ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПНСТ 307— 2018 (ISO/TS 11308:2011)

Нанотехнологии

НАНОТРУБКИ УГЛЕРОДНЫЕ ОДНОСТЕННЫЕ

Определение характеристик методом термогравиметрии

(ISO/TS 11308:2011, Nanotechnologies — Characterization of single-wall carbon nanotubes using thermogravimetric analysis, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГУП «ВНИИОФИ») 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 18 октября 2018 г. № 44-пнст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному документу ISO/TS 11308:2011 «Нанотехнологии. Определение характеристик одностенных углеродных нанотрубок с использованием метода термогравиметрического анализа» (ISO/TS 11308:2011 «Nanotechnologies — Characterization of single-wall carbon nanotubes using thermogravimetric analysis», MOD) путем изменения ссылок, расположения терминов в алфавитном порядке, 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 ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном документе, приведены в приложении ДА

5 Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии не несет ответственности за патентную чистоту настоящего стандарта. Патентообладатель может заявить о своих правах и направить в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии аргументированное предложение о внесении в настоящий стандарт поправки для указания информации о наличии в стандарте объектов патентного права и патентообладателе

Правила применения настоящего стандарта и проведения его мониторинга установлены в ГОСТ Р 1.16—2011 (разделы 5 и 6).

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии собирает сведения о практическом применении настоящего стандарта. Данные сведения, а также замечания и предложения по содержанию стандарта можно направить не позднее чем за 4 мес до истечения срока его действия разработчику настоящего стандарта по адресу: 119361 Москва, ул. Озерная, д. 46 и/или в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии по адресу: 109074 Москва, Китайгородский пр-д, д. 7, стр. 1.

*В случае отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты» и также будет размещена на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 2011 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

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 . . . 1
4 Обозначения и сокращения . . . 2
5 Общие положения . . . 2
5.1 Сущность метода . . . 2
5.2 Факторы, связанные с экзотермическими и эндотермическими реакциями . . . 3
6 Подготовка к испытанию . . . 3
6.1 Выбор тиглей . . . 3
6.2 Масса пробы . . . 3
6.3 Уплотнение пробы . . . 3
7 Проведение испытания . . . 4
8 Интерпретация и обработка результатов . . . 4
8.1 Общие положения . . . 4
8.2 Определение массовой доли неуглеродных примесей . . . 4
8.3 Определение наличия углеродных примесей . . . 5
8.4 Определение предельной температуры термической стабильности . . . 5
8.5 Определение гомогенности . . . 5
8.6 Определение чистоты . . . 5
8.7 Определение качества . . . 6
9 Неопределенности измерений . . . 6
10 Требования к протоколу испытания . . . 6
Приложение А (справочное) Примеры обработки и интерпретации результатов испытаний для определения характеристик наноматериала . . . 7
Приложение В (справочное) Информация о зависимости результатов измерений от условий испытания наноматериала методом ТГ . . . 15
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международному документу, использованному в качестве ссылочного в примененном международном документе . . . 17
Библиография . . . 18

ПНСТ 307—2018
(ISO/TS 11308:2011)

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Нанотехнологии

НАНОТРУБКИ УГЛЕРОДНЫЕ ОДНОСТЕННЫЕ

Определение характеристик методом термогравиметрии

Nanotechnologies. Single-wall carbon nanotubes.
Characterization using thermogravimetric analysis

Срок действия — с 2019—04—01
до 2022—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на материал (далее — наноматериал), содержащий одностенные углеродные нанотрубки (далее — *ОУНТ*), и устанавливает метод термогравиметрии (далее — метод ТГ) для определения массовой доли неуглеродных примесей, наличия различных форм углерода, гомогенности, предельной температуры термической стабильности окисления, чистоты и качества наноматериала.

Метод, установленный в настоящем стандарте, применим к наноматериалам, содержащим многостенные углеродные нанотрубки (далее — *МУНТ*).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий документ:

ГОСТ ISO/TS 80004-3 Нанотехнологии. Часть 3. Нанообъекты углеродные. Термины и определения

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.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по *ГОСТ ISO/TS 80004-3*, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **гомогенность:** Характеристика наноматериала, выражающаяся в однородности распределения в нем всех составляющих компонентов (нанотрубок, примесей).

Издание официальное

3.2 **качество наноматериала:** Степень соответствия наноматериала по содержанию примесей, наличию дефектов в строении или структуре одностенных углеродных нанотрубок установленным требованиям.

Примечания

1 Метод термогравиметрии можно применять для оценки качества наноматериала по результатам определения значений массы остатка и температуры окисления.

2 Наноматериал высокой степени чистоты (то есть массовая доля одностенных углеродных нанотрубок в наноматериале составляет 100 %) может содержать одностенные углеродные нанотрубки, имеющие значительные дефекты и, соответственно, изменяющие свойства и качество наноматериала.

3.3 **монотипичный наноматериал:** Наноматериал, содержащий один тип форм углерода.

Примечание — Как правило, наноматериал содержит несколько типов форм углерода, включая аморфный углерод, фуллерены, одностенные углеродные нанотрубки и многостенные углеродные нанотрубки.

3.4 **примеси:** Компоненты, содержащиеся в наноматериале помимо одностенных углеродных нанотрубок.

Примечание — Наноматериал, как правило, состоит из неуглеродных и углеродных примесей, наличие которых определяют по пикам на термогравиметрической кривой и массе остатка.

3.5 **температура окисления:** Температура, при которой на кривой термогравиметрии по производной возникает наиболее интенсивный пик.

3.6 **предельная температура термической стабильности:** Температура, при которой происходит окисление основной части форм углерода наноматериала в воздушной, то есть кислородосодержащей среде, выраженная как температура окисления.

3.7 **чистота наноматериала:** Массовая доля одностенных углеродных нанотрубок в наноматериале.

Примечание — Методом термогравиметрии невозможно определить значение массовой доли углеродных примесей в наноматериале. Методом термогравиметрии определяют значение массовой доли нелетучих, то есть неуглеродных (например, металлического катализатора) примесей, которое является одним из показателей чистоты наноматериала.

4 Обозначения и сокращения

В настоящем стандарте применены следующие обозначения и сокращения:

ДСК — дифференциальная сканирующая калориметрия;
ДТА — дифференциальный термический анализ;
ДТГ — *термогравиметрия по производной;*
ДТГ-кривая — кривая термогравиметрии по производной;
ДУНТ — *двустенная углеродная нанотрубка;*
МУНТ — *многостенная углеродная нанотрубка;*
ОУНТ — *одностенная углеродная нанотрубка;*
ТГ — термогравиметрия;
ТГ-кривая — термогравиметрическая кривая;
$T_{ОХ}$ — температура окисления;
$\sigma T_{ОХ}$ — *стандартное отклонение температуры окисления;*
УНТ — *углеродная нанотрубка;*
ХОГФ — химическое осаждение из газовой фазы;
HiPCO — разложение окиси углерода (CO) при высоком давлении;
W_{res} — масса остатка пробы после нагревания;
σW_{res} — *стандартное отклонение массы остатка пробы после нагревания.*

5 Общие положения

5.1 Сущность метода

При воздействии повышенных температур в воздушной среде в наноматериале происходит окисление содержащихся в нем различных форм углерода с образованием газообразных веществ — окиси углерода CO или двуокиси углерода CO_2, остаток состоит из нелетучих веществ, в основном из металлических примесей.

Сущность метода ТГ заключается в определении изменения массы наноматериала в зависимости от температуры нагрева по заданной программе. При применении метода ТГ требуется точность измерений массы пробы наноматериала, температуры и изменений температуры. Потеря массы наноматериала зависит от его состава и происходит при нагревании за счет испарения влаги, остатков растворителя, удаления химически связанных частиц и/или продуктов разложения вещества.

Методом ТГ определяют массовую долю нелетучих веществ в наноматериале и значение температур, при которых происходит окисление форм углерода. При этом следует учитывать, что невозможно определить наличие и количество в наноматериале конкретной формы углерода или летучих веществ методом ТГ. Для идентификации летучих веществ в наноматериале требуется проведение дополнительных испытаний методами с применением масс-спектрометра или инфракрасного спектрометра.

5.2 Факторы, связанные с экзотермическими и эндотермическими реакциями

Переход некоторых веществ из одного состояния в другое может сопровождаться выделением (экзотермическая реакция) или поглощением (эндотермическая реакция) тепла без изменения их массы, поэтому необходимые для испытания показатели температуры у испытуемого наноматериала и эталонного материала могут быть различны. С помощью приборов ТГ проводят испытания методами ДТА или ДСК, обеспечивающими получение и учет данной информации. При этом следует учитывать, что остатки некоторых металлов могут являться катализаторами горения, вследствие чего в процессе испытания может произойти возгорание и, как следствие, быстрое сгорание некоторых наноматериалов со специфической морфологией.

6 Подготовка к испытанию

6.1 Выбор тиглей

Размер и тип тигля зависят от применяемого прибора ТГ. Тигль должен вмещать необходимое для испытаний количество наноматериала. Рекомендуется применять тигли, которые вмещают требуемое количество наноматериала без его дополнительного уплотнения, при этом следует учитывать, что такие тигли не подходят для всех типов приборов ТГ. Учитывая диапазон температур, в котором проводят испытания, следует применять тигли из алюминия или платины. Во избежание получения неточных результатов испытаний рекомендуется:

- применять тигли из алюминия, так как алюминий оказывает меньшее каталитическое воздействие на окисление наноматериала;
- перед проведением испытаний тигли предварительно прокаливать в печи при температуре не выше 1000 °С.

6.2 Масса пробы

В зависимости от того, в каком виде (очищенный или неочищенный, то есть «как изготовлен») наноматериал представлен на испытания, определяют массу пробы. При подготовке проб следует учитывать, что очищенный наноматериал обычно обладает плотностью большей, чем неочищенный наноматериал, по причине того, что в процессе очистки происходит его уплотнение, поэтому неочищенный наноматериал сложнее разместить в тигле. Если наноматериал слишком рыхлый, то пробу уплотняют шпателем до заполнения тигля необходимым для испытания количеством наноматериала (не менее 3 мг).

Уплотнение пробы выполняют в соответствии с 6.3. Дополнительные сведения о подготовке проб приведены в [1].

При подготовке проб должны быть соблюдены следующие требования:

a) масса испытуемой пробы — не менее 3 мг;

b) пробу взвешивают на микровесах при комнатной температуре.

6.3 Уплотнение пробы

Как правило, при подготовке к измерениям методом ТГ и ДСК для уплотнения пробы применяют пресс. По данным исследований [2], уплотнение пробы наноматериала под высоким давлением в пресс-форме, предназначенной для подготовки проб бромистого калия KBr к измерениям методами инфракрасной спектроскопии, влияет на температуру окисления в процессе испытаний, при этом не оказывая влияния на значение массы остатка. Дополнительные сведения об уплотнении пробы приведены в приложении В (см. В.3).

При подготовке проб наноматериала:

a) не допускается применять метод прессования под высоким давлением, например в пресс-форме;

b) уплотнение выполняют слабым нажимом шпателя.

7 Проведение испытания

С целью получения точных результатов при определении характеристик наноматериала методом ТГ испытание проводят в следующей последовательности:

a) выполняют калибровку микровесов по массе, прибора ТГ по температуре и массе в соответствии с инструкциями изготовителей;

b) взвешивают пустой тигель на микровесах и весах прибора ТГ, затем взвешивают пробу в тигле на микровесах, весах прибора ТГ после закрытия печи, результаты всех измерений регистрируют в протоколе.

Примечание — С целью предотвращения потерь наноматериала при его перемещении микровесы должны быть расположены как можно ближе к прибору ТГ;

c) устанавливают температурную программу от комнатной температуры не выше 900 °С.

Примечание — Максимальная температура 900 °С необходима для обеспечения окисления всех форм углерода, содержащихся в пробе, например окисление *МУНТ* и графита происходит при температуре выше 800 °С;

d) устанавливают постоянную скорость нагрева пробы 5 °С/мин до максимальной температуры 900 °С.

Примечание — Скорость нагрева пробы оказывает существенное влияние на результаты измерений значений температуры окисления и массы остатка, а также на их стандартные отклонения. Сопоставимые и точные результаты измерений в течение оптимального времени проведения испытания получают при скорости нагрева пробы 5 °С/мин. Информация о зависимости результатов измерений от скорости нагрева пробы представлена в приложении В (см. В.2);

e) устанавливают расход воздуха для подачи в печь $1{,}67 \cdot 10^{-3}$ л/с (100 мл/мин или 100 $см^3$/мин).

Примечания

1 Расход воздуха выражают в кубических сантиметрах в минуту ($см^3$/мин) или миллилитрах в минуту (мл/мин).

2 Указанное значение расхода воздуха для подачи в печь — рекомендуемое. Допускается устанавливать другие значения расхода воздуха, являющиеся оптимальными для конструкции применяемого прибора ТГ. Значения расхода воздуха устанавливают таким образом, чтобы обеспечить оптимальную скорость нагрева пробы при минимальном воздействии на нее;

f) проводят испытания на трех пробах поочередно.

Примечание — Получение большего числа данных при выполнении измерений обеспечивает уменьшение разброса значений, но при этом происходит увеличение продолжительности испытания. Проведение испытания на трех пробах поочередно обеспечивает получение более точных результатов измерений в течение оптимального времени;

g) после завершения испытания каждой пробы взвешивают тигель с остатком на весах прибора ТГ и микровесах, в протоколе регистрируют значение W_{res}; изменение значений W_{res} в процессе испытания регистрируют в виде ТГ-кривой;

h) в протоколе регистрируют значение температуры окисления T_{OX} при каждом пике; среднее значение T_{OX} для каждой пробы; среднее значение T_{OX} результатов трех испытаний со значением стандартного отклонения σT_{OX}. Дополнительные сведения по определению значений T_{OX} представлены в приложении А.

8 Интерпретация и обработка результатов

8.1 Общие положения

В настоящем разделе приведены рекомендации по интерпретации и обработке результатов испытаний, включая полученные значения и показания ТГ-кривых, для определения характеристик наноматериала.

8.2 Определение массовой доли неуглеродных примесей

Массовую долю неуглеродных примесей в наноматериале определяют по значению W_{res}. Значение W_{res} определяют по показаниям микровесов и весов прибора ТГ. По данным ТГ-кривой определяют

значение W_{res} при температуре 800 °С и сравнивают его со значением W_{res}, полученным по показаниям микровесов, с целью оценки неопределенности измерений, связанной с возможной потерей массы пробы вследствие воздействия потока воздуха. Значение W_{res} выражают в единицах измерения массы вещества или процентах, указывая массу остатка как долю от исходной массы пробы. Массовую долю неуглеродных примесей выражают в процентах. В протоколе указывают среднее значение W_{res} результатов трех испытаний со значением стандартного отклонения σW_{res}.

Примечание — Результаты определения массовой доли неуглеродных примесей по значению W_{res} могут быть неточными, так как в процессе испытания происходит окисление некоторых примесей, что приводит к уменьшению или увеличению массы остатка. При обработке результатов испытания следует учитывать возможность окисления примесей, так как это обеспечит получение более точных значений массовой доли неуглеродных примесей, содержащихся в наноматериале (см. А.2.2 приложения А).

Металлы, применяемые в качестве катализаторов при изготовлении наноматериала, проверяют на стойкость к окислению методом ТГ. Испытания проводят в тех же условиях, что и испытания наноматериала, при тех же значениях скорости нагрева и расхода воздуха. По результатам этих испытаний определяют, включает ли значение W_{res} металлы и/или оксиды металлов.

8.3 Определение наличия углеродных примесей

Наноматериал может содержать углеродные примеси, включая различные формы углерода: фуллерены, аморфный углерод и *МУНТ*. Наличие нескольких форм углерода определяют по числу пиков на ДТГ-кривой [3]. При этом следует учитывать, что невозможно установить соответствие конкретной формы углерода определенному пику на кривой. Как правило, большое число пиков на кривой возникает вследствие наличия в наноматериале разных форм углерода (см. А.3 приложения А).

Примечание — Метод ТГ применяют для того, чтобы различить *ОУНТ*, двустенные углеродные нанотрубки (далее — *ДУНТ*) и *МУНТ* в тех случаях, когда известно, что каждый наноматериал содержит углеродные нанотрубки (далее — *УНТ*) только одного типа [4].

8.4 Определение предельной температуры термической стабильности

Предельную температуру термической стабильности окисления наноматериала определяют как среднее значение T_{OX} результатов не менее трех испытаний, при этом определяют значение σT_{OX} (см. А.4 приложения А). Если в результате испытания получен существенный разброс значений T_{OX}, то в протоколе испытаний указывают, что предельная температура термической стабильности окисления наноматериала не определена.

8.5 Определение гомогенности

Гомогенность наноматериала определяют при испытании нескольких проб методом ТГ по равномерности распределения неуглеродных примесей, однородности и концентрации углеродных примесей, значению предельной температуры термической стабильности и разбросу значений T_{OX} и W_{res} (см. А.5 приложения А). При испытании нескольких проб должны быть получены следующие результаты:

- на кривой отображены одинаковые число и интенсивность пиков (однородность и концентрация углеродных примесей);
- одинаковые значения T_{OX} (предельная температура термической стабильности);
- узкий диапазон значений σT_{OX} и σW_{res} (см. приложение А).

При определении гомогенности наноматериала в протоколе указывают:

- «хорошую» гомогенность в том случае, если результаты испытания соответствуют всем указанным требованиям;
- «удовлетворительную» гомогенность в том случае, если результаты испытания соответствуют как минимум одному из указанных требований;
- «плохую» гомогенность в том случае, если результаты испытания не соответствуют ни одному из указанных требований.

8.6 Определение чистоты

Чистота наноматериала зависит от массовой доли *ОУНТ*. Методом ТГ чистоту наноматериала определяют по значению W_{res}. Чем меньше значение W_{res}, тем лучше чистота испытуемого наноматериала. Для получения более точных значений чистоты наноматериала их следует сопоставлять со значениями, полученными другими методами (см. А.6 приложения А).

8.7 Определение качества

Методом ТГ качество наноматериала определяют по двум показателям — чистота и гомогенность. Если при испытании получены низкие значения W_{res} и установлена «хорошая» гомогенность, то считают, что наноматериал хорошего качества. Другие значения указанных показателей свидетельствуют о плохом качестве наноматериала.

Окончательное решение о качестве наноматериала принимают с учетом результатов, полученных другими методами.

9 Неопределенности измерений

Неопределенности измерений следует учитывать при определении массовой доли неуглеродных примесей в наноматериале. Неуглеродные примеси, содержащиеся, как правило, в неочищенном наноматериале, при повышенных температурах могут вступать в реакцию с образованием нелетучих оксидов или карбидов. При обработке результатов испытаний следует учитывать, что значение W_{res} в этом случае будет более, чем фактическая масса неуглеродных примесей.

Некоторые неуглеродные примеси могут вступать в реакцию с образованием летучих оксидов. В этом случае при обработке результатов испытаний следует учитывать, что значение W_{res} будет менее, чем фактическая масса неуглеродных примесей.

Неопределенности измерений следует учитывать при определении значений W_{res}. Вследствие погрешности весов прибора ТГ при испытании наноматериала хорошей чистоты (масса остатка после завершения испытания составляет менее 10 % от исходной массы пробы) можно получить отрицательное значение W_{res}. В этом случае следует учитывать долговременную стабильность прибора ТГ в течение времени проведения испытания (более 3 ч), которая может составлять от 20 до 40 мкг, то есть 1—2 % от исходной массы пробы 3 мг.

10 Требования к протоколу испытания

Протокол испытания должен содержать следующие сведения:

a) информацию об испытуемом наноматериале, включая:

1) номер партии;

2) наименование изготовителя и способ изготовления наноматериала (при наличии информации), например «Изготовитель А, химическое осаждение из газовой фазы (ХОГФ)»;

3) массу испытуемой пробы:

i) исходная масса пробы, полученная при взвешивании на микровесах (испытание 1, масса пробы 1; испытание 2, масса пробы 2; испытание 3, масса пробы 3 и т. д.);

ii) исходная масса пробы, полученная при взвешивании на весах прибора ТГ (испытание 1, масса пробы 1; испытание 2, масса пробы 2; испытание 3, масса пробы 3 и т. д.);

b) данные, полученные при обработке результатов показаний ТГ-кривых, включая:

1) число пиков на каждой ДТГ-кривой и значение T_{OX} для каждого пика (испытание 1 — три пика, испытание 2 — один пик, испытание 3 — два пика);

2) среднее значение T_{OX} для каждой ДТГ-кривой (испытание 1 — x °С; испытание 2 — y °С; испытание 3 — z °С);

3) значения W_{res}, выраженные в единицах измерения массы вещества и полученные при взвешивании на микровесах и весах прибора ТГ в каждом испытании (испытание 1 — x мг; испытание 2 — y мг; испытание 3 — z мг);

4) значения W_{res}, выраженные в процентах, для каждой ДТГ-кривой (испытание 1 — x %; испытание 2 — y %; испытание 3 — z %);

5) среднее значение W_{res} со значением σW_{res} (x % ± y %);

c) данные, полученные при интерпретации результатов испытания:

1) наличие углеродных примесей — монотипичный наноматериал или наноматериал, содержащий несколько форм углерода;

2) предельная температура термической стабильности — среднее значение T_{OX} со значением σT_{OX} или «не определена»;

3) гомогенность — «хорошая», «удовлетворительная» или «плохая».

Приложение А
(справочное)

Примеры обработки и интерпретации результатов испытаний для определения характеристик наноматериала

А.1 Общие положения

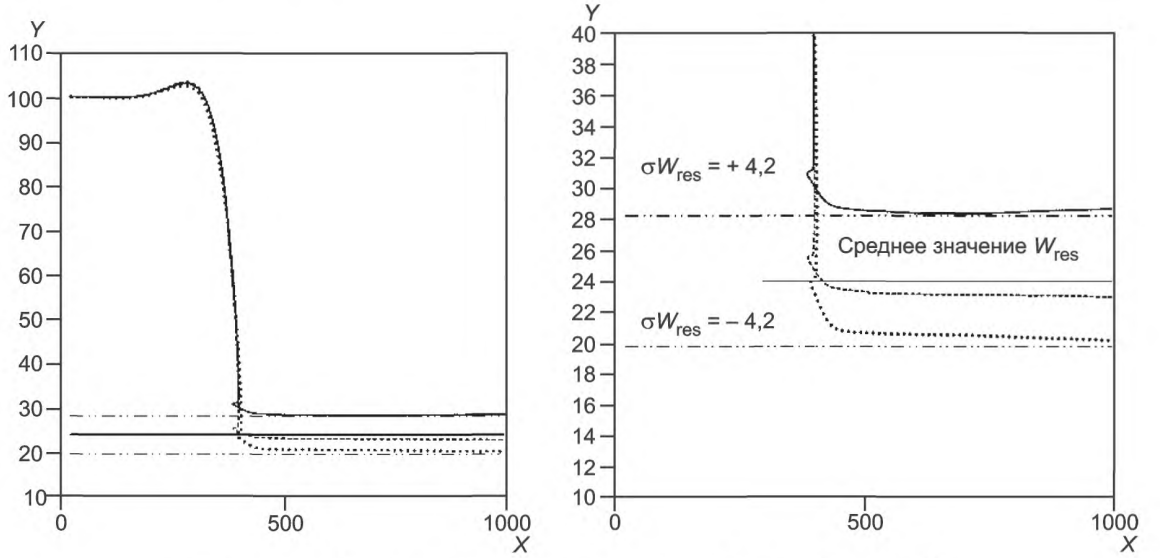
В настоящем приложении приведены примеры использования значений W_{res} и T_{OX} для обработки и интерпретации результатов испытаний для определения массовой доли неуглеродных примесей, наличия углеродных примесей, гомогенности, предельной температуры термической стабильности окисления, чистоты и качества наноматериала. Результаты получены при испытании методом ТГ различных наноматериалов, изготовленных электродуговым способом, методами ХОГФ, разложения окиси углерода CO при высоком давлении (далее — HiPCO) и лазерной абляции.

А.2 Определение содержания неуглеродных примесей

А.2.1 Определение массовой доли неуглеродных примесей

Массовую долю неуглеродных примесей определяют по показаниям микровесов и весов прибора ТГ. Пробу взвешивают до и после испытания с целью определения возможных неопределенностей измерения. Неопределенности измерения могут возникнуть вследствие воздействия потока воздуха на пробу, теплового расширения деталей весов, изменения массы пробы во время перемещения или из-за поглощения воды. При определении массовой доли неуглеродных примесей следует учитывать долговременную стабильность прибора ТГ в течение времени проведения испытания (более 3 ч), которая может составлять от 20 до 40 мкг, то есть 1—2 % от исходной массы пробы. Для получения более точных результатов испытаний следует выполнять дополнительное взвешивание пробы.

В качестве нижней точки ТГ-кривой выбирают наиболее репрезентативное значение W_{res}. По результатам нескольких измерений определяют и регистрируют в протоколе среднее значение W_{res} со значением σW_{res}. На рисунке А.1 представлен пример ТГ-кривых, полученных по результатам трех испытаний неочищенного наноматериала, изготовленного методом HiPCO.



— – испытание 1; ····· – испытание 2; - - - – испытание 3; – ·· – значение σW_{res};
— – среднее значение W_{res}

a) Примеры ТГ-кривых

b) Фрагменты ТГ-кривых со средним значением W_{res} и значениями σW_{res}

X — температура, °C; Y — W_{res}, %

Рисунок А.1 — Примеры ТГ-кривых, полученных по результатам трех испытаний неочищенного наноматериала, изготовленного методом HiPCO

Значения W_{res}, полученные по показаниям микровесов и весов прибора ТГ, сравнивают. В случае существенных расхождений полученных значений следует проводить дополнительные испытания или выполнять повторную калибровку микровесов и прибора ТГ. В таблице А.1 представлены результаты трех испытаний неочищенного наноматериала, изготовленного методом HiPCO.

Таблица А.1 — Результаты трех испытаний неочищенного наноматериала, изготовленного методом HiPCO

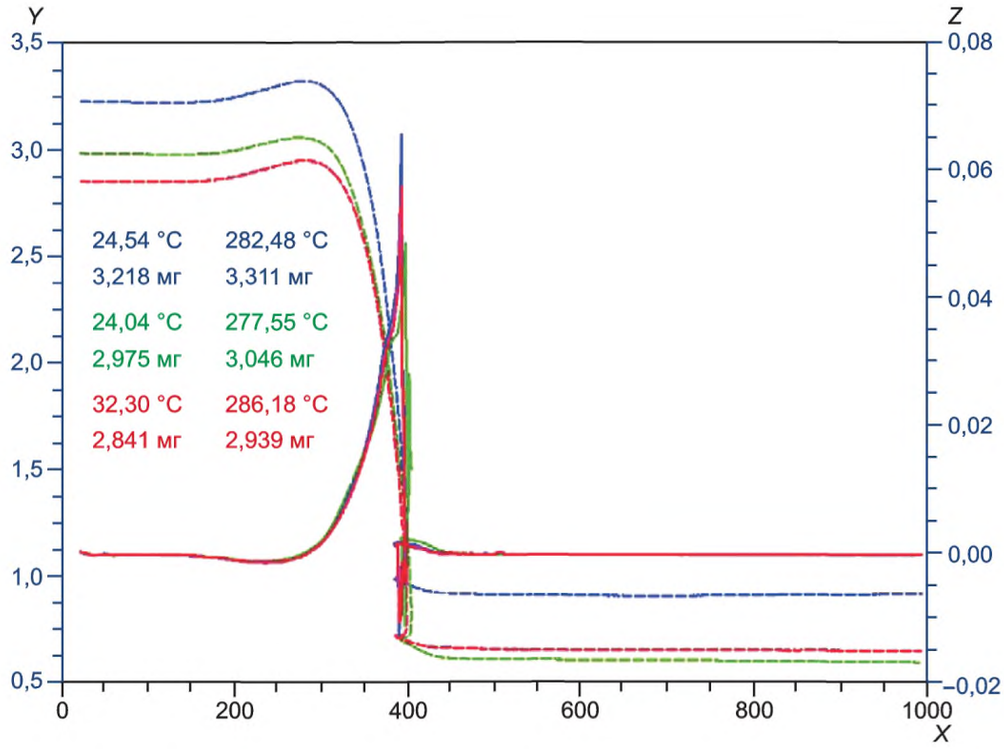
	Значение W_{res} (испытание 1)	Значение W_{res} (испытание 2)	Значение W_{res} (испытание 3)	Среднее значение W_{res}	Значение σW_{res}
Масса пробы (микровесы), мг	3,09	3,20	3,00	—	—
Масса пробы (весы прибора ТГ), мг	3,22	2,98	2,84	—	—
Значение W_{res} (микровесы), мг	0,63	0,65	0,65	0,64	0,01
Значение W_{res} (весы прибора ТГ) при температуре 1000 °С, мг	0,91	0,60	0,65	0,72	0,17
Значение W_{res} (весы прибора ТГ) при комнатной температуре, мг	0,90	0,59	0,61	0,70	0,17
Количество поглощенного кислорода, мг	0,09	0,07	0,10	—	—
Количество поглощенной воды, мг	—	—	—	—	—
Значение W_{res} (микровесы) без учета неопределенности измерения, %	20,36	20,32	21,73	20,80	0,80
Значение W_{res} (весы прибора ТГ) при температуре 1000 °С без учета неопределенности измерения, %	28,22	20,22	23,01	23,82	4,06

Значение W_{res} зависит от количества воды и кислорода, поглощенных неуглеродными примесями. Количество воды определяют путем вычисления разности между значением исходной массы пробы и значением W_{res}, при котором происходит выравнивание ТГ-кривой (обычно при температуре около 150 °С). Информация о процессах окисления неуглеродных примесей и поглощении кислорода при проведении испытаний представлена в А.2.2.

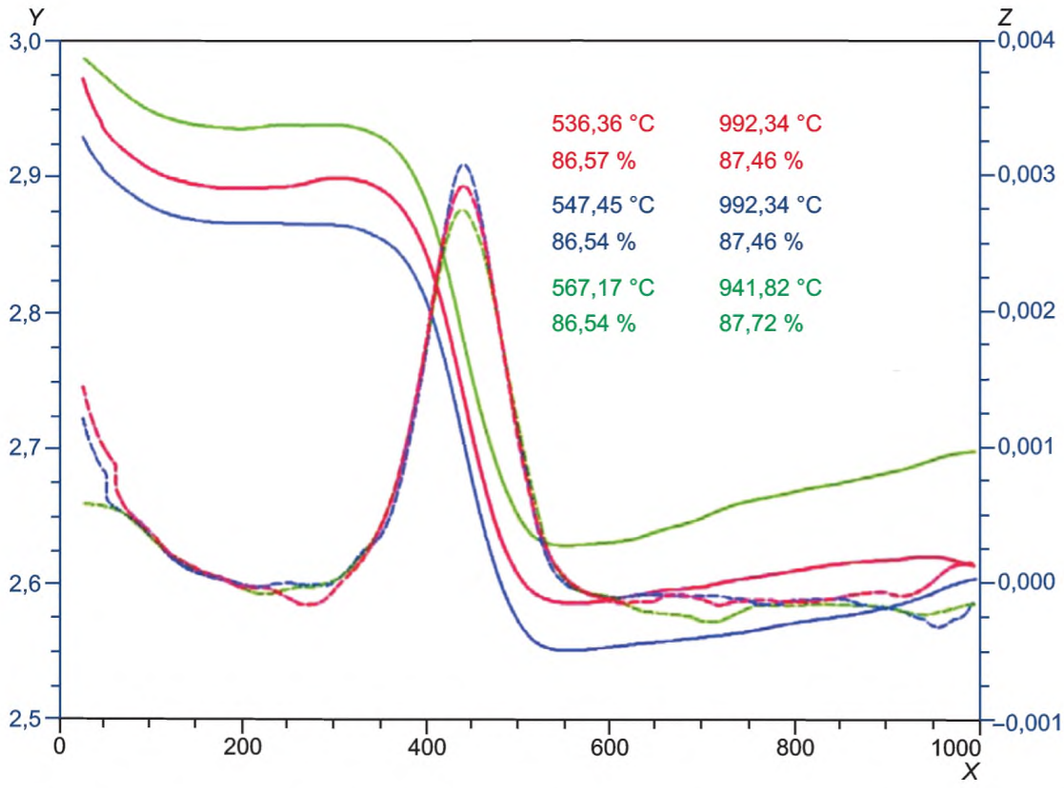
А.2.2 Окисление неуглеродных примесей

Неуглеродные примеси состоят, как правило, из частиц металлического катализатора, применяемого в процессе изготовления наноматериала. В процессе испытания методом ТГ может происходить окисление металлического катализатора, что оказывает влияние на результат определения значения W_{res}. Процесс окисления неуглеродных примесей отображается на ТГ-кривой увеличением значений W_{res} и может происходить до или после процесса окисления форм углерода. На рисунке А.2 представлены примеры ТГ-кривых процессов окисления неуглеродных примесей до и после процесса окисления форм углерода.

По результатам испытаний сложно определить точное количество и степень окисления неуглеродных примесей, так как методом ТГ невозможно идентифицировать тип образованных оксидов. С целью получения более точных результатов определения значения W_{res} при испытании следует регистрировать количество поглощенного кислорода и учитывать возможность образования летучих оксидов. При отсутствии дополнительной информации об образовании оксидов в процессе испытания за репрезентативное значение массовой доли неуглеродных примесей следует принимать значение W_{res} с учетом неопределенностей измерений, возникающих вследствие образования летучих или нелетучих оксидов в процессе окисления.



a) Пример ТГ-кривых процесса окисления неуглеродных примесей до процесса окисления форм углерода



b) Пример ТГ-кривых процесса окисления неуглеродных примесей после процесса окисления форм углерода

X — температура, °C; *Y* — W_{res}, %; *Z* — потеря массы пробы, мг/°C

Рисунок А.2 — Примеры ТГ-кривых процессов окисления неуглеродных примесей до и после процесса окисления форм углерода

А.3 Определение наличия углеродных примесей

Наличие углеродных примесей, содержащихся в наноматериале, определяют по числу пиков на ДТГ-кривой (см. рисунок А.4). Возникновение большого числа пиков на ДТГ-кривой свидетельствует о наличии в наноматериале различных форм углерода. Установить соответствие конкретной формы углерода определенному пику на ДТГ-кривой невозможно. Пики на ДТГ-кривой возникают вследствие наличия в наноматериале фрагментов аморфного углерода [5]—[7], *ОУНТ*, имеющих покрытие из аморфного углерода [6], *УНТ* с дефектами, химически модифицированных *УНТ* [8], *УНТ* с различными диаметрами или кристалличностью [6], [8], графита, а также частиц металлического катализатора, оставшихся после очистки.

При определении наличия и массовой доли примесей возможно получение неточных результатов измерения. Если наноматериал является горючим, то в процессе испытания на ДТГ-кривой наблюдают внезапное резкое уменьшение значений, а на ТГ-кривой — изменение ее направления по оси абсцисс на противоположное (см. рисунок В.3 приложения В). Такие показания кривых свидетельствуют о возникновении горения в процессе испытания, то есть происходит возгорание пробы с выделением значительного количества тепла и резким увеличением температуры, сопровождаемое рассеянием тепла и последующим снижением температуры. Подобные результаты, как правило, получают при большой скорости нагрева пробы и испытании неочищенных наноматериалов, которые являются более рыхлыми и содержат больше катализатора по сравнению с очищенными наноматериалами. Получение неточных результатов измерения при горении пробы происходит вследствие того, что во время испытания может произойти сгорание или выдувание из тигля примесей с более высокими температурами окисления.

А.4 Определение предельной температуры термической стабильности

Предельная температура термической стабильности — наиболее простая в определении характеристика наноматериала, ее регистрируют при испытании каждой пробы по наиболее интенсивным пикам на ДТГ-кривой, указывающим на наличие и большую концентрацию определенных форм углерода. При определении значения предельной температуры термической стабильности применяют показатель «интенсивность пика» вместо показателя «площадь пика», так как определение данной характеристики наноматериала по показателю «площадь пика» не является простым методом, и для этого дополнительно требуется разложение ДТГ-кривой на несколько пиков. Кроме того, для определения площади пика требуются сложные вычисления по вычитанию фона из полученных данных и анализу формы кривой. Интенсивность пика является показателем большой скорости потери массы пробы, и при испытании ее легко определить на ДТГ-кривой. Предельную температуру термической стабильности выражают как среднее значение T_{OX}, полученное по результатам нескольких испытаний, со значением σT_{OX}. Если в процессе испытания получен существенный разброс значений T_{OX} (см. рисунки А.5 и А.6), то в протоколе указывают, что предельная температура термической стабильности окисления наноматериала не определена.

А.5 Определение гомогенности

А.5.1 Общие положения

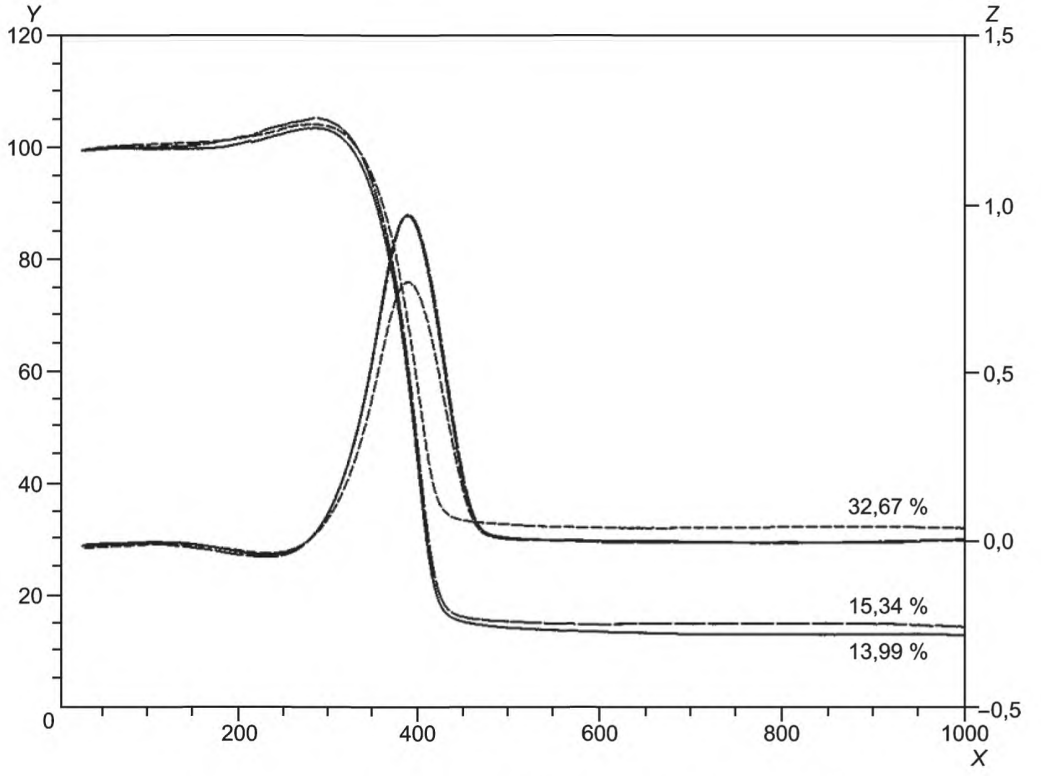
В настоящем разделе приведены примеры определения гомогенности наноматериала по следующим показателям:

- равномерность распределения неуглеродных примесей;
- концентрация и однородность углеродных примесей;
- предельная температура термической стабильности.

Примеры ДТГ-кривых, полученных по результатам испытаний наноматериалов «плохой» гомогенности, приведены на рисунках А.3—А.6.

А.5.2 Определение гомогенности по равномерности распределения неуглеродных примесей

Одним из показателей гомогенности наноматериала является «равномерность распределения неуглеродных примесей» в общем объеме партии. При неравномерном распределении неуглеродных примесей в наноматериале при проведении испытаний нескольких проб получают существенный разброс значений W_{res} и как результат — среднее значение W_{res} находится вне диапазона значений σW_{res}. В данном случае испытуемый наноматериал не является гомогенным, то есть имеет «плохую» гомогенность. На рисунке А.3 представлен пример ДТГ-кривых, полученных по результатам испытаний наноматериала «плохой» гомогенности, содержащего неуглеродные примеси, с определяемым значением T_{OX} и значением W_{res}, находящимся вне диапазона значений σW_{res}.



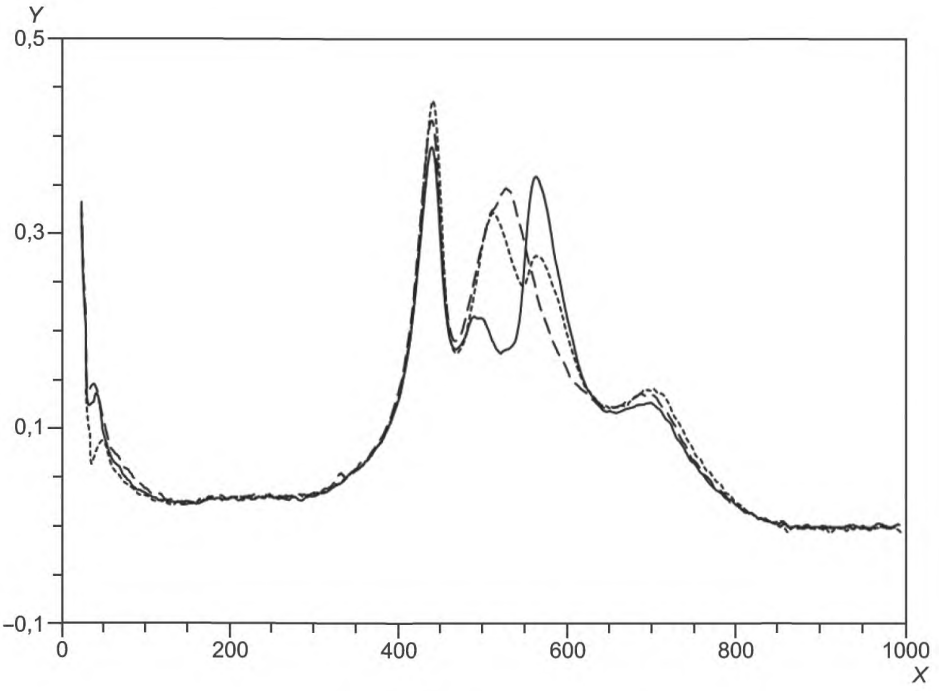
X — температура, °С; *Y* — W_{res}, %; *Z* — потеря массы пробы, мг/°С

Рисунок А.3 — Пример ДТГ-кривых, полученных по результатам испытаний наноматериала «плохой» гомогенности, содержащего неуглеродные примеси, с определяемым значением T_{OX} и значением W_{res}, находящимся вне диапазона значений σW_{res}

Если значение W_{res} находится в пределах диапазона значений σW_{res}, то по показателю «равномерность распределения неуглеродных примесей» испытуемый наноматериал является гомогенным, то есть имеющим «хорошую» или «удовлетворительную» гомогенность (см. 8.5).

А.5.3 Определение гомогенности по концентрации и однородности углеродных примесей

Показателем гомогенности наноматериала является «однородность и концентрация углеродных примесей». Для определения гомогенности наноматериала по показателю «однородность и концентрация углеродных примесей» применяют не количественный, а качественный анализ результатов испытаний. Скорость окисления форм углерода зависит от морфологии и количества катализатора, поэтому определить точное значение массовой доли конкретных форм углерода в испытуемом наноматериале методом ТГ невозможно. Выявление наличия одинаковых форм углерода при проведении испытаний нескольких проб свидетельствует о том, что испытуемый наноматериал является гомогенным, то есть имеющим «хорошую» или «удовлетворительную» гомогенность (см. 8.5). При изменении концентрации углеродных примесей в пробах одной партии наноматериала при испытании на ДТГ-кривых отображаются пики разной интенсивности. Таким образом, если в результате испытаний нескольких проб на ДТГ-кривых получены пики разной интенсивности или разное число пиков, то испытуемый наноматериал имеет «плохую» гомогенность. На рисунке А.4 представлен пример ДТГ-кривых, полученных по результатам трех испытаний наноматериала «плохой» гомогенности, связанной с неоднородностью и неравномерной концентрацией углеродных примесей.



X — температура, °С; *Y* — потеря массы пробы, мг/°С

Рисунок А.4 — Пример ДТГ-кривых, полученных по результатам трех испытаний наноматериала «плохой» гомогенности, связанной с неоднородностью и неравномерной концентрацией углеродных примесей

При определении гомогенности наноматериала следует учитывать неопределенность измерений, связанную с возможным возгоранием пробы и, как следствие, выдуванием наноматериала из тигля. Если возгорание пробы происходит только в одном из трех испытаний, то гомогенность наноматериала определить не представляется возможным. Если возгорание пробы происходит при проведении всех трех испытаний, то наноматериал является гомогенным, то есть имеющим «хорошую» или «удовлетворительную» гомогенность (см. 8.5), так как его морфология одинакова для всей партии.

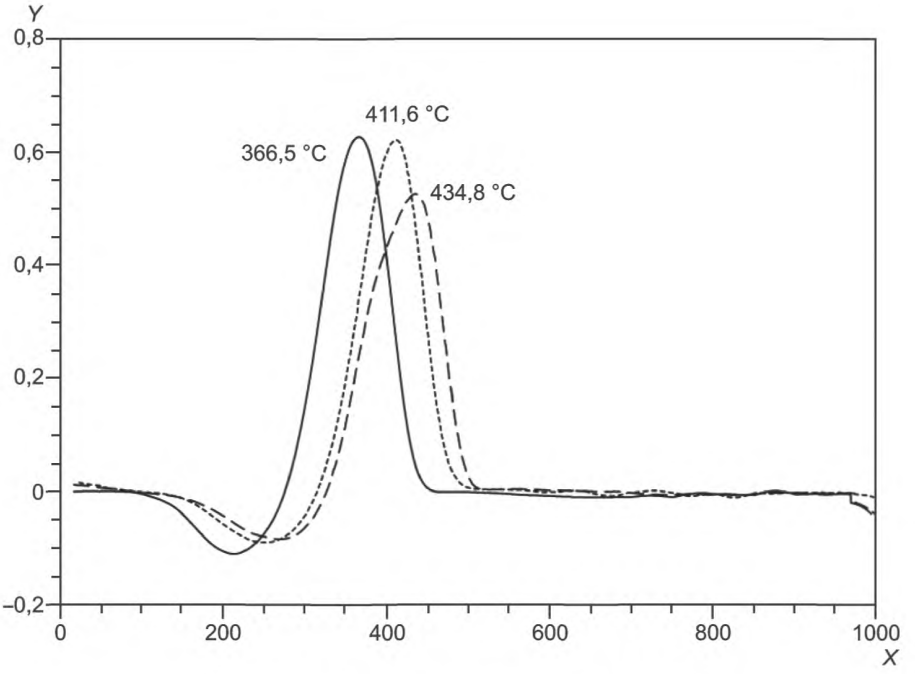
А.5.4 Определение гомогенности по значениям предельной температуры термической стабильности

Показателем гомогенности наноматериала является «предельная температура термической стабильности», полученная по результатам нескольких испытаний методом ТГ. Гомогенность наноматериала по показателю «предельная температура термической стабильности» определяют по значениям T_{OX} и σT_{OX}. Если значение σT_{OX} более значения скорости нагрева пробы (то есть если значение σT_{OX} более 5 °С), то испытуемый наноматериал имеет «плохую» гомогенность.

Примечание — Кинетика окислительной реакции зависит от скорости нагрева пробы (см. В.2 приложения В). Значение скорости нагрева пробы выбирают таким образом, чтобы уменьшить возможность замедления окислительной реакции, возникающего вследствие изменения энергии активации, теплопроводности наноматериала при заданном расходе воздуха и с учетом погрешности термопары.

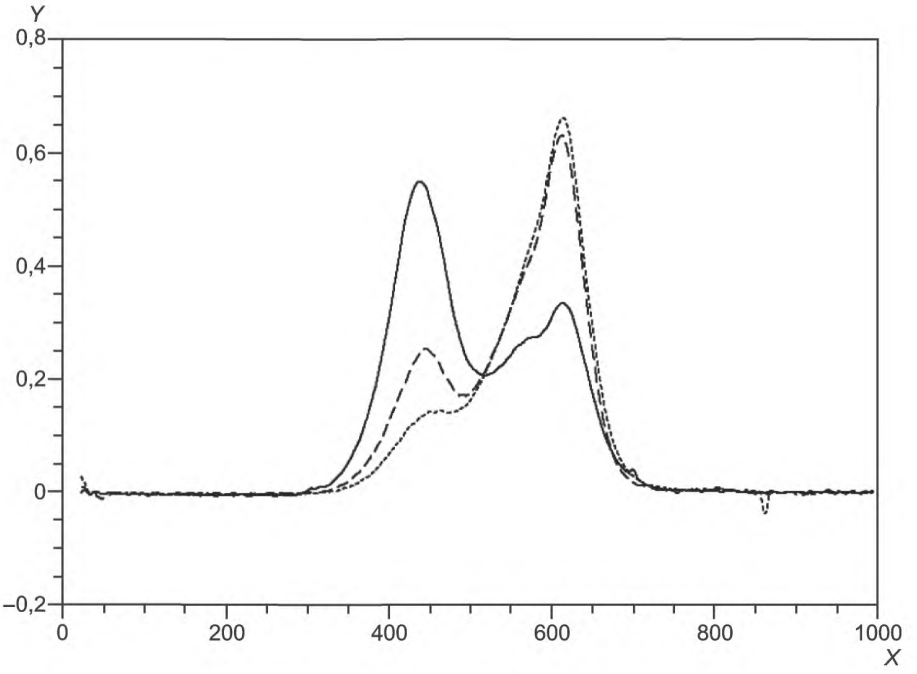
На рисунке А.5 представлен пример ДТГ-кривых, полученных по результатам испытаний трех проб наноматериала «плохой» гомогенности, содержащего одну форму углерода, с существенным разбросом значений T_{OX} и неопределяемым значением предельной температуры термической стабильности.

На рисунке А.6 представлен пример ДТГ-кривых, полученных по результатам испытаний трех проб наноматериала «плохой» гомогенности, содержащего несколько форм углерода, с существенным разбросом значений T_{OX} и неопределяемым значением предельной температуры термической стабильности.



X — температура, °C; *Y* — потеря массы пробы, мг/°C

Рисунок А.5 — Пример ДТГ-кривых, полученных по результатам испытаний трех проб наноматериала «плохой» гомогенности, содержащего одну форму углерода, с существенным разбросом значений T_{OX} и неопределяемым значением предельной температуры термической стабильности



X — температура, °C; *Y* — потеря массы пробы, мг/°C

Рисунок А.6 — Пример ДТГ-кривых, полученных по результатам испытаний трех проб наноматериала «плохой» гомогенности, содержащего несколько форм углерода, с существенным разбросом значений T_{OX} и неопределяемым значением предельной температуры термической стабильности

А.6 Определение чистоты

Определить точное значение чистоты наноматериала методом ТГ невозможно, так как невозможно определить точное значение массовой доли углеродных примесей. Методом ТГ можно определить только массовую долю неуглеродных примесей в наноматериале по значению W_{res}. Если бы температура окисления *ОУНТ* была точно известна и установлена, то существуют другие формы углерода, которые могут иметь аналогичную температуру окисления. Отличить эти формы углерода друг от друга методом ТГ невозможно. Получить более точные значения чистоты наноматериала можно лишь при применении метода ТГ совместно с другими методами.

А.7 Определение качества

Дать количественную оценку качества наноматериала методом ТГ невозможно, можно только определить, какого качества испытуемый наноматериал — хорошего или плохого. Методом ТГ качество наноматериала определяют по двум показателям — чистота и гомогенность, используя значения W_{res} и T_{OX}. Если при испытании получены низкие значения W_{res}, свидетельствующие о хорошей чистоте наноматериала, то по показателю «чистота» испытуемый наноматериал хорошего качества. Следует учитывать, что при этом наноматериал может содержать *ОУНТ*, имеющие значительные дефекты структуры и соответственно изменяющие или ухудшающие его физические свойства. Дефекты структуры нарушают целостность *ОУНТ* [9]. К таким дефектам относят точечные дефекты (вакансии) или sp3-гибридизацию, образованные в результате окисления, или дефекты Стоуна — Уэльса [10]—[12]. Методом ТГ целостность структуры *ОУНТ* определяют по значениям T_{OX}.

Если при испытании установлена «хорошая» гомогенность по показателям «равномерность распределения неуглеродных примесей», «концентрация и однородность углеродных примесей», «предельная температура термической стабильности» по значениям W_{res} и T_{OX}, то считают, что по показателю «гомогенность» испытуемый наноматериал хорошего качества.

Приложение В
(справочное)

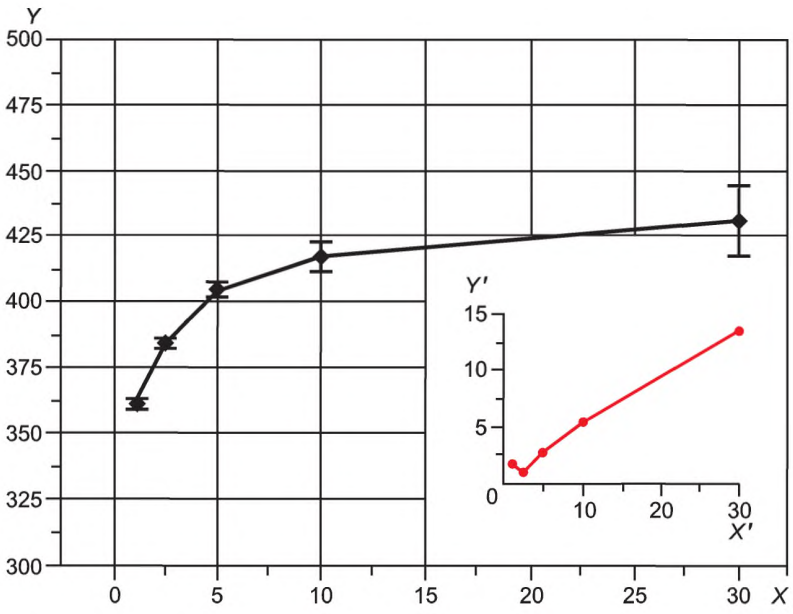
Информация о зависимости результатов измерений от условий испытания наноматериала методом ТГ

В.1 Общие положения

В настоящем приложении приведена информация о зависимости результатов измерений от условий испытания наноматериала методом ТГ, в том числе скорости нагрева пробы, уплотнения пробы, горения пробы. Более подробная информация о влиянии условий испытаний наноматериалов методом ТГ на результаты измерений приведена в [13].

В.2 Скорость нагрева пробы

Значения T_{OX} и σT_{OX} зависят от скорости нагрева пробы. Проведены испытания методом ТГ со следующими значениями скорости нагрева пробы: 1; 2,5; 5; 10; 30 и 100 °С/мин. На рисунке В.1 представлены графики зависимости значений T_{OX} и σT_{OX} от скорости нагрева пробы.



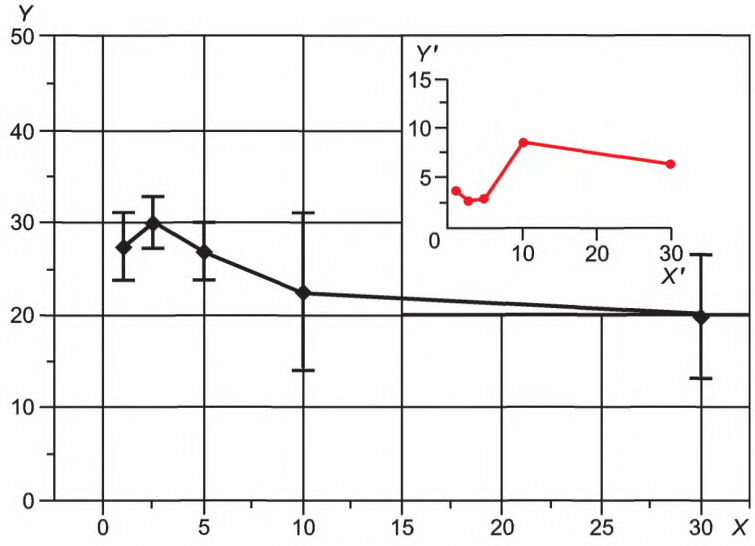
X — скорость нагрева пробы, °С/мин; Y — T_{OX}, °С; X' — скорость нагрева пробы, °С/мин; Y' — σT_{OX}

Рисунок В.1 — Графики зависимости значений T_{OX} и σT_{OX} от скорости нагрева пробы

На рисунке В.1 продемонстрировано, что по мере увеличения скорости нагрева пробы от 1 до 30 °С/мин происходит изменение значений T_{OX} от 360 до 430 °С. Существенное изменение значений T_{OX} на 70 °С связано с кинетикой окислительной реакции и происходит при большой скорости нагрева, например при температуре 100 °С/мин, вследствие неравномерного распределения тепла в пробе. При проведении испытания со скоростью нагрева пробы 100 °С/мин сложно точно определить значения T_{OX} и σT_{OX} вследствие отображения на ТГ-кривой большого участка с несколькими невоспроизводимыми пиками.

Значения W_{res} и стандартного отклонения σW_{res} зависят от скорости нагрева пробы. На рисунке В.2 представлены графики зависимости значений W_{res} и σW_{res} от скорости нагрева пробы.

На рисунке В.2 продемонстрировано, что значения W_{res} при скорости нагрева 1; 2,5 и 5 °С/мин находятся в пределах стандартного отклонения, значение которого почти неизменно. При скорости нагрева более 5 °С/мин значение W_{res} уменьшается, а значение σW_{res} резко увеличивается. Такие результаты испытаний можно объяснить возгоранием наноматериала при скорости нагрева пробы более 5 °С/мин, то есть тепла, выделенного в результате экзотермической реакции, достаточного для поддержания интенсивного горения пробы. Поэтому следует регистрировать сведения о значениях скорости нагрева пробы, при которых не происходит возгорание испытуемого наноматериала.



X — скорость нагрева пробы, °С/мин; Y — W_{res}, в процентах; X' — скорость нагрева пробы, °С/мин; Y' — σW_{res}

Рисунок В.2 — Графики зависимости значений W_{res} и σW_{res} от скорости нагрева пробы

При проведении испытаний методом ТГ важно выбрать оптимальное значение скорости нагрева пробы. Для нагрева пробы до температуры 1000 °С* при скорости 1 °С/мин требуется 13,3 ч, а при скорости нагрева 100 °С/мин — 8 мин. Нагрев пробы с большей скоростью сокращает время испытаний. Поэтому при проведении испытаний, как правило, пробу нагревают со скоростью от 10 до 20 °С/мин. Учитывая вышеприведенные сведения, при проведении испытаний наноматериала методом ТГ рекомендуется выбирать значение скорости нагрева пробы 5 °С/мин в качестве оптимального, так как при этом время испытания составляет менее 3 ч и не происходит возгорание испытуемой пробы.

В.3 Уплотнение пробы

Испытания методом ТГ проведены на пробах, подготовленных из неочищенного, то есть «как изготовлен», наноматериала и наноматериала, предварительно уплотненного методом прессования в пресс-форме, предназначенной для подготовки проб бромистого калия KBr, под давлением 2, 5 и 10 т с применением гидравлического пресса. Результаты испытаний показали следующее:

- предварительное уплотнение пробы методом прессования не оказывает существенного влияния на значения W_{res};
- постепенное повышение давления при уплотнении пробы методом прессования приводит к снижению значений T_{OX} на 10—20 °С, при этом отсутствует закономерность изменения значений T_{OX};
- уплотнение пробы методом прессования не влияет на значения σW_{res} и σT_{OX}.

Причины получения таких результатов не установлены. Поэтому не следует уплотнять пробу методом прессования под высоким давлением, так как такое уплотнение пробы может приводить к получению недостоверных результатов измерений.

В.4 Горение пробы

При проведении испытаний методом ТГ возможно получение непредсказуемых результатов, например кривая, отображающая значения W_{res}, может внезапно изменить свое направление по оси абсцисс на противоположное, а затем вновь возобновить движение в первоначальном направлении. Такие показания кривой ТГ свидетельствуют о возникновении горения в процессе испытания, то есть происходит возгорание пробы с выделением значительного количества тепла и резким увеличением температуры, сопровождаемое рассеянием тепла и последующим снижением температуры. Подобные результаты, как правило, получают при испытании неочищенных наноматериалов, которые являются более рыхлыми и содержат больше частиц катализатора по сравнению с очищенными наноматериалами. В процессе испытаний установлено, что при горении пробы происходит уменьшение значения W_{res} и увеличение значения σW_{res}. Вероятно, это происходит вследствие удаления частиц пробы из тигля вместе с дымом во время быстрого горения, то есть помимо окисления углерода происходит неконтролируемая потеря массы пробы. Поэтому с целью получения точных результатов измерений при проведении испытаний следует предотвращать возгорание пробы.

---

* В тексте ISO/TS 11308:2011 допущена опечатка. Следует читать «Для нагрева пробы до температуры 800 °С при скорости 1 °С/мин требуется 13,3 ч, а при скорости нагрева 100 °С/мин — 8 мин».

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международному документу, использованному в качестве ссылочного в примененном международном документе

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного документа
ГОСТ ISO/TS 80004-3—2014	IDT	ISO/TS 80004-3:2010 «Нанотехнологии. Словарь. Часть 3. Углеродные нанообъекты»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

[1] DECKER J.E., HIGHT WALKER A.R., BOSNICK K., CLIFFORD CA., DAI L., FAGAN J., HOOKER S., JAKUBEK Z.J., KINGSTON C., MAKAR J., MANSFIELD E., POSTEK M.T., SIMARD B., STURGEON R.,WISE S., VLADAR A.E., YANG L., and ZEISLER R., Sample preparation protocols for realization of reproducible characterization of single-wall carbon nanotubes, Metrologia 46 682-92 (2009)

[2] FREIMAN S., HOOKER S., MIGLER K., and AREPALLI S., Measurement issues in single wall carbon nanotubes, NIST SP 960-19 (2008)

[3] LIMA A.M.F., MUSUMECI A.W., LIU H.W., WACLAWIK E.R., and SILVA G.G., Purity evaluation and influence of carbon nanotube on carbon nanotube/graphite thermal stability, J. Thermal. Anal. Calorim.97 257-63 (2009)

[4] MANSFIELD E., KAR A., and HOOKER S.A., Applications of TGA in quality control of SWCNTs, Anal.Bioanal. Chem. 396 1071-7 (2010)

[5] DRESSELHAUS M.S., DRESSELHAUS G., and AVOURIS P., Carbon Nanotubes: Synthesis, Structure, Properties and Applications, Topics in Applied Physics, 80, Springer-Verlag, Heidelberg (2001)

[6] DAI H., Carbon nanotubes: opportunities and challenges, Surface Science 500 218-41 (2002)

[7] ENDO M., STRANO M.S., and AJAYAN P.M., Potential applications of carbon nanotubes, Carbon Nanotubes: Topics in Applied Physics 111, 13-61, Springer-Verlag, Berlin (2008)

[8] ZHOU W., BAI X., WANG E., XIE S., Synthesis, structure, and properties of single-walled carbon nanotubes, Advanced Materials 21 4568-83 (2009)

[9] ISAACS J.A., TANWANI A., HEALY M.L., and DAHLBEN L.J., Economic assessment of single-walled carbon nanotube processes, J. Nanopart. Res. 12 551-62 (2010)

[10] MOSALA A., NASIBULIN A.G., KAUPPINEN E.I., The role of metal nanoparticles in the catalytic production of single-walled carbon nanotubes — a review, J.Phys.: Condens. Matter 15 S3011-35 (2003)

[11] HENNRICH F., WELLMANN R., MALIK S., LEBEDKIN S., and KAPPES M.M., Reversible modification of the absorption properties of single-walled carbon nanotube thin films via nitric acid exposure, Phys. Chem.. 5 178-83 (2003)

[12] VIGOLO B., HEROLD C., MARECHE J.F., GHANBAJA J., GULAS M., LE NORMAND F., ALMAIRAC R., ALVAREZ L., and BANTIGNIES J.L. A comprehensive scenario for commonly used purification procedures of arc-discharge as-produced single-walled carbon nanotubes, Carbon 48 949-63 (2010)

[13] NASA/NIST Practice Guide on Measurement Issues in Single Wall Carbon Nanotubes, доступно по адресу

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.666:006.354 ОКС 07.030
07.120 И 39

Ключевые слова: нанотехнологии, нанотрубки углеродные одностенные, наноматериал, определение характеристик, метод термогравиметрии

БЗ 10—2018/18

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 19.10.2018. Подписано в печать 02.11.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,51.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

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

gost.e-ecolog.ru