



中华人民共和国国家标准

GB/T 30449—2013

纳米二氧化锡

Nanoscale tin dioxide

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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、柳州百韧特先进材料有限公司、广州市越珑金属粉末有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:闫妍、杨海峰、陈进中、李博、席广成、张庆、伍祥武、李俊芳、卢晓静、戴石锋。



纳米二氧化锡

1 范围

本标准规定了纳米二氧化锡的分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、标签、包装、运输及贮存等。

本标准适用于粉状纳米二氧化锡。经过表面化学修饰、分散于溶剂中或者生长于基底上的纳米二氧化锡也可参照本标准执行。

分子式： SnO_2 。

相对分子质量：150.7(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 19591—2004 纳米二氧化钛

GB/T 23274.3 二氧化锡化学分析方法 第 3 部分：砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法

GB/T 23274.4 二氧化锡化学分析方法 第 4 部分：铅、铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 23413 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 23841 无机化工产品中镉含量测定的通用方法 原子吸收分光光度法

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

3 分类及代号

纳米二氧化锡按晶型可以分为四方型(T)、六方型(H)和正交型(O)三类。按不同的晶型，其产品代号分别表示为 NF- SnO_2 (T)、NF- SnO_2 (H)和 NF- SnO_2 (O)，其中 NF 为纳米粉体的首字母。

4 技术要求

4.1 外观:白色或淡黄色粉末。

4.2 纳米二氧化锡产品技术要求包括纳米属性指标和理化属性指标两部分。其中纳米属性指标用于判定纳米二氧化锡产品的纳米属性,见表 1;理化属性指标用于检验纳米二氧化锡的常规理化性能指标,见表 2。

表 1 纳米二氧化锡的纳米属性技术要求

序号	项 目	技术要求
1	平均粒径/nm	≤ 100
2	平均晶粒尺寸/nm	≤ 100
3	比表面积/(m^2/g)	≥ 15
4	粒度分布 D_{50} /nm	≤ 500
5	形貌	应标明

表 2 纳米二氧化锡的理化属性技术要求

序号	项 目	技术要求
1	二氧化锡的纯度(干基)/%	≥ 99.9
2	铅(Pb)的质量分数 /%	$\leq 0.1\%$
3	砷(As)的质量分数 /%	$\leq 0.1\%$
4	镉(Cd) 的质量分数 /%	$\leq 0.1\%$
5	铁(Fe)的质量分数 /%	$\leq 0.1\%$
6	铜(Cu)的质量分数 /%	$\leq 0.1\%$
7	锑(Sb)的质量分数 /%	$\leq 0.1\%$
8	晶型	应标明
9	白度	应标明
10	堆密度/(g/cm^3)	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,操作时应小心谨慎!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

在没有注明其他要求时,本文件中所用试剂和水分别为分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 平均粒径的测定方法

5.3.1 仪器

透射电子显微镜:点分辨率小于 0.5 nm。

5.3.2 分析步骤

按 GB/T 19589—2004 中 5.4.1 中方法测定。

5.4 平均晶粒的测定

5.4.1 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°。

5.4.2 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,角度范围从 20° ~ 80°;通过测定样品衍射图谱的三强峰的半峰宽,按 GB/T 23413 规定测定分别计算平均晶粒,取三强峰计算值的算术平均值作为样品的平均晶粒。

5.5 比表面积测定

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

5.6 粒度分布

粒度分布的测定按 GB/T 19077.1 的规定进行。

5.7 形貌测定

5.7.1 仪器

透射电子显微镜:点分辨率小于 0.5 nm。

5.7.2 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)。

5.8 铅含量的测定

铅含量按 GB/T 23274.4 规定测定。

5.9 砷含量的测定

砷含量按 GB/T 23274.3 规定测定。

5.10 镉含量的测定

称量 0.2 g~1 g(精确到 1 mg),加入 15 mL 王水,200°C 消解至 5mL 左右,定容到 150 mL,镉含量

按 GB/T 23841 规定测定。

5.11 铁、铜、锑含量的测定

称量 0.2 g~1 g(精确到 1 mg),加入 15 mL 王水,200℃ 消解至 5 mL 左右,定容到 150 mL,用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)进行测定溶液浓度 c 。样品中铁、铜、锑的含量按式(1)得到:

$$x = c \times v \times f / m \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- x ——样品中测定物质的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——溶液中所测物质的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- v ——定容体积,单位为毫升(mL);
- f ——稀释倍数;
- m ——称样量,单位为克(g)。

5.12 二氧化锡(SnO₂)纯度的测定

二氧化锡的含量为百分之百减去 5.8~5.11 中杂质元素实测量总量的余量(如果存在其他影响含量的元素,也应计在杂质总量中)。

5.13 晶型的测定

5.13.1 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°。

5.13.2 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。

5.14 白度的测定

按 GB/T 19591—2004 中 5.14 规定测定。

5.15 堆密度的测定

按 GB/T 19591—2004 中 5.15 规定测定。

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,应进行型式检验:

- 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 本文件中规定纳米二氧化锡比表面积、粒度分布(D_{50})、二氧化锡纯度、白度和堆密度均为出厂检验项目,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二氧化锡为一批。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。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 100 g。将样品分装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。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 纳米二氧化锡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 纳米二氧化锡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 每批出厂的纳米二氧化锡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 经检验合格的纳米二氧化锡产品应装入密封的具塞瓶或塑料袋内,外包装可采用多种包装形式:纸桶、塑料桶、塑料编织袋或纸塑复合袋,或与用户协商包装方式及规格。

8.2 纳米二氧化锡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 纳米二氧化锡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。