



中华人民共和国国家标准

GB/T 42658.4—2023/ISO 20579-4:2018

表面化学分析 样品处理、制备和安装 指南 第4部分：报告表面分析前纳米 物体相关的来历、制备、处理和安装信息

Surface chemical analysis—Guidelines to sample handling, preparation and mounting—Part 4: Reporting information related to the history, preparation, handling and mounting of nano-objects prior to surface analysis

(ISO 20579-4:2018, IDT)

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 交付表面分析之前,收集或保存纳米物体相关来历、处理、储存和加工的源信息.....	2
4.1 信息记录	2
4.2 合成和制备的材料	2
4.3 经过试验、暴露、处理或恢复后	3
5 报告用于表面化学分析的纳米材料的制备和安装的相关信息	3
5.1 概述	3
5.2 样品的初始形态或包装	3
5.3 分析目的或特定要求	4
5.4 描述制备分析样品的方法	4
5.5 安装分析样品的方法(示例见 ISO 20579-1 和 ISO 20579-2)	4
附录 A(资料性) 需要提升表面化学分析方法的文件化和应用,以协助识别和避免涉及纳米物体 研究及应用的假象和错误解释	5
附录 B(资料性) 从溶液中提取纳米物体用于表面分析的示例方法和干燥颗粒分散的论题	8
附录 C(资料性) 样品数据示例:BAM 提供的银纳米颗粒的收集、记录和报告	14
参考文献	18

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为 GB/T 42658《表面化学分析 样品处理、制备和安装指南》的第 4 部分。GB/T 42658 已经发布了以下部分：

——第 4 部分：报告表面分析前纳米物体相关的来历、制备、处理和安装信息。

本文件等同采用 ISO 20579-4:2018《表面化学分析 样品处理、制备和安装指南 第 4 部分：报告表面分析前纳米物体相关的来历、制备、处理和安装信息》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国微束标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本文件起草单位：厦门荷清教育咨询有限公司、清华大学。

本文件主要起草人：姚文清、岑丹霞、李建辉、李展平、刘芬、王水菊。

引 言

GB/T 42658《表面化学分析 样品处理、制备和安装指南》是由 ISO 20579 转化而来,目的是在样品的操作、存储、安装和处理方面,为分析人员和从事表面化学分析的科研人员提供指导。GB/T 42658 拟由 4 个部分组成:

- 第 1 部分:记录和报告分析前样品处理;
- 第 2 部分:记录和报告分析样品的制备和安装;
- 第 3 部分:生物材料;
- 第 4 部分:报告表面分析前纳米物体相关的来历、制备、处理和安装信息。

GB/T 42658 的每一个部分能够独立于其他部分而使用,第 1 部分是记录和报告分析前样品处理,第 2 部分是记录和报告分析样品的制备和安装,这两部分中描述的一般方法均适用于广泛的材料表面化学分析,但不会在特定材料的文件中重复。第 3 部分适用于生物材料的分析前样品处理、制备和安装。第 4 部分即为本文件。

本文件描述的方法主要是俄歇电子能谱(AES)、X 射线光电子能谱(XPS)和二次离子质谱(SIMS)等表面分析技术的样品处理、制备和安装的方法,但也用于许多其他表面敏感的分析技术,例如:离子散射谱、扫描探针显微镜、低能电子衍射和电子能量损失谱。样品操作可能影响表面敏感分析技术的测量值。AES、XPS 和 SIMS 对几个纳米厚度的表面层敏感。表面层可能会因样品在送入分析室前,对样品必要的操作或表面处理而受到严重干扰。因此,恰当的样品操作和制备对于可靠分析特别关键。样品处理不当可能导致表面组成改变和数据不可靠。

尽管要求表面分析的各类样品需要周到的制备,正如 ISO 20579-1 和 ISO 20579-2^[1]所指出,纳米物体为避免分析前材料的操作和制备所引起的假象,提出了额外的挑战性问题^[2]。在 ISO 20579-1 和 ISO 20579-2 中描述的方法类型通常适用于纳米材料,但由于纳米物体的特性,重要的是要仔细记录这些方法和其他方法是如何实施的。本文件指出关于样品制备需要报告用于表面分析的操作和制备工作的最低限度信息,这些信息已成为样品源信息的一部分,以帮助确保从表面分析方法获得数据的可靠性和适用性^[3]。附录 A 提供了报告需要纳米物体的某些独特方面背景。附录 B 提供了世界各地研究群体在制备用于表面化学分析时用于从溶液中提取颗粒方法的概述。附录 C 展示了样品数据表的一个示例。虽然专注于纳米物体的表面化学分析,许多议题更普遍地适用于纳米材料。

纳米材料包括具有纳米尺度内部结构或表面结构的材料,即纳米结构材料,以及具有一个或多个纳米尺度维度的物体,即纳米物体。特别是纳米物体,提出了一系列表征的挑战性问题,这些问题有可能抑制或推迟纳米科学和纳米技术的科学与技术影响^[4-10]。这些表征方法的文件化是由 ISO/TC 229(纳米技术)主导的,并由 ISO/TC 24/SC 4 制定了许多关于粒度测量的文件。因为纳米物体是由大量的表面和界面组成,许多专家^{[4][11]}强调了恰当表征其表面和界面的重要性,并在 ISO/TR 14187:2011^[12]中讨论了表征纳米材料的表面化学分析方法的作用。

许多纳米物体是在远离平衡状态的环境下产生和储存的,在操作过程和经受不同测量时暴露在不同的环境中,它们特别容易随着时间的变化而变化^[4]。在合成、老化或前驱化学品的来源,以及加工或存储方面似乎微小的变化,已经发现产生了具有显著不同性质或寿命的材料^[13-15]。这种微小变化的巨大影响使重复实验的性能变得复杂,并强调了在提供样品和分析影响的完整信息时样品来历的重要性。这些类型的问题促使经济合作与发展组织(OECD)制定了一份关于制造纳米材料时样品制备和安全试验剂量测定的指导性文件。该指导文件包括能影响涉及安全试验的材料的所有因素和宜报告的信息。然而,这些问题的影响远远超出了安全试验。

许多纳米物体是在液体环境中生产或储存的。尽管人们已充分认识到,尽可能在材料的“自然”环境中进行分析是重要的^{[4][9]},但是通常用于表征纳米物体表面的方法,涉及从自然的或工作的环境中取出材料,并暴露在大气和或真空的环境中。有多种方法用于从自然环境中传输材料并提交用于分析的材料,以期保持或最大化从分析中能获取的有用信息。在样品的制备、存储和处理时小心谨慎以及对过程准确报告,这对于可靠地理解测量结果至关重要。

为重现和验证实验发现^{[3][4]},减少文献中相互矛盾的信息^[15],以及可靠地解决如产品寿命和与职业及公共卫生相关的问题等重要议题,需准确地报告纳米物体的样品处理和来历。

表面化学分析 样品处理、制备和安装 指南 第4部分：报告表面分析前纳米 物体相关的来历、制备、处理和安装信息

1 范围

本文件给出了在数据表、分析证书、涉及制备用于表面化学分析时纳米物体处理的报告或其他出版物中应报告的信息。这些信息对于确保促进应用这些材料的研究和技术所需的分析可靠性和再现性是必需的，并获得对可能的纳米物体环境和生物影响的恰当理解。这些信息除了其他与样品的合成、加工历史及表征有关的详细资料外，并宜成为有关材料来源和其自产生以来发生的变化的数据记录（有时被确认为源信息）的一部分。

本文件包括了资料性附录。附录总结了与纳米物体相关的挑战性问题，强调了需要在材料数据记录中加强文件化和报告（见附录 A），并提供了通常从用于表面化学分析的溶液中提取颗粒的方法示例（见附录 B）。相关样品数据的示例集展示于附录 C。

本文件未规定确保所描述的分析测量得到恰当实施所需的仪器类型或操作程序。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO 18115-1 表面化学分析 词汇 第1部分：通用术语及谱学术语（Surface chemical analysis—Vocabulary—Part 1: General terms and terms used in spectroscopy）

注：GB/T 22461—2008 表面化学分析 词汇（ISO 18115:2001, IDT）

ISO 18115-2 表面化学分析 词汇 第2部分：扫描探针显微学术语（Surface chemical analysis—Vocabulary—Part 2: Terms used in scanning-probe microscopy）

3 术语和定义

ISO 18115-1 和 ISO 18115-2 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米材料 nanomaterial

任一外部维度具有纳米尺度（3.4）或者内部结构或表面结构具有纳米尺度的材料。

注：本通用术语包括纳米物体和纳米结构材料。

[来源：ISO/TS 80004-1:2015, 2.4, 有修改]

3.2

纳米物体 nano-object

一维、二维或三维的外形维度具有纳米尺度（3.4）的材料的分立物块。

注：第二个和第三个外形维度与第一个维度正交且彼此正交。