

ICS 71.060.20  
G 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30450—2013

---

## 纳米硫化镉

Nano-cadmium sulfide

2013-12-31 发布

2014-10-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会 (SAC/TC 279) 和全国化学标准化技术委员会 (SAC/TC 63) 共同提出并归口。

本标准起草单位:中国检验检疫科学研究院、南通大学。

本标准主要起草人:闫妍、杨海峰、史传国、张庆、鲍宁、席广成、李俊芳、卢晓静。

# 纳米硫化镉

## 1 范围

本标准规定了纳米硫化镉的分类、要求、试验方法、检验规则、标志和标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于纯纳米硫化镉粉体以及分散于溶剂中的纳米硫化镉量子点。

分子式: CdS。

相对分子质量: 144.5(按 2001 年国际相对原子质量)。



## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法 第 1 部分:通则

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 19589—2004 纳米氧化锌

GB/T 23413—2009 纳米材料晶粒尺寸及微观应变的测定 X 射线衍射线宽化法

GB/T 24370 硒化镉量子点纳米晶体表征 紫外-可见吸收光谱方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分:制剂及制品的制备

JY/T 025—1996 光栅型荧光分光光度方法通则

SJ/T 10090 荧光粉用硫化锌和硫化镉的测试方法

## 3 分类及代号

根据硫化镉的晶型,纳米硫化镉可分为六方晶型和立方晶型,以晶型英文首字母分别表示为 nm-CdS(H)和 nm-CdS(C)。

## 4 要求

4.1 外观:黄色粉末。

4.2 根据产品存放介质的不同,纳米硫化镉产品技术要求分为粉体材料技术要求和量子点溶液技术要求两大类,见表 1 和表 2。

表 1 粉体材料技术要求

序号	项目	技术要求
1	硫化镉(CdS)的纯度/%	$\geq 90$
2	铁(Fe)的质量分数/%	$\leq 1$
3	铜(Cu)的质量分数/%	$\leq 1$
4	镍(Ni)的质量分数/%	$\leq 1$
5	锰(Mn)的质量分数/%	$\leq 1$
6	铅(Pb)的质量分数/%	$\leq 1$
7	平均粒径/nm	$\leq 100$
8	晶型	nm-CdS(H)、nm-CdS(C)
9	平均晶粒尺寸/nm	$\leq 100$
10	比表面积/(m <sup>2</sup> /g)	$\geq 15$
11	粒度分布 $D_{50}$ /nm	$\leq 500$
12	形貌	应标明

表 2 量子点溶液技术要求

序号	项目	技术要求
1	硫化镉(CdS)的浓度/(mol/L)	应标明
2	平均粒径/nm	应给出带边吸收峰并由此计算粒子尺寸
3	粒度分布 $D_{50}$	$\leq 100$ nm
4	荧光量子产率/%	应标明
5	分散介质	应标明

## 5 试验方法

### 5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

### 5.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

### 5.3 硫化镉纯度测定

硫化镉的含量按 SJ/T 10090 的规定进行测定。

#### 5.4 铁、铜、镍、铅、锰杂质含量的测定

按 SJ/T 10090 的规定进行测定。

#### 5.5 平均粒径的测定方法

按 GB/T 19589—2004 中 5.4.1 的规定进行测定。

#### 5.6 晶型的测定

##### 5.6.1 仪器

X 射线衍射仪:综合稳定度优于 1%,测角仪精度优于 0.001°。

##### 5.6.2 分析步骤

将样品按 X 射线衍射仪要求制样后进行衍射测定,调节衍射仪增益使被测晶面衍射峰高度在记录范围内得到最大值,角度范围从 20°~80°;通过观察测定样品晶面的衍射峰的位置判断样品的晶型。

#### 5.7 平均晶粒的测定

按 GB/T 23413—2009 中的 XRD 线宽化法进行测定。

#### 5.8 比表面积的测定

称取适量试样,精确至 0.001 g,按 GB/T 19587 中规定的方法进行测定。

#### 5.9 粒度分布

根据分散介质的不同,选取合适的浓度,按 GB/T 19077.1 的规定进行测定。

#### 5.10 形貌测定

##### 5.10.1 仪器

透射电子显微镜:点分辨率小于 0.5 nm。

##### 5.10.2 分析步骤

在透射电子显微镜下观察纳米粒子的微观结构,确定颗粒的形貌,如类球形纳米颗粒(零维纳米结构),纳米线、纳米管、纳米棒(一维纳米结构),纳米带、纳米片(二维纳米结构),分级纳米结构(三维纳米结构)。

#### 5.11 紫外-可见吸收光谱

纳米硫化镉的紫外-可见吸收光谱按 GB/T 24370 中规定的方法进行测定,进而由带边吸收峰得到试样中硫化镉量子点样品的浓度和平均粒径。

#### 5.12 荧光量子产率的测定

按 JY/T 025—1996 的规定进行测定,采用相对法,以罗丹明 B 为参比确定纳米硫化镉的荧光量子产率。

##### 5.12.1 试剂

罗丹明 B 水溶液:0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

纳米硫化镉水溶液:0.1μg/mL。

5.12.2 仪器

- 荧光光谱仪；
- 紫外-可见分光光度计；
- 荧光四面通石英比色皿；
- 紫外石英比色皿。

5.12.3 分析步骤

在相同的激发波长下,分别测定罗丹明 B 水溶液和纳米硫化镉水溶液的荧光强度和最大吸光度。

5.12.4 结果计算

将所得各参数代入式(1)中计算纳米硫化镉的荧光量子产率,以  $Y_U$  表示:

$$Y_U = Y_S \times \frac{F_U}{F_S} \times \frac{A_S}{A_U} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $Y_S$  —— 参比物质的荧光量子产率;
- $F_U$  —— 待测样品稀溶液的积分荧光强度;
- $A_S$  —— 参比物质稀溶液的最大吸光度值;
- $F_S$  —— 参比物质稀溶液的积分荧光强度;
- $A_U$  —— 待测样品稀溶液的最大吸光度值。

6 检验规则

本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1 型式检验

本文件中规定的所有指标项目均需进行型式检验。在正常情况下,每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,必须进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差距;
- e) 合同规定。

6.2 出厂检验

6.2.1 本文件中规定的粉体材料的平均粒径、比表面积、粒度分布以及量子点溶液的浓度、平均粒径、粒度分布为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件、连续生产或同一班组生产的同一级别的纳米硫化镉为一批。每批产品不超过 1 t。

6.2.3 按 GB/T 6678—2003 中 7.6 规定确定采样单元数。注明生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.2.4 纳米硫化镉应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批

出厂的产品都符合本标准的要求。

6.2.5 如检测项目的检验结果如有不符合本标准技术要求的,应重新自两倍量的包装中采样,对全部检测项目进行复验。如复验结果中有任何一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6.2.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 7 标志和标签

7.1 纳米硫化镉包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、净含量、批号或生产日期及本标准编号,以及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的纳米硫化镉都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、商标、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 8 包装、运输和贮存

8.1 经检验合格的纳米硫化镉产品应装入密封的具塞瓶或塑料袋内,外包装可采用多种形式,也可采用与用户协商的包装方式及规格。

8.2 纳米硫化镉在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。运输工具应清洁、干燥,尽量采用集装箱、网或集装托盘装卸和运输。不得与碱类及酸类混运。

8.3 纳米硫化镉应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮,防止日晒、受热,不得与碱类及酸类物品混贮。