ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59388.2— 2024 (ISO/TS 21236-2:2021)

Нанотехнологии

НАНОМАТЕРИАЛЫ ГЛИНИСТЫЕ

Часть 2

Наноматериалы, содержащие нанопластины, для изготовления газонепроницаемых пленок. Характеристики и методы измерений

(ISO/TS 21236-2:2021, Nanotechnologies — Clay nanomaterials — Part 2: Specification of characteristics and measurements for clay nanoplates used for gas-barrier film applications, MOD)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии 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 30 октября 2024 г. № 1561-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному документу ISO/TS 21236-2:2021 «Нанотехнологии. Глинистые наноматериалы. Часть 2. Описание характеристик и методов измерений глинистых нанопластин, используемых в газонепроницаемых пленках» (ISO/TS 21236-2:2021 «Nanotechnologies — Clay nanomaterials — Part 2: Specification of characteristics and measurements for clay nanoplates used for gas-barrier film applications», MOD) путем изменения ссылок, исключения отдельных положений, которые дублируются по тексту стандарта, исключения из библиографии информации о документах, ссылки на которые не использованы при изложении настоящего стандарта, дополнения обозначений и сокращений, которые выделены в тексте курсивом.

Внесение указанных технических отклонений направлено на учет целесообразности использования ссылочных национальных стандартов вместо ссылочных международных стандартов.

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

Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном документе, приведены в приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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

© ISO, 2021
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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 Сокращения 2
5 Характеристики глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины, и методы измерений 2
5.1 Общие положения 2
5.2 Минеральный состав 3
5.3 Химический состав 4
5.4 Емкость катионного обмена 4
5.5 Размеры нанопластин 4
5.6 Потери массы при прокаливании 4
5.7 Адсорбционная активность по метиленовому синему 5
5.8 Аспектное соотношение 5
5.9 Пленкообразование 5
5.10 Вязкость 5
6 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Методы измерений, применяемые для определения конкретных характеристик глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины 7
Приложение В (справочное) Применение глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины, для придания пленкам газобарьерных свойств 10
Приложение С (справочное) Цепочки создания стоимости глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины 14
Приложение D (справочное) Форма протокола испытаний 15
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном документе 16
Библиография 17

Введение

В связи с распространением применения полимерных пленок и жестких полимерных материалов в области упаковки пищевых продуктов, медицинских изделий, электронных устройств, строительстве, сельском хозяйстве и так далее газобарьерные свойства таких полимерных материалов приобретают все большее значение. Полимерные материалы обладают газопроницаемостью разного уровня, который варьируется в зависимости от области их применения. Пленки с газобарьерными свойствами состоят из нескольких слоев или имеют специальные покрытия, непроницаемые для газа и влаги (однослойные пленки, как правило, проницаемы для большинства газов). Пленки, предназначенные для упаковки пищевых продуктов, должны обладать газобарьерными свойствами и предотвращать проникновение газообразного кислорода и паров влаги. Прозрачную газонепроницаемую пленку, полученную методом осаждения паров диоксида кремния или оксида алюминия на полиэтилентерефталатную или нейлоновую пленку, как правило, применяют для упаковки пищевых продуктов, фармацевтической продукции, промышленных товаров и др. При этом для изготовления дисплеев на органических светодиодах требуется пленка с более высоким уровнем газонепроницаемости по сравнению с пленками, используемыми для упаковки пищевых продуктов.

Предполагается, что пленки с высоким уровнем газонепроницаемости будут востребованы в различных отраслях, таких как электроника, упаковочные материалы для фармацевтической продукции и хранения водорода. Для улучшения газобарьерных свойств полимерных материалов, используемых для упаковки, применяют различные технологии, например в такие материалы добавляют газонепроницаемые нанообъекты с целью получения нанокомпозитов. Один из наиболее распространенных типов полимерных нанокомпозитов изготавливают с применением глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины, которые улучшают газобарьерные свойства.

Проведены научные исследования и получены патенты на различные нанокомпозитные газонепроницаемые материалы, при изготовлении которых использованы глинистые наноматериалы, содержащие нанопластины. Феномен высокого уровня газонепроницаемости материалов описан в модели Нильсена. Глинистые наноматериалы выпускают в форме порошков и суспензий с разнообразными характеристиками, применяя для их изготовления различные технологические процессы. Для производства глинистых наноматериалов применяют различные материалы, в том числе смектит, тальк, каолинит и слюду, некоторые из которых подходят для получения материалов с газобарьерными свойствами. Для этих целей наиболее предпочтительными являются глинистые наноматериалы, содержащие нанопластины, с высоким аспектным соотношением и совместимые с пластиками. Поэтому изготовителям газонепроницаемых пленок следует выбирать глинистые наноматериалы, содержащие нанопластины, с такими характеристиками, которые им необходимы для выпуска качественной продукции.

В *ГОСТ Р 59388.1* приведен перечень характеристик слоистых глинистых наноматериалов в форме порошка с указанием соответствующих методов измерений для их определения.

В настоящем стандарте приведены перечень характеристик глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины, с указанием соответствующих методов измерений для их определения и рекомендации по проведению измерений конкретных характеристик этих наноматериалов. Настоящий стандарт рекомендуется применять при проведении исследований, разработках и поставках глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины, предназначенных для изготовления газонепроницаемых пленок.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Нанотехнологии

НАНОМАТЕРИАЛЫ ГЛИНИСТЫЕ

Часть 2

Наноматериалы, содержащие нанопластины, для изготовления газонепроницаемых пленок. Характеристики и методы измерений

Nanotechnologies. Clay nanomaterials. Part 2. Nanomaterials containing nanoplates for the production of gas-tight films. Characteristics and measurement methods

Дата введения — 2025—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на глинистые наноматериалы, содержащие нанопластины (далее — наноглины), выпускаемые в форме порошков и суспензий, предназначенные для изготовления газонепроницаемых пленок (пленок с газобарьерными свойствами), и устанавливает перечень характеристик с указанием соответствующих методов измерений для их определения.

Настоящий стандарт не устанавливает значения характеристик наноглин и требования безопасности, не рассматривает воздействие наноглин на окружающую среду и здоровье человека при их изготовлении и применении.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 16932 (ИСО 638—78) Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества

ГОСТ 31974 Материалы лакокрасочные. Метод определения прочности покрытия при изгибе вокруг цилиндрического стержня

ГОСТ ISO/TS 80004-6 Нанотехнологии. Часть 6. Характеристики нанообъектов и методы их определения. Термины и определения

ГОСТ Р 8.774 Государственная система обеспечения единства измерений. Дисперсный состав жидких сред. Определение размеров частиц по динамическому рассеянию света

ГОСТ Р 8.777 Государственная система обеспечения единства измерений. Дисперсный состав аэрозолей и взвесей. Определение размеров частиц по дифракции лазерного излучения

ГОСТ Р 59388.1 (ISO/TS 21236-1:2019) Нанотехнологии. Наноматериалы глинистые. Часть 1. Наноматериалы глинистые слоистые. Характеристики и методы измерений

ГОСТ Р ИСО 11465 Качество почвы. Определение массовой доли сухого вещества и массового отношения влаги гравиметрическим методом

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,

Издание официальное

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.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ ISO/TS 80004-6, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **пленка с газобарьерными свойствами** (gas barrier film): Пленка, уменьшающая диффузию газа.

3.2 **нанопластина (**nanoplate): Нанообъект, линейные размеры которого по одному измерению находятся в нанодиапазоне, а размеры по двум другим измерениям значительно больше.

[ГОСТ ISO/TS 80004-2—2017, статья 4.6, терминологическая статья изменена — исключены примечания]

3.3 **нанопластина глинистого наноматериала** (clay nanoplate): Нанопластина из глинистого материала.

3.4

нанокомпозиционный материал с полимерной матрицей, армированный глиной; *наноком-позит с полимерной матрицей, армированный глиной* (polymer clay nanocomposite): Нанокомпозиционный материал с полимерной матрицей, содержащий наноструктурированную фазу глины.

[ГОСТ ISO/TS 80004-4—2016, статья 3.2.1.1]

3.5 **пленкообразование** (film formability): Свойство материала к формированию пленки из суспензии без применения добавок.

Примечание — См. *[1].*

4 Сокращения

В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ААС — атомно-абсорбционная спектроскопия;

АСМ — атомно-силовая микроскопия;

ДРИ —дифракция рентгеновского излучения;

ДРС — динамическое рассеяние света;

ИСП-С — спектрометрия с индуктивно связанной плазмой;

ПЭМ — просвечивающая электронная микроскопия;

РФ — рентгеновская флуоресценция;

РЭМ — растровая электронная микроскопия;

РЭМ-ЭДРС — растровая электронная микроскопия и энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия;

ТГ (TGA) — термогравиметрия*;*

УФ-спектрофотометрия — спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях спектра;

ЭЗМА — электронно-зондовый микроанализ.

5 Характеристики глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины, и методы измерений

5.1 Общие положения

В таблицах 1 и 2 приведены основные и дополнительные характеристики наноглин, подлежащие определению, и соответствующие методы измерений. Характеристики, перечисленные в таблицах 1 и 2, следует определять указанными методами измерений. В средних графах таблиц 1 и 2 указана

форма (порошок или суспензия) пробы для проведения измерений конкретных характеристик наноглины. Для проведения измерений пробы в указанной форме готовят из наноглин, представленных в форме суспензии или порошка.

В приложении А приведены методы измерений, применяемые для определения конкретных характеристик наноглин.

Таблица 1 — Основные характеристики наноглин и соответствующие методы измерений

Характеристика	Форма пробы	Метод измерений
Минеральный состав	Порошок	Методы на основе ДРИ, *ЭЗМА*, поляризационная микроскопия
Химический состав	Порошок	ИСП-С, ААС, методы на основе РФ, РЭМ-ЭДРС или ЭЗМА
Емкость катионного обмена	Порошок	Метод Шолленбергера (см. *[2]*)
Размеры нанопластин	Суспензия	Методы на основе дифракции лазерного излучения или ДРС
Потери массы при прокаливании	Порошок	Взвешивание или метод ТГ

Таблица 2 — Дополнительные характеристики наноглин и соответствующие методы измерений

Характеристика	Форма пробы	Метод измерений
Адсорбционная активность по метиленовому синему	Порошок	Метод фильтровальной бумаги или УФ-спектрофотометрия
Аспектное соотношение	Порошок	АСМ, ПЭМ или РЭМ
Пленкообразование	Порошок	Подготовка суспензии, высушивание и визуальный контроль
Вязкость	Суспензия	Метод с применением вискозиметра

В приложении В приведены рекомендации по применению наноглин для придания пленкам газобарьерных свойств, в приложении С — цепочки создания стоимости глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины.

5.2 Минеральный состав

Наноглины, как правило, состоят из различных минералов. Природный смектит может содержать кварц, слюду, полевой шпат и кальцит. Минеральный состав наноглин определяют как отношение массы минеральной композиции, содержащейся в пробе наноглины, к массе высушенной пробы. В пробе наноглины определяют наличие каждого конкретного минерала и определяют его массовую долю. Результатами измерений минерального состава наноглины являются значения массовых долей конкретных минералов, выраженные в процентах.

Для определения минерального состава наноглин в форме порошка в качестве основного метода применяют метод на основе ДРИ (см. *[3]*), в качестве дополнительных методов — метод ЭЗМА или поляризационную микроскопию. Метод поляризационной микроскопии применяют для выявления в пробе наноглин наличия конкретных минералов, но им невозможно определить их массовую долю. Поэтому данный метод используют в качестве дополнительного для повышения достоверности результатов идентификации минералов. Если наноглина представлена в форме суспензии, то для измерений готовят пробу в форме порошка путем ее высушивания при температуре 100 °С. Минеральный состав наноглин определяют методами на основе ДРИ по дифрактограмме [зависимости интенсивностей пиков конкретных минералов от угла падения (или отражения) пучка рентгеновского излучения]. Как правило измерения проводят с применением стандартных образцов. Для измерений применяют пробу наноглины, нанесенную на подложку тонким слоем с плоской поверхностью и неподвижно зафиксированную на ней.

5.3 Химический состав

Химический состав наноглин определяют путем выявления наличия и измерения массовой доли химических элементов, содержащихся в пробе. Полученные результаты выражают в процентах.

Химический состав наноглины в форме порошка и массовую долю конкретных химических элементов, содержащихся в ней, определяют методами ИСП-С, ААС, на основе РФ, РЭМ-ЭДРС или ЭЗМА. РЭМ-ЭДРС — это дополнительный метод, применяемый для определения химического состава наноглин. Если наноглина предоставлена в форме суспензии, то для измерений готовят пробу в форме порошка путем ее высушивания при температуре 100 °С. Для измерений методами ИСП-С и ААС из пробы наноглины готовят водную суспензию заданной концентрации. Для измерений методами на основе РФ применяют высушенный твердый образец заданных размеров.

5.4 Емкость катионного обмена

Емкость катионного обмена определяют как количество обменных катионов на единицу массы пробы наноглины. Емкость катионного обмена наноглины определяют по методу Шолленбергера (см. *[2]*), результаты выражают в единицах миллиэквивалента водорода на 100 г высушенной на воздухе пробы наноглины (мг·экв/100 г) или в единицах санти-моль на кг (смоль+/кг). Метод Шолленбергера, как правило, применяют для определения емкости катионного обмена почв. Концентрацию ионов можно рассчитать на основе результатов определения химического состава наноглины, полученных методами ИСП-С или ААС *[4]*.

5.5 Размеры нанопластин

Как правило, для определения распределения частиц по размерам в различных материалах применяют методы на основе ДРС (см. *[5]*). В *[6]* приведена информация об использовании методов на основе ДРС для определения среднего гидродинамического диаметра частиц и диапазонов распределения частиц по размерам. Применимость методов на основе ДРС к наноматериалам зависит от нескольких факторов, связанных как с самим наноматериалом, так и с испытательным оборудованием. Используя методы на основе ДРС, можно получить достаточно точные результаты измерений распределения частиц по размерам и трехмерные изображения частиц (вместо двухмерных изображений, получаемых методами микроскопии). Для измерений размеров частиц также применяют методы на основе дифракции лазерного излучения (см. *ГОСТ Р 8.777* и *[7]*). Как правило, суспензии содержат как первичные частицы, так и агломераты частиц, поэтому при подготовке проб для измерений следует следить за тем, чтобы при высокой концентрации в ней не образовывались более крупные агломераты нанопластин. Методы на основе дифракции лазерного излучения применяют только для измерений стабильных суспензий с мономодальным и относительно узкодисперсным распределениями частиц по размерам, а при анализе результатов измерений следует учитывать форму частиц. Наноглину, содержащую нанопластины, поперечный размер которых увеличен по сравнению с их первоначальным размером, как правило, применяют для улучшения свойств пленки из-за большого соотношения сторон нанопластин. Для проведения измерений рекомендуется осуществлять подготовку пробы в форме суспензии подходящим способом, например перемешиванием с применением мешалки, встряхиванием или вращением.

Средний размер нанопластин, содержащихся в наноглине, определяют методами на основе дифракции лазерного излучения или ДРС. Результаты, полученные этими методами, представляют собой гидродинамические размеры, и их выражают в нанометрах. Измерения размеров нанопластин, содержащихся в наноглине, допускается проводить методами на основе дифракции лазерного излучения в соответствии с *ГОСТ Р 8.777* (также см. *[7]*) и методами на основе ДРС в соответствии с *ГОСТ Р 8.774* (также см. *[6]*).

Если наноглина представлена в форме суспензии, то измерения размеров нанопластин проводят непосредственно на ее пробе. Если наноглина представлена в форме порошка, то осуществляют подготовку пробы в форме суспензии путем ее диспергирования в жидкой дисперсионной среде.

5.6 Потери массы при прокаливании

Потери массы при прокаливании наноглины определяют как потери массы высушенной пробы в процессе термообработки при температуре не выше 1000 °С. Потери массы при прокаливании связаны с разложением органических соединений и органического модификатора, содержащихся в наноглине, испарением воды и фазовыми изменениями глинистых минералов. Если наноглина представлена в

форме суспензии, то подготовку пробы в форме порошка для измерений осуществляют путем высушивания суспензии.

Потери массы при прокаливании измеряют взвешиванием или методом ТГ. Результаты представляют как массовую долю, выраженную в процентах.

Содержание адсорбированной воды в пробе наноглины определяют как массовую долю влаги (см. раздел 6).

5.7 Адсорбционная активность по метиленовому синему

Адсорбционную активность наноглин по метиленовому синему определяют как отношение максимального количества метиленового синего красителя, адсорбированного высушенной пробой, диспергированной в воде, к массе высушенной пробы в форме порошка перед диспергированием. Если наноглина представлена в форме суспензии, то для проведения измерений пробу в форме порошка готовят из суспензии путем высушивания.

Адсорбционную активность по метиленовому синему определяют методом фильтровальной бумаги или методом УФ-спектрофотометрии (см. *[8]* и ГОСТ ISO/TS 80004-6) в зависимости от требуемой точности измерений. Результаты измерений выражают в миллимолях на 100 г.

5.8 Аспектное соотношение

Аспектное соотношение наноглин определяют как отношение среднего диаметра плоских объектов, содержащихся в пробе, к их средней толщине.

Диаметры и толщины объектов, содержащихся в наноглине, измеряют методами АСМ (см. *[9]* и *[10]*), ПЭМ (см. *ГОСТ Р 59388.1* и *[1]*) и РЭМ (см. *[11]*), результаты выражают в нанометрах. Для получения более точных результатов рекомендуется проводить измерения на образцах заданной концентрации для того, чтобы на изображениях отсутствовали плоские объекты, наложенные друг на друга. Подготовку образцов осуществляют следующим образом. Из пробы наноглины в форме порошка или суспензии готовят достаточно разбавленную суспензию, в которой массовая доля наноглины должна составлять, например, 5×10^{-5} %. Далее полученную суспензию наносят на плоскую подложку, предназначенную для измерений применяемым методом, и высушивают. Суспензию наносят в виде капель на подложку пипеткой или другим оборудованием. Сушку проводят при температуре не выше 100 °С.

Определяют средний диаметр и среднюю толщину плоских объектов, содержащихся в наноглине. Аспектное соотношение наноглины вычисляют делением среднего диаметра на среднюю толщину объектов. Число объектов, диаметры и толщины которых будут измерены, допускается устанавливать по соглашению между изготовителем и потребителем.

5.9 Пленкообразование

Пленкообразование — это способность к образованию качественно сформированной пленки без применения добавок (см. *[1]*). Пленкообразование наноглин оценивают визуально и проведением испытания на изгиб полученной пленки в соответствии с А.9. Результаты для регистрации в протоколе представляют в зависимости от примененного метода.

5.10 Вязкость

Вязкость жидкого тела — это свойство оказывать сопротивление перемещению одной их части относительно другой. Вязкость наноглин в форме суспензии измеряют вискозиметром, результаты выражают в Па · с. Содержание сухого вещества (наноглины) в испытуемой суспензии указывают как массовую долю и выражают в процентах. В протоколе также указывают наименование суспензии и температуру, при которой проведены измерения.

Если наноглина представлена в форме суспензии, то проводить подготовку пробы для измерений не требуется. Если наноглина представлена в форме порошка, то для проведения измерений готовят пробу в форме суспензии путем ее диспергирования в соответствующем растворителе. Следует учитывать, что вязкость наноглины зависит от ее концентрации в суспензии. Поэтому, если наноглина представлена в форме порошка, то должна быть указана концентрация нанопластин, содержащихся в ней.

Допускается применять вискозиметр конкретного типа и проводить измерения в условиях, которые согласованы между потребителем и изготовителем.

6 Протокол испытаний

Форма протокола испытаний приведена в приложении D. Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- идентификационные данные наноглины:
  - наименование продукции,
  - наименование изготовителя,
  - номер партии,
  - исходное сырье,
  - условия хранения продукции и проб до испытаний;
- наименование жидкой среды, примененной для изготовления наноглины в форме суспензии (для гидрофильной наноглины — вода, органофильной наноглины — органический растворитель);
- содержание сухого вещества [отношение массы пробы наноглины в форме суспензии или порошка после высушивания до достижения постоянной массы к массе пробы наноглины до высушивания. Для наноглины в форме водной суспензии температура сушки составляет (105 ± 2) °С (см. *ГОСТ Р ИСО 11465*)], выраженное как массовая доля в процентах;
- массовую долю влаги [наноглины в форме порошка измеряют методами высушивания или ТГ, при этом температура нагрева составляет (105 ± 5) °С], выраженную как массовая доля в процентах (см. *[12]*);
- название добавок (при наличии), таких как поверхностно-активное вещество и загуститель;
- морфологические характеристики (например, структура, форма нанопластин и состояние их агломерации с приложением репрезентативных изображений со шкалой увеличения, полученных методами АСМ, ПЭМ или РЭМ, при этом число изображений может быть согласовано между изготовителем и потребителем);
- значение pH наноглины в форме водной суспензии (измеренное стеклянным pH-электродом) с указанием температуры, при которой проведены измерения;
- обозначение настоящего стандарта;
- наименования измеренных характеристик, указанных в таблицах 1 и 2;
- методы измерений, применяемые для определения конкретных характеристик наноглины;
- дату проведения измерений и наименование организации, производившей измерения;
- количественные и/или качественные результаты измерений конкретных характеристик, включая ссылку на раздел стандарта, в соответствии с которым выполнены расчеты и/или анализ результатов;
- неопределенность результатов измерений, включая повторяемость и воспроизводимость результатов;
- особенности проведения измерений;
- дополнительную информацию (при наличии), подтверждающую результаты измерений;
- отклонения (при наличии) от настоящего стандарта, например применение другого метода измерений (следует привести его описание и соответствующее обоснование его применения).

Приложение А
(справочное)

Методы измерений, применяемые для определения конкретных характеристик глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины

А.1 Общие положения

В настоящем приложении приведены методы измерений, применяемые для определения конкретных характеристик наноглин в форме порошка и суспензии, в том числе рекомендации по подготовке проб, проведению измерений, анализу и обработке результатов.

А.2 Минеральный состав

Минеральный состав наноглин, включая содержание минералов, определяют методами на основе ДРИ. Минералы идентифицируют, сравнивая полученный образец конкретного минерала, содержащегося в испытуемой пробе наноглины, со стандартным образцом. Расстояние *d* вычисляют, используя пиковые значения на полученных изображениях. Как правило, применяют соответствующие методики измерений (см. *[2]*).

Расстояние *d* вычисляют по закону Брэгга по формуле

$$d = n\lambda/(2 \sin \theta),$$

где n — целое число;

λ — длина волны рентгеновского излучения;

θ — угол падения (или отражения) пучка рентгеновского излучения.

Как правило, применяют измерительное оборудование с рентгеновским излучением Cu-Kα1 с λ = 0,1540562 нм. Порядок дифракционного отражения n = 1.

Типичные параметры измерительного оборудования — рентгеновская трубка (Cu анод): напряжение рентгеновской трубки — 40 кВ, ток рентгеновской трубки — 40 мА, угол измерений — от 2 до 60 град.

Минеральный состав наноглин определяют по зависимости интенсивностей пиков конкретных минералов от угла падения (или отражения) пучка рентгеновского излучения.

А.3 Химический состав

Химический состав наноглин в форме порошка, как правило, определяют методами на основе РФ и дополнительным методом РЭМ-ЭДРС. Допускается применять другие методы и выполнять измерения в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования.

А.4 Емкость катионного обмена

Емкость катионного обмена наноглин определяют следующим образом (см. *[13]*).

Применяют следующее испытательное оборудование: емкость для фильтрата, пробирку для выщелачивания (далее пробирка) и ресивер. В нижнюю часть пробирки помещают гигроскопическую вату в небольшом количестве таким образом, чтобы ее верхняя поверхность была плоской, далее в качестве подложки для пробы наноглины укладывают бумагу с эмульсионным слоем толщиной от 2 до 3 мм. Берут навеску наноглины массой от 0,4 до 0,5 г и в 10 раз превышающую массу кварцевого порошка и равномерно перемешивают. Далее пробу взвешивают с точностью до 0,1 мг и помещают в пробирку.

Кварцевый порошок с частицами размером приблизительно от 40 до 60 меш кипятят с разбавленной соляной кислотой, затем тщательно промывают водой и высушивают.

Для испытаний применяют следующие х.ч. реактивы.

А.4.1 1 N раствор ацетата аммония с pH 7

2 N водного аммиака и 2 N уксусной кислоты смешивают в равных количествах, добавляют концентрированный водный аммиак или ледяную уксусную кислоту до получения раствора со значением pH, равным 7. pH полученного раствора измеряют pH-метром со стеклянным электродом.

А.4.2 80 %-ный раствор этилового спирта с pH 7

Очищенную воду смешивают с этиловым спиртом в соотношении 20:80, добавляют гидроксид натрия до получения раствора со значением pH, равным 7, постоянно контролируя значение pH индикаторной бумагой.

А.4.3 10 %-ный раствор хлорида калия

Хлорид калия массой 100 г растворяют в очищенной воде объемом 900 мл.

Выщелачивание проводят в следующем порядке:

а) раствор ацетата аммония объемом 100 мл наливают в капельную воронку. Затем раствор ацетата аммония пипеткой добавляют в пробирку с пробой таким образом, чтобы проба была достаточно пропитана раствором. Далее капельную воронку и пробирку с пробой подсоединяют к ресиверу. Кран капельной воронки регулируют таким образом, чтобы оставшийся раствор ацетата аммония постепенно через 4—24 ч был перелит в пробирку с пробой;

b) капельную воронку и ресивер тщательно промывают. Затем промывают пробу, добавив в нее 80 %-ный этиловый спирт объемом 50 мл и дав ему стечь;

c) в капельную воронку наливают 10 %-ный раствор хлорида калия объемом 100 мл и дают ему стечь в ресивер для обеспечения процесса ионного обмена (замещение ионов аммония в образце на ионы калия);

d) раствор хлорида калия переносят из ресивера в перегонный аппарат и выполняют перегонку аммония по методу Кьельдаля. К дистилляту добавляют 0,1 N серной кислоты, а избыток серной кислоты титруют 0,1 N раствором едкого натра. Одновременно проводят холостой опыт, рассчитанный по формуле (А.1), округляют результат до первого десятичного знака после запятой и выражают в миллиэквиваленте водорода на 100 г высушенной на воздухе пробы (мг·экв/100 г)

$$C = [(A - B) \cdot f \cdot 10]/[S \cdot (100 - M)/100], \quad (A.1)$$

где A — объем 0,1 N · NaOH, необходимый для холостого опыта, мл;

B — требуемый объем 0,1 N · NaOH, мл;

f — коэффициент 0,1 Н·NaOH;

S — масса пробы, г;

M — массовая доля влаги пробы, %.

А.5 Размеры нанопластин

А.5.1 Общие положения

Размеры нанопластин, содержащихся в наноглине в форме суспензии, измеряют методами на основе дифракции лазерного излучения с применением анализатора размеров частиц или на основе ДРС. Ниже приведены рекомендации по подготовке проб наноглины для проведения измерений.

А.5.2 Подготовка проб для проведения измерений

Пробу наноглины в форме порошка сначала высушивают при температуре 110 °С в течение 8 ч. Если содержание сухого вещества в пробе значительно велико, то доля агломерированных нанопластин увеличивается. Это связано с тем, что агломерация нанопластин происходит по мере увеличения концентрации. При этом если содержание сухого вещества в пробе незначительно, то невозможно получить достаточную интенсивность рассеяния света нанопластинами. Поэтому для проведения измерений пробу наноглины в форме порошка необходимо диспергировать в дистиллированной воде таким образом, чтобы суспензия была такой концентрации, при которой можно получить достаточную интенсивность рассеяния света нанопластинами. Готовят суспензию наноглины с массовой долей 0,2 % путем смешивания наноглины с дистиллированной водой. Полученные результаты представляют собой размеры нанопластин, содержащихся в суспензии.

А.5.3 Подготовка проб с применением органических растворителей

Если наноглину невозможно диспергировать в дистиллированной воде, то для этих целей применяют соответствующий органический растворитель. В протоколе указывают тип органического растворителя и концентрацию полученной суспензии. Пробу в форме суспензии готовят перемешиванием с применением мешалки.

А.6 Потери массы при прокаливании

Потери массы при прокаливании наноглин определяют следующим образом:

a) пробу наноглины в форме суспензии или порошка массой от 1 до 2 г помещают в предварительно высушенный тигель и выдерживают в сушильном шкафу при температуре 110 °С до получения постоянной массы пробы. Затем охлаждают в эксикаторе до заданной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг;

b) тигель с высушенной пробой помещают в электрическую печь и выдерживают при температуре (1000 ± 25) °С в течение 60 мин;

c) тигель с пробой охлаждают в эксикаторе до заданной температуры и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Потери массы при прокаливании наноглины L, %, вычисляют с точностью до первого знака после запятой по формуле

$$L = (W_1 - W_2)/(W_1 - W_3) \cdot 100, \quad (A.2)$$

где W_1 — масса тигля с пробой до термообработки, г;

W_2 — масса тигля с пробой после термообработки, г;

W_3 — масса высушенного тигля, г.

А.7 Адсорбционная активность по метиленовому синему

Применяют метод с использованием фильтровальной бумаги, приведенный в настоящем приложении, или колориметра (см. *[13]*).

Наноглину в форме порошка массой 0,5 г помещают в коническую колбу, содержащую 2 %-ный раствор пирофосфата тетранатрия (TSPP) объемом 50 мл. Далее готовят суспензию наноглины путем ультразвуковой обработки в течение 20 мин или кипячением в течение 10 мин. Затем в полученную суспензию добавляют раствор метиленового синего (0,01 М) порциями по 1 мл до насыщения (достижения конечной точки). При каждом добавлении раствора метиленового синего суспензию наноглины перемешивают с применением магнитной мешалки

и каплю суспензии помещают на фильтровальную бумагу. Конечную точку определяют по наличию окрашенного «ореола» шириной 1,5 мм вокруг капли суспензии наноглины после перемешивания в течение 2,5 мин. Адсорбционную активность по метиленовому синему определяют по объему раствора метиленового синего, добавленного в суспензию наноглины в конечной точке.

Адсорбционная активность по метиленовому синему наноглины (ммоль/100 г) равна объему раствора метиленового синего, добавленного в суспензию наноглины в конечной точке, (ммоль)/масса высушенной пробы (г) × 100.

Рекомендуется применять фильтровальную бумагу, соответствующую следующим требованиям:

- масса — приблизительно 140 г/м^2;
- толщина — приблизительно 0,25 мм;
- размеры пор — приблизительно 3 мкм.

Время фильтрации, то есть время фильтрования дистиллированной воды объемом 100 см^3 через фильтровальную бумагу площадью 10 см^2 фильтровальной бумаги при давлении 0,98 кПа и температуре 20 °С — не более 240 с.

А.8 Аспектное соотношение

Аспектное соотношение наноглин, как правило, определяют методом АСМ. Сначала из пробы наноглины готовят суспензию, в которой массовая доля наноглины составляет 0,1 %, затем ее разбавляют до получения суспензии с массовой долей наноглины 5 × 10^{-5} %. Далее полученную суспензию наносят на плоскую подложку и высушивают. Измеряют линейные размеры отдельных плоских объектов (число объектов должно быть статистически значимым), содержащихся в наноглине, и вычисляют средний диаметр. Средний диаметр плоских объектов делят на их среднюю толщину и получают аспектное соотношение наноглины. Измерения проводят методами ПЭМ, РЭМ и АСМ (см. *[11]*, *[14]*, *[15]* и *[16]*).

А.9 Пленкообразование

А.9.1 Общие положения

Из пробы наноглины в форме порошка сначала готовят водную суспензию (см. *ГОСТ 16932*, *[17]* и *[2]*). Массовая доля наноглины в суспензии должна составлять от 2 % до 3 %. Водную суспензию объемом 110 см^3 перемешивают до полного диспергирования, затем проводят ее дегазацию в вакуумной камере. Далее суспензию выливают в полипропиленовый лоток размерами (200 × 140 × 25) мм^3 и высушивают при температуре 60 °С в течение 1 сут. Пленкообразование наноглины определяют при нормальных условиях окружающей среды в соответствии с А.9.2 (см. *[1]*).

А.9.2 Определение пленкообразования

Полученную пленку осматривают и результаты фиксируют на фотоизображениях. Далее пленку аккуратно отделяют от подложки и визуально ее контролируют на наличие деформации и оценивают ее способность сохранять форму. На основании полученных результатов наноглину относят к одной из четырех категорий. Категории оценки пленкообразования наноглин приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Категории оценки пленкообразования наноглин

Категория пленкообразования	Внешний вид пленки	Наличие деформации	Сохранение формы	Дополнительный критерий
A	Четко сформированная	Нет	Превосходное	Гибкость пленки
B	Четко сформированная	Да	Хорошее	Гибкость пленки
C	Неоднородная хрупкая	Да	Плохое	—
D	С несплошной поверхностью	—	Плохое	—

А.9.3 Испытание пленки на изгиб

Гибкость полученной пленки оценивают испытанием на изгиб по *ГОСТ 31974* (также см. *[2]* и *[4]*).

А.10 Вязкость

Для измерения вязкости наноглин в форме суспензии применяют вискозиметры различных типов. Допускается проводить измерения вязкости наноглин в соответствии с инструкцией по эксплуатации, предоставленной изготовителем вискозиметра. Как правило, для измерения вязкости наноглины в форме суспензии применяют ротационный вискозиметр, который выбирают в зависимости от ее вязкости. Следует учитывать, что результаты измерений вязкости наноглины в форме суспензии зависят от концентрации, скорости вращения и температуры.

Допускается применять вискозиметр конкретного типа и проводить измерения в условиях, которые согласованы между потребителем и изготовителем.

Приложение В
(справочное)

Применение глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины, для придания пленкам газобарьерных свойств

В.1 Общие положения

Нанокомпозит с полимерной матрицей, армированный глиной, обладает улучшенными газонепроницаемыми свойствами, что подтверждено соответствующими патентами и опубликованными материалами. Свойства пленок для упаковки пищевых продуктов и других применений, изготовленных с использованием нанокомпозита с полимерной матрицей, армированного глиной (далее — нанокомпозитные газонепроницаемые пленки), изучены, и налажен серийный выпуск таких пленок. Наибольший уровень газонепроницаемости демонстрирует пленка, в которой глинистые нанопластины расположены параллельно относительно ее поверхности (см. *[14]*). Нанокомпозитные газонепроницаемые пленки изготавливают двух видов: с полимерной матрицей или в виде покрытия. При изготовлении нанокомпозитной газонепроницаемой пленки с полимерной матрицей равномерно смешивают полимерный материал и наноглину. При изготовлении нанокомпозитной газонепроницаемой пленки в виде покрытия — тонкий слой наноглины наносят на полимерную пленку-подложку. В обоих случаях получают нанокомпозитные пленки с газобарьерными свойствами, так как нанопластины глины непроницаемы для молекул газа. Как правило, при изготовлении нанокомпозитных газонепроницаемых пленок используют такие глинистые материалы, как очищенный бентонит, синтетический смектит и органофильную глину. Для изготовления прозрачной газонепроницаемой пленки используют синтетический смектит, не содержащий окрашивающих примесей. Массовая доля наноглины в газобарьерном слое пленки составляет от нескольких единиц до 90 %. Нанокомпозитную газонепроницаемую пленку в виде покрытия можно получить путем нанесения раствора, содержащего наноглину, на пленку-подложку, например полиэтилентерефталатную пленку. Для получения пленки большой длины используют специальное оборудование для нанесения покрытия на пленку-подложку в рулоне и высушивания.

Для получения покрытий необходимо, чтобы смешиваемые наноглина и полимерный материал были совместимы, поэтому, как правило, для этих целей применяют органофильную наноглину. Органофильную наноглину изготавливают путем введения поверхностно-активного вещества в исходный материал для реакции ионного обмена и силилирующего агента для образования ковалентных связей внутри органических молекул, расположенных на краях кристаллов.

При изготовлении нанокомпозитной газонепроницаемой пленки с полимерной матрицей полимерный материал и наноглину смешивают в различных соотношениях. В этом случае применяют раствор, в котором можно диспергировать наноглину и одновременно растворить пластик. Поскольку кристаллы наноглины свободно перемещаются в жидких средах, то таким методом можно получить пленку с высокой ориентацией кристаллов. Для гидрофильных полимерных материалов используют раствор на водной основе и гидрофильную наноглину. Пленка, изготовленная из гидрофильного полимерного материала и гидрофильной наноглины, обладает барьерным свойством в отношении газов, но не обеспечивает защиту от водяного пара. Для решения данной проблемы разработана наноглина, устойчивая к нагреву, при этом паронепроницаемость обеспечивается за счет нагревания после изготовления пленки (см. *[5]*, *[14]* и *[18]*). Таким образом, после нагревания у пленки, изготовленной с применением такой наноглины, появляются паронепроницаемые свойства. Нанокомпозитную газонепроницаемую пленку в виде покрытия можно получить путем нанесения суспензии наноглины на пленку-подложку, например полиэтилентерефталатную пленку, с последующим отделением полученного нанокомпозитного покрытия от пленки-подложки. При этом если используют специальное оборудование для нанесения покрытия на пленку-подложку в рулоне, то получают нанокомпозитную газонепроницаемую пленку в виде покрытия большой длины.

Нанокомпозитную газонепроницаемую пленку в виде покрытия применяют как самостоятельный продукт или в качестве слоя в многослойных пленках, состоящих из различных газонепроницаемых и паронепроницаемых слоев.

В.2 Особенности применения наноглин при изготовлении нанокомпозитных газонепроницаемых пленок

В соответствии с моделью Нильсена (см. *[17]*) композиционные материалы из пластмасс и кристаллических материалов, содержащих пластины, обладают газобарьерными свойствами. Если при изготовлении пленок использованы глинистые материалы с большим значением аспектного соотношения и концентрации, то будет получена пленка с высоким уровнем газобарьерных свойств (см. *[19]*). Согласно модели Нильсена, чем больше содержание глинистого материала, тем лучше газобарьерные свойства пленки. Поэтому способность к пленкообразованию является важной характеристикой, которая зависит от уровня концентрации наноглины, то есть чем больше содержится наноглины в рабочей суспензии, тем лучше ее способность к пленкообразованию. Способность к пленкообразованию наноглины, содержащей смектит, также зависит от аспектного соотношения, межслойного расстояния и емкости катионного обмена (см. *ГОСТ Р 59388.1, [2]*, *[4]*, *[15]* и *[16]*).

С другой стороны, при большом содержании наноглины в рабочей суспензии могут возникнуть такие проблемы, как появление микроотверстий и трещин, ухудшение гибкости и прочности газонепроницаемого покрытия. По

этой причине большое содержание наноглины в рабочей суспензии не всегда является положительным фактором. Поэтому оптимальное содержание наноглины в рабочей суспензии определяют с учетом всех показателей, необходимых для получения нанокомпозитной газонепроницаемой пленки заданного качества.

Для изготовления прозрачной нанокомпозитной газонепроницаемой пленки применяют наноглину с однородной структурой, в которой все ее компоненты тщательно перемешаны. Следует учитывать, что пленка с шероховатой поверхностью, как правило, непрозрачная, поэтому газонепроницаемую пленку следует изготавливать с ровной поверхностью.

В.3 Способы изготовления газонепроницаемых пленок

В настоящем подразделе приведены примеры способов изготовления нанокомпозитных газонепроницаемых пленок. Гибкую прозрачную нанокомпозитную газонепроницаемую пленку изготавливают с применением наноглины, содержащей синтетический смектит и водорастворимый полимер. На рентгенограмме при исследовании такой наноглины, как правило, выявляют наличие в ней сильно ориентированных кристаллов. Пленка на основе такой наноглины отличается улучшенными термостойкостью и газобарьерными свойствами (см. *[19]*), в том числе по отношению к кислороду.

Установлено, что чем крупнее кристаллы смектита, тем лучше газобарьерные свойства нанокомпозитной полимерной пленки, изготовленной с его применением (см. *[14]*). При обработке смектита в гидротермальных условиях размеры его кристаллов увеличиваются, например, выявлено, что у обработанного таким образом смектита средний размер кристаллов составляет 71 нм, что приблизительно в два раза больше исходного среднего размера, равного 36 нм. Смектит, обработанный в гидротермальных условиях, использовали для изготовления нанокомпозита с применением натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ Na) и оценивали эффект, который достигнут за счет увеличения размеров кристаллов. У нанокомпозитных пленок с содержанием КМЦ Na массовой долей от 40 % до 90 % выявлены улучшенные кислородонепроницаемые свойства по сравнению с пленками, для изготовления которых использовали только исходный смектит. Таким образом, было установлено, что улучшение газобарьерных свойств нанокомпозитных пленок связано с увеличением размеров частиц наноглины. Для оценки газобарьерных свойств нанокомпозитную пленку толщиной несколько микрометров, содержащую КМЦ Na массовой долей 10 % и смектит массовой долей 90 %, нанесли на полиэтилентерефталатную пленку.

Для изготовления нанокомпозитной газонепроницаемой пленки использовали бентонит (BentLi+), очищенный и подвергнутый ионному обмену Li+ (см. *[20]*). Наиболее способными к ионному обмену были Li+, при этом емкость катионного обмена составила 101,8 мг·экв/100 г. В качестве связующего использовали гликоль-лигнин, полученный путем кислотно-катализируемого сольволиза древесины кедра с полиэтиленгликолем. Пленку нагревали при температуре не выше 300 °С. На рентгенограмме при исследовании такой пленки выявили наличие в ней сильно ориентированных кристаллов наноглины. Скорость пропускания водяного пара полученной нанокомпозитной пленки составила 1,64 г · м$^{-2}$ в сутки при температуре окружающей среды 40 °С и относительной влажности 90 %, при этом более высокая паронепроницаемость нанокомпозитной пленки обусловлена не только наличием водостойкого бентонита, но и гликоль-лигнина.

В.4 Взаимосвязь между характеристиками наноглин и газобарьерными свойствами пленок

Минеральный состав является одной из основных характеристик наноглины, которая необходима для изготовления нанокомпозитной газонепроницаемой пленки. При применении наноглины, в состав которой входит бентонит, следует учитывать, что он содержит помимо смектита другие минералы, такие как кварц, полевой шпат, кристобалит и слюду. Минералы, отличные от смектита, не диспергируются в воде до одного слоя, поэтому из них невозможно получить нанопластины. Смектит очищают промыванием и оценивают его чистоту по минеральному составу. Данная характеристика связана с диспергируемостью и пленкообразованием наноглины в форме порошка, а также ориентацией кристаллов в пленках.

Адсорбционная активность по метиленовому синему наноглины влияет на газобарьерные свойства пленок. По значению данной характеристики оценивают содержание смектита в наноглине. Чем выше значение адсорбционной активности по метиленовому синему, тем больше содержание смектита в наноглине (см. *[21]*). Данная характеристика связана с диспергируемостью и пленкообразованием наноглины в форме порошка, а также ориентацией кристаллов в пленках.

Емкость катионного обмена — характеристика наноглины, которую следует учитывать при изготовлении нанокомпозитных газонепроницаемых пленок. По значению этой характеристики оценивают содержание смектита в наноглине, а также адсорбционную активность по метиленовому синему. Как правило, чем выше значение емкости катионного обмена, тем больше содержание смектита в наноглине. Данная характеристика связана с диспергируемостью и пленкообразованием наноглины в форме порошка, ориентацией кристаллов в пленках, а также со свойством паронепроницаемости при нагревании.

Размеры нанопластин, содержащихся в рабочей суспензии, являются одной из основных характеристик наноглины, которую следует учитывать при изготовлении нанокомпозитной газонепроницаемой пленки. Данная характеристика является показателем эффективности диспергирования наноглины в жидкой среде. Нанолину, пригодную к диспергированию в жидкой среде, можно смешивать с пластиками в жидкой форме, изготовленными с применением аналогичной жидкой среды. Нанопластины наноглины в монодисперсной жидкой среде эффективно

ориентируются при пленкообразовании. При этом следует учитывать, что в наноглине, содержащей частицы с большим диаметром, в монодисперсной жидкой среде может произойти агломерация первичных частиц. Данная характеристика связана с диспергируемостью и пленкообразованием наноглины в форме порошка, а также ориентацией кристаллов в пленках.

Минеральный состав является одной из основных характеристик наноглины, которая необходима для изготовления нанокомпозитной газонепроницаемой пленки. Если при изготовлении наноглины использован природный смектит, то можно определить вид смектита по его химическому составу и концентрацию цветных компонентов. Если использован синтетический смектит, то по химическому составу можно установить его пригодность для изготовления нанокомпозитной газонепроницаемой пленки, в том числе определить соотношение зарядов тетраэдрического слоя и октаэдрического слоя, которое необходимо для обеспечения паронепроницаемости пленки.

Аспектное соотношение — характеристика наноглины, которую следует учитывать при изготовлении нанокомпозитных газонепроницаемых пленок. В соответствии с моделью Нильсена о газобарьерных свойствах композитных полимерных материалов, содержащих кристаллы в виде пластин, при применении наноглины с высоким аспектным соотношением можно получить пленку с улучшенной газонепроницаемостью. Данная характеристика связана с пленкообразованием наноглины в форме порошка, а также ориентацией кристаллов в пленках.

Пленкообразование наноглины влияет на газобарьерные свойства пленок. Если наноглина обладает способностью к пленкообразованию, то нанокомпозитные газонепроницаемые пленки можно изготавливать без добавления большого количества органического связующего. В соответствии с моделью Нильсена о газобарьерных свойствах композитных полимерных материалов, содержащих кристаллы в виде пластин, при большом содержании наноглины в рабочей суспензии будет получена пленка с улучшенной газонепроницаемостью. При наличии требований потребителя к термостойкости пленки также необходимо, чтобы содержание наноглины в пленке было максимальным. Поэтому наноглина с превосходной способностью к пленкообразованию в наибольшей степени подходит для изготовления нанокомпозитных газонепроницаемых пленок с высокими эксплуатационными характеристиками.

Потери массы при прокаливании — одна из основных характеристик наноглины, которую следует учитывать при изготовлении нанокомпозитной газонепроницаемой пленки. Наноглина может содержать добавки и поверхностно-активные вещества, но именно наличие в ней нанопластин способствует получению пленок с газобарьерными свойствами. Определив данную характеристику наноглины, можно установить массовую долю содержащихся в ней нанопластин.

На рисунке В.1 приведена взаимосвязь между характеристиками наноглин и газобарьерными свойствами пленок.

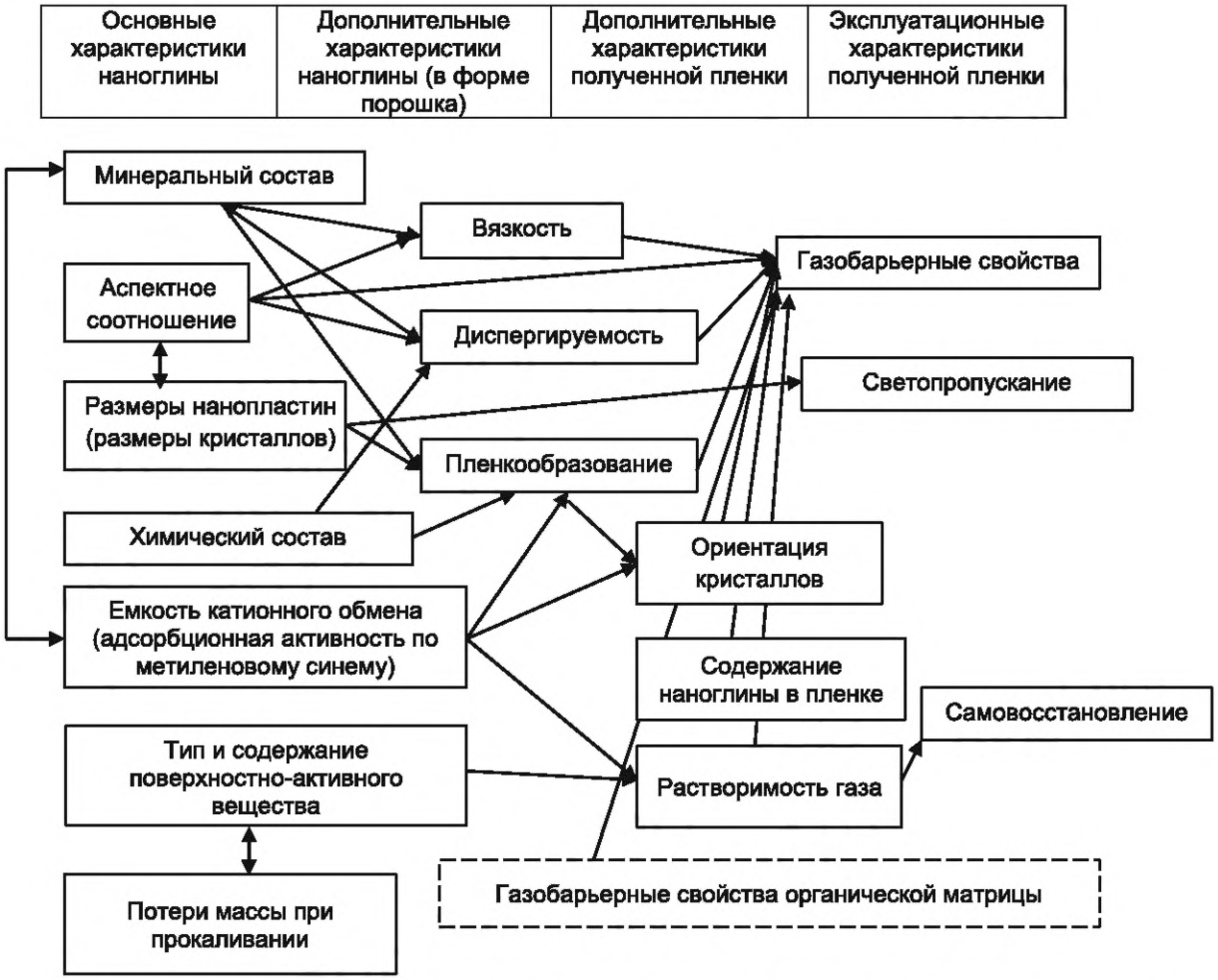

Рисунок В.1 — Взаимосвязь между характеристиками наноглин и газобарьерными свойствами пленок

Приложение С
(справочное)

Цепочки создания стоимости глинистых наноматериалов, содержащих нанопластины

Цепочки создания стоимости наноглин приведены на рисунке С.1. В настоящем стандарте представлена форма протокола испытаний, которую допускается использовать в качестве спецификации при поставках наноглины по согласованию между изготовителем и потребителем в цепочках создания ее стоимости.

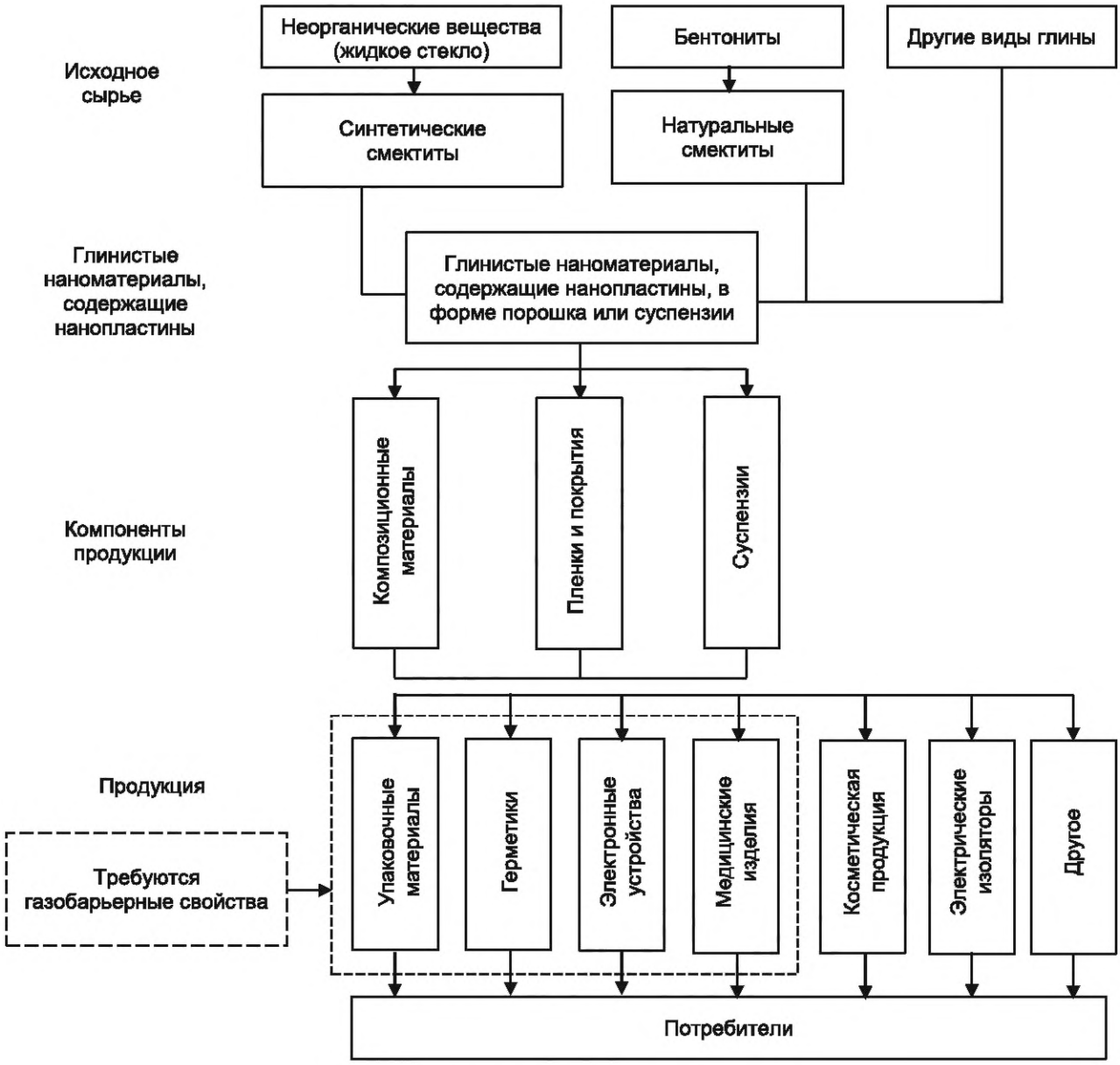

Рисунок С.1 — Цепочки создания стоимости наноглин

Приложение D
(справочное)

Форма протокола испытаний

Форма протокола испытаний приведена в таблицах D.1 и D.2, которые допускается использовать в качестве протокола испытаний наноглин, предоставляемого изготовителем потребителю, а также в качестве спецификации.

Таблица D.1 — Общая информация о наноглине

Наименование материала	
Наименование изготовителя	
Номер партии	
Исходное сырье	
Условия хранения продукции и проб до испытаний	
Наименование жидкой среды, примененной для изготовления наноглины в форме суспензии	
Содержание сухого вещества	
Массовая доля влаги	
Наименование и содержание добавок	
Морфологические характеристики (фотографии — в приложении к протоколу)	
Значение pH	

Таблица D.2 — Оформление результатов испытаний или спецификации на закупку наноглины

Характеристика	Метод измерений	Результат измерений	Неопределенность результата измерений	Дополнительная информация	Дата измерений/ наименование испытательной лаборатории

Отклонения: _____.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном документе

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ ISO/TS 80004-6—2016	IDT	ISO/TS 80004-6:2013 «Нанотехнологии. Словарь. Часть 6. Определение характеристик нанообъектов»*
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

* Заменен. Действует ISO/TS 80004-6:2021.

Библиография

[1] Ebina T. The Chemical Records, 18, 1020 (2018)

[2] Schollenberger C.J., Simon R.H. Soil Science, 59 (1), 13—24 (1945)

[3] Zhou X. et al., Solid Earth Sciences, 3, 16—29 (2018)

[4] Dohrmann R. et al, Clays Clay Miner., 60(2), 176—185 (2012)

[5] Ferse B., Richter S., Arndt K-F., Richter A. Macromol. Symp., 254, 378 (2007)

[6] ИСО 22412 Гранулометрический анализ. Динамическое рассеяние света (ДРС) [Particle size analysis — Dynamic light scattering (DLS)]

[7] ИСО 13320 Гранулометрический анализ. Методы лазерной дифракции (Particle size analysis — Laser diffraction methods)

[8] Stöter M. et al., Langmuir, 29, 1280—1285 (2013)

[9] ISO/TS 80004-2:2015[1)] Нанотехнологии. Словарь. Часть 2. Нанообъекты (Nanotechnologies — Vocabulary — Part 2: Nano-objects)

[10] ISO/TS 80004-4:2011[1)] Нанотехнологии. Словарь. Часть 4. Материалы с наноструктурой (Nanotechnologies — Vocabulary — Part 4: Nanostructured materials)

[11] Veghte D. P., Freedman M. A. Aerosol Sci. Tec., 48, 715—724 (2014)

[12] ИСО 15512 Пластмассы. Определение содержания воды (Plastics — Determination of water content)

[13] Miyoshi Y., Tsukimura K., Morimoto K., Suzuki M., Takagi T. Appl. Clay Sci., 140—147, 151 (2018)

[14] Ishii R., Teshima N., Ebina T., Mizukami F. J of Coll. Int. Sci., 348, 313 (2010)

[15] Tsurko E. S. et al. J. Membrane Sci., 540, 212—218 (2017)

[16] Aizawa T. et al. Clay Science, 20, 63—66 (2017)

[17] Neilsen L. E. J. Macromol. Sci. (chem.), A1, 929 (1967)

[18] ИСО 638[2)] Бумага, картон и целлюлоза. Определение содержания сухого вещества. Метод сушки в сушильном шкафу (Paper, board and pulps — Determination of dry matter content — Oven-drying method)

[19] Ebina T., Mizukami F. Adv. Mat., 19, 2450 (2007)

[20] Kaneko H., Ishii R., Suzuki A., Nakamura T., Ebina T., Nge T.T., Yamada T. Appl. Clay Sci., 132—133, 425 (2016)

[21] Nevins M.J., Weintritt D.J. Am. Ceram. Soc. Bull., 46(6), 587—592 (1967)

[1)] Заменен. Действует ИСО 80004-1:2023.

[2)] Заменен. Действуют ИСО 638-1:2022 и ИСО 638-2:2022.

УДК 666.32:006.354 ОКС 07.120

Ключевые слова: нанотехнологии, глинистые наноматериалы, нанопластины, газонепроницаемые пленки, газобарьерные свойства, характеристики, методы измерений

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 31.10.2024. Подписано в печать 19.11.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,00.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru