



中华人民共和国国家标准

GB/T 43263—2023/ISO/TR 19716:2016

纳米技术 纤维素纳米晶的表征方法

Nanotechnologies—Characterization of cellulose nanocrystals

(ISO/TR 19716:2016, IDT)

2023-11-27 发布

2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 符号和缩略语	2
5 纤维素纳米晶的制备	3
6 组成	5
6.1 化学组成	5
6.2 表面官能团	5
6.2.1 硫酸半酯的测定	5
6.2.2 羧酸含量的测定	8
6.3 聚合度	9
6.4 结晶度	10
6.4.1 概述	10
6.4.2 X射线衍射	10
6.4.3 核磁共振	12
6.4.4 振动光谱	13
6.4.5 纤维素纳米晶结晶度的测量	14
6.5 水分含量	15
6.6 杂质	15
6.6.1 概述	15
6.6.2 源自纤维素生物质的残留杂质	16
6.6.3 金属离子	16
6.6.4 X射线光电子能谱法检测杂质	16
7 纤维素纳米晶形貌	17
7.1 显微镜得到的长度和宽度分布	17
7.1.1 概述	17
7.1.2 电子显微镜	18
7.1.3 原子力显微镜	19
7.1.4 图像分析	21
7.1.5 纤维素纳米晶的显微尺寸分布	22
7.2 动态光散射测量粒度	25

8 纤维素纳米晶表面特性·····	27
8.1 比表面积·····	27
8.2 表面电荷·····	28
9 其他特性的表征·····	28
9.1 热稳定性·····	28
9.2 黏度·····	30
10 结论·····	30
参考文献·····	32

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。

本文件等同采用 ISO/TR 19716:2016《纳米技术 纤维素纳米晶的表征方法》，文件类型由 ISO 的技术报告调整为我国的国家标准。

本文件增加了“规范性引用文件”一章。

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。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本文件起草单位：国家纳米科学中心、东北林业大学。

本文件主要起草人：郭玉婷、葛广路、陈文帅、陈岚、于海鹏。

引 言

纤维素纳米材料,包括纤维素纳米晶和纤维素纳米纤丝。纤维素纳米晶是通过强酸水解、化学或酶氧化等方法从树木等植物的纤维素中提取的^[1-3]。纤维素纳米晶作为一种新型的可持续聚合物纳米材料,主要是从木浆等可持续的资源中制得,且其大量生产以及相关加工设备得到不断完善,增加了纤维素纳米晶的商业化开发可行性。纤维素纳米晶和纤维素纳米纤丝在一些国家是以中试、预商业化或商业化规模生产的。根据预计的应用领域和市场渗透率,纤维素纳米材料的全球产量每年达3 500万吨^[4,5]。为了对纤维素纳米晶进行认证以实现商业开发和应用,需要制定纤维素纳米晶的表征方法标准。

纤维素纳米晶是一种具有较高长径比、高比表面积和机械强度,并自组装成具有独特光学性质手性向列相的棒状纳米材料。它们的长度小于纤维素纳米纤丝,但具有更高的结晶度。由于具备上述性质,以及能通过调控纤维素纳米晶表面电荷和化学性质使其分散于各种基质之中,纤维素纳米晶在许多领域均表现出潜在的应用价值,包括纳米复合材料、涂料与黏合剂、光学薄膜与器件、流变改性剂、催化剂和生物医学产品等。本文件描述了与纤维素纳米晶表征相关的样品制备、数据采集与数据分析/解释等信息,包括以下性质:组成(结晶度、表面官能团和聚合度)、形貌、表面特征、黏度与热稳定性等,预期对纤维素纳米晶商业化产品的开发具有重要作用。本文件描述了用于表征特定性质的各种方法,但没有推荐标准方法或提供这些技术的详细信息。本文件范围仅限于生产的纤维素纳米晶,不包括生产后改性的纤维素纳米晶或纤维素纳米晶增强材料或产品。

纳米技术 纤维素纳米晶的表征方法

1 范围

本文件描述了常用的纤维素纳米晶的表征方法,包括样品制备、测量方法和数据分析,涵盖了用于商业生产和应用的纤维素纳米晶表征的部分测量指标,包括纤维素纳米晶组成、形貌、表面和其他特性。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

团聚体 agglomerate

弱束缚颗粒的堆积体、聚集体或二者的混合体,其外表面积与其单个颗粒的表面积的总和相近。

注 1: 支撑团聚体的作用力都是弱力,如范德华力或简单的物理缠结。

注 2: 团聚体也被称为次级颗粒,而源颗粒则被称为初级颗粒。

[来源:ISO/TS 80004-2:2015,3.3]

3.2

聚集体 aggregate

强束缚或融合在一起的颗粒构成的新颗粒,其外表面积可能显著小于其单个颗粒表面积的总和。

注 1: 支撑聚集体的力都是强作用力,如共价键或源于烧结或复杂的物理缠结。

注 2: 聚集体也被称为次级颗粒,而源颗粒则被称为初级颗粒。

[来源:ISO/TS 80004-2:2015,3.4]

3.3

纳米晶 nanocrystal

纳米晶体

具有晶体结构的纳米物体。

[来源:ISO/TS 80004-2:2015,4.15]

3.4

纳米纤维 nanofibre

两个维度外部尺寸相近且处于纳米尺度,剩余一个维度外部尺寸明显大于其他两个维度尺寸的纳米物体。

注 1: 最长的外部尺寸不一定在纳米尺度。

注 2: 也能使用纳米纤丝和纳米丝这两个术语。

3.5

纳米物体 nano-object

一维、二维或三维外部尺寸处于纳米尺度的物体。

注: 用于所有分立的纳米尺度物体的通用术语。

[来源:ISO/TS 80004-2:2015,2.2]