ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПНСТ 250— 2017

Наноматериалы

НАНОСУСПЕНЗИЯ СЕРЕБРА

Общие технические требования и методы испытаний

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью Экспертной организацией «Инженерная безопасность» (ООО ЭО «Инженерная безопасность»), Обществом с ограниченной ответственностью «М9» (ООО «М9»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 441 «Нанотехнологии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 декабря 2017 г. № 61-пнст

4 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.

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

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: 109377 Москва, Рязанский проспект, д. 32, корп. 3, офис 202 и/или в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии по адресу: 109074 Москва, Китайгородский проезд, 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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

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

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Наноматериалы

НАНОСУСПЕНЗИЯ СЕРЕБРА

Общие технические требования и методы испытаний

Nanomaterials. Silver nanosuspension. General technical requirements and test methods

Срок действия — с 2018—09—01
до 2021—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на наносуспензии серебра, применяемые в качестве обеззараживающих добавок при изготовлении дезинфицирующих средств, парфюмерно-косметической продукции, лакокрасочных, конструкционных и текстильных материалов, полимерной продукции, изделий электронной техники и оптики, изделий медицинского назначения, фармацевтической продукции, биологически активных добавок.

Настоящий стандарт устанавливает общие технические требования к наносуспензии серебра и методы испытаний.

Наносуспензия серебра является сырьем для промышленной переработки. Способы применения наносуспензии должны быть установлены в нормативно-технической документации на соответствующие виды продукции.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.579 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 19433 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 33756 Упаковка потребительская полимерная. Общие технические условия

ГОСТ 34037 Упаковка стеклянная для химических реактивов и особо чистых химических веществ. Общие технические условия

ГОСТ ISO/TS 80004-1 Нанотехнологии. Часть 1. Основные термины и определения

ГОСТ ISO/TS 80004-2 Нанотехнологии. Часть 2. Нанообъекты. Термины и определения

---

* Утратил силу. Действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

ГОСТ ISO/TS 80004-4 Нанотехнологии. Часть 4. Материалы наноструктурированные. Термины и определения

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

ГОСТ Р 8.568 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

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

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 принять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ ISO/TS 80004-2, ГОСТ ISO/TS 80004-1, ГОСТ ISO/TS 80004-4, ГОСТ ISO/TS 80004-6, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **наносуспензия серебра:** Текучая нанодисперсная система, содержащая диспергированные нанообъекты кристаллического серебра.

3.2 **монодисперсная наносуспензия серебра:** Наносуспензия серебра, содержащая нанообъекты только одного размера и одинаковой формы.

3.3 **полидисперсная наносуспензия серебра:** Наносуспензия серебра, содержащая нанообъекты разных размеров и форм.

3.4

нанообъект: Дискретная часть материала, линейные размеры которой по одному, двум или трем измерениям находятся в нанодиапазоне.

Примечание — Внешние линейные размеры нанообъекта определяют по трем измерениям.

[ГОСТ ISO/TS 80004-1, статья 2.5]

4 Общие технические требования

4.1 Наносуспензии серебра должны соответствовать требованиям настоящего стандарта, нормативных и технических документов на наносуспензии серебра конкретных видов.

4.2 Наносуспензии серебра в зависимости от растворителя подразделяют на следующие виды:

- водная наносуспензия серебра (далее — ВНС), в которой в качестве растворителя применяют воду);
- спиртовая наносуспензия серебра (далее — СНС), в которой в качестве растворителя применяют спирт;
- органическая наносуспензия серебра (далее — ОНС), в которой в качестве растворителя применяют полярные и неполярные органические растворители;
- жирная наносуспензия серебра (далее — ЖНС), в которой в качестве растворителя применяют жирные органические кислоты и их производные.

4.3 Наносуспензии серебра содержат нанообъекты сферической, кубической, стержневой (далее — наностержни) или пластинчатой (далее — нанопластины) формы.

4.4 Наносуспензии серебра в зависимости от размеров и формы содержащихся в них нанообъектов подразделяют на монодисперсные и полидисперсные.

4.5 Условное обозначение наносуспензии серебра должно содержать сокращенное буквенное обозначение наносуспензии серебра в зависимости от растворителя, через пробел — обозначение по форме содержащихся нанообъектов сферической (обозначение — НС), кубической (обозначение — НК), стержневидной (обозначение — НСт) или пластинообразной (обозначение — НП) формы, через пробел — обозначение по дисперсности и обозначение настоящего стандарта.

Пример условного обозначения

водная наносуспензия серебра, содержащая нанообъекты кубической формы, монодисперсная:

ВНС НК М ПНСТ.

Допускается вводить в условное обозначение дополнительные буквы, знаки и цифры с расшифровкой их в технических условиях на наносуспензии серебра конкретных видов.

4.6 По органолептическим показателям наносуспензии серебра должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика и норма			
	ВНС	СНС	ОНС	ЖНС
Внешний вид	Жидкость, не содержащая посторонних примесей			
Цвет*	Цвет в соответствии с нормативным документом на наносуспензию серебра конкретного вида			
Запах	Без запаха	Специфический запах, свойственный запаху применяемого растворителя		
Прозрачность	Прозрачная			
* Цвет наносуспензии серебра зависит от формы нанообъектов; например наносуспензии серебра, содержащие нанообъекты сферической формы, имеют желтовато-коричневый цвет.				

4.7 Физико-химические показатели наносуспензии серебра:

- концентрация водородных ионов (pH) для ВНС — 4-11;
- молярная концентрация нанообъектов — не менее 0,1 ммоль/дм^3;
- средний размер нанообъектов, содержащихся в наносуспензии серебра:
- у нанообъектов сферической формы средний гидродинамический диаметр — от 1 до 100 нм;
- у нанообъектов кубической формы средняя длина грани куба — от 1 до 100 нм;
- у наностержней средний диаметр — от 1 до 100 нм;
- у нанопластин толщина — от 1 до 100 нм;
- оптическая плотность при спектре оптического поглощения в диапазоне длин волн 300—500 нм при максимуме светопоглощения на участке спектра 400—440 нм — не менее 0,1;
- коллоидная стабильность — стабильна.

4.8 Дополнительные требования и показатели, не предусмотренные настоящим стандартом, указывают в нормативном документе на конкретный вид наносуспензии серебра.

4.9 Для изготовления наносуспензии серебра используют следующие сырье и материалы:

- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 двукратной перегонки;
- восстановитель, растворитель, функциональные добавки и стабилизирующий компонент — в соответствии с нормативным документом на конкретный вид наносуспензии серебра.

Процентное содержание компонентов устанавливают в нормативном документе на конкретный вид наносуспензии серебра.

4.10 Срок годности и условия хранения должны быть установлены в нормативном документе на конкретный вид наносуспензии серебра. При хранении наносуспензии серебра допускается уменьшение молярной концентрации не более чем на 20 % и выпадение избытка стабилизирующего компонента в виде осадка желтовато-белого цвета.

4.11 Упаковка

4.11.1 Наносуспензии серебра разливают:

- в стеклянные бутыли для хранения химических реактивов вместимостью от 1,0 до 20,0 дм^3 по ГОСТ 34037;
- в полиэтиленовые бутыли вместимостью от 1,0 до 5,0 дм^3 по ГОСТ 33756;
- в другую тару, разрешенную для контакта с растворителем, применяемом для изготовления конкретного вида наносуспензии серебра, обеспечивающую сохранность и качество наносуспензии при транспортировании и хранении.

4.11.2 При розливе наносуспензии по объему отклонение содержимого нетто каждой бутыли при температуре (20,0 ± 0,5) °С от номинального количества не должно превышать значений предела допускаемых отрицательных отклонений по ГОСТ 8.579.

4.11.3 Укупоривание бутылей с наносуспензией серебра осуществляют завинчивающимися крышками, снабженными кольцом контроля вскрытия, комбинированными укупорочными средствами для бутылей и другими видами укупорочных средств из материалов, разрешенных для контакта с растворителем, применяемым для изготовления наносуспензии серебра.

Определяют герметичность укупоривания бутылей визуально в наклонном или горизонтальном положении. При отсутствии герметичности наблюдается поток (цепочка) воздушных пузырьков у отверстия бутыли, такие единицы продукции отбраковывают.

4.11.4 Бутыли с наносуспензией серебра упаковывают в потребительскую и транспортную тару, обеспечивающую сохранность и качество наносуспензии серебра при транспортировании и хранении.

4.12 Маркировка

4.12.1 На тару с наносуспензией серебра должна быть наклеена этикетка, содержащая следующие сведения:

- наименование (обозначение) продукции;
- наименование и адрес организации-изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- условия хранения, транспортирования и утилизации;
- срок годности;
- массу нетто, брутто, кг;
- число бутылей в таре;
- объем наносуспензии в таре в дм^3;
- обозначение настоящего стандарта;
- рекомендации по применению.

4.12.2 Транспортная маркировка — в соответствии с требованиями ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков: «Хрупкое. Осторожно», «Беречь от влаги» (для картонных ящиков), «Верх» (для закрытых ящиков), «Не подлежит утилизации с бытовыми отходами», «Не для пищевой продукции».

Наносуспензия серебра СНС является легковоспламеняющейся жидкостью, пожароопасным веществом, класс 3 по ГОСТ 19433. При хранении и транспортировке наносуспензии серебра СНС следует соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и наносить на тару знак опасности: «Легковоспламеняющаяся жидкость» по ГОСТ 19433, класс 3.

Информацию на этикетку наносят типографским или иным способом, обеспечивающим четкое прочтение на протяжении всего срока хранения. Текст маркировки должен быть на русском языке.

5 Методы испытаний

5.1 Общие требования

5.1.1 Отбор и подготовку проб выполняют в соответствии с нормативными и техническими документами на наносуспензию серебра конкретного вида или стандартами на конкретный метод испытания и с учетом [1].

5.1.2 Испытания проводят в помещении при температуре (20 ± 5) °С, нормальном атмосферном давлении и при освещении помещения не ниже 300 лк.

5.1.3 При использовании в качестве реактивов опасных (едких, токсичных) веществ следует руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативных или технических документах на эти реактивы.

5.1.4 Средства измерений и испытательное оборудование должны быть поверены, откалиброваны и аттестованы в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.568 и с учетом требований нормативных документов на методы испытаний.

5.2 Определение органолептических показателей

Внешний вид и цвет наносуспензии серебра определяют визуально. Для этого в стакан из бесцветного стекла В-2-50 по ГОСТ 25336 наливают наносуспензию серебра и просматривают в проходящем и отраженном свете. При просмотре устанавливают прозрачность наносуспензии, наличие взвешенных и осевших на дно посторонних примесей. Цвет наносуспензии определяют визуальным сравнением с контрольным образцом.

Для определения запаха наносуспензии наполняют на 3/4 объема чистые стеклянные колбы с притертыми пробками по ГОСТ 1770, не имеющими никакого постороннего запаха. Колбы с содержимым закрывают пробками и выдерживают в течение 1 ч при температуре (20 ± 2) °С. Запах определяют сразу же после открывания пробки.

5.3 Определение показателя концентрации водородных ионов

5.3.1 Средства измерения, реактивы и материалы:

- pH-метр с комплектом стеклянных электродов, погрешность измерения не более 0,1 pH;
- стакан стеклянный В-2-50 по ГОСТ 25336;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.3.2 Проведение испытания.

Наносуспензию наливают в стакан вместимостью 50 $см^3$, тщательно промытый дистиллированной водой, и измеряют значение pH.

5.3.3 Обработка результатов.

За результат измерения pH принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать допустимое расхождение, равное 0,1 pH.

Результат измерения округляют до первого десятичного знака.

Допускаемая суммарная погрешность результатов определения pH — ±0,08 при доверительной вероятности P = 0,95.

5.4 Определение молярной концентрации нанообъектов

Молярную концентрацию нанообъектов, содержащихся в наносуспензии серебра, определяют методом спектрофотометрии в соответствии с [2].

Допускается применять другие методы, обеспечивающие достоверность результатов и заданную точность измерений.

5.5 Определение среднего размера и формы нанообъектов

Средний размер и форму нанообъектов, содержащихся в наносуспензии серебра, определяют по динамическому рассеянию света по ГОСТ Р 8.774, методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии [3], [4].

Допускается применять другие методы, обеспечивающие достоверность результатов и заданную точность измерений.

5.6 Определение оптической плотности

5.6.1 Оборудование и материалы.

Для проведения испытания применяют:

- регистрирующий спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны 300—750 нм, оснащенный кюветами с длиной оптического пути 1 мм;
- весы лабораторные по ГОСТ Р 53228.

5.6.2 Проведение испытания.

Пробу наносуспензии объемом 0,3 $см^3$ помещают в капиллярную кювету спектрофотометра и измеряют ее оптическую плотность в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору. Оптическую плотность наносуспензии измеряют в интервале длин волн, указанных в паспорте прибора.

Сначала проводят измерения оптической плотности наносуспензии на участке спектра 300—500 нм, с интервалом 20 нм, а в области максимума светопоглощения на участке спектра 400—440 нм — с интервалом 5 нм. Отсчет оптической плотности выполняют с погрешностью не более 0,001.

В качестве раствора сравнения применяют растворитель, применяемый для изготовления испытуемой наносуспензии.

Измерение оптической плотности выполняют на двух пробах наносуспензии серебра.

5.6.3 Обработка результатов.

Спектрофотометрическая кривая на регистрирующих приборах записывается автоматически.

Оптическая плотность наносуспензии серебра должна соответствовать показателям, установленным в 4.7.

5.6.4 Среднее квадратическое отклонение результата измерения оптической плотности (σ) вычисляют по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (\Delta^i D_\lambda)^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где n — число точек спектра, для которых выполнены измерения оптической плотности;

$\Delta^i D_\lambda$ — абсолютное значение разностей оптической плотности для каждой длины волны, где i — номер раствора;

$$\Delta^i D_\lambda = D_{\lambda ср} - D_\lambda^i, \quad (2)$$

где $D_{\lambda ср}$ — среднее арифметическое значение оптической плотности для каждой длины волны;

D — оптическая плотность раствора для каждой длины волны.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения оптической плотности должно быть не более 0,010.

5.7 Определение коллоидной стабильности

5.7.1 Сущность метода заключается в определении устойчивости наносуспензии к расслаиванию и выделению осадка.

5.7.2 Оборудование и материалы.

Для проведения испытания применяют:

- центрифугу лабораторную ЦЭ-3 с частотой вращения мотора 6000 мин$^{-1}$;
- пробирки ПЗ ХС по ГОСТ 25336, подобранные по размерам центрифуги так, чтобы расстояние между дном пробирки и центром вращения центрифуги было равно (135 ± 5) мм;
- весы лабораторные по ГОСТ Р 53228;
- регистрирующий спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны 300—750 нм, оснащенный кюветами с длиной оптического пути 1 мм.

5.7.3 Подготовка к испытанию.

Наносуспензию перед испытанием взбалтывают, наливают в две чистые сухие пробирки и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

Массы пробирок с наносуспензией не должны отличаться больше чем на 0,02 г.

5.7.4 Проведение испытания.

Пробирки устанавливают в гнезда центрифуги и проверяют расстояние между дном пробирки и центром вращения центрифуги. Центрифугу включают и устанавливают скорость и время, предусмотренные в стандарте или нормативно-технической документации на наносуспензию серебра конкретного вида.

5.7.5 Обработка результатов.

Наносуспензию серебра считают выдержавшей испытание, если после центрифугирования в пробирках не наблюдается расслаивания или выделения осадка. При расслаивании наносуспензии серебра в одной из двух пробирок испытание повторяют.

При расслаивании наносуспензии серебра в обеих пробирках отбирают из пробирки фракцию, соответствующую цвету исходного раствора, и растворяют в соответствующем растворителе.

В случае если в пробирке отсутствуют фракции соответствующего цвета, образец признают не прошедшим испытание.

В случае если после растворения отобранная фракция равномерно распределена в растворителе, то проводят испытания на спектрофотометре. Полученная кривая должна сохранять подобие кривой исходного раствора. При отклонении от характерных областей максимума светопоглощения более чем на 20 % образец признают не прошедшим испытания.

Библиография[1]

[1] МР 1.2.0022-11 Методические рекомендации «Порядок отбора проб для контроля за наноматериалами»

[2] ФР.1.99.2015.22078 Методика измерений молярной концентрации наночастиц серебра и массовой концентрации серебра, находящегося в наносостоянии, в водных и органических растворах методом спектрофотометрии

[3] ФР.1.27.2009.06761 Методика выполнения измерений геометрических размеров наночастиц с помощью просвечивающей электронной микроскопии

[4] ФР.1.31.2011.10934 Методика измерений размеров и геометрических характеристик частиц на изображениях, полученных методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии с помощью программы обработки изображений «image expert pro 3x»

[1] Указанные методики находятся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений Росстандарта.

УДК 54-48:006.354

ОКС 07.120
71.060

Ключевые слова: наносуспензия серебра, нанообъект, наностержень, нанопластина, общие технические требования, методы испытаний

Редактор *Е.В. Яковлева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 24.04.2019. Подписано в печать 25.06.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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