

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА И СВОЙСТВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ В РАСТВОРЕ ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ В ОБЛАСТИ НАНОТЕХНОЛОГИИ

Е.В. Осинцева^{2,1}, Печищева Н.В.¹, Воронцова К.А.¹, Кремлева О.Н.², Табатчикова Т.Н.²

¹*Институт металлургии УрО РАН, 620000, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 101*

E-mail: ev_osinceva@mail.ru

²*ФГУП Уральский научно-исследовательский институт метрологии,
620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4*

Интенсивное развитие nanoиндустрии, широкое применение наноразмерных материалов на основе металлических наночастиц (серебро, золото, алюминий, кремний, железо и др.) ставит необходимым решение задач, связанных с контролем качества выпускаемой продукции на основе наноматериалов, ее входным контролем, мониторингом состояния объектов окружающей среды. Проведение перечисленных работ сопровождается измерением необходимых параметров анализируемых объектов. Ключевую роль обеспечения точности результатов измерений выполняют стандартные образцы.

Работа в рамках проекта посвящена разработке и аттестации стандартных образцов состава и свойств наночастиц серебра в коллоидном растворе, необходимых для метрологического обеспечения измерений, выполняемых при контроле качества выпускаемой продукции на основе наночастиц серебра, а также при разработке методик измерений и идентификации наночастиц серебра в различных водных объектах.

Методы и подходы, использованные в ходе выполнения проекта.

Стандартные образцы, разрабатываемые в рамках настоящей работы, имеют следующие аттестуемые характеристики:

- массовая доля серебра в коллоидном растворе наночастиц серебра, млн⁻¹;
- оптическая плотность в максимуме полосы поверхностного плазмонного резонанса (ППР) коллоидного раствора наночастиц серебра, отн.ед.;
- длина волны в максимуме полосы ППР коллоидного раствора наночастиц серебра, нм.

Этапы разработки стандартных образцов включали:

- выбор оптимальных условий синтеза коллоидного раствора наночастиц серебра, устойчивого в течение длительного времени;
- разработка программ и методик определения метрологических характеристик стандартных образцов, включающей методику определения однородности, стабильности, аттестованных значений, неопределенности аттестованных значений стандартных образцов;
- определение метрологических характеристик стандартных образцов;

- оформление отчетных и сопроводительных документов на стандартные образцы.

Для проведения измерений, проводимых в рамках работы, использовали методики измерений:

- Методика измерений параметров поверхностного плазмонного резонанса наночастиц металлов в растворе Свидетельство об аттестации методики измерений № 253.0353/01.00258/2011 от 03.10.2011 г. (ФР.1.37.2011.10793). Измерение длины волны и интенсивности сигнала ППР проводили на спектрофлуориметре «Флюорат-02-Панорама».

- Методика измерений массовой доли серебра в коллоидном растворе наночастиц серебра методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой Свидетельство об аттестации методики измерений № 253.0263/01.00258/2011 от 29.07.2011 г. (ФР.1.31.2011.10790). Измерение проводили на масс-спектрометре с ИСП «NEXION 300D».

Важнейшие результаты

По результатам исследований впервые разработаны СО состава и свойств коллоидного раствора наночастиц серебра. СО представляют собой коллоидные растворы наночастиц серебра в водном растворе β -циклодекстрина (рН=11), расфасованные по $20 \pm 0,02$ см³ в герметично закрывающиеся полипропиленовые флаконы емкостью 50 см³.

Практическая значимость полученных результатов.

СО коллоидного раствора наночастиц серебра зарегистрированы в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов РФ под номером ГСО 9970-2011. СО могут быть использованы в лабораториях, осуществляющих контроль качества продукции на основе коллоидных растворов наночастиц серебра, при проведении измерений в целях последующей метрологической аттестации методик измерений массовой доли серебра в коллоидном растворе наночастиц серебра, методик измерений параметров поверхностного плазмонного резонанса наночастиц металлов в коллоидном растворе, а также при их и контроле точности.

Таблица – Метрологические характеристики 9970-2011

ГСО	Индекс СО	Аттестуемая характеристика	Аттестованное значение	Расширенная неопределённость аттестованных значений $U, k=2$
9970-2011	СО-1 ¹	массовая доля серебра, млн ⁻¹	14,30	0,75
	СО-2 ¹	длина волны, нм	410*	6
	СО-3 ²	оптическая плотность, отн.ед.	0,827*	0,030

¹ Массовая доля серебра в растворе СО наночастиц серебра составляет 14,3 млн⁻¹

² Массовая доля серебра в растворе СО наночастиц серебра составляет 7,2 млн⁻¹

* Значение величины соответствует максимуму интенсивности сигнала полосы поверхностного плазмонного резонанса

Основные публикации по проекту

1. *Е.В. Осинцева, Печищева Н.В. и др. Стандартные образцы, 2012, № 1 (в печати)*
2. *N. Pechishcheva, K. Vorontsova, E. Osintseva, I. Khodakovskaya, K. Shunyaev. // Abstracts of IUPAC International Congress on Analytical Science ICAS 2011, Kyoto, Japan, 2011. 23P142.*