ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.774— 2011

Государственная система обеспечения единства измерений

ДИСПЕРСНЫЙ СОСТАВ ЖИДКИХ СРЕД

Определение размеров частиц по динамическому рассеянию света

(ISO 22412:2008, NEQ)

(ISO 13321:1996, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений» (ФГУП «ВНИИФТРИ»)

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 1119-ст

4 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения следующих международных стандартов:

- ИСО 22412:2008 «Гранулометрический анализ. Динамическое рассеяние света» [ISO 22412:2008 «Particle size analysis — Dynamic light scattering (DLS)»];
- ИСО 13321:1996 «Анализ гранулометрический. Спектроскопия с фотонной корреляцией» (ISO 13321:1996 «Particle size analysis — Photon correlation spectroscopy», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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 ежемесячного 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.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода измерений . . . 2
5 Описание средства измерений . . . 4
6 Условия измерений . . . 5
7 Требования безопасности . . . 5
8 Порядок подготовки к проведению измерений . . . 5
9 Порядок проведения измерений . . . 6
10 Правила оформления результатов измерений . . . 6
11 Оценка неопределенности результатов измерений . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ДИСПЕРСНЫЙ СОСТАВ ЖИДКИХ СРЕД

Определение размеров частиц по динамическому рассеянию света

State system for ensuring the uniformity of measurements. Disperse composition of liquid media. Determination of particle size by dynamic light scattering

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на метод измерений размеров наночастиц в жидких средах по динамическому рассеянию света (далее — метод измерений).

Метод измерений реализуют в системах анализа с гомодинным и гетеродинным способами детектирования оптического сигнала.

В соответствии с настоящим стандартом метод измерений применяют при использовании анализаторов с гомодинным способом детектирования.

Настоящий стандарт не устанавливает конкретных методик измерений размеров наночастиц конкретных продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ Р 54500.1/Руководство ИСО/МЭК 98-1:2009 Неопределенность измерения. Часть 1. Введение в руководства по неопределенности измерения

ГОСТ Р 54500.3/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

ГОСТ Р 54500.3.1/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008/Дополнение 1:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. Дополнение 1. Трансформирование распределений с использованием метода Монте-Карло

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 14644-1 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха по концентрации частиц

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

суспензия (Н. *взвесь*): Жидкая неоднородная система, состоящая из твердых частиц, распределенных в жидкости.

[ГОСТ 16887—71, статья 4]

3.2

дисперсная система: Система, состоящая из двух или более фаз (тел) с сильно развитой поверхностью раздела между ними.

[ГОСТ Р 51109—97, статья 5.6]

3.3

дисперсная фаза: Прерывная фаза в дисперсной системе в виде отдельных мелких твердых частиц, капелек жидкости или пузырьков газа.

[ГОСТ 16887—71, статья 1]

3.4

дисперсионная среда: Непрерывная фаза в дисперсной системе.

[ГОСТ 16887—71, статья 2]

3.5 **наночастица:** Твердый, жидкий или многофазный объект, в том числе микроорганизм, размером менее или равным 100 нм.

3.6 **размер наночастицы:** Диаметр сферы, которая в контролирующем приборе дает отклик, равный отклику от оцениваемой наночастицы.

3.7 **интенсивность рассеяния:** Интенсивность света, рассеянного наночастицами в рассеивающем объеме.

3.8 **рассеивающий объем:** Часть объема контролируемой взвеси, рассеивающей свет, который регистрируется фотодетектором.

3.9

динамическая вязкость жидкой среды η: Отношение применяемого напряжения сдвига к скорости сдвига жидкости. Иногда его называют коэффициентом динамической вязкости или просто вязкостью. Таким образом, динамическая вязкость является мерой сопротивления истечению или деформации жидкости.

Примечание — Термин «динамическая вязкость» можно также применять для обозначения зависимости от времени, при котором напряжение сдвига и скорость сдвига имеют синусоидальную временную зависимость.

[ГОСТ 33—2000*, пункт 3.3]

4 Сущность метода измерений

При зондировании взвеси лазерным лучом часть света рассеивается на локальных пространственных флуктуациях ее показателя преломления, вызванных броуновским движением частиц. Интенсивность $I(t)$ рассеянного света пропорциональна спектральной плотности мощности этих флуктуаций. Пространственный масштаб $\Lambda = 2\pi/q$ флуктуаций показателя преломления взвеси, на которых происходит рассеяние лазерного света под углом θ, вычисляют по формуле

$$q = \frac{4\pi n}{\lambda_0} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right), \qquad (1)$$

* Действует ГОСТ 33—2016.

где q — модуль волнового вектора рассеяния $\vec{q}$;

n — показатель преломления взвеси;

λ_0 — длина волны зондирующего излучения в вакууме.

В зависимости от угла θ пространственный масштаб Λ изменяется в диапазоне от $\lambda_0/(2n)$ при $\theta = \pi$ и до размеров, ограниченных реальными условиями эксперимента при $\theta = 0{,}005$ рад.

Схема, иллюстрирующая процесс рассеяния света, и векторная диаграмма, характеризующая процесс рассеяния, приведены на рисунке 1.



$\vec{k}_0$ – вектор падающего света; $\vec{k}_s$ – вектор рассеянного света; $\vec{q}$ – вектор рассеяния

Рисунок 1 — Схема и векторная диаграмма, иллюстрирующие процесс рассеяния света

Спонтанное возникновение и последующая релаксация пространственных флуктуаций показателя преломления взвеси к равновесному значению приводят к временной зависимости интенсивности рассеянного света $I(t)$. Скорость релаксации $D / \Lambda = Dq/2\pi$ этих флуктуаций зависит от коэффициента диффузии D, а характерное время релаксации τ_0 определяют из соотношения

$$\tau_0 = 1/Dq^2. \tag{2}$$

Как правило, изменение интенсивности рассеянного света $I(t)$ представляет собой стохастический стационарный процесс, выражаемый автокорреляционной функцией:

$$G(\tau) = \langle I(t)I(t-\tau)\rangle = \lim_{\Delta t \to \infty} \frac{1}{\Delta t} \int_0^{\Delta t} I(t)\, I(t-\tau)dt, \tag{3}$$

где Δt — время усреднения (интегрирования);

τ — время корреляции;

$I(t-\tau)$ — интенсивность рассеянного света за время $(t-\tau)$.

При наличии броуновского движения в взвеси автокорреляционная функция $G(\tau)$ имеет вид:

$$G(\tau) = a\exp(-2\tau/\tau_0) + b, \tag{4}$$

где $a = \langle I^2(t)\rangle$ и $b = \langle I(t)\rangle^2$ — экспериментально определяемые константы (угловые скобки $\langle\ \rangle$ обозначают усреднение по времени);

τ — время корреляции;

τ_0 — характерное время релаксации.

На рисунке 2 приведен типичный вид автокорреляционной функции $G(\tau)$.

Зная характерное время релаксации τ_0 из анализа автокорреляционной функции, определенной по формуле (4), рассчитывают значение коэффициента диффузии D из формулы (2). Размер наночастиц d рассчитывают по формуле Стокса—Эйнштейна:

$$d = \frac{k_B T}{3\pi\eta D}, \tag{5}$$

где k_B — константа Больцмана;
T — абсолютная температура;
η — динамическая вязкость взвеси.

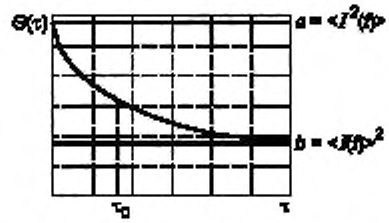
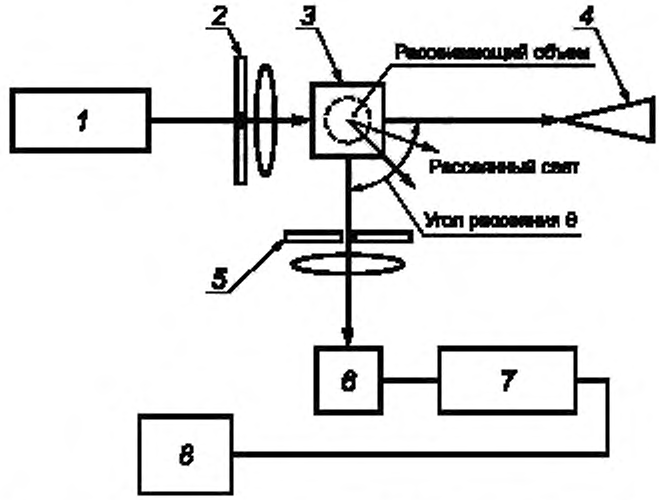


Рисунок 2 — Автокорреляционная функция рассеянного света

5 Описание средства измерений

5.1 Типичная схема средства измерений, реализующего метод измерений (далее — анализатор размера частиц), приведена на рисунке 3.



1 — источник электромагнитного излучения, *2* — формирующая оптическая система; *3* — оптическая кювета для размещения образца; *4* — оптическая ловушка, *5* — собирающая оптическая система, *6* — фотоприемное устройство; *7* — электронный блок обработки сигнала с коррелятором; *8* — компьютер

Рисунок 3 — Схема анализатора размера частиц

5.2 Мощность лазера должна быть в диапазоне от 2 до 35 мВт. Для анализа наночастиц размером более 30 нм рекомендуется использовать лазеры мощностью от 2 до 5 мВт, для анализа наночастиц меньших размеров — лазеры мощностью от 15 до 35 мВт.

Примечание — При использовании лазеров мощностью свыше 35 мВт возникает опасность конвективной теплопередачи в анализируемом образце, влияющей на качество измерений.

5.3 В качестве фотоприемного устройства следует использовать высокочувствительный фотоумножитель или лавинный фотодиод.

5.4 Электронный блок обработки сигнала с коррелятором должен принимать сигнал с зависящей от времени интенсивностью и выдавать на выходе автокорреляционную функцию.

5.5 Обработка и представление результатов измерений должны проводиться автоматически.

5.6 В анализаторе размера частиц должна быть предусмотрена система контроля температуры анализируемого образца.

6 Условия измерений

6.1 При выполнении измерений соблюдают следующие условия окружающей среды, если в руководствах по эксплуатации применяемых средств измерений не указаны более жесткие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 10) °С;
- влажность от 30 % до 80 %;
- давление от 84 до 106 кПа;
- напряжение питающей сети 230 В ($^{+6}_{-10}$ %);
- в зоне размещения анализатора размера частиц должны отсутствовать механические вибрации частотами не более 30 Гц и амплитудой виброперемещений более 0,75 мм;
- помещение, в котором эксплуатируют анализатор размера частиц, должно иметь класс чистоты не ниже 8 ИСО согласно ГОСТ ИСО 14644-1;
- не допускается прямое попадание на анализатор размера частиц солнечных лучей.

7 Требования безопасности

7.1 Измерения с помощью анализатора размера частиц должны выполнять лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности и допущенные к работе с электротехническими изделиями напряжением не выше 1000 В, имеющие квалификационную группу по электробезопасности не ниже III, а также прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с лазерным излучением.

7.2 При выполнении измерений соблюдают требования безопасности, указанные в эксплуатационной документации на анализатор размера частиц.

8 Порядок подготовки к проведению измерений

8.1 Содержание частиц в испытуемых образцах взвеси должно быть достаточным для их анализа с помощью анализатора размера частиц.

8.1.1 Критерии оценки минимального содержания частиц в образце взвеси:

а) интенсивность рассеяния испытуемым образцом должна быть не менее чем в 10 раз выше интенсивности рассеяния дисперсионной среды;

б) количество частиц в рассеивающем объеме должно быть от 500 до 1000. Допускается оценивать количество частиц N в рассеивающем объеме V по формуле

$$N = 6C_0V/\pi\overline{d}^3, \qquad (6)$$

где C_0 — объемная доля частиц в образце взвеси;

V — рассеивающий объем анализатора размера частиц;

$\overline{d}$ — средний размер частиц.

8.1.2 Критерий оценки максимального содержания частиц в образце взвеси — отношение значения, при котором автокорреляционная функция интенсивности рассеяния пересекает ось ординат, к его максимальному значению должно быть не менее чем 0,8.

8.2 При высокой концентрации испытуемого образца допускается его разбавление до уровня, необходимого для проведения измерений с помощью анализатора размера частиц.

8.2.1 В качестве разбавляющей жидкости должна быть использована та же жидкость, что служит дисперсионной средой представленного образца.

8.2.2 Жидкая дисперсионная среда должна обладать следующими характеристиками:

а) не растворять материал и не изменять размера частиц, взвешенных в испытуемом образце;

б) иметь показатель преломления, отличающийся от показателя преломления материала частиц, взвешенных в испытуемом образце, не более чем 0,05;

в) иметь известные значения показателя преломления и коэффициента динамической вязкости с погрешностью в пределах ±0,5 %;

г) должна быть чистой (без содержания загрязняющих частиц).

8.2.3 В качестве жидкой дисперсионной среды рекомендуется использовать деионизованную воду, соответствующую требованиям ГОСТ 6709, а также органические жидкости, например этанол — ГОСТ Р 55878 и изопропанол — ГОСТ 9805.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Проведение измерений с помощью анализатора размера частиц включает в себя следующие этапы:

а) проверку фона в измерительном канале анализатора. Проверку фона допускается проводить с помощью разбавляющей жидкости, соответствующей требованиям, установленным в разделе 8;

б) размещение испытуемого образца в измерительной ячейке и стабилизацию теплового равновесия между испытуемым образцом и измерительной ячейкой. Колебания равновесной температуры должны быть в пределах ±1 °С;

в) регистрацию данных, необходимых для проведения измерений:

- обозначения испытуемого образца,
- длительности измерения,
- температуры, показателя преломления и коэффициента динамической вязкости испытуемого образца,
- длины волны лазерного излучения и угол рассеяния, если выбирают эти параметры;

г) предварительное измерение для проверки достаточности уровня концентрации (при необходимости);

д) измерение и обработку данных (измерение интенсивности рассеяния, вычисление среднего размера частиц $\overline{d}$ и его стандартного отклонения).

10 Правила оформления результатов измерений

Отчет об измерениях должен включать в себя результаты измерений — средний размер частиц $\overline{d}$ и его стандартное отклонение, а также рекомендуется указывать следующую информацию:

- идентификационные элементы анализатора размера частиц, включая наименование изготовителя, модель и серийный номер;
- дату и время измерений;
- тип образца и его параметры (показатель преломления и коэффициент динамической вязкости дисперсионной среды; концентрацию и температуру образца и т. п.);
- условия измерений.

11 Оценка неопределенности результатов измерений

11.1 Оценку стандартной неопределенности (пределы допускаемой относительной погрешности) результатов измерений размеров частиц следует проводить в соответствии с ГОСТ Р 54500.1, ГОСТ Р 54500.3, ГОСТ Р 54500.3.1 с использованием эталонных мер размера наночастиц в жидких средах. В качестве таких мер рекомендуется применять дисперсные системы на основе полистирольного латекса. Характеристики мер и условия их применения должны быть определены в технической документации на них.

11.2 Оценку повторяемости (сходимости) и воспроизводимости измерений, если требуется, осуществляют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2.

УДК 544.023.523:006.354 ОКС 17.020 Т86.5

Ключевые слова: дисперсный состав, размер частиц, взвесь, динамическое рассеяние света

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 11.03.2019. Подписано в печать 09.04.2019 Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru