



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
Научный  
Центр  
РФ



ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт  
физико-технических и радиотехнических измерений»

**МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС  
И НОРМАТИВНО-МЕТОДИЧЕСКАЯ БАЗА  
ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ НАНОЧАСТИЦ  
В ПРИРОДНЫХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ**

*АВТОРЫ: П. А. КРАСОВСКИЙ, О. В. КАРПОВ, Д. М. БАЛАХАНОВ,  
Е. В. ЛЕСНИКОВ, Д. А. ДАНЬКИН*

**Докладчик О.В. Карпов**

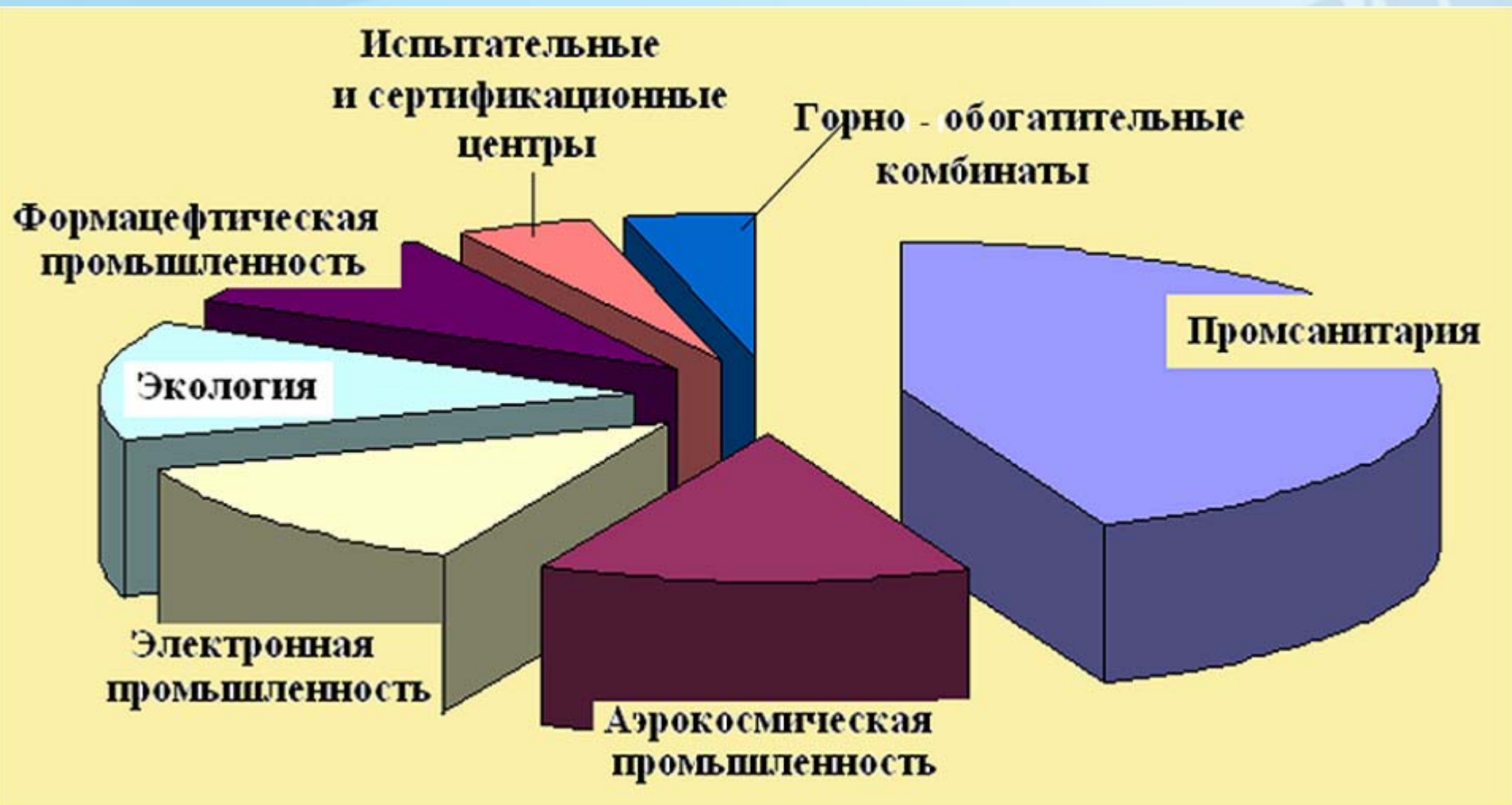
**1. Работа выполнена в рамках ФЦП  
«Развитие инфраструктуры наноиндустрии  
в Российской Федерации на 2008 – 2010 годы».**

**2. Работы, в части исследования влияния  
электрохимических характеристик водной среды на  
результат измерения диаметра сферического латекса,  
выполнены при финансовой поддержке РФФИ.**

**Грант № 09-08-13591-офи-ц.**

**ВНИИФТРИ**

# СЕКТОРА НАЦИОНАЛЬНОЙ ЭКОНОМИКИ, ГДЕ ИСПОЛЬЗУЮТСЯ СИ ПАРАМЕТРОВ НАНОЧАСТИЦ



# Технические и метрологические характеристики комплекса

Метрологический комплекс состоит из двух составных частей:

*-комплекса аппаратуры для измерения параметров наночастиц в водных (жидкостных) средах;*

*-комплекса аппаратуры для измерения параметров наночастиц в аэродисперсных средах.*

➤ Диапазон измерения размеров частиц от 10 нм до 100 нм;

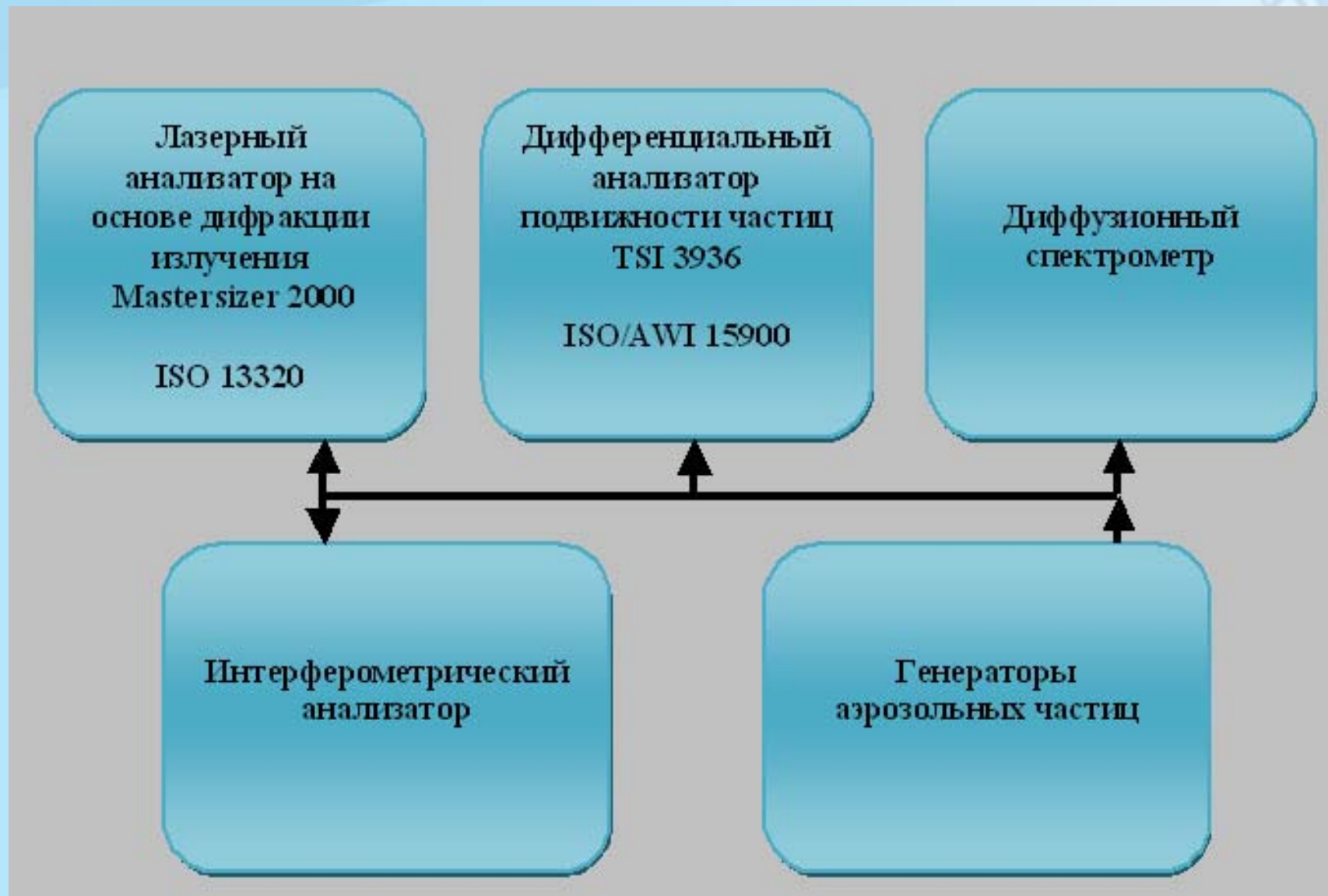
➤ Концентрация частиц:

➤ от 50 до  $10^6$   $\text{дм}^{-3}$  в водной (жидкостной) среде,

➤ от 10 до  $10^8$   $\text{дм}^{-3}$  в аэродисперсной среде;

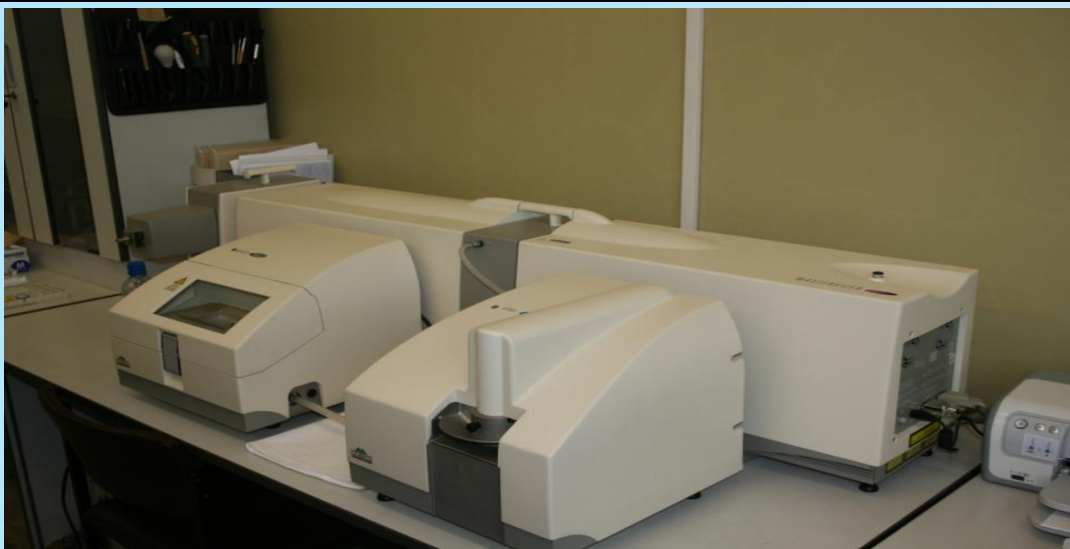
➤ Неопределенность измерения размера и концентрации частиц, не более 20%.

# МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ВНИИФТРИ ДЛЯ ГАЗОВЫХ СРЕД



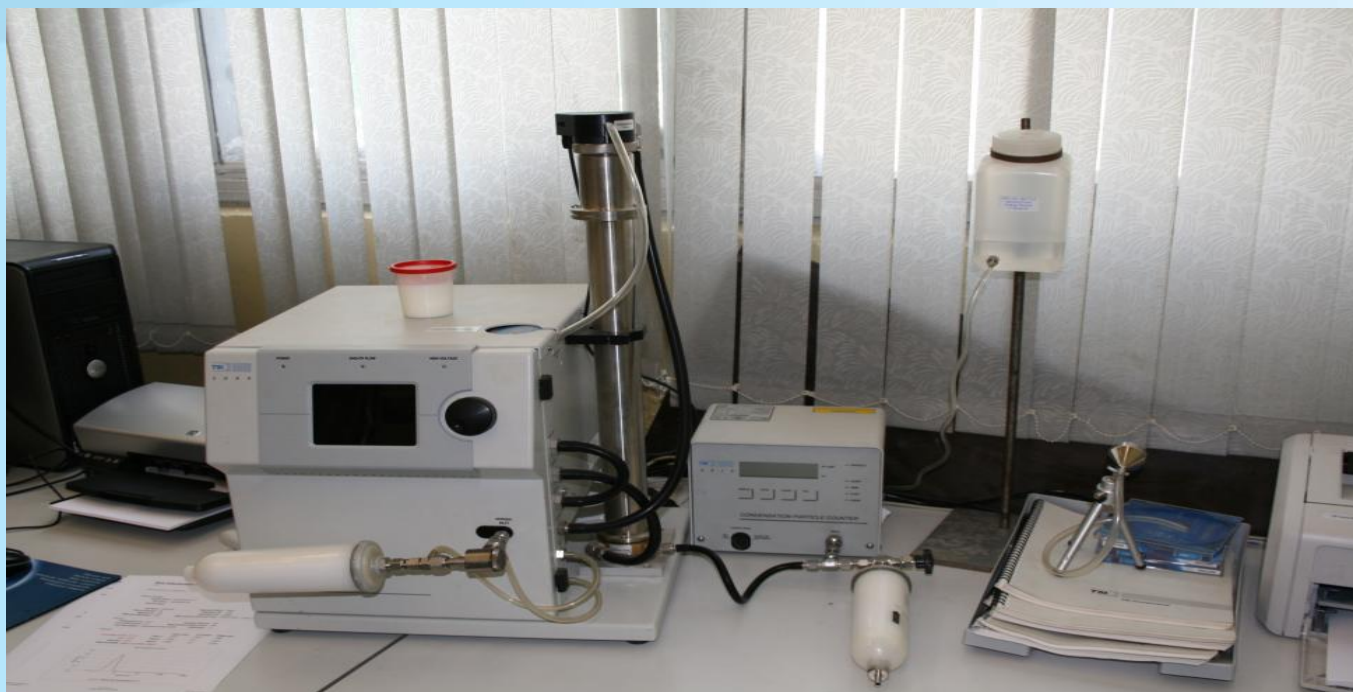
# Лазерные дифракционный анализатор фирмы Malvern типа «Mastersizer 2000» и счетчик частиц фирмы Lighthouse типа «Solair 1001+»

Диапазон измерения размеров наночастицы, нм	Неопределенность измерения, %
50 – 20 000	20%



Диапазон измерения счетной концентрации, дм <sup>-3</sup>	Неопределенность измерения, %
10 - 10 <sup>8</sup>	20%

## Анализатор наночастиц на основе метода «дифференциальной подвижности» фирмы TSI типа SMPS 3936



Диапазон измерения размеров	7 -1000 нм	Неопределенность измерения - 15%
Диапазон измерения концентраций	$10^3 - 10^{10}$ дм <sup>-3</sup>	Неопределенность измерения - 20%

## Поверка и калибровка СИ параметров наночастиц в аэродисперсных средах

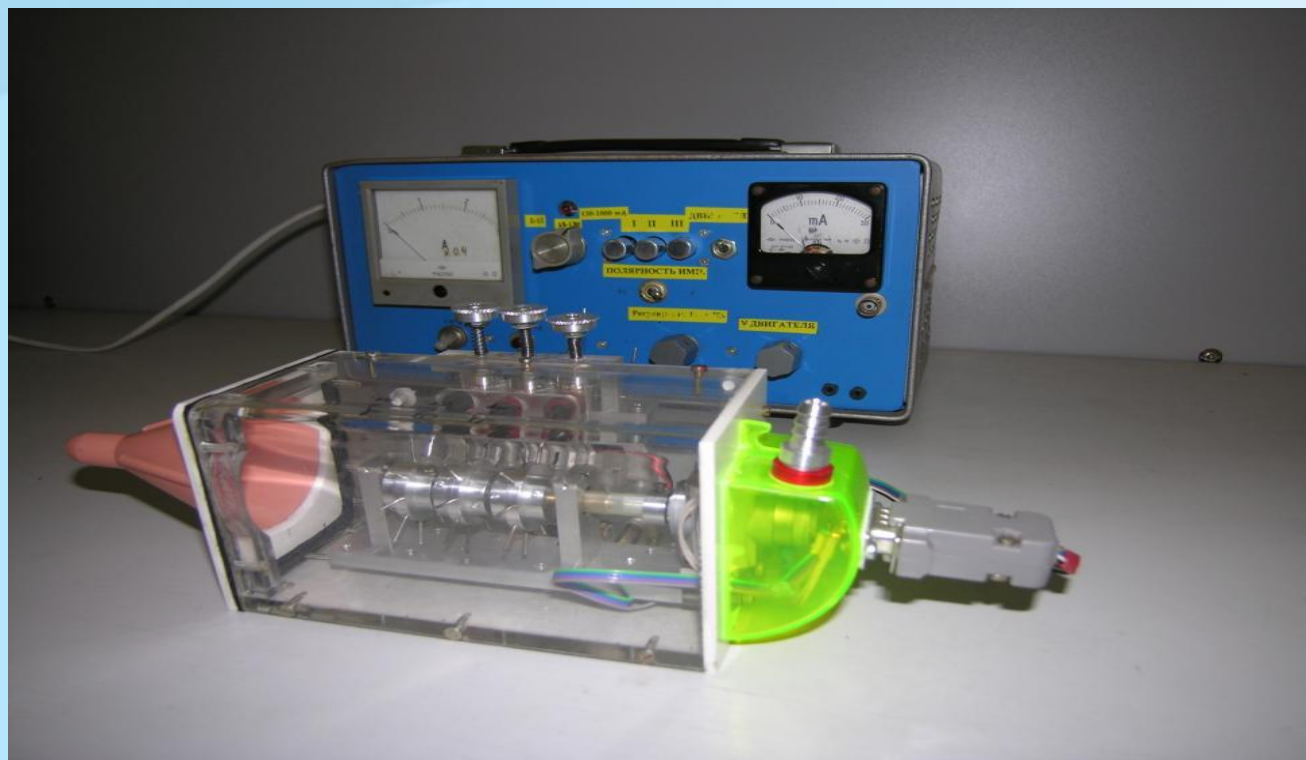
Для поверки и калибровки СИ используются:

- *стандартные образцы суспензий монодисперсных частиц;*
- *генератор аэрозоля на основе распыления суспензий монодисперсных наночастиц с применением «электроспрея»;*
- *электроискровой генератор наночастиц.*

## Стандартные образцы суспензий монодисперсных частиц фирмы Duke Scientific Corporation (Thermo Fisher Scientific Corporation)

Каталожный номер	Номинальный средний диаметр, нм	Относительное стандартное отклонение, нм (%)	Относительное объемное содержание частиц твердой фазы, %
<i>Водная суспензия, калибровка с использованием метода динамического рассеяния света</i>			
3020A	20	не определено	1
3030A	30	не определено	1
3040A	40	не определено	1
<i>Водная суспензия, калибровка с использованием метода трансмиссионной электронной микроскопии</i>			
3050A	50	7.2 nm (15.7%)	1
3060A	60	8.0 nm (13.3%)	1
3070A	70	5.7 nm (7.8%)	1
3080A	80	5.8 nm (7.2%)	1
3090A	90	7.0 nm (7.6%)	1
3100A	100	4.5 nm (4.6%)	1

## Электроискровой генератор наночастиц (Разработка НИФХИ им. Карпова)



Диапазон размеров	20-50 нм	Неопределенность воспроизведения размера наночастиц серебра - 15%
Диапазон концентраций	$10^6 - 10^9$ дм <sup>-3</sup>	Неопределенность воспроизведения - не нормируется

# МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ВНИИФТРИ ДЛЯ ВОДНЫХ СРЕД



**Анализатор на основе метода динамического рассеяния света  
фирмы Malvern типа Zetasizer nano ZS (слева)  
и счетчик частиц в водной среде типа HSLIS M50e фирмы HSLIS (справа)**



<b>Диапазон размеров от 50 нм до 10 мкм</b>		
<b>Диапазон измеряемых концентраций, дм<sup>-3</sup></b>	<b>50 - 10<sup>6</sup></b>	<b>Неопределенность измерения – 20 %</b>

<b>Диапазон измерения размеров, нм</b>	<b>0.6 - 6000</b>	<b>Неопределенность измерения - 15%</b>
<b>Диапазон рабочих концентраций частиц, дм<sup>-3</sup></b>	<b>5·10<sup>5</sup>..10<sup>8</sup></b>	<b>Неопределенность измерения не нормируется</b>



**ВНИИФТРИ**

# Поверка и калибровка СИ параметров наночастиц в водных средах

Для поверки и калибровки СИ используются меры размера монодисперсных частиц в водной среде на основе латексных сфер заданного размера типа МНР.

<b>Характеристики мер</b>				
<b>Тип</b>	<b>Воспроизводимый средний размер, нм</b>	<b>Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения среднего размера, %</b>	<b>Диапазон воспроизводимых счетных концентраций частиц, <math>\text{дм}^{-3}</math></b>	<b>Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения счетной концентрации, %</b>
<b>МНР-20</b>	<b>20</b>	<b><math>\pm 10 \%</math></b>	<b><math>10^{11} - 10^{14}</math></b>	<b><math>\pm 20 \%</math></b>
<b>МНР-40</b>	<b>40</b>			
<b>МНР-60</b>	<b>60</b>			
<b>МНР-80</b>	<b>80</b>			
<b>МНР-100</b>	<b>100</b>			

## **НОРМАТИВНО – МЕТОДИЧЕСКАЯ БАЗА СТАНДАРТЫ ИСО**

<b>Номер стандарта</b>	<b>Название на английском языке</b>	<b>Перевод на русский язык</b>
<b>ISO 13320:2009</b>	<b>Particle size analysis -- Laser diffraction methods</b>	<b>Гранулометрический анализ. Методы лазерной дифракции</b>
<b>ISO 22412:2008</b>	<b>Particle size analysis -- Dynamic light scattering (DLS)</b>	<b>Гранулометрический анализ. Динамическое рассеяние света</b>
<b>ISO 13321:1996</b>	<b>Particle size analysis - Photon correlation spectroscopy</b>	<b>Анализ гранулометрический. Спектроскопия с фотонной корреляцией</b>
<b>ISO 15900:2009</b>	<b>Determination of particle size distribution -- Differential electrical mobility analysis for aerosol particles</b>	<b>Определение гранулометрического состава. Определение дифференциальной электрической подвижности аэрозольных частиц</b>

## **НОРМАТИВНО – МЕТОДИЧЕСКАЯ БАЗА РАЗРАБАТЫВАЕМЫЕ СТАНДАРТЫ В РАНГЕ ГОСТ Р**

<b>Название стандарта</b>	<b>Срок представления окончательной редакции</b>
<b>ГСИ. Измерения дисперсных характеристик аэрозолей и взвесей нанометрового диапазона. Основные положения</b>	<b>2010 год</b>
<b>ГСИ. Дисперсный состав водных и газовых сред. Определение размеров частиц методом лазерной дифракции света</b>	<b>План 2011 год</b>
<b>ГСИ. Дисперсный состав водных сред. Метод определения размеров частиц по динамическому рассеянию света</b>	<b>План 2011 год</b>
<b>ГСИ. Дисперсный состав газовых сред. Определение размеров наночастиц по методу дифференциальной электрической подвижности аэрозольных частиц</b>	<b>План 2011 год</b>
<b>ГСИ. Дисперсный состав газовых сред. Определение размеров наночастиц методом диффузионной спектроскопии</b>	<b>План 2011 год</b>

## **ВНЕДРЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ**

*Подготовлен к утверждению вторичный эталон единиц дисперсных параметров взвесей нанометрового диапазона (ВЭТ 163-1-2010)*

<b>Метрологические характеристики вторичного эталона</b>	
<b>Диапазон воспроизведения единицы размера частиц</b>	<b>10..5000 нм</b>
<b>СКО (S) при 10 измерениях, не более</b> <b>НСП (<math>\theta</math>) при P=0,99</b>	<b>2 %</b> <b>5,5 %</b>
<b>Диапазон воспроизведения единицы счетной концентрации частиц</b>	<b><math>10^{11} ..10^{14}</math> дм<sup>-3</sup></b>
<b>СКО (S) при 10 измерениях, не более</b> <b>НСП (<math>\theta</math>) при P=0,99</b>	<b>2 %</b> <b>6,0 %</b>

## **ВНЕДРЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ.**

**Электронная промышленность.  
(ФГУП «ВНИИИС им. Ю. Е. Седакова» г. Н.-Новгород)**

### **РАЗРАБОТАНЫ И ОПРОБИРОВАНЫ В УСЛОВИЯХ ПРОИЗВОДСТВА МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

**Содержание частиц нанометрового диапазона в деионизованной воде.  
Методика измерений дисперсных параметров при помощи лазерного  
счетчика частиц Ultrapure-100;**

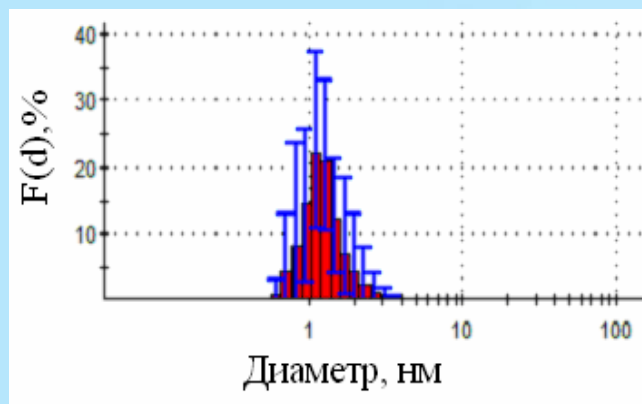
**Содержание частиц нанометрового диапазона в воздухе чистых помещений.  
Методика измерений дисперсных параметров при помощи лазерного  
счетчика частиц Met One 2100С;**

**Содержание частиц нанометрового диапазона в технологических газах.  
Методика измерений дисперсных параметров при помощи лазерного  
счетчика частиц Met One 2100С.**

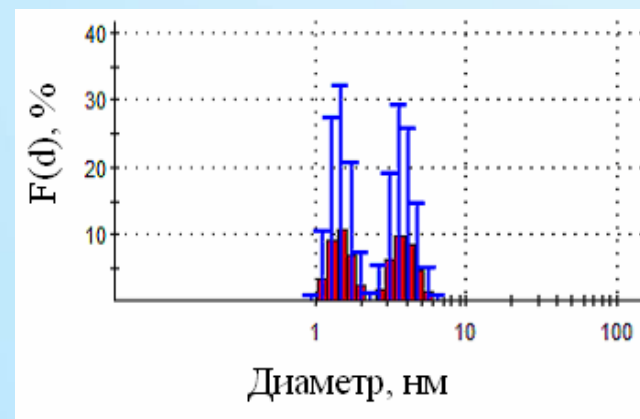
## **ВНЕДРЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ.**

### **Природные минеральные воды.**

**Разработана методика выполнения измерений размеров наночастиц в природных минеральных водах с использованием анализатора наночастиц на основе динамического рассеяния света.**



**Минеральная вода Новотёрская**



**Минеральная вода Нарзан**

**Показано, что спектр дисперсного состава наночастиц является индивидуальным для каждого вида природной минеральной воды и может служить идентификационным признаком при сертификации минеральных вод.**