



中华人民共和国国家标准

GB/T 26824—2011

纳 米 氧 化 铝

Nano-alumina

2011-07-29 发布

2011-12-01 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纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)提出并归口。

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这些专利的责任。

本标准起草单位:中国检验检疫科学研究院、深圳市德方纳米科技有限公司、浙江省中明化工科技有限公司、江西悦安超细金属有限公司、宣城晶瑞新材料有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:邹明强、刘名扬、孔令涌、戴品中、羊富强、李上奎、黄蓉、李齐春、栾燕、戴石锋。

纳 米 氧 化 铝

1 范围

本标准规定了纳米氧化铝的技术指标及要求、试验方法、检验规则、标志和标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于粒状 α 、 γ 纳米氧化铝。该产品主要用于耐火材料、催化剂载体、荧光粉、陶瓷以及不锈钢抛光研磨等领域的化工原料。

分子式： Al_2O_3 。

相对分子质量：101.96(按 2007 年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

下列文件对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(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 6609.2 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 2 部分:300 ℃和 1 000 ℃质量损失的测定(ISO 806:2004,MOD)

GB/T 6609.3 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 铝蓝光度法测定二氧化硅含量(ISO 1232:1976,NEQ)

GB/T 6609.4 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量(ISO 805:1976,NEQ)

GB/T 6609.5 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 氧化钠含量的测定

GB/T 6609.13 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量(ISO 2069:1976,NEQ)

GB/T 6609.20 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化镁含量

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积(ISO 9277:1995,NEQ)

3 产品分类

本标准中所规定的纳米氧化铝按晶体结构分为 α 和 γ 两种。

4 技术要求

4.1 外观:一般为白色粉末。

4.2 纳米氧化铝技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 纳米氧化铝技术指标及要求

项 目	指 标
主含量(Al_2O_3)(干基)/%	≥ 98.0
晶体结构	α 或 γ (见附录 A)
平均粒径/nm	≤ 100
比表面积/(m^2/g)	≥ 10
灼烧失量/%	≤ 0.60
二氧化硅含量(SiO_2 以 300 $^{\circ}\text{C}$ 干基计)/%	≤ 0.20
三氧化二铁含量(Fe_2O_3 以 300 $^{\circ}\text{C}$ 干基计)/%	≤ 0.20
氧化钠含量(Na_2O 以 300 $^{\circ}\text{C}$ 干基计)/%	≤ 0.10
氧化钙含量(CaO 以 300 $^{\circ}\text{C}$ 干基计)/%	≤ 0.10
氧化镁含量(MgO 以 300 $^{\circ}\text{C}$ 干基计)/%	≤ 0.05

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,操作时须小心谨慎!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 氧化铝质量分数测定

样品总量设为 100%,减去二氧化硅、三氧化二铁、氧化钠、氧化钙、氧化镁杂质含量及灼烧失量所占比例即为该样品的质量分数。

5.3 XRD 测定晶体结构

利用 X 射线衍射仪对样品进行测量,由衍射数据给出对 α -氧化铝和 γ -氧化铝的判断。

5.4 透射电子显微镜平均粒径测定

5.4.1 方法提要

利用透射电子显微镜(TEM)测量纳米材料的平均粒径。

5.4.2 试剂和材料

- a) 乙醇:分析纯。
- b) 丙酮:分析纯。
- c) 醋酸纤维树脂:分析纯。
- d) 醋酸纤维树脂丙酮溶液:称取醋酸纤维树脂 2.5 g 置于 1 000 mL 的烧杯中,加入 500 mL 丙酮,超声波振荡下完全溶解,转移至 500 mL 玻璃磨口瓶中,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。
- e) 蒸馏水:蒸馏水或去离子水。
- f) 载玻片:25 mm $\times$ 75 mm $\times$ 0.8 mm 或等效者。

5.4.3 仪器和设备

- a) 分析天平:感量为 0.1 mg。
- b) 烧杯:1 000 mL。
- c) 超声波振荡器。
- d) 玻璃磨口瓶:500 mL。
- e) 铜网:直径 3 mm。
- f) 注射器:1 mL,带注射针头。
- g) 喷镀仪。
- h) 透射电子显微镜:点分辨率不次于 0.3 nm;照相机(CCD)像素 $\geq 1\,024 \times 1\,024$ 。

5.4.4 透射电子显微镜载膜的制备

配制醋酸纤维树脂丙酮溶液。将干净载玻片 2/3 面积斜插入装有醋酸纤维树脂丙酮溶液的烧杯中,慢慢从烧杯中提取出来,将粘有醋酸纤维树脂薄膜的载玻片慢慢斜放入装有蒸馏水的烧杯,脱去醋酸纤维树脂薄膜,使薄膜浮于水面。在薄膜上面均匀放上电镜试样铜网,铜网间距不小于 10 mm,用滤纸将放有铜网的薄膜从水中粘取备用。或满足测试要求的同类商品化电镜载膜。

5.4.5 透射电子显微镜试样的制备

称取纳米氧化铝试样,以水或乙醇作为溶剂,用超声波振荡器振荡分散 15 min 后,用注射器针头抽取 1 滴滴在铜网上的薄膜上,形成水滴状,干后用喷镀仪喷镀一层碳膜。

5.4.6 透射电子显微镜平均粒径的测定

将试样放置于透射电子显微镜的样品台上,在 10 万放大倍数下,选择颗粒明显、均匀和集中的区域,用照相机或 CCD 数字记录系统摄下 5 个视域的电子显微镜照片。在照片上用标尺测量不少于 100 个颗粒的长径和短径,取算术平均值。

平均粒径 d 按式(1)计算:

$$d = \frac{\sum(d_1 + d_2)}{2n} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

d_1 ——微粒的长径,单位为纳米(nm);

d_2 ——微粒的短径,单位为纳米(nm);

n ——量取微粒的个数。

5.5 XRD 线宽法平均晶粒尺寸的测定

5.5.1 适用范围

本方法适用于 α 纳米氧化铝。

5.5.2 试剂与材料

多晶硅标准样品:GBW(E)130014。

5.5.3 仪器和设备

X 射线衍射仪。

5.5.4 分析步骤

将样品按 X 射线衍射仪的要求进行制样。按照 5.3 方法快速扫描样品,确定样品晶体结构,如果样品为 α 氧化铝则可使用此方法进行测试。

作慢扫描。若使用连续扫描,则扫描速度为 $0.25^\circ/\text{min}$;若使用步进扫描,则采用步长为 0.01° ,每步停留时间为 2 s,同时调节衍射仪使被测晶面衍射峰高度在记录范围内得到最大值。以多晶硅的 28.4° 半高宽作为基准半高宽,用与扫描多晶硅标样相同的条件扫描待测样品 25.58° ,通过测定其衍射峰半高宽,扣除仪器基准半高宽,利用谢乐公式计算纳米氧化铝平均晶粒尺寸。

5.6 比表面积(BET)测定

按 GB/T 19587 进行测定。

5.7 灼烧失量测定

按 GB/T 6609.2 进行测定。

5.8 二氧化硅含量测定

按 GB/T 6609.3 进行测定。

5.9 三氧化二铁含量测定

按 GB/T 6609.4 进行测定。

5.10 氧化钠含量测定

按 GB/T 6609.5 进行测定。

5.11 氧化钙含量测定

按 GB/T 6609.13 进行测定。

5.12 氧化镁含量测定

按 GB/T 6609.20 进行测定。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和常规检验。

6.1.1 本标准规定的所有要求为型式检验项目,在正常情况下 3 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异;
- e) 合同规定。

本标准未规定的试验方法按供需双方协议方法进行试验。

6.1.2 透射电子显微镜、比表面积、氧化铝、二氧化硅、三氧化二铁、氧化钠、氧化钙、氧化镁、灼烧失量等为常规检验项目,应逐批检验。

6.2 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纳米氧化铝为一批,每批产品不超过1 t。

6.3 按GB/T 6678的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。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于200 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:物料的名称、来源、编号、数量、包装情况、存放环境、采样部位、所采的样品数和样品量、采样日期、采样人姓名等。一瓶用于检验,另一瓶保存3个月备查。生产厂可在包装线上自动取样或包装封口前采样。

6.4 纳米氧化铝由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的纳米氧化铝都符合本标准的要求。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的纳米氧化铝进行验收,验收应在到货之日算起的1个月内进行。

6.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.7 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规定。

7 标志和标签

7.1 纳米氧化铝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 每批出厂的纳米氧化铝都应附有质量证明书,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、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 纳米氧化铝的外包装采用多种包装形式:塑料桶、塑料编织袋或纸塑复合袋。内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋。内袋分别采用高频封口机封口,保证塑料袋密封。每袋净含量为1.0 kg或5.0 kg,或与用户协商包装规格。

8.2 纳米氧化铝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,不得与碱类及酸类混运。

8.3 纳米氧化铝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。

附 录 A
(资料性附录)
氧化铝 X 射线衍射图谱

图 A.1 和图 A.2 分别为 α -氧化铝和 γ -氧化铝的 X 射线衍射图谱。

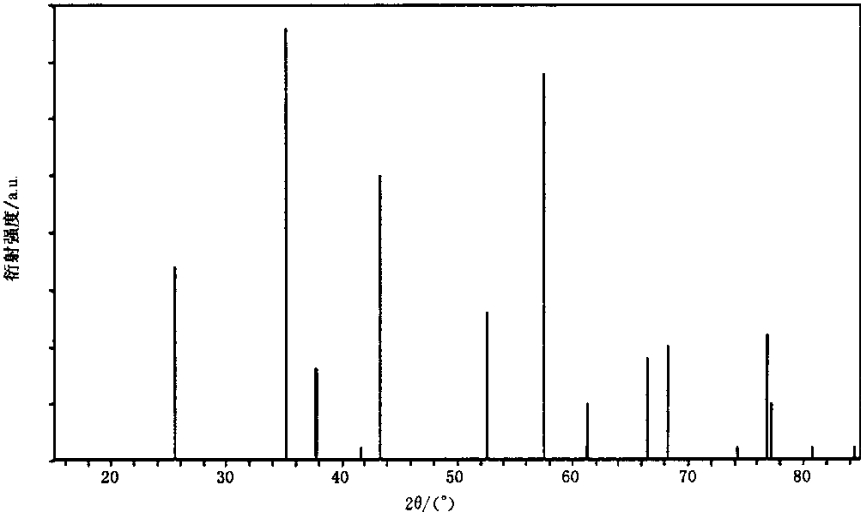


图 A.1 α -氧化铝 X 射线衍射图谱(X 光源:CuK α 1)

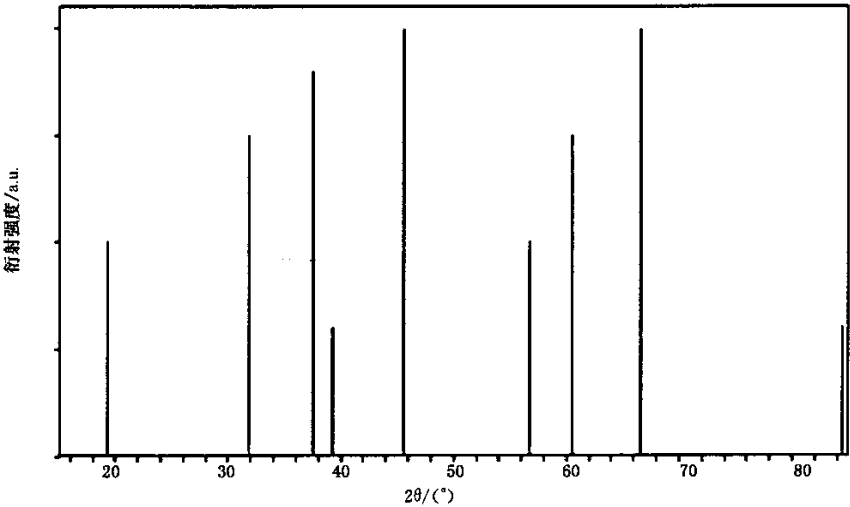


图 A.2 γ -氧化铝 X 射线衍射图谱(X 光源:CuK α 1)