

新发布的七项纳米材料标准内容简介

纳米材料是20世纪80年代末90年代初发展起来的前沿性、交叉性的新兴材料。纳米材料的研究中涉及了许多未知过程和新奇现象,很难用传统的术语定义和标准进行解释。为了指导和规范纳米材料的发展,2002年科技部将制定“纳米材料标准”标准列为“基础性研究课题”。2004年9月29日和12月27日国家标准化管理委员会分别以国标委标批函[2004]146号、147号、148号和173号文批准发布了《纳米材料术语》(GB/T19619-2004)等七项纳米材料国家标准,并于2005年4月1日起正式实施。这是我国首次批准发布有关纳米材料领域的国家标准,也是世界上首次以国家标准形式颁布的纳米材料标准。2005年2月28日国家质量监督检验检疫总局和国家标准化管理委员会在京联合召开我国首批七项“纳米材料国家标准新闻发布会”。该七项国家标准的主要起草单位是冶金工业信息标准研究院、钢铁研究总院、天津化工研究设计院、中科院纳米中心和有色金属技术经济研究院等单位。为了配合标准的贯彻实施,现将这七项标准作如下简要介绍。

新发布的七项纳米材料标准内容简介

-----全国纳米材料标准化联合工作组

GB/T19619-2004 《纳米材料术语》

随着纳米材料研究的发展和应用领域的逐步扩大,纳米材料有关术语标准的制定也渐渐为人们所重视。制定“纳米材料术语”标准,一方面对术语的概念严格定义,明确其内涵与外延,反映出基本特征,为人们概念选择提供最适当的术语,另一方面,也可以避免信息交流过程中的歧义和误解。

该标准规定了纳米材料的一般概念的术语和纳米材料的特性、制备与处理方法、材料种类、以及表征方法等方面的具体概念的术语。但不包括由纳米材料制造的制品。本标准中有些术语的定义是直接引用现有的相关国家标准中的定义,或根据专家意见对现有的国家标准中的某些同名术语的定义略加修改;有些术语的定义是主要来自纳米材料相关书籍和文献资料,后经反复征求专家意见,不断修改后确定的。标准中的每个术语都列入英语对应词。确定其英语对应词的依据主要是以直接采用ISO标准中的英语术语为主,其次是参考采用现行标准、权威出版物、文献、辞书和手册中的最常见的英语用语。为了便于检索,该标准在附录中还分别列了汉语拼音索引和英文索引。

该标准适用于纳米材料的标准化文件和技术文件,用于定义共用的术语。

值得一提的是,纳米材料术语是一个新的技术词汇,它所定义的技术范畴,随着该类技术的深入和扩展将变得越来越广泛。该标准中有些术语和定义可能对纳米材料表述不太确切,有些术语和定义还缺乏必要的理论依据,限于该标准起草小组的水平,疏漏和错误之处在所难免,欢迎专家批评指正。

GB/T13321-2004 《纳米粉末粒度分布的测定-X射线小角散射法》

X射线小角散射是发生在原光束附近0至几度范围内的相干散射现象, 物质内部尺度在1纳米至数百纳米范围内的电子密度起伏是产生这种散射效应的根本原因。该标准规定了利用X射线小角散射技术测定纳米粉末粒度分布的方法。它适用于测定颗粒尺度在1nm~300nm范围内的粉末的粒度分布, 对于无机、有机溶胶和各种悬浮液中微粒尺寸的测定, 也可参照执行。其粒度分析结果所反映的既非晶粒亦非团粒, 而是一次颗粒的尺寸, 即使它们发生团聚, 也不会对测试结果产生重大影响, 因此其制样方法相对比较简单, 对颗粒分散的要求不像其他方法那样严格。另外, 在测定中参与散射的颗粒一般高达数十亿个, 在统计学上有充分的代表性, 数据的重复性良好。在制定该标准时, 起草小组对上述关键问题作了充分的实验验证。

当粉末的颗粒形状偏离球形时, 该标准方法给出的是等效散射球直径。对于有微孔存在的粉末(或多孔固体), 当颗粒(或骨架)的尺寸大于0.5 μm 时, 该方法也可以用来测定其中的纳米孔径分布。

该标准以坚实的理论基础和大量的实验验证为依据, 规范了X射线小角散射粒度分析的环境条件、仪器要求、样品制备、操作方法、数据处理和结果的报出等重要环节。它是在“ISO/TS13762: 2001Particle size analysis-Small angle X-ray scattering method”的基础上, 又吸纳了近年来相关的技术进步, 并利用各种机会广泛征求了专家意见, 通过审查会逐字逐句的推敲琢磨, 反复修改而最终定稿的。标准中所采用的数据处理方法由起草单位提出, 他们还开发出相应的计算机软件, 使这项颇为复杂的测试分析上作变得比较简便易行, 对此我国拥有独立的知识产权。

GB/T19587-2004 《气体吸附BET法测定固态物质比表面积》

放入气体中的样品, 其物质表面(颗粒外部和内部通孔的表面)在低温下将发生物理吸附。当吸附气体达到平衡时, 测量平衡吸附压力和吸附的气体量, 根据BET方程式, 可求出试样单分子层吸附量, 从而计算出试样的比表面积。

该标准根据气体吸附的BET原理, 规定了测定固态物质比表面积的方法。它适用于粉末及多孔材料(包括纳米粉末及纳米级多孔材料)比表面积的测定, 其测定范围是0.001~1000平方米/g。

测量方法计有容量法、重量法和气相色谱法。一般采用氮气作为吸附气体, 但比表积极小的样品可选用氦气。在测量之前, 必须对试样进行脱气处理, 这一点对于纳米材料尤为重要。通过脱气可除去试样表面原来吸附的物质, 但要避免表面之不可逆的变化。

该标准为非等效采用ISO9277: 1995Determination of the specific surface area of

solids by gas adsorption using the BET method.

GB/T19588-2004 《纳米镍粉》

纳米镍粉的早期制取完全是出于军事目的。自上世纪60、70年代以来, 随着工业发展, 纳米镍粉也应用到民用工业领域中去, 如超大规模集成电路用的导电胶, 阴极射线管用的吸气剂、颜料等等。其制取方法也出现了蒸发冷凝法、电爆炸法、

等离子电弧法、水热氢还原法等等。国内有钢铁研究总院、吉林大学、沈阳工业大学、深圳专业纳米材料公司等多家单位从事纳米镍粉的研究和生产工作。很多厂家的产品供应出口。各生产厂家和研究单位的生产方法不同, 产品牌号的划分及检测方法也不统一, 情况比较混乱。

该标准的主要内容是规定了纳米镍粉的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及合同内容。该标准全面涵盖各种不同生产方法的产品, 将纳米镍粉的产品牌号划分为3种牌号。对于氧含量的技术指标各生产厂家的分歧严重, 最后达成一致。关于纳米镍粉产品的检查、验收、组批、取样方法、判定检验结果等都在标准中作了详细的规定, 并得到专家的一致认可。为了避免标准文本的繁琐, 也避免衍生出新的标准, 该标准尽可能引用相关国家标准, 如已存在的包装、检验分析的国家标准。但纳米镍粉有易吸湿、易氧化、易燃烧、易爆炸、化学性质活泼的特点, 其包装、运输、储存有相对的特殊性, 该标准对此也有相应的规定

GB/T19590-2004 《超微细碳酸钙》

碳酸钙按平均粒径可分为5个粒度等级: 微粒(>5 μm)、微粉(1~5 μm)、微细(0.15~1 μm)、超细(0.01~0.1 μm)、超微细(0.01 μm 以下), 主要用于塑料、橡胶、造纸、涂料、油墨等行业。超微细碳酸钙即为纳米碳酸钙, 由于其粒子的超细化, 其晶体结构和表面电子结构发生变化, 产生了普通碳酸钙所不具备的量子尺寸效应、小尺寸效应、表面效应和宏观量子效应, 在磁性、催化性、光热阻和熔点等方面与常规材料相比显示出更优越的性能。将其填充在橡胶、塑料中能使制品表面光艳、伸长度大、抗张力高、抗撕力强、耐弯曲、龟裂性良好, 是优良的白色补强性填料。在高级油墨、涂料中具有良好的光泽、透明、稳定、快干等特性。

纳米碳酸钙指标项目的设立是基于表征纳米碳酸钙和实际应用两方面的需要, 同时参考了国外某些公司纳米级碳酸钙的化学指标和物理指标, 考虑到目前国际上比较高档的纳米碳酸钙产品的粒径都在50nm以下, 相应比表面积也较高, 因而该国家标准中将产品分为两个牌号: NCC-50和NCC-100。综合上述情况确定纳米碳酸钙指标: 主含量、粒径、团聚指数、比表面积、吸油量、白度、水分、pH、盐酸不溶物; 同时提出屈服值和透明度两项应用指标。

试验方法采用容量法、透射电镜法、XRD线宽化法、BET氮气吸附法、激光散射法、重量法、三茨基值白度测定法等。

GB/T19589-2004 《纳米氧化锌》

氧化锌的用途很广, 一可作为天然橡胶、合成橡胶及胶乳的硫化活性剂和补强剂以及着色剂; 纳米氧化锌由于颗粒细, 比表面积大, 更能增强硫化橡胶的物理性能。二可作催化剂、脱硫剂; 纳米氧化锌的表面高活性可以提高催化剂的选择性能和催化效率。三可作为涂料的填料防腐剂和发光剂; 纳米氧化锌优异的紫外线屏蔽能力, 除上述性能外, 使其在涂料的抗老化等方向具有更为突出的特性。四可作为玻璃和陶瓷的助熔剂: 纳米氧化锌由于颗粒细、活性高, 可以降低玻璃和陶瓷的烧结温度, 此外利用纳米氧化锌制备的陶瓷釉面更加光洁, 而且具有抗菌、防霉、除臭等功效。五在电子工业中是压敏电阻的主原料, 也是磁性、光学等材料的丰要添

加剂;采用纳米氧化锌制备压敏电阻,不仅具有较低的烧结温度,而且压敏电阻性能得到提高,如通流能力、非线性系数等。纳米氧化锌在光学器件中的应用将随着纳米氧化锌光学性能的深入研究取得比较大的突破。另外,还可在印染工业中作为防染剂等。

制定纳米氧化锌标准遵循的基本思路是既体现出表征纳米颗粒特性的参数,同时又能适应各种生产方法,结合纳米氧化锌的主要应用领域要求,如橡胶行业、化妆品行业、化纤行业、电子行业等。经调查国内目前生产纳米氧化锌的规模工艺主要是水热法和碳酸盐分解法,基于这两种工艺产品的特点,再根据应用的实际要求,将产品划分了三个类别:

1类:主要用于医药、化妆品、电子材料;

2类:主要用于橡胶、塑料、涂料、陶瓷、化纤、催化剂;

3类:主要用于橡胶。

指标从三个方面进行了考虑:

类别之间有相互交叉的主要原因是某些行业的应用存在不同的层次,这种划分为纳米氧化锌的进一步研究开发提供了较大的空间。

指标从两个方面体现:

1. 表征纳米氧化锌颗粒性能: 粒度、比表面、团聚指数。
2. 表征纳米氧化锌的化学成分: 氧化锌含量、铅(Pb)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、汞(Hg)、砷(As)、105℃挥发物(%）、水溶物、盐酸不溶物、灼烧失重。

试验方法采用透射电镜和XRD线宽化法表征纳米粒径,用BET氮气吸附法测定比表面,用激光散射法测得的粒度均值与XRD线宽化法测量出的平均晶粒的比值表征团聚指数,化学指标采用常规、通用的分析方法。包装、贮存、运输也针对纳米材料的特点。

GB/T19591-2004 《纳米二氧化钛》

纳米二氧化钛问世于20世纪80年代后期,这种新型无机材料的粒径仅为普通二氧化钛的1/10左右,多为10~50nm,如此细的二氧化钛没有遮盖力,因此又称为透明二氧化钛。由于其具有对紫外线的吸收能力和散射能力,屏蔽紫外线的能力很强,纳米二氧化钛是化妆品中的防晒材料。其另一十分宝贵的光学性质-颜色效应。当它与铝粉颜料或云母珠光颜料拼合用于涂料时,所形成的金属闪光层,从不同的方向不同闪色,正是这一宝贵的光学性质,使纳米二氧化钛身价猛增。另外,纳米二氧化钛还有分解空气中氮氧化物、除臭、杀菌和表面自清洁等特性,使其用途更加广泛。

制定该标准过程中,起草小组分析了目前各国普通二氧化钛标准和国外公司纳米二氧化钛规格,结合生产工艺条件不同,分为锐钛矿型(A)和金红石型(R)两类。

设立主含量、粒径、

铅、汞、砷有害杂质指标的设置, 主要考虑作为化妆品、医药添加剂用。

链接: 国家标准化管理委员会 <http://www.sac.gov.cn>