



中华人民共和国国家标准

GB/T 19591—XXXX
代替 GB/T 19591—2004

纳米二氧化钛

Nano-titanium dioxide

征求意见稿

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 19591—2004《纳米二氧化钛》，与GB/T 19591—2004相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了术语和定义（见3）；
- b) 更改了产品分类，增加了产品代号（见5，2004年版的3）；
- c) 修改了指标参数，按照新的产品分类进行调整（见6.2，2004年版的4.2）；
- d) 增加了晶型结构、灼烧失量、振实密度、三氧化二铁、二氧化硅的指标项目及参数（见6.2，2004年版的4.2）；
- e) 删除了堆积密度的指标项目（见6.2，2004年版的4.2）；
- f) 更改了水分的指标项目为105℃挥发物（见6.2，2004年版的4.2）；
- g) 增加了灼烧失量的试验方法（见7.6）；
- h) 增加了气相法二氧化钛pH的试验方法（见7.9.2）；
- i) 增加了振实密度的试验方法（见7.13）；
- j) 增加了三氧化二铁含量的试验方法（见7.17）；
- k) 增加了二氧化硅含量的试验方法（见7.18）。

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件于2004年首次发布，本次为第一次修订。

纳米二氧化钛

1 范围

本文件规定了纳米二氧化钛的分类和代号、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件以及包装、运输、贮存。

本文件适用于纳米二氧化钛。

注：该产品主要用于功能化纤、高档塑料、油漆、油墨、涂料、电子陶瓷、催化剂及其载体等制造领域。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 包装储运图示标志

GB/T 1706—2006 二氧化钛颜料

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB 5009.75 食品安全国家标准 食品添加剂中铅的测定

GB 5009.76 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6678 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 9086—2007 用于色度和光度测量的标准白板

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 20020—2013 气相二氧化硅

GB/T 21354 粉末产品 振实密度测定通用方法

GB/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

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：制剂及及制品的制备

HG/T 4202—2011 非颜料用二氧化钛

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 液相法 liquid phase method

由一种或多种合适的可溶性金属盐类，计量配制成溶液，使各元素呈离子或分子态，再选择一种合适的沉淀剂或用蒸发、升华、水解等操作，使金属离子均匀沉淀或结晶出来，最后将沉淀物或结晶物脱水或者加热分解而得到超细粉体。

注：常见的有水热法、沉淀法、溶胶-凝胶法。

3.2 气相法 gas phase method

通过各种方式使物质汽化，并在气体状态下发生物理或者化学变化，再通过冷却过程使颗粒聚集长大形成超细粉体。

注：常见的有气相沉积法和气相水解法。

4 分子式和相对分子质量

分子式： TiO_2

相对分子质量：79.88（按2018年国际相对原子质量）

5 分类和代号

5.1 分类

5.1.1 按照制备方法的不同纳米二氧化钛可分为液相法（L）和气相法（G）。

注：由于不同工艺制备的纳米二氧化钛在物理、化学、性能等参数方面有较大差异，在选用产品时应关注制备方法。

5.1.2 按照晶体结构组成不同纳米二氧化钛可分为单一晶型和混合晶型。单一晶型用锐钛型（A），金红石型（R）标识。混和晶型用 Mix 标识。

5.2 代号

5.2.1 纳米二氧化钛可以用材料名称、晶型和制备工艺进行标识。

示例：液相法锐钛矿单一晶型纳米二氧化钛，其代号为：Nano-TiO₂-A-L。

5.2.2 企业也可根据自身和用户需求，在此代号基础上增加其他必要参数信息（如：粒径、形貌、比表面积等参数），具体标识由企业自行确定并明示。

6 要求

6.1 外观：白色粉末。

6.2 纳米二氧化钛按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 规定。

表 1

项 目		指 标	
		L	G
晶型结构		报告	
二氧化钛 (TiO ₂ , 以干基计) ^a w/%	≥	90	95
105℃挥发物 w/%	≤	2.0	2.0
灼烧失量 (以干基计) w/%	≤	0.5	2.0
氮吸附 BET 比表面积 ^b / (m ² /g)		标称值×(1±15%)	
白度 (Wh)	≥	90	
悬浮液 pH	100g/L	6.0~8.0	---
	40g/L	---	3.4~4.5
XRD 线宽化法平均晶粒/nm	≤	100	
电镜平均粒径/nm	≤	100	
团聚指数	≤	100	
振实密度/(g/cm ³)	≤	0.2	
砷(As)/(mg/Kg)	≤	5	
铅(Pb)/(mg/Kg)	≤	10	
汞(Hg)/(mg/Kg)	≤	1	
三氧化二铁 (Fe ₂ O ₃) w/%	≤	协商	0.01
二氧化硅 (SiO ₂) w/%	≤	协商	0.2
^a 由于表面涂覆造成二氧化钛的质量分数低于指标值可视为合格, 但其中二氧化钛应为主体物质。			
^b 对于氮吸附 BET 比表面积小于 20 m ² /g 的产品, 其指标由供需双方协商确认。			

7 试验方法

警告: 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。

7.1 试验用试剂和制品

试验用试剂和水, 当未注明其他要求时, 应为分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水。试验用试剂及制品当未注明其他要求时, 均按HG/T 3696.3的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下, 于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 晶型结构的测定

7.3.1 仪器

7.3.1.1 X射线衍射仪。

7.3.1.2 X射线发生器功率：不低于 40 KV/15 mA。

7.3.2 试验步骤

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（锐钛型 25° 左右，金红石型 27° 左右）判断样品的晶型。

7.4 二氧化钛含量的测定

7.4.1 原理

同GB/T 1706—2006第7.1.1条。

7.4.2 试剂或材料

同GB/T 1706—2006第7.1.2条。

7.4.3 仪器设备

同GB/T 1706—2006第7.1.3条。

7.4.4 试验步骤

称取约0.2 g试料A（7.5.2），精确至0.000 2 g，以下按照GB/T 1706—2006中7.1.4.3规定的方法进行测定。

7.4.5 试验数据处理

同GB/T 1706—2006第7.1.5.1条。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2 %。

7.5 105℃挥发物的测定

7.5.1 仪器设备

7.5.1.1 称量瓶： $\Phi 50$ mm×30 mm。

7.5.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

7.5.2 试验步骤

用已于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的称量瓶，称取约 10 g 试样，精确至 0.000 2 g。慢慢摇动称量瓶使试料厚度均匀，置于电热恒温干燥箱中，于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。保留此试料为试料 A 用于二氧化钛、灼烧失量的测定。

7.5.3 试验数据处理

105℃挥发物以质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

7.6 灼烧失量

7.6.1 仪器设备

高温炉：温度能控制在 $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 。

7.6.2 试验步骤

用已于 $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 条件下灼烧至质量恒定的瓷坩埚，称取约 2 g 试料 A (7.5.2)，精确至 0.000 2 g，盖上坩埚盖并留少许空隙，置于高温炉中，于 $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 条件下灼烧至质量恒定，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。

7.6.3 试验数据处理

灼烧失量以质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——灼烧前坩埚和试料质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——灼烧后坩埚和试料质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

7.7 氮吸附 BET 比表面积的测定

称取适量试样，精确至 0.000 2g，以下按照 GB/T 19587 规定的方法进行测定。采用 GB/T 19587 中静态容量法作为仲裁法，脱气条件为 280°C 抽真空脱气 2 h。

7.8 白度的测定

7.8.1 仪器设备

7.8.1.1 白度计：带有标准白度板和工作白度板，分度值 0.2。

7.8.1.2 标准白度板：符合 GB/T 9086—2007 规定的粉体标准白板或无光泽的陶瓷标准白板。

7.8.1.3 工作标准白度板：符合 GB/T 9086—2007 规定的有光泽的陶瓷标准白板。

7.8.2 试验步骤

用定期标定过的标准白度板校正工作标准白度板。用工作标准白度板将白度仪调整至工作状态，将试样均匀地置于粉末皿中，使试样面超过粉末皿约2 cm。用光洁的玻璃板覆盖在试样的表面上，压紧试样，并稍加旋转，移去玻璃板；或用恒压粉体压样器压样。沿水平方向观察试样表面，应无凹凸不平、疵点和斑痕异常情况。

将试样皿置于仪器台上，测定亨特白度值（Wh），读准至0.1；将试样皿在仪器台上旋转90°，测定白度值，读准至0.1；再旋转90°，测定白度值，读准至0.1。三次读数结果极差不得大于0.5。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 1。

7.9 悬浮液 pH 的测定

7.9.1 液相法二氧化钛

7.9.1.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

7.9.1.2 仪器设备

酸度计：精度为0.02 pH单位。配有玻璃电极、饱和甘汞电极或复合电极。

7.9.1.3 试验步骤

称取10.00 g±0.01 g试样，置于250 mL烧杯中，加入约25 °C的100 mL无二氧化碳的水，待试样完全溶解后，以下按照GB/T 23769—2009中8.3规定的步骤进行操作。

7.9.2 气相法二氧化钛

按照 GB/T 20020—2013 附录 E 规定的方法进行测定。

7.10 XRD 线宽化法平均晶粒的测定

7.10.1 试剂和材料

多晶硅标准样品。

7.10.2 仪器设备

7.10.2.1 X 射线衍射仪。

7.10.2.2 X 射线发生器功率：不低于 40 KV/15 mA。

7.10.3 试验步骤

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，用多晶硅标准样品以测定样品的相同方法调剂仪器，测定其111晶面的衍射峰，以多晶硅的 28.4° 半峰宽作基准半峰宽，通过测定样品晶面的衍射峰的半峰宽，用谢乐公式计算平均晶粒。金红石型110晶面的 27° 左右，角度范围从 $25^\circ\sim 29^\circ$ 。锐钛型101晶面的 25° 左右，角度范围从 $23^\circ\sim 27^\circ$ 。

7.11 电镜平均粒径的测定

7.11.1 试剂或材料

乙醇溶液：1+1。

7.11.2 仪器设备

7.11.2.1 超声波分散仪。

7.11.2.2 透射电子显微镜。

7.11.3 试验步骤

称取约0.1g试样，置于150mL烧杯中，加入50mL水，加2滴乙醇溶液，将试样溶液置于超声波分散仪上进行超声分散10 min后，将试样溶液滴在专用铜网上。在约10万放大倍数下，选择颗粒明显、均匀和集中的区域，用照相机拍下电子显微镜图，用计算机软件进行统计处理。也可在照片上用纳米标尺测量不少于200（一般为100个）个颗粒中每个颗粒的长径和短径，取算术平均值。

7.11.4 试验数据处理

电镜平均粒径 d ，数值以纳米（nm）表示，按公式（3）计算：

$$d = \frac{\sum (dl + ds)}{2n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

dl ——微粒的长径，单位为纳米（nm）；

ds ——微粒的短径，单位为纳米（nm）；

n ——量取微粒的个数。

7.12 团聚指数的测定

团聚指数 T ，按公式（4）计算：

$$T = \frac{D}{d} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

D ——按7.10条测得的平均晶粒，单位为纳米（nm）；

d ——按7.11测定的电镜平均粒径，单位为纳米（nm）。

7.13 振实密度的测定

按照GB/T 21354规定的方法进行测定。

7.14 砷含量的测定

7.14.1 试剂和材料

盐酸溶液：1+19。

7.14.2 试验步骤

称取10.00 g \pm 0.01 g试样，置于250 mL烧杯中，加50 mL盐酸溶液，加热至沸，再缓缓地煮沸15min。用离心分离使不溶物沉降。用定性滤纸过滤上层清液，将用过的烧杯和残渣用热水洗涤3次，每次用热水10 mL，用同一滤纸过滤。再用10 mL~15 mL的热水冲洗滤纸，将洗液和滤液合并，冷却后转移至100 mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液A，用于砷、铅、汞的测定。

移取25.0mL试验溶液A，按照GB 5009.76或 GB 5009.11规定的方法进行测定，试验中所用水为GB/T 6682规定的二级水。

7.15 铅含量的测定

移取10.0mL试验溶液A，以下按照GB5009.75或GB 5009.12规定的方法进行测定，试验中所用水为GB/T 6682规定的二级水。

7.16 汞含量的测定

移取10.0mL试验溶液A，以下按照GB 5009.17规定的方法进行测定，试验中所用水为GB/T 6682规定的二级水。

7.17 三氧化二铁含量的测定

按照HG/T 4202—2011第6.5条规定的方法进行测定。

7.18 二氧化硅含量的测定

按照HG/T 4202—2011第6.6条规定的方法进行测定。

8 检验规则

8.1 型式检验和出厂检验应符合下列规定：

- a) 第6章规定的所有指标项目为型式检验项目，除有下列情况之一时应进行型式检验外，正常情况下每六个月应至少进行一次型式检验：

- 更新关键设备和生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大的差异；
- 合同规定。

b) 第 6 章规定的晶型结构、二氧化钛含量、105 °C 挥发物、灼烧失量、氮吸附 BET 比表面积、白度 (Wh)、悬浮液 pH 共 7 项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 出厂检验时，应选取生产条件基本相同，连续生产或同一班组生产的同一类别的纳米二氧化钛为一批。每批产品不超过 10 t。

8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

8.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法对检验结果进行判定。所有检验结果符合本文件要求，则该批产品合格。

8.5 检验结果如有指标不符合第 6 章规定的指标要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复检，复检结果即使只有一项指标不符合本文件要求，则该批产品为不合格。

9 标志和随行文件

9.1 纳米二氧化钛包装上要有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB/T 191 规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的纳米二氧化钛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、净含量、批号或生产日期、检验结果和本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 纳米二氧化钛应采用以下包装方式：

- a) 双层包装：外包装采用塑料编织袋或塑料桶，内包装采用双层聚乙烯塑料薄膜袋，内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧，或用与其相当的其他方式封口；外包装采用塑料编织袋，外袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳牢固缝合。外包装采用双层桶盖的塑料桶，内盖扣严，外盖旋紧。每袋净含量 5 kg 或 10 kg；
- b) 单层包装：采用纸塑复合牛皮纸袋，牢固缝合，每袋净含量 5 kg 或 10 kg；
- c) 根据用户要求协商确定包装形式及净含量。

- 10.2 纳米二氧化钛在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮。
 - 10.3 纳米二氧化钛应贮存在阴凉干燥处，防止日晒、雨淋、受潮。
 - 10.4 纳米二氧化钛应避免与碱类及酸类物品混贮、混运。
-