализ | Измерения выполняют в соответствии с ЕН 13925-1 [20] – ЕН 13925-3 [22] |

Продолжение таблицы В.1

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|--------------------|---|--|
| 1.9 | Химическая чистота | Термогравиметрический анализ (ТГА) | <p>С помощью ТГА определяют изменение массы образца в зависимости от температуры. ТГА применяют для определения температуры деградации материалов, влажности, доли органических и неорганических компонентов, точки разложения материалов, например взрывчатые вещества и сухой остаток растворенных веществ.</p> <p>Прибор ТГА состоит из весов высокого класса точности с тиглями (изготовленных, как правило, из платины). В непосредственной близости от образца, например под доньшком тигля, помещают контрольную термопару, с помощью которой измеряют температуру. Камеру печи заполняют инертным газом для предотвращения окисления и других нежелательных реакций или чистым кислородом для измерения окислительно-восстановительного потенциала. Для управления измеряющей аппаратурой и снятия показаний используют компьютер.</p> <p>Постепенно повышая температуру, регистрируют изменение массы образца и строят кривую зависимости изменения массы от температуры. Поскольку многие термогравиметрические кривые выглядят сходно, может потребоваться их дополнительная обработка, прежде чем они могут быть правильно интерпретированы.</p> <p>Производная термогравиметрической кривой позволяет устанавливать точку, в которой изменение массы происходит наиболее быстро. К некоторым современным моделям приборов ТГА можно подключать к выходному штуцеру печи инфракрасный спектрофотометр или масс-спектрометр для непосредственного анализа химического состава</p> |
| 1.10 | Текущность порошка | Определение с помощью прибора кольцевого сдвига | <p>Для определения текущести крупнозернистых порошков установлены соответствующие методы. С помощью прибора кольцевого сдвига определяют напряжение при сдвиге и дилатансию гранулированного материала или порошка</p> |
| | | Определение с помощью прибора Холла | <p>Метод основан на измерении времени, необходимого для истечения заданной массы порошка через отверстие калиброванной воронки (прибора Холла) стандартизированных размеров. Время текущести металлических порошков определяют в соответствии с ИСО 4490 [8]</p> |

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|-------------------------------------|--|---|
| | | <p>Определение коэффициентов уплотнения и текучести</p> | <p>Для того чтобы вычислить коэффициенты уплотнения и текучести порошков, определяют плотность порошка после его утряски ρ_1 (т. е. насыпная плотность порошка после встряхивания, постукивания или вибрации сосуда, в который помещен порошок) и насыпную плотность порошка ρ_0 (т. е. отношение массы порошка к его объему).</p> <p>Коэффициент уплотнения – это отношение плотности после утряски к насыпной плотности. Чем выше значение коэффициента уплотнения, тем хуже показатель текучести.</p> <p>Коэффициент текучести KT вычисляют по формуле</p> $KT = 100 \frac{\rho_1 - \rho_0}{\rho_1}$ <p>Коэффициенты уплотнения и текучести применяют для определения показателя текучести порошков</p> |
| | | <p>Определение с помощью прибора сдвиговых испытаний Дженике</p> | <p>С помощью прибора Дженике определяют критерии оценки текучести порошка, такие как угол внутреннего трения, эффективный угол внутреннего трения и угол трения о стенки сосуда</p> |
| 1.11 | Плотность порошка после его утряски | — | <p>Плотность крупнозернистых порошков после утряски (т. е. насыпную плотность порошка после встряхивания, постукивания или вибрации сосуда, в который помещен порошок) определяют в соответствии с ИСО 3953 [7] (для металлических порошков) и ИСО 23145-1 [37] (для керамических порошков). Абсолютную плотность керамических порошков определяют в соответствии с ИСО 18753 [29]</p> |
| 1.12 | Насыпная плотность порошка | — | <p>Для определения насыпной плотности крупнозернистого порошка установлены соответствующие методы, сущность которых заключается в заполнении порошком сосуда с известным объемом и последующем взвешивании сосуда с порошком. В ИСО 3923 установлены два метода определения насыпной плотности металлических порошков: метод с использованием воронки (ИСО 3923-1 [5]) и метод волюметра Скотта (ИСО 3923-2 [6]).</p> <p>Насыпную плотность керамических порошков определяют в соответствии с ИСО 18754 [30]</p> |
| 1.13 | Химический состав поверхности | — | <p>В настоящее время отсутствуют методы, позволяющие выполнять химический анализ поверхности наноматериалов для проверки их качества в условиях промышленного производства. Некоторые методы, которые могут быть использованы для анализа состава поверхности наноматериалов в целях контроля их качества, представлены в таблице В.2 (пункт 2.9)</p> |

Окончание таблицы В.1

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|------------------------|--------------------------|--|
| 1.14 | Химический состав | — | Изготовители должны учитывать предполагаемый состав материала и наличие возможных примесей при выборе наиболее подходящих методов анализа. В существующих стандартах на конкретные материалы установлены требования к проведению химического анализа, подготовке проб, качеству воды и реактивам |
| 1.15 | Морфология поверхности | Конфокальная микроскопия | <p>Конфокальная микроскопия позволяет получать трехмерное изображение исследуемого образца. С помощью микроскопа измеряют изменения высоты образца (по оси z), перемещая предметный столик микроскопа по осям x и y. Микроскопы, имеющие диафрагму с малым отверстием, расположенную перед детектором, позволяют во время исследования освещать требуемую точку образца интенсивным фокусированным лучом, блокируя внефокусную информацию.</p> <p>В каждый момент времени регистрируют изображение одной точки образца, а полноценные двумерное и трехмерное изображения строятся путем сканирования и формирования регулярного растра (т. е. прямоугольной сетки из параллельных линий).</p> <p>Конфокальная микроскопия позволяет выполнять измерения с разрешением менее 1 мкм по осям x и y и менее 10 нм – по оси z и получать подробную информацию об образце, включая его мельчайшие особенности и топографические изменения. С помощью этого метода измеряют образцы размером от нескольких квадратных миллиметров до 10000 мм²</p> |
| | | Электронная микроскопия | Морфологию поверхности можно определять с помощью растровой электронной микроскопии и просвечивающей электронной микроскопии. Анализ статических изображений выполняют в соответствии с ИСО 13322-1 [19] |

Т а б л и ц а В.2 – Методы, применяемые для контроля качества материалов в отдельных случаях, с использованием специального оборудования

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|---|--|--|
| 2.1 | Средний размер частиц и гранулометрический состав | — | При применении различных методов измерений для определения характеристик материала одной и той же партии могут быть получены различные результаты. Изготовитель и потребитель должны согласовывать метод определения гранулометрического состава |
| | | Подсчет конденсированных частиц с помощью счетчика | Применяют прибор (счетчик) для обнаружения и подсчета наночастиц в аэрозолях. Счетчик увеличивает размер частиц, конденсируя на них пары спирта или воды так, чтобы оптическая система могла их обнаружить. Метод применяют для подсчета частиц диаметром до 100 нм включительно |

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|-------------------|--|--|
| | | Сканирование подвижности частиц | Метод применяют для обнаружения и подсчета частиц диаметром от 3 до 800 нм включительно, определения распределения частиц аэрозоля по размерам. Частицы, получив известный заряд, проходят через электростатическое поле с точно установленной напряженностью. Электростатические силы приводят заряженные частицы в движение между электродами, и частицы с определенной подвижностью отбирают на выходе и подсчитывают. Разделенные между собой частицы можно обнаружить с помощью счетчика конденсированных частиц или сканирующего (пошагового) классификатора подвижности частиц |
| | | Электронная микроскопия и анализ изображений | Калибровку увеличения изображений выполняют в соответствии с ИСО 16700 [26]. Анализ статических изображений выполняют в соответствии с ИСО 13322-1 [19] |
| 2.2 | Морфология частиц | Электронная микроскопия | Морфологию частиц можно определять с помощью растровой электронной микроскопии и просвечивающей электронной микроскопии. Анализ статических изображений выполняют в соответствии с ИСО 13322-1 [19] |
| | | Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) | С помощью СЗМ получают изображение поверхности образца и определяют ее локальные характеристики в нанодиапазоне. Изображение образца формируется в результате регистрации информативного сигнала, возникающего в процессе сканирования поверхности образца зондовым датчиком (кантилевером), в контактном или бесконтактном режиме. Виды СЗМ: - атомно-силовая микроскопия; - сканирующая туннельная микроскопия; - сканирующая оптическая микроскопия ближнего поля |
| | | Атомно-силовая микроскопия (АСМ) | С помощью АСМ получают информацию о форме и структуре наночастиц. Острие (с вершиной диаметром 10 нм) зонда перемещают вдоль поверхности образца вверх и вниз (в направлении оси z) и регистрируют силовое взаимодействие между поверхностью исследуемого образца и зондом. Выполнив три таких движения, получают топографическое изображение исследуемой поверхности. АСМ позволяет в направлении оси z непосредственно измерять высоту, объем и шероховатость поверхности образца |
| | | Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ) | СТМ позволяет получать информацию о плотности состояний атомов поверхности образца с помощью проводящего зонда. Напряжение подают между острием зонда и образцом и измеряют туннельный ток. Зонд перемещают вдоль поверхности образца, формируя растр. Зонд движется вверх и вниз в соответствии с рельефом поверхности благодаря механизму обратной связи, который улавливает начинающееся изменение туннельного тока и изменяет напряжение, прикладываемое к манипулятору, который передвигает зонд по вертикали таким образом, чтобы значение туннельного тока не менялось, т. е. чтобы зазор между зондом и образцом оставался постоянным. По изменению напряжения формируется трехмерное изображение поверхности образца |

Продолжение таблицы В.2

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|------------------------------|---|---|
| | | Сканирующая оптическая микроскопия ближнего поля (СМБП) | С помощью СМБП получают информацию о локальных оптических характеристиках образца за счет взаимодействия электромагнитного поля между образцом и оптическим зондом, сканирующим его поверхность. Оптическим зондом служит заостренный световод с радиусом закругления на конце менее длины световой волны или световод, покрытый непрозрачным для светового излучения слоем, имеющим на конце диафрагму диаметром менее длины световой волны. При проведении измерений зонд размещают близко к поверхности образца, что позволяет выполнять анализ его поверхности с высоким пространственным разрешением |
| 2.3 | Площадь активной поверхности | Диффузионная зарядка аэрозолей | С помощью этого метода измеряют площадь активной поверхности частиц аэрозоля. Зарядка аэрозольных частиц, находящихся в униполярной ионной атмосфере в отсутствие внешнего электрического поля, полностью определяется тепловой диффузией ионов, движущихся через дисперсионную среду по направлению к частице. Ионы присоединяются к заряжаемой частице до тех пор, пока возрастающая в процессе зарядки кулоновская сила отталкивания не уменьшит вероятность дальнейшего заряжения до исчезающе малого значения. Скорость зарядки частицы прямо пропорциональна площади ее активной поверхности |
| | | Эпифаниометрия | С помощью этого метода, используя прибор эпифаниометр, определяют площадь активной поверхности частиц аэрозоля. Аэрозоль пропускают через заряженную камеру, где изотопы свинца, получаемые из радиоактивного распада актиния, присоединяются к поверхностям частиц. Далее частицы проходят через капилляр и поступают в накопительный фильтр. Измеряют значение радиоактивности, которое пропорционально площади активной поверхности частиц аэрозоля |

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|---|---|--|
| 2.4 | Средний размер и распределение по размерам первичных кристаллических частиц | Дифракция отраженных электронов (ДОЭ) | Метод применяют для измерения размера кристаллических частиц с помощью растрового электронного микроскопа, оборудованного специальной камерой, позволяющей получать дифракционные картины. Электроны взаимодействуют с атомными плоскостями кристаллической решетки образца, где выполняется условие Брэгга, отражаются и вследствие этого формируется изображение в микроскопе, соответствующее освещаемому электронами участку образца. Размер кристаллических частиц определяют по полученному изображению. Интенсивность дифракционного отражения зависит от ориентации плоскостей кристаллической решетки образца |
| | | Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) | Метод применяют для измерения размера кристаллических частиц с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Электроны взаимодействуют с атомными плоскостями кристаллической решетки образца, где выполняется условие Брэгга, отражаются и вследствие этого формируется изображение в микроскопе, соответствующее освещаемому электронами участку образца. Размер кристаллических частиц определяют по полученному изображению. Интенсивность дифракционного отражения зависит от ориентации плоскостей кристаллической решетки образца |
| 2.5 | Степень агрегации/агломерации | Растровая электронная микроскопия (РЭМ) | Анализ статических изображений выполняют в соответствии с ИСО 13322-1 [19] |
| 2.6 | Пористость | Электронная микроскопия и анализ изображений | Калибровку увеличения изображений выполняют в соответствии с ИСО 16700 [26]. Анализ статических изображений выполняют в соответствии с ИСО 13322-1 [19] |
| 2.7 | Совместимость с матрицей | Спектроскопия комбинационного рассеяния света (СКР) | Метод СКР основан на комбинационном (рамановском) рассеянии монохроматического света. Эффект Рамана – неупругое рассеяние света (с изменением частоты/длины волны), сопровождающееся переходами вещества между колебательными, вращательными или электронными уровнями энергии. С помощью СКР исследуют молекулярные энергетические уровни, определяют химические связи в молекулах, изменения в структуре молекулярных связей (например, изменения состояний, напряжений и деформаций) |
| 2.8 | Дисперсность в твердых матрицах | Электронная микроскопия | Калибровку увеличения изображений выполняют в соответствии с ИСО 16700 [26]. Анализ статических изображений выполняют в соответствии с ИСО 13322-1[19] |

Продолжение таблицы В.2

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|-------------------------------|---|---|
| 2.9 | Химический состав поверхности | | Нижеперечисленные методы (кроме СХПЭЭ и ЭОС) позволяют выполнять измерения в одном направлении (по оси z) с пространственным разрешением в нанодиапазоне, а в двух других ортогональных направлениях (по осям x и y) – с разрешением только в микродиапазоне. Поэтому нижеперечисленные методы применяют для определения характеристик нанопластин, а не нановолокон и наночастиц |
| | | Электронная оже-спектроскопия (ЭОС) и сканирующая оже-микроскопия (СОМ) | Методы, с помощью которых, используя электронный спектрометр, определяют распределение по энергиям оже-электронов, испускаемых с поверхности образца. Методы ЭОС представлены в ИСО/ТО 18394 [28] и ИСО 20903 [32] |
| | | Спектроскопия характеристических потерь энергии электронами (СХПЭЭ) | Метод основан на анализе неупруго рассеянных электронов, которые потеряли фиксированные порции энергии в процессе взаимодействия с атомами образца. С помощью СХПЭЭ можно получать информацию об элементном составе и образовании химических соединений в тонких слоях и многослойных структурах. Приборы, применяемые в методе СХПЭЭ, позволяют выполнять измерения с разрешением в нанодиапазоне по осям x и y |
| | | Ионно-лучевой анализ (ИЛА) | Метод позволяет получать информацию о составе и структуре внешних атомных слоев твердого материала. При проведении ИЛА обнаруживают и регистрируют в зависимости от энергии и/или угла рассеяния однозарядные моноэнергетические ионы зонда, которые сталкиваются с поверхностью образца |
| | | Масс-спектрометрия вторичных ионов (МСВИ) | Метод, с помощью которого, используя масс-спектрометр, определяют отношения массы заряженных вторичных ионов к их заряду и количество ионов с определенным отношением массы к заряду. Метод представлен в ИСО 22048 [35] и ИСО 18114 [27]. Различают три разновидности МСВИ: статическую, динамическую и МСВИ-изображение. Отличие статической МСВИ от динамической МСВИ заключается в плотности первичного ионного пучка. Высокая плотность первичного ионного пучка, используемого при динамической МСВИ, вызывает эрозию поверхности образца в процессе измерения в отличие от статической МСВИ, при которой верхний слой атомов удаляется лишь после многочасовых измерений. МСВИ-изображение представляет собой сочетание двух предыдущих разновидностей МСВИ и позволяет устанавливать соотношение между химическим составом и морфологией поверхности образца |

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|----------------|---|--|
| | | Динамическая масс-спектрометрия вторичных ионов (Д-МСВИ) | С помощью Д-МСВИ можно получать информацию об элементном и молекулярном составе поверхности и приповерхностных тонких слоях (до нескольких микрометров) образца. Приборы, применяемые для Д-МСВИ, позволяют выполнять глубокий профильный анализ элементного или молекулярного распределения и обнаруживать присутствие элемента в диапазоне одна часть на миллиард |
| | | Времяпролетная масс-спектрометрия вторичных ионов (ВП-МСВИ) | Приборы, применяемые для ВП-МСВИ, обладают достаточной чувствительностью, и с их помощью можно проанализировать один-два монослоя (как правило, менее 2 нм) поверхности образца. Метод ВП-МСВИ применяют для проведения полуколичественного анализа и получения информации о химическом составе поверхности образца: при изменении химического состава поверхности регистрируют изменения относительной интенсивности диагностических сигналов ВП-МСВИ |
| | | Рентгенофлуоресцентная спектроскопия полного отражения (РФС-ПО) | Метод, с помощью которого, используя рентгеновский спектрометр, определяют распределение по энергиям флуоресценции рентгеновских лучей, испускаемых с поверхности образца, облучаемого первичными рентгеновскими лучами, под действием эффекта полного отражения |
| | | Ультрафиолетовая фотоэлектронная спектроскопия (УФЭС) | Метод, с помощью которого, используя электронный спектрометр, определяют распределение по энергиям фотоэлектронов, испускаемых с поверхности образца под воздействием ультрафиолетовых фотонов |
| | | Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС) | Метод, с помощью которого, используя электронный спектрометр, определяют распределение по энергиям оже-электронов и фотоэлектронов, испускаемых с поверхности образца под воздействием фотонов рентгеновского излучения. РФЭС обладает высокой поверхностной и элементной чувствительностью и является методом неразрушающего контроля. РФЭС позволяет получать информацию о качественном и количественном химическом составе поверхности образца. РФЭС позволяет исследовать и определять в химическом соединении все элементы, кроме водорода и гелия. Метод представлен в ИСО 20903 [32]. Альтернативное название метода РФЭС – электронная спектроскопия для химического анализа (ЭСХА) |

Продолжение таблицы В.2

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|--|--|---|
| 2.10 | Химический состав | Масс-спектрометрия с тлеющим разрядом (МСТР) | Метод, с помощью которого, используя масс-спектрометр, определяют отношение массы иона к его заряду и концентрацию ионов из тлеющего разряда, воздействующего на поверхность образца |
| | | Оптическая эмиссионная спектрометрия с тлеющим разрядом (ОЭСТР) | Метод, с помощью которого, используя оптический эмиссионный спектрометр, измеряют длину волны и интенсивность света, излучаемого тлеющим разрядом, воздействующим на поверхность образца. Метод представлен в ИСО 14707 [24] |
| 2.11 | Химическая чистота | Абсорбционная спектроскопия в ультрафиолетовой, видимой и ближней инфракрасной областях спектра (Абсорбционная спектроскопия УФ-В-БИК) | <p>Метод абсорбционной спектроскопии основан на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом. Различают исследования в ультрафиолетовой, видимой и ближней инфракрасной областях спектра. Через вещество пропускают электромагнитное излучение источника, а затем прошедший поток раскладывают в спектральном приборе по длинам волн и исследуют его спектральный состав. Измеряют и сравнивают интенсивность светового потока до и после его прохождения через образец.</p> <p>Абсорбционную спектроскопию УФ-В-БИК сочетают с методами модуляции, чаще всего с методом модуляции длины волны, иногда с методом модуляции частоты с целью снижения уровня шумов.</p> <p>Приборы абсорбционной спектроскопии УФ-В-БИК включают в себя: источник излучения, приемник излучения, монохроматор, состоящий из диспергирующего элемента (такого как призма или дифракционная решетка) и системы линз, зеркал, входных и выходных щелей. Многие современные приборы позволяют регистрировать спектр одновременно в широком диапазоне длин волн.</p> <p>В ИСО/ТС 10867 [14] представлен метод определения характеристик одностенных углеродных нанотрубок (ОУНТ) с применением фотoluminesцентной спектроскопии в ближней инфракрасной области спектра. Этот метод допускает применять для оценки массовой концентрации полупроводниковых ОУНТ в образце относительно интегральной интенсивности фотoluminesценции исследуемого образца и от фотoluminesценции поперечных сечений ОУНТ</p> |
| 2.12 | Прочность при сжатии одиночного агломерата | — | <p>Методы определения прочности при сжатии одиночного агломерата в настоящее время находятся в стадии разработки. Например, одиночный агломерат с диаметром более 63 мкм помещают в разрывную машину для испытаний на сжатие (под поперечную подвижную балку (траверс)) и снимают диаграмму деформирования под нагрузкой, пока агломерат не распадется</p> |

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|------------------------|-------|---|
| 2.13 | Морфология поверхности | АСМ | <p>Приборы АСМ формируют изображение образца в процессе сканирования, регистрируя силы взаимодействия зондового датчика (кантилевера) с поверхностью образца.</p> <p>Острие (с вершиной диаметром 10 нм) зонда перемещают вдоль поверхности образца вверх и вниз (в направлении оси z) и регистрируют силовое взаимодействие между поверхностью исследуемого образца и зондом. Выполнив три таких движения, получают топографическое изображение исследуемой поверхности. АСМ позволяет в направлении оси z непосредственно измерять высоту, объем и шероховатость поверхности образца</p> |
| | | СМБП | <p>С помощью СМБП получают информацию о локальных оптических характеристиках образца за счет взаимодействия электромагнитного поля между образцом и оптическим зондом, сканирующим его поверхность. Оптическим зондом служит заостренный световод с радиусом закругления на конце менее длины световой волны или световод, покрытый непрозрачным для светового излучения слоем, имеющим на конце диафрагму, диаметром менее длины световой волны. При проведении измерений зонд размещен близко к поверхности образца, что позволяет выполнять анализ его поверхности с высоким пространственным разрешением</p> |
| | | СТМ | <p>СТМ позволяет получать информацию о плотности состояний атомов поверхности образца с помощью проводящего зонда.</p> <p>Напряжение подают между острием зонда и образцом и измеряют туннельный ток. Зонд перемещают вдоль поверхности образца, формируя растр. Зонд движется вверх и вниз в соответствии с рельефом поверхности благодаря механизму обратной связи, который улавливает начинающееся изменение туннельного тока и изменяет напряжение, прикладываемое к манипулятору, который передвигает зонд по вертикали таким образом, чтобы значение туннельного тока не менялось, т. е. чтобы зазор между зондом и объектом оставался постоянным. По изменению напряжения формируется трехмерное изображение поверхности образца</p> |
| | | СКР | <p>Метод СКР основан на комбинационном (рамановском) рассеянии монохроматического света. Эффект Рамана – неупругое рассеяние света (с изменением частоты/длины волны), сопровождающееся переходами вещества между колебательными, вращательными или электронными уровнями энергии. С помощью СКР исследуют молекулярные энергетические уровни. Результаты, полученные с помощью СКР, применяют для интерполяции диаметра углеродных нанотрубок</p> |
| | | СТМ | <p>Метод СТМ применяют для измерения диаметра отдельных углеродных нанотрубок</p> |

Окончание таблицы В.2

| Порядковый номер | Характеристика | Метод | Краткое описание метода |
|------------------|--|-------|---|
| 2.15 | Средняя длина и распределение нановолокон по длине | РЭМ | Поместив пучок нановолокон на соответствующую подложку, с помощью РЭМ получают изображение этого пучка и определяют длину нановолокон. Калибровку увеличения изображений выполняют в соответствии с ИСО 16700 [26] |
| 2.16 | Среднее аспектное отношение и распределение нановолокон по аспектному отношению | | Аспектное отношение – это отношение длины к диаметру нановолокна. Методы измерений представлены в таблице В.2 (пункты 2.14 и 2.15) |
| 2.17 | Средняя толщина стенок и распределение нановолокон по толщине стенок, конструкция концов | ПЭМ | По изображению поперечного среза нановолокна, получаемого с помощью ПЭМ, определяют толщину его стенок |
| 2.18 | Симметрия | — | Методы определения симметрии углеродных нанотрубок в настоящее время находятся в стадии разработки. Например, для определения отдельных характеристик УНТ применяют методы СТМ, ДОО и СКР. В ИСО/ТС 10867 [14] установлен метод определения индекса хиральности полупроводниковых ОУНТ в образце и их относительной интегральной интенсивности фотолюминесценции |

Приложение ДА
(справочное)Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов
национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта |
|--|----------------------|--|
| ИСО/ТС 27687:2008 | IDT | ГОСТ Р 54622–2011/ИСО/ТС 27687:2008 «Нанотехнологии. Термины и определения нанообъектов. Наночастица, нановолокно и нанопластина» |
| ИСО/ТС 80004-1:2010 | IDT | ГОСТ Р 55416–2013/ИСО/ТС 80004-1:2010 «Нанотехнологии. Часть 1. Основные термины и определения» |
| <p>Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: -IDT – идентичный стандарт.</p> | | |

Библиография

- [1] ISO/IEC Guide 50, *Safety aspects — Guidelines for child safety*
- [2] ISO/IEC Guide 51, *Safety aspects — Guidelines for their inclusion in standards*
- [3] ISO/IEC Guide 71:2001, *Guidelines for standards developers to address the needs of older persons and persons with disabilities*
- [4] ISO/IEC Guide 73, *Risk management — Vocabulary — Guidelines for use in standards*
- [5] ISO 3923-1, *Metallic powders — Determination of apparent density — Part 1: Funnel method*
- [6] ISO 3923-2, *Metallic powders — Determination of apparent density — Part 2: Scott volumeter method*
- [7] ISO 3953, *Metallic powders — Determination of tap density*
- [8] ISO 4490, *Metallic powders — Determination of flow rate by means of a calibrated funnel (Hall flowmeter)*
- [9] ISO 6721-10, *Plastics — Determination of dynamic mechanical properties — Part 10: Complex shear viscosity using a parallel-plate oscillatory rheometer*
- [10] ISO/TS 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core Terms*
- [11] ISO 9000, *Quality management systems — Fundamentals and vocabulary*
- [12] ISO 9001, *Quality management systems — Requirements*
- [13] ISO 9277, *Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption — BET method*
- [14] ISO/TS 10867, *Nanotechnologies — Characterization of single-wall carbon nanotubes using near infrared photoluminescence spectroscopy*
- [15] ISO/TR 12885, *Nanotechnologies — Health and safety practices in occupational settings relevant to nanotechnologies*
- [16] ISO/TR 13121, *Nanotechnologies — Nanomaterial risk evaluation*
- [17] ISO 13320-1, *Particle size analysis — Laser diffraction methods — Part 1: General principles*
- [18] ISO 13321:1996, *Particle size analysis — Photon correlation spectroscopy*
- [19] ISO 13322-1, *Particle size analysis — Image analysis methods — Part 1: Static*
- [20] EN 13925-1, *Non-destructive testing — X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials — Part 1: General principles*
- [21] EN 13925-2, *Non-destructive testing — X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials — Part 2: Procedures*
- [22] EN 13925-3, *Non-destructive testing — X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials — Part 3: Instruments*
- [23] ISO 14488, *Particulate materials — Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties*
- [24] ISO 14707, *Surface chemical analysis — Glow discharge optical emission spectrometry (GD-OES) — Introduction to use*
- [25] ISO 14887, *Sample preparation — Dispensing procedures for powders in liquids*
- [26] ISO 16700, *Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Guidelines for calibrating image magnification*
- [27] ISO 18114, *Surface chemical analysis — Secondary-ion mass spectrometry — Determination of relative sensitivity factors from ion-implanted reference materials*
- [28] ISO/TR 18394, *Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy — Derivation of chemical information*
- [29] ISO 18753, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of absolute density of ceramic powders by pycnometer*
- [30] ISO 18754, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of density and apparent porosity*
- [31] ISO 18757, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of specific surface area of ceramic powders by gas adsorption using the BET method*
- [32] ISO 20903, *Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy — Methods used to determine peak intensities and information required when reporting results*
- [33] ISO 20998-1, *Measurement and characterization of particles by acoustic methods — Part 1: Concepts and procedures in ultrasonic attenuation spectroscopy*
- [34] ISO 21501-2, *Determination of particle size distribution — Single particle light interaction methods — Part 2: Light scattering liquid-borne particle counter*
- [35] ISO 22048, *Surface chemical analysis — Information format for static secondary-ion mass spectrometry*
- [36] ISO 22412, *Particle size analysis — Dynamic light scattering (DLS)*
- [37] ISO 23145-1, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of bulk density of ceramic powders — Part 1: Tap density*
- [38] CAN/CSA-Q850-97, *Risk Management: Guideline for Decision Makers*
- [39] Consumer Product Safety Commission, Handbook for Manufacturing Safer Consumer Products. July 2006, www.cpsc.gov/businfo/intl/handbookenglishaug05.pdf
- [40] Consumer Product Safety Commission, Recall handbook, May 1999, www.cpsc.gov/BUSINFO/8002.htm
- [41] EC, Guidelines for the Notification of Dangerous Consumer Products to the Competent Authorities of the Member States by Producers and Distributors in Accordance with Article 5(3) of Directive 2001/95/EC ec.europa.eu/consumers/cons_safe/prod_safe/guidelines_documents.pdf

ГОСТ Р 55723—2013

- [42] European Commission, risk Assessment Guidelines for non-food Consumer Products, Draft for Consultation, August 2008, http://ec.europa.eu/consumers/ipm/risk_assesment_guidelines_non_food.pdf
- [43] IEC's Advisory Committee on Safety – Development of a standard for safety related risk assessment in the area of low voltage

УДК 53.04:006.354

ОКС 07.030

Ключевые слова: нанотехнологии, определение характеристик промышленных нанообъектов, нанодиапазон, наночастица, нанопластина, нановолокно, нанотрубка, наностержень, нанопроволока

Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60x84^{1/8}.
Усл. печ. л. 3,26. Тираж 36 экз. Зак. 2850.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru