

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
8.774—  
2011

---

Государственная система обеспечения  
единства измерений

## ДИСПЕРСНЫЙ СОСТАВ ЖИДКИХ СРЕД

Определение размеров частиц по динамическому  
рассеянию света

ISO 22412:2008

Particle size analysis — Dynamic light scattering (DLS)  
(NEQ)

ISO 13321:1996

Particle size analysis — Photon correlation spectroscopy  
(NEQ)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2012

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

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

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

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

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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*

© Стандартиформ, 2012

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

**Содержание**

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



Государственная система обеспечения единства измерений

## ДИСПЕРСНЫЙ СОСТАВ ЖИДКИХ СРЕД

### Определение размеров частиц по динамическому рассеянию света

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

Дата введения — 2013—01—01

## 1 Область применения

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

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

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

Стандарт не устанавливает конкретных методик измерений размеров наночастиц конкретных продуктов.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 14644-1—2002 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

**П р и м е ч а н и е** — 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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

**взвесь:** Жидкая неоднородная система, состоящая из твердых частиц, распределенных в жидкости.  
[ГОСТ 16887—71, статья 4]

3.2

**дисперсная система:** Система, состоящая из двух или более фаз (тел) с сильно развитой поверхностью раздела между ними.  
[ГОСТ Р 51109—97, статья 5.6]

3.3

**дисперсная фаза:** Прерывная фаза в дисперсной системе в виде отдельных мелких твердых частиц, капелек жидкости или пузырьков газа.  
[ГОСТ 16887—71, статья 1]

3.4

**дисперсионная среда:** Непрерывная фаза в дисперсной системе.  
[ГОСТ 16887—71, статья 2]

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

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

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

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

3.9

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

**П р и м е ч а н и е** — Термин «Динамическая вязкость» можно также применять для обозначения зависимости от времени, при котором напряжение сдвига и скорость сдвига имеют синусоидальную временную зависимость.

[ГОСТ 33—2000, раздел 3.3]

### 4 Сущность метода измерений

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

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

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

$n$  — показатель преломления взвеси;

$\lambda_0$  — длина волны зондирующего излучения в вакууме.

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

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

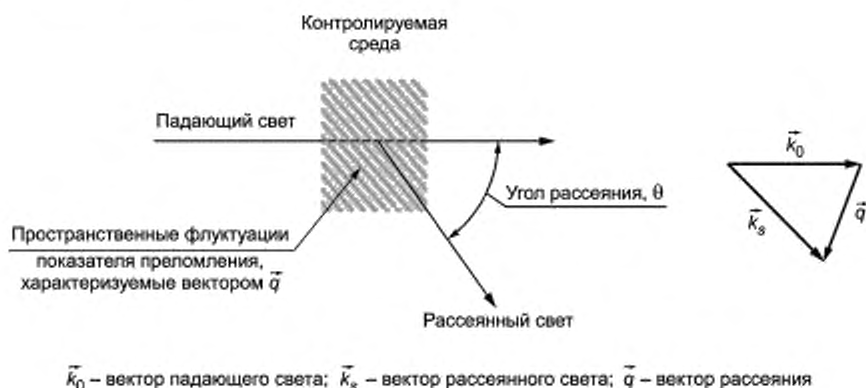


Рисунок 1 — Схема и векторная диаграмма, иллюстрирующие процесс рассеяния света

Спонтанное возникновение и последующая релаксация пространственных флуктуаций показателя преломления взвеси к равновесному значению приводят к временной зависимости интенсивности рассеянного света  $I(t)$ . Скорость релаксации  $D/\Lambda = Dq/2\pi$  этих флуктуаций зависит от коэффициента диффузии  $D$ , а характерное время релаксации  $\tau_0$  определяют из соотношения

$$\tau_0 = 1/Dq^2. \quad (2)$$

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

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

где  $\Delta t$  — время усреднения (интегрирования);

$\tau$  — время корреляции;

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

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

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

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

$\tau$  — время корреляции;

$\tau_0$  — характерное время релаксации.

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

Зная характерное время релаксации  $\tau_0$  из анализа автокорреляционной функции, определенной по формуле (4), рассчитывают значение коэффициента диффузии  $D$  из формулы (2). Размер наночастиц  $d$  рассчитывают по формуле Стокса — Эйнштейна:

$$d = \frac{k_B T}{3\pi \eta D}, \quad (5)$$

где  $k_B$  — константа Больцмана;  $T$  — абсолютная температура и  $\eta$  — динамическая вязкость взвеси.

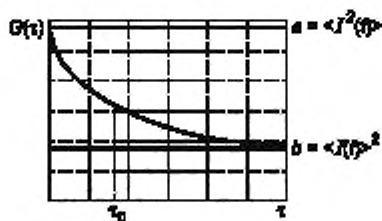
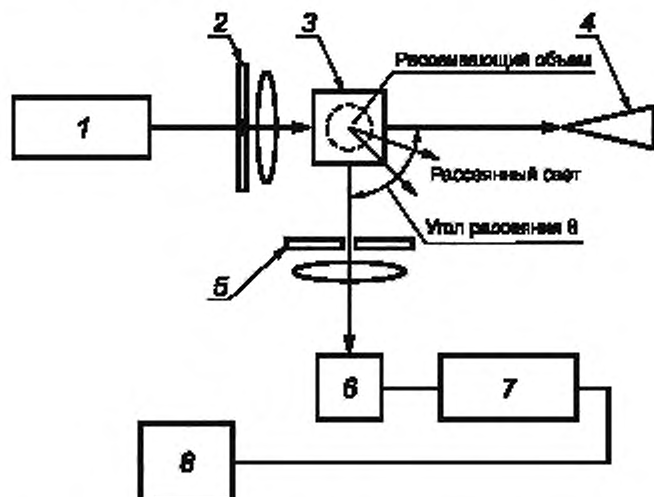


Рисунок 2 — Автокорреляционная функция рассеянного света

## 5 Описание средства измерений

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



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

Рисунок 3 — Схема анализатора размера частиц

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

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

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

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

5.5 Обработка и представление результатов измерений должны проводиться автоматически.

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



## 6 Условия измерений

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

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

## 7 Требования безопасности

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

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

## 8 Порядок подготовки к проведению измерений

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

8.1.1 Критерии оценки минимального содержания частиц в образце взвеси:

- а) интенсивность рассеяния испытуемым образцом должна быть не менее чем в 10 раз выше интенсивности рассеяния дисперсионной среды;
- б) количество частиц в рассеивающем объеме должно быть от 500 до 1000. Допускается оценивать количество частиц  $N$  в рассеивающем объеме  $V$  по формуле

$$N = 6C_0 V / \pi \bar{d}^3, \quad (8)$$

где  $C_0$  — объемная доля частиц в образце взвеси;

$V$  — рассеивающий объем анализатора размера частиц;

$\bar{d}$  — средний размер частиц.

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

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

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

8.2.2 Жидкая дисперсионная среда должна обладать следующими характеристиками:

- а) не растворять материал и не изменять размера частиц, взвешенных в испытуемом образце;
- б) иметь показатель преломления, отличающийся от показателя преломления материала частиц, взвешенных в испытуемом образце, на более чем 0,05;
- в) иметь известные значения показателя преломления и коэффициента динамической вязкости с погрешностью в пределах  $\pm 0,5$  %;
- г) должна быть чистой (без содержания загрязняющих частиц).

8.2.3 В качестве жидкой дисперсионной среды рекомендуется использовать деионизованную воду, соответствующую требованиям ГОСТ 6709, а также органические жидкости, например этанол — ГОСТ 18300 и изопропанол — ГОСТ 9805.

## 9 Порядок проведения измерений

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

- а) проверку фона в измерительном канале анализатора. Проверку фона допускается проводить с помощью разбавляющей жидкости, соответствующей требованиям, установленным в разделе 8;
- б) размещение испытуемого образца в измерительной ячейке и стабилизацию теплового равновесия между испытуемым образцом и измерительной ячейкой. Колебания равновесной температуры должны быть в пределах  $\pm 1$  °С;
- в) регистрацию данных, необходимых для проведения измерений:
  - обозначения испытуемого образца;
  - длительности измерения;
  - температуры, показателя преломления и коэффициента динамической вязкости испытуемого образца;
  - длины волны лазерного излучения и угол рассеяния, если выбирают эти параметры;
- г) предварительное измерение для проверки достаточности уровня концентрации (при необходимости);
- д) измерение и обработку данных (измерение интенсивности рассеяния, вычисление среднего размера частиц  $\bar{d}$  и его стандартного отклонения).

## 10 Правила оформления результатов измерений

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

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

## 11 Оценка неопределенности результатов измерений

11.1 Оценку стандартной неопределенности (пределы допускаемой относительной погрешности) результатов измерений размеров частиц следует проводить в соответствии с рекомендациями [1] с использованием эталонных мер размера наночастиц в жидких средах. В качестве таких мер рекомендуется применять дисперсные системы на основе полистирольного латекса. Характеристики мер и условия их применения должны быть определены в технической документации на них.

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

**Библиография**

- [1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 43—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений»

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

---

Редактор *Л.В. Афанасенко*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *Р.А. Ментова*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 04.09.2012. Подписано в печать 26.09.2012. Формат 60 × 84  $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 186 экз. Зак. 841.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.