



中华人民共和国国家标准

GB/T 37156—2018/ISO/TS 12805:2011

纳米技术 材料规范 纳米物体特性指南

Nanotechnologies—Materials specifications—Guidance on specifying nano-objects

(ISO/TS 12805:2011, IDT)

2018-12-28 发布

2018-12-28 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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 人造纳米物体特性参数	2
5 影响最终产品性能和/或后续加工性能的附加材料特性.....	4
6 确定人造纳米物体特性的测量方法	5
7 污染对人造纳米物体性质和性能的可能影响与相应缓解措施	5
附录 A (资料性附录) 决策过程	6
附录 B (资料性附录) 测量方法	7
参考文献	13

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO/TS 12805:2011《纳米技术 材料规范 纳米物体特性指南》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 32269—2015 纳米科技 纳米物体的术语和定义 纳米颗粒、纳米纤维和纳米片 (ISO/TS 27687:2008, IDT)；

——GB/T 30544.1—2014 纳米科技 术语 第 1 部分：核心术语 (ISO/TS 80004-1:2010, IDT)。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会 (SAC/TC 279) 归口。

本标准主要起草单位：国家纳米科学中心、山东国瓷功能材料股份有限公司、浙江丰虹新材料股份有限公司。

本标准主要起草人：刘忍肖、高洁、司留启、陈岚、葛广路、朱晓阳、闫晓英、田国兰、胥桂玲、王春伟。

引 言

当人造纳米物体的供应商和用户使用的材料规范存在差异时,推荐采用本标准,以确保交付的材料满足下游加工过程的需求,使得不同批次间产品性能一致。

造成批次间材料性能不一致的原因包括:

- a) 用户和供应商采用的技术规范未囊括影响材料性能和/或可加工性的所有特性,或用户和供应商对某些特性的理解存在差异;
- b) 对一个或多个材料特性,所采用的测量技术不适用;
- c) 一个或多个测量技术的使用方式不正确。

为解决上述问题,制定本标准。在材料规范制定和材料使用前,初始材料鉴定面临同样问题时,可采用本标准中提供的指南。

人造纳米物体分为三种:三维外部维度处于纳米尺度的纳米物体、二维外部维度处于纳米尺度的纳米物体和仅一维外部维度处于纳米尺度的纳米物体。由于许多纳米物体的供货状态是分散在液体介质中,本标准也对纳米物体与分散相关的特性进行了界定。

对人造纳米物体:

- 在所有领域,提供与初始材料鉴定相关的材料特性列表;
- 在特定应用领域,提供与材料鉴定相关的附加材料特性列表;
- 若用材料规范中规定的材料特性,批次间仍存在不一致,则需额外提供对产品性能和/或下游加工过程有影响的材料特性列表;
- 对可识别的材料特性,测量方法包括两类:
 - a) 用低成本设备对工业生产进行批次质量控制的常规测量方法;
 - b) 用专业设备进行质量评价的测量方法。
- 简要描述了可选用的测量方法与可参考的测试指南(标准);对未确定可行性或有效性的测量方法,进行了说明。对未建立国际标准的参数,本标准亦未引用测量方法。对特定材料或应用参数的测量方法,可检索 ISO 标准数据库(www.iso.org)。

附录 A 给出了如何使用本标准的决策过程。

请注意,本标准中规定的包装、标签、材料运输等,需满足法律和地方法规的要求。

推荐有资质或有经验的人员使用本标准。

纳米技术 材料规范 纳米物体特性指南

1 范围

本标准制定人造纳米物体特性和测量方法的规范提供指南,以确保产品特性的一致性。

本标准包括规范人造纳米物体物理化学特性的指南,这些特性可能影响性能或后续加工过程。附录 B 中给出了适用的测量方法列表。

注 1: 纳米物体的供货状态可为干粉或分散在液体介质中。

本标准不包括规范人造纳米物体的环境、健康和安全(EHS)特性的指南。

注 2: 纳米技术发展迅速,建议本标准的使用者关注法律环境和 EHS 在纳米科技领域的最新进展(参见参考文献 [1-4],[15],[16],[38-43])。若用户或供应商想评估材料的环境、安全和健康风险,请参考 ISO/TR 13121 和 ISO/TR 12885。

对通过材料内部相变而原位形成纳米尺度物相的材料,如沉淀硬化金属中的聚集区,纪尼埃普雷斯顿区(GP,Guinier-Preston zone),不适用于本标准。此外,本标准亦未对纳米物体量化鉴定指标进行规定,但对如何鉴定纳米物体,包括所依据的特征、性能与测量方法,进行了举例说明。本标准不包括纳米器件特征的确定与相应的测量方法。

虽然本标准列出的一些参数可能与材料质量有关,但本标准不能用于指导质量管理体系的建立。与质量管理体系相关的指南,可参考 ISO 9000 系列国际标准。

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。

ISO/TS 27687 纳米科技 纳米物体的术语和定义 纳米颗粒、纳米纤维和纳米片(Nanotechnologies—Terminology and definitions for nano-objects—Nanoparticle,nanofibre and nanoplate)

ISO/TS 80004-1 纳米科技 术语 第 1 部分:核心术语(Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1:Core terms)

3 术语和定义

ISO/TS 27687 和 ISO/TS 80004-1 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米物体 nano-object

一维、二维或三维外部维度处于纳米尺度的物体。

3.2

纳米尺度 nanoscale

处于 1 nm 至 100 nm 之间的尺寸范围。

3.3

人造纳米物体 manufactured nano-object

为了商业目的而制造的具有特定功能或特定组成的纳米物体。

4 人造纳米物体特性参数

4.1 概述

产品规范是产品供应商提供的重要市场信息,包括产品名称、产品级别、产品信息表、材料安全性数据表、案例、鉴定书和广告。

对供应商而言,产品规范可反映生产能力,用于产品分级。对用户而言,根据产品规范可区分不同的供应商或材料,可用于设定最终产品的规格。在 ISO 9001 质量管理体系中,会通过产品规范使供应商和用户共同关注的生产过程保持一致,是产品规范投诉处理、产品召回、保修和保单等商业活动的基础。

纳米物体在下游加工过程或添加到最终产品中时会产生差异,对此,供应商和用户均不能清楚解释其原因。产品规范能否达成一致,双方是否有共同的工作基础是重要因素。本标准遵从粉体行业标准的指导原则。关注产品识别、形状和颗粒尺寸,以确定产品是什么,是否处于纳米尺度。特性参数由处于干粉或分散状态的、分立纳米物体的特性所决定,并依据纳米物体所处于纳米尺度的维(D)数(3D 纳米颗粒,2D 纳米纤维,1D 纳米片)进行分类。

若供应商和用户之间需要更多信息,请参见第 5 章。对特定应用领域有影响的特性识别,参见 5.2。若仍不能确保加工过程的重复性或产品性能的一致性,建议参见 5.3 做进一步研究。

4.2 三维外部维度处于纳米尺度的纳米物体,如纳米颗粒

表 1 给出了特征值或特性,用于描述所有领域中的人造纳米颗粒。括号中的数字,对应表 B.1 和表 B.2,表示建议采用的测量方法。若无数字,则说明没有可用于此特性测量的通用规范或指南。

表 1 人造纳米颗粒特性汇总表

特 性	干 态	分 散 态
化学组成,包括表面功能化,核-壳结构颗粒的截面 (1.9,1.13,1.14,2.9 和 2.10)	适用	适用
比表面积(1.4)	适用	适用
颗粒平均尺寸和尺寸分布(1.1 和 2.1)	适用	适用
一次晶体粒子平均尺寸和尺寸分布(1.2 和 2.4)	适用(晶体)	适用(晶体)
团聚或聚集程度(1.3 和 2.5)	适用	适用
分散体系的连续相	不适用	适用
pH	不适用	水分散体系适用
保质期	适用(若对储存条件敏感)	适用
相对密度(或固体的百分含量)	不适用	适用

4.3 二维外部维度处于纳米尺度的纳米物体,如纳米纤维

纳米纤维可以是实心的(纳米棒,纳米线)或空心的(纳米管)。表 2 给出了特征值或特性,用于描述所有领域中的人造纳米纤维。括号中的数字,对应表 B.1 和表 B.2,表示建议采用的测量方法。若无数字,则说明没有可用于此特性测量的通用规范或指南。

表 2 人造纳米纤维特性汇总表

特 性	纳米棒或纳米线/干态	纳米管/干态	分散态
化学组成,包括化学纯度(和掺杂物,若有),表面功能化,核壳结构颗粒的截面(1.9,1.13,1.14,2.9,2.10和2.11)	适用	适用	适用
平均长度和长度分布(2.15)	适用	适用	适用
平均直径和直径分布(2.14)	适用	适用	适用
平均长径比和长径比分布(2.16)	适用	适用	适用
团聚程度(1.3和2.5)	适用	适用	适用
比表面积(1.4)	适用	适用	适用
壁数,如单、双、或多壁(2.17)	不适用	适用	适用
平均壁厚和壁厚分布(2.17)	不适用(同纤维)	适用	适用(仅管状)
催化剂残留(1.9和2.11)	不适用	适用	适用
结构碳纯度	不适用	对碳材料适用	对碳材料适用
分散体系连续相	不适用	不适用	适用
相对密度	不适用	不适用	适用
pH	不适用	不适用	水体系适用
保质期	适用(若对储存条件敏感)	适用(若对储存条件敏感)	适用

4.4 一维外部维度处于纳米尺度的纳米物体,如纳米片

表 3 给出了特征值或特性,用于描述所有领域中的人造纳米片。纳米片以离散形式存在(如鳞片或剥落的粘土层)。括号中的数字,对应表 B.1 和表 B.2,表示建议采用的测量方法。若无数字,则说明没有可用于此特性测量的通用规范或指南。

表 3 人造纳米片特性汇总表

特 性	干 态	分散态
化学组成,包括表面功能化和晶体结构(1.9,1.13,1.14,2.9和2.10)	适用	适用
比表面积(1.4)	适用	适用
颗粒平均尺寸和尺寸分布(1.1和2.1)	适用	适用
平均晶粒尺寸和晶粒尺寸分布(1.2和2.4)	适用(晶体)	适用(晶体)
团聚或聚集程度(1.3和2.5)	适用	适用
表面形貌(1.15,2.2和2.13)	适用	不适用
分散体系的连续相	不适用	适用
pH	不适用	水分散体系适用
保质期	适用(若对储存条件敏感)	适用
相对密度(或固体百分含量)	不适用	适用

5 影响最终产品性能和/或后续加工性能的附加材料特性

5.1 概述

在所有领域的材料规范中,宜包括第 4 章识别的纳米物体特性。

在特定应用领域的材料规范中,宜包括 5.2 识别的特性。

若批次间仍不能保持一致,按照加工工艺和最终产品性能,它们可能有必要包括在产品规范中的进一步特征,可采用 5.3 中建议的附加特性。

5.2 在特定应用领域重要的特性

特定应用领域的材料规范宜包括在表 4 中列出的特性。括号中的数字,对应表 B.1 和表 B.2,表示建议采用的测量方法。若无数字,则说明没有可用于此特性测量的通用规范或指南。

表 4 影响特定应用领域的特性

特性	纳米颗粒	纳米纤维	纳米片
在固体基质中的分散性—在复合材料中的纳米级增强材料(1.8 和 2.8)	适用	适用	适用
在液体中的分散性—极性和非极性(1.7)	适用	适用	适用
福斯(Fuchs)表面积—纳米物体在气溶胶中的应用(2.3)	适用	适用	适用
对称性—用于纳米管的电性能(2.18)	不适用	适用	不适用
复合材料中纳米增强剂与基质的界面强度	适用	适用	适用
晶体和力学性能的各向异性(1.6)	适用	适用	适用

5.3 可能影响产品性能和/或下游过程的其他材料特性

为了确保加工过程的重复性和产品性能的一致性,有必要对表 5 中列出的附加特性进行规范。括号中的数字,对应表 B.1 和表 B.2,表示建议采用的测量方法。若无数字,则说明没有可用于此特性测量的通用规范或指南。

表 5 可能影响产品性能和/或后续加工性能的其他材料特性

特性	纳米颗粒	纳米纤维	纳米片
颗粒形态(2.2)	适用	不适用	不适用
流动特性(1.10)	适用	适用	适用
振实密度(1.11)	适用	适用	适用
表观密度(1.12)	适用	适用	适用
孔隙度(1.5 和 2.6)	适用	适用	适用
晶体结构和结晶度(1.6)	适用	适用	适用
颜色	适用	适用	适用

表 5 (续)

特性	纳米颗粒	纳米纤维	纳米片
透明度	适用	适用	适用
单团聚体破碎强度	适用	适用	不适用
纳米管末端结构(2.17)	不适用	适用管状	不适用

6 确定人造纳米物体特性的测量方法

测量方法可分为两类：

- a) 用低成本设备对工业生产进行批次质量控制的常规测量方法(表 B.1)；
- b) 用专业设备进行质量评价的测量方法(表 B.2)。

依据 ISO 14488 进行粉体取样。

多种分析方法要求将固体粉末分散在液体中进行测试,依据 ISO 14887 进行样品制备,包括如何在液体介质中分散。许多纳米物体具有反应活性,其物理和化学特性会受取样点和储存环境的影响。为确保测试结果可比较,供应商和采购商宜保持取样点和储存环境一致。

材料性能既可由其内在特性决定,也可由测量方法决定。若特性值是由方法定义的,则用不同测量方法得到的特性值之间,不能直接进行对比。评价内在特性的测量方法可能存在偏差,从而造成不同于用其他方法得到的测量结果。因此,不同测量方法所测得的结果之间不能直接进行对比。

本标准可用于多种类型材料,并获得其多种信息。尽管本标准总结了多种分析方法,但仍需定期更新及补充。

7 污染对人造纳米物体性质和性能的可能影响与相应缓解措施

由于具有高表面积和高表面能,许多纳米物体有团聚、吸附物质到表面或粘附到较大物体表面的倾向,其物理化学性质易受环境影响。影响材料退化机制和速度的变量包括:纳米物体的组成、形貌、储存时间和储存条件。

宜根据材料的退化趋势,建立相应的缓解技术。材料供应商和用户之间宜就材料的包装和储存条件达成一致。材料的储存条件规范宜考虑受潮或受热对材料降解的影响,以及可能与同储存区域的其他材料间发生的反应。

附录 A
(资料性附录)
决策过程

决策过程框图如图 A.1 所示。

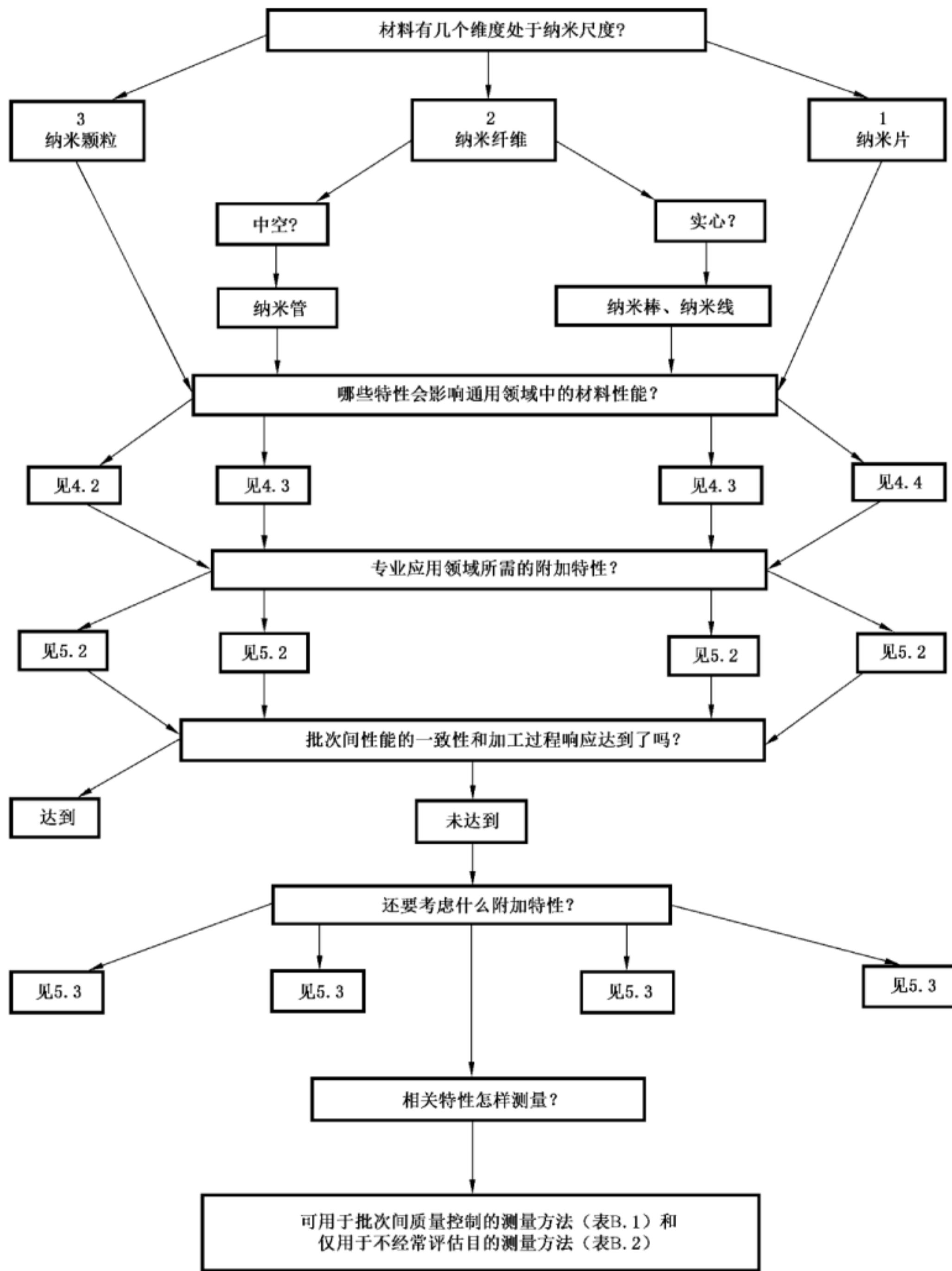


图 A.1 决策过程框图

附 录 B
(资料性附录)
测 量 方 法

用于工业生产中常规质量控制的测量方法,可参见表 B.1。用于附加质量评价的测量方法,可参见表 B.2。

表 B.1 用于工业生产中常规质量控制的测量方法

	特 性	方 法	测 试 指 南
1.1	颗粒的平均尺寸和尺寸分布	—	对同批次材料,不同的测量技术可能得到不同的测量结果。材料规范中用于测量颗粒尺寸分布的技术宜得到供应商和采购商的认同
		光散射和衍射方法	与颗粒本质相关,用于测量尺寸大于 40 nm 的球形或准球形颗粒。仪器的校准和测量方法宜依据 ISO 13320 或 ISO 21501-2
		光子相关谱	基于布朗运动的水力学直径。与测试材料相关,用于测量直径大于 3 nm 的颗粒。可参考 ISO 13321 和 ISO 22412
		电动声波振幅测试	测量 zeta 电位的方法,通过将交流电压施加于悬浮液体系,诱导悬浮的颗粒振动而产生声波。与密度等材料特性相关,当颗粒尺寸大于 100 nm 时,尺寸分布可由诱导声波的相位滞后得出;而对于超细纳米颗粒(5 nm~100 nm),尺寸分布可由声波振幅的衰减得出
1.2	一次晶体颗粒的平均尺寸和尺寸分布	X 射线衍射谱线展宽(XRDLB)	无论聚集或团聚成大颗粒与否,XRDLB 均可得到小晶体颗粒的尺寸信息。在测量小于 100 nm 的单个晶体的尺寸和应变时,所测得的德拜环(X 射线谱线)会展宽。需注意晶粒尺寸变化和材料应变会造成谱线展宽。可参考 EN 13925-1、EN 13925-2 和 EN 13925-3
1.3	聚集或团聚程度	聚集或团聚指数	由 X 射线衍射谱线展宽(1.2)测得平均晶粒尺寸 d 和通过颗粒尺寸测量方法(1.1)测得颗粒尺寸 D ,计算聚集或团聚指数 T ,定义为 D/d 的比值。微分迁移率分析(DMA)技术可用于测量气溶胶纳米颗粒的电迁移直径(一次颗粒和聚集/团聚体)。TEM 也是常规测量方法。 注: X 射线衍射方法仅适用于晶体材料
1.4	表面积和比表面积	BET 分析	基于 Brunauer、Emmet 和 Teller 开发的、可由吸附气体量对粉体表面积进行估算的模型。典型气体是氮气或二氧化碳,但氮气或氩气具有高敏感度(单位面积的质量增益显著),可用于低表面积材料的测量。比表面积是表面积和质量之比。方法指南可参考 ISO 9277 和 ISO 18757
1.5	孔隙度	比重法,例如用压汞法或气体吸附法	用比重瓶(已知体积的瓶)测量。将已知质量和体积的粉末加入比重瓶中,称重,然后填充已知密度的、不会溶解粉末的液体或气体,再次称重。因加入液体或气体的体积已知,粉体和液体/气体的总体积与比重瓶体积之差即粉体的孔体积
1.6	晶体结构,结晶度,晶体的各向异性	X 射线衍射法	参考 EN 13925-1、EN 13925-2 和 EN 13925-3

表 B.1 (续)

	特 性	方 法	测 试 指 南
1.7	在液体中的分散性	zeta 电位方法	zeta 电位是悬浮在液体介质中胶体颗粒双电层的滑动面与液体体相之间的电位差(标记为环绕颗粒的液体分子相对表面最先开始移动的区域)。zeta 电位值代表颗粒间的相互排斥程度,相互排斥可提高颗粒的分散稳定性。zeta 电位的声学方法测量可参考 ISO 20998-1
		流变法	利用平行板振动流变仪测量复杂流体的剪切黏度,可参考 ISO 6721-10
1.8	在固体基质中的分散性	X 射线衍射法	可参考 EN 13925-1、EN 13925-2 和 EN 13925-3
1.9	化学纯度	热重分析(TGA)	测试样品质量随温度变化的方法。TGA 通常用于测定降解温度、吸附含水量、无机和有机组成比例、及诸如炸药和溶剂残留的分解点。TGA 设备通常包括一个配备承载样品用平底托盘(通常是铂)的高精密天平。托盘放置于用热电偶精确控温的小炉中。空间充满惰性气体以阻止氧化和其他不希望发生的反应;有时也用纯氧气来检测与氧化相关的效应。通常用计算机操控仪器。通过程序升温并绘制重量随温度的变化曲线进行分析。由于失重曲线基本类似,因此需转换后方可解释测试结果。可通过微分失重曲线寻找发生较大失重的温度点。如今 TGA 可与傅里叶变化红外光谱和质谱仪联用,分析燃烧后物质的组成
1.10	粉体的流动性	环形剪切方法	可采用测量粗糙粉末流动特性的已建立方法。用于测量颗粒材料或粉体的剪切应力或剪胀性
		霍尔流量计	测量给定质量的粉体流经一个具有特定锥角和孔径的锥形漏斗所需要的时间。对于金属粉末,漏斗设计和实验方案可参考 ISO 4490
		豪斯纳比率和卡尔指数	可由振实密度(一定体积粉体的表观密度,当容器中的粉体被压实和振动时获得)和表观密度(单位体积粉体的质量,对比单个颗粒的单位体积质量)计算获得。 豪斯纳比率=振实密度/表观密度,比值越高表明流动性越差。 卡尔指数=100×(振实密度-表观密度)/振实密度。在测量粉体流动性方面应用广泛,尤其是在医药行业
		Jenike 剪切盒	用于测量抗压强度、内摩擦角、作为固体接触压力函数的有效内摩擦角和壁摩擦角
1.11	粉体的振实密度	—	用于测量粗糙粉体的振实密度(当容器中一定体积的粉体被压实或振动时所测得的表观密度)的方法,可参考适用于金属粉体的 ISO 3953 和适用于精细陶瓷的 ISO 23145-1
1.12	粉体的表观密度	—	用于测量粗糙粉体表观密度的方法。包括用粉体填充一个已知体积的杯子并称量此杯中收集的粉体。ISO 3923 包括两种将粉体加入杯中的程序:漏斗法(ISO 3923-1)和史葛容量计法(ISO 3923-2)。对于陶瓷粉体表观密度的测量,可参考 ISO 18754
1.13	表面化学分析	—	目前无人造纳米材料表面化学分析的技术可用于工业生产中的批次质量控制。在表 B.2 的 2.9 条目中列出的几种可用于质量评估的表面分析技术

表 B.1 (续)

	特 性	方 法	测 试 指 南
1.14	体相化学分析	—	生产商宜根据材料的预期组成和可能的杂质,确定所采用的分析方法是否适当。已发布出版的标准涵盖了化学分析的多个方面,如样品制备、水和分析试剂质量等
1.15	表面形貌	共聚焦显微镜	当放置于 xy 平移台上的样品穿过检测平面时,测量样品高度(z 轴)变化的系统。通过在检测器前使用点照明和一个在光学共轭平台里的针孔消除焦点以外的信息。 由于同一时间仅有一个孔被照亮,因此可通过扫描一个规则光栅(如平行于扫描线的矩形图案)获得样品的 2D 或 3D 图像
		电子显微镜	扫描电子显微镜和透射电子显微镜可测量表面形貌。静态图像分析方法可参考 ISO 13322-1

表 B.2 用于附加质量评价的测量方法

	特 性	方 法	测 试 指 导
2.1	颗粒的尺寸平均和尺寸分布	—	对同批次材料,不同的测量技术可能得到不同的测量结果。材料规范中用于测量颗粒尺寸分布的技术宜得到供应商和采购商的认同
		凝聚核粒子计数法	用于气溶胶纳米颗粒检测和计数的仪器。通过冷凝蒸汽,如乙醇或水,至样品颗粒表面,使颗粒长大至用光学计数技术可检测的尺寸范围后进行测试。可实现对尺寸为 100 nm 或更小的纳米粒子计数
		扫描移动粒度法 SMPS	用于气溶胶纳米颗粒检测和计数的技术,测量尺寸范围处于 3 nm~800 nm。本技术的基础是颗粒的移动性,当颗粒通过电极间时,会发生荷电分离。用凝聚核粒子计数器或通过测量颗粒的电荷检测分离的颗粒。SMPS 包括两个子系统,分别用于尺寸分类和颗粒检测(通常是凝聚核粒子计数器)
		电子显微镜和图像分析	图像放大倍率校准可参考 ISO 16700。静态图像分析方法可参考 ISO 13322-1
2.2	颗粒形貌	电子显微镜	可用扫描电子显微镜和透射电子显微镜测量颗粒形貌。静态图像分析方法可参考 ISO 13322-1
		扫描探针显微术	由几个相关的技术组成,包括在精细刻度上进行成像和测量的技术。通过安装在柔性悬臂上的针尖扫描样品表面进行分析。扫描探针显微术包括原子力显微术、扫描隧道显微术和近场扫描光学显微术等类型
		原子力显微术	原子力显微术可给出纳米颗粒的形状和结构信息。针尖(尖端直径的典型值为 10 nm)沿样品表面移动并通过在 z 方向上下移动以保持针尖和样品间的相互作用力恒定。三维运动可提供样品表面的形貌图并直接测量在 z 方向的维度,如高度、表面粗糙度和体积等

表 B.2 (续)

	特 性	方 法	测 试 指 导
2.2	颗粒形貌	扫描隧道显微术 (STM)	可揭示与表面电子密度相关的表面原子结构的技术,用一个锥形探针靠近观察对象,通过改变探针尖端的电压产生隧道电流而进行测量。在不同测试点保持恒流模式,可通过栅格化物体表面以记录针尖位置,得到样品表面的 3D 形貌像
		近场扫描光学显微术 (NSOM)	通过在样品表面上机械扫描一个远小于光波长的光学探针,同时探测透射或反射光,并以透射方式成像的技术。检测器离样品表面很近,因此具有高空间分辨率
2.3	福斯 (Fuchs) 表面积	气溶胶电迁移率法	将呈电中性的颗粒通过单极性离子云,通过测量最终的气溶胶电荷,而直接测量气溶胶福斯表面积的方法。当荷电率较低时,气溶胶的电荷正比于福斯 (Fuchs) 表面积
		同位素表面积测定仪	可直接测量气溶胶福斯表面积的仪器。气溶胶通过充电舱室时,由铯源降解产生的铅同位素会粘附在颗粒表面,颗粒经由毛细管输送至收集过滤器。所测量的放射性总量正比于颗粒表面积
2.4	晶粒的平均尺寸和尺寸分布	电子背散射衍射 (EBSD)	用配备背散射衍射相机的扫描电子显微镜 (SEM) 测量晶粒尺寸。电子与样品晶格结构的原子点阵表面相互作用,满足布拉格衍射条件而发生背散射衍射。从图像可推知晶粒尺寸,图像亮度和晶格取向相关
		透射电子显微镜衍射	可测量晶粒尺寸。电子和样品晶体结构的原子点阵表面相互作用,满足布拉格衍射条件而形成衍射条纹。晶格点阵取向不同,所对应的晶粒也不同,从而导致衍射强度不同。由图像可计算晶粒尺寸
2.5	聚集或团聚程度	扫描电子显微镜	静态图像分析方法可参考 ISO 13322-1
2.6	孔隙度	电子显微镜和图像分析	图像放大倍率校准可参考 ISO 16700。静态图像分析方法可参考 ISO 13322-1
2.7	与基质材料兼容性	拉曼光谱	研究分子能级拉曼效应的光谱。拉曼效应包括随散射材料频率特性变化的光散射,代表物质的振动、转动或电子能量变化,从而获得化学键或机械应力状态信息
2.8	在固体基质中的分散性	电子显微镜	图像放大倍率校准可参考 ISO 16700。静态图像分析方法可参考 ISO 13322-1
2.9	表面化学分析		除 EELS 和 AES 外,某些技术在一维方向 (z 轴) 具有纳米尺度的空间分辨率,而在另两个正交方向 (x 和 y 轴) 仅可分辨至微米尺度。故此列出的技术多用于纳米片而不是纳米纤维和纳米颗粒的测量
		俄歇电子谱 (AES) 和扫描俄歇显微术 (SAM)	通过电子光谱仪测量从表面发射的俄歇电子能量分布的技术。AES 指南可参考 ISO/TR 18394 和 ISO 20903
		电子能量损失谱 (EELS)	在对电子透明的样品中,电子束和原子的非弹性相互作用所导致的透射电子的能量分布谱,包含组成和化学键信息。EELS 在 x 和 y 轴具有纳米尺度的分辨率
		离子束分析法 (IBA)	阐释固体材料最外层原子组成和结构的方法,主要检测从表面散射的单能、单电荷探针离子,并作为散射能量或角度之一或两者的函数进行记录

表 B.2 (续)

	特 性	方 法	测 试 指 导
2.9	表面化学分析	二次离子质谱法 (SIMS)	用质谱仪测量通过高能离子溅射产生的二次离子质荷比和丰度的方法,参考 ISO 22048 或 ISO 18114。 SIMS 测量有三个模式:静态、动态和图像 SIMS。静态 SIMS 和动态 SIMS 之间的区别在于一次离子束的离子剂量。静态 SIMS 通过使用足够低的初级离子剂量而进行对表面无明显改变的样品测量。成像 SIMS 是上述功能的扩展,一次离子束栅格化后辐照样品表面,测量表面不同区域溅射离子种类分布
		动态二次离子质谱法 (D-SIMS)	可测量从表面至几微米深度的元素和简单分子的信息。用于元素或分子分布的深度剖析,灵敏度可达 10^{-9}
		飞行时间二次离子质谱法 (ToF-SIMS)	具有高表面敏感性,测试深度仅 1 个~2 个单层(通常 < 2 nm)。分析灵敏度高(通常在痕量检测水平),但不能定量。当通过测定并分析 ToF-SIMS 信号相对强度而获得化学物种在表面浓度的变化时,可开发为半定量的化学特异性分析方法
		全反射 X 射线荧光光谱法 (TXRF)	由一次 X 射线在全反射条件下辐照表面,用 X 射线光谱仪测量从表面发射的荧光 X 射线能量分布的方法
		紫外光电子能谱法 (UPS)	用电子能谱测量由紫外光子照射的表面所发射的光电子能量分布的方法
		X 射线光电子能谱法 (XPS)	测量由 X 射线照射的样品表面所激发的俄歇电子和光电子能量分布的方法。是一种极为灵敏的非破坏性表面分析技术,能提供除氢、氦之外的全部元素的定性和定量表面化学信息。可参考 ISO 20903。 XPS 通常也称为化学分析用电子能谱 (ESCA)
2.10	体相化学分析	辉光放电质谱法 (GDMS)	用质谱测量样品表面上所产生的辉光放电离子的质荷比和离子丰度的方法
		辉光放电发射光谱法 (GDOES)	用发射光谱测量表面上所产生的由辉光放电所激发的光子波长和强度的方法。实际操作宜依据 ISO 14707 中规定的 GDOES 分析
2.11	化学纯度	紫外/可见/近红外 (UV/Vis/Near IR) 光谱法	分别利用紫外、可见和近红外波长区域电磁辐射的吸收光谱技术的组合。吸收光谱法包括测量和比较光束辐射功率与样品作用前后的变化,通常和调制技术联合使用,为了降低系统噪声,常用波长调制,偶用频率调制。仪器由辐射源、检测器和色散元件(如棱镜,或常用衍射光栅)组成,记录强度随波长的变化。商用仪器多采用相同检测器记录三个波长范围内的光谱信息。 单壁碳纳米管 (SWCNTs) 的近红外 (NIR) 光致发光光谱 (PL) 表征可参考 ISO/TS 10867。 通过测量 PL 积分强度和 PL 横截面知识,本方法可拓展用于估算样品中半导体性单壁碳纳米管的相对质量浓度
2.12	单凝聚体破碎强度	—	测量团聚单体破碎强度的技术,正在发展过程中。例如,一个比较大(直径大于 $63 \mu\text{m}$)的团聚单体放置在横梁上,测量团聚体破碎前的载荷-变形曲线

表 B.2 (续)

	特 性	方 法	测 试 指 导
2.13	表面形貌	原子力显微术 (AFM)	用微加工探针机械扫描样品轮廓,对样品表面成像的技术。一个非常尖的针尖(通常尖端直径为 10 nm)沿表面上下(z 轴)移动以保持针尖和样品之间的作用力恒定。通过三维移动可获得表面形貌图。可对高度、表面粗糙度和体积等 z 向维度进行直接测量
		近场扫描光学显微术(NSOM)	一种透射或反射表面成像技术,通过在表面上机械扫描一个尺寸远小于光波长的光学探针,同时监测透射或反射光而实现。由于检测光学元件位于样品表面的光学近场中,从而可实现高空间分辨率的表面检测
		扫描隧道显微术 (STM)	用针形探针接近被观测物体,揭示与表面原子结构相关的表观电子密度的技术。通过改变探针尖端的电位产生隧道电流并进行测量。通过栅格化物体表面并绘制在各检测点保持恒定电流水平时的距离,生成样品表面的三维图像
2.14	纳米纤维的平均直径和直径分布	拉曼光谱	用拉曼效应研究分子能级的光谱。拉曼效应包括随散射基底频率特征改变的光散射,体现了基底在振动、转动或电子能量上的变化。可用拉曼效应来插值确定碳纳米管的直径
		扫描隧道显微术	用于测量单根碳纳米管的直径
2.15	纳米纤维的平均长度和长度分布	扫描电子显微镜	将纤维旋涂到适当的基底上,通过成像测量纤维的长度。图像放大倍率校准可参考 ISO 16700
2.16	纳米纤维的平均长径比和长径比分布	—	纤维的长径比指长度与直径的比值。测量方法可参考 2.14 和 2.15
2.17	平均壁厚和壁厚分布,纳米管的端部结构	透射电子显微镜	厚度可通过对纤维的横截面成像进行测量
2.18	对称性	—	测量碳纳米管对称性的技术,开发中。例如,曾有用扫描隧道显微术,电子背散射衍射和拉曼光谱的报道,但尚未建立普适性的测量技术。ISO/TS 10867 提供了一种测量样品中半导体性单壁碳纳米管的手性指数与相对荧光积分强度的方法

参 考 文 献

- [1] ISO/IEC Guide 50, Safety aspects—Guidelines for child safety
- [2] ISO/IEC Guide 51, Safety aspects—Guidelines for their inclusion in standards
- [3] ISO/IEC Guide 71:2001, Guidelines for standards developers to address the needs of older persons and persons with disabilities
- [4] ISO/IEC Guide 73, Risk management—Vocabulary—Guidelines for use in standards
- [5] ISO 3923-1, Metallic powders—Determination of apparent density—Part 1: Funnel method
- [6] ISO 3923-2, Metallic powders—Determination of apparent density—Part 2: Scott volumeter method
- [7] ISO 3953, Metallic powders—Determination of tap density
- [8] ISO 4490, Metallic powders—Determination of flow rate by means of a calibrated funnel (Hall flowmeter)
- [9] ISO 6721-10, Plastics—Determination of dynamic mechanical properties—Part 10: Complex shear viscosity using a parallel-plate oscillatory rheometer
- [10] ISO/TS 80004-1, Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1: Core Terms
- [11] ISO 9000, Quality management systems—Fundamentals and vocabulary
- [12] ISO 9001, Quality management systems—Requirements
- [13] ISO 9277, Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption—BET method
- [14] ISO/TS 10867, Nanotechnologies—Characterization of single-wall carbon nanotubes using near infrared photoluminescence spectroscopy
- [15] ISO/TR 12885, Nanotechnologies—Health and safety practices in occupational settings relevant to nanotechnologies
- [16] ISO/TR 13121, Nanotechnologies—Nanomaterial risk evaluation
- [17] ISO 13320-1, Particle size analysis—Laser diffraction methods—Part 1: General principles
- [18] ISO 13321:1996, Particle size analysis—Photon correlation spectroscopy
- [19] ISO 13322-1, Particle size analysis—Image analysis methods—Part 1: Static image analysis methods
- [20] EN 13925-1, Non-destructive testing—X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials—Part 1: General principles
- [21] EN 13925-2, Non-destructive testing—X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials—Part 2: Procedures
- [22] EN 13925-3, Non-destructive testing—X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials—Part 3: Instruments
- [23] ISO 14488, Particulate materials—Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties
- [24] ISO 14707, Surface chemical analysis—Glow discharge optical emission spectrometry (GD-OES)—Introduction to use
- [25] ISO 14887, Sample preparation—Dispersing procedures for powders in liquids
- [26] ISO 16700, Microbeam analysis—Scanning electron microscopy—Guidelines for calibrating image magnification

- [27] ISO 18114, Surface chemical analysis—Secondary-ion mass spectrometry—Determination of relative sensitivity factors from ion-implanted reference materials
- [28] ISO/TR 18394, Surface chemical analysis—Auger electron spectroscopy—Derivation of chemical information
- [29] ISO 18753, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)—Determination of absolute density of ceramic powders by pycnometer
- [30] ISO 18754, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)—Determination of density and apparent porosity
- [31] ISO 18757, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)—Determination of specific surface area of ceramic powders by gas adsorption using the BET method
- [32] ISO 20903, Surface chemical analysis—Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy—Methods used to determine peak intensities and information required when reporting results
- [33] ISO 20998-1, Measurement and characterization of particles by acoustic methods—Part 1: Concepts and procedures in ultrasonic attenuation spectroscopy
- [34] ISO 21501-2, Determination of particle size distribution—Single particle light interaction methods—Part 2: Light scattering liquid-borne particle counter
- [35] ISO 22048, Surface chemical analysis—Information format for static secondary-ion mass spectrometry
- [36] ISO 22412, Particle size analysis—Dynamic light scattering (DLS)
- [37] ISO 23145-1, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)—Determination of bulk density of ceramic powders—Part 1: Tap density
- [38] CAN/CSA-Q850-97, Risk Management: Guideline for Decision Makers
- [39] Consumer Product Safety Commission, Handbook for Manufacturing Safer Consumer Products, July 2006, www.cpsc.gov/businfo/intl/handbookenglishaug05.pdf
- [40] Consumer Product Safety Commission, Recall handbook, May 1999, www.cpsc.gov/BUS-INFO/8002.html
- [41] EC, Guidelines for the Notification of Dangerous Consumer Products to the Competent Authorities of the Member States by Producers and Distributors in Accordance with Article 5(3) of Directive 2001/95/EC
ec.europa.eu/consumers/cons_safe/prod_safe/guidelines_documents.pdf
- [42] European Commission, risk Assessment Guidelines for non-food Consumer Products, Draft for Consultation, August 2008,
http://ec.europa.eu/consumers/ipm/risk_assesment_guidelines_non_food.pdf
- [43] IEC's Advisory Committee on Safety—Development of a standard for safety related risk assessment in the area of low voltage.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纳 米 技 术 材 料 规 范 纳 米 物 体 特 性 指 南
GB/T 37156—2018/ISO/TS 12805:2011

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 市 朝 阳 区 和 平 里 西 街 甲 2 号 (100029)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)

网 址 : www.spc.org.cn

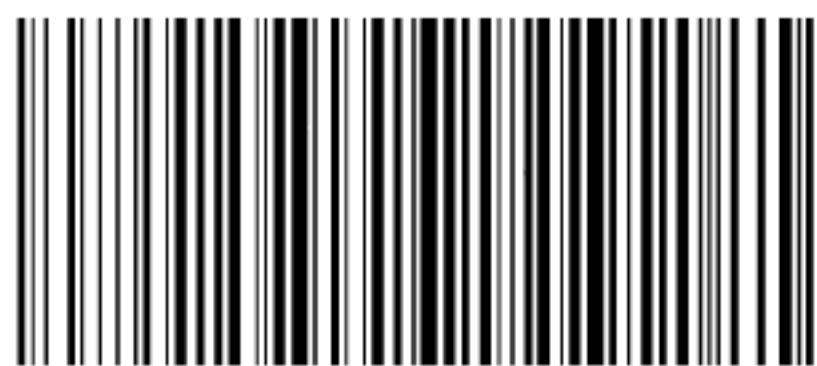
服 务 热 线 : 400-168-0010

2019 年 1 月 第 一 版

*

书 号 : 155066 · 1-61546

版 权 专 有 侵 权 必 究



GB/T 37156-2018