



中华人民共和国国家标准

GB/T 13221—2004
代替 GB/T 13221—1991

纳米粉末粒度分布的测定 X 射线小角散射法

**Nanometer powder—Determination of particle size distribution—
Small angle X-ray scattering method**

(ISO/TS 13762:2001, Particle size analysis—Small angle X-ray
scattering method, MOD)

2004-09-29 发布

2005-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准修改采用 ISO/TS 13762:2001《粒度分析 X 射线小角散射法》。

本标准代替 GB/T 13221—1991《超细粉末粒度分布的测定 X 射线小角散射法》。

本标准在附录 A 中列出了本标准条款和国际标准条款的对照一览表。

本标准在采用国际标准时进行了修改,在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(TC243/SC4)归口。

本标准起草单位:钢铁研究总院。

本标准主要起草人:张晋远、郑毅、柳春兰、方建峰、朱瑞珍、金成海、张宪铭。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

——GB/T 13221—1991。

引 言

X 射线小角散射(SAXS)系发生于原光束附近 0 至几度范围内的相干散射现象,物质内部尺度在 1 纳米至数百纳米范围内的电子密度的起伏是产生这种散射效应的根本原因。利用 SAXS 技术可以表征物质的长周期、准周期结构和测定纳米粉末的粒度分布。广泛应用于尺度属纳米级的各种金属、无机非金属、有机聚合物粉末以及生物大分子、胶体溶液、磁性液体等颗粒尺寸分布的测定;也可对各种材料中的纳米级孔洞、偏聚区、析出相等的尺寸进行分析研究。其粒度分析结果所反应的既非晶粒亦非团粒,而是一次颗粒的尺寸,在测定中参与散射的颗粒数一般高达数亿个,在统计上有充分的代表性;其制样方法相对比较简单,对颗粒分散的要求也不像其他方法那样严格。

当然,X 射线小角散射法也有它的局限性:首先,它本身不能有效地区分来自颗粒或微孔的散射;其次,对于密集的散射体系,会发生颗粒散射之间的干涉效应,将导致测量结果有所偏低。

众所周知,X 射线对人体是有可能造成伤害的,本标准不是要规定有关 X 射线小角散射测量的所有安全问题;而是要求操作者在实验工作前,应当接受必要的技术和安全培训,并在操作过程中严格遵守相应的安全防护规程。

纳米粉末粒度分布的测定

X 射线小角散射法

1 范围

本标准规定了利用 X 射线小角散射效应测定纳米粉末粒度分布的方法。

本标准适用于测定颗粒尺寸在 1 nm~300 nm 范围内的粉末的粒度分布,对于无机、有机溶胶及生物大分子粒度的测定,也可参照执行。

当粉末的颗粒形状偏离球形时,本方法给出的为等效散射球直径。

本方法不适用于由不同材质的颗粒组成的混合粉末;一般也不适用于有微孔存在的粉末,但当微孔尺寸为纳米级而颗粒(或骨架)尺寸在 0.5 μm 以上时,可以用来测定相应的孔径分布。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ISO 9276-1 粒度分析结果的表示 第 1 部分:图解表示法

ISO 9276-2 粒度分析结果的表示 第 2 部分:由粒度分布计算平均粒度/直径和各次矩

3 符号与缩略语

SAXS X 射线小角散射

x 粒度,球直径

x_{SAXS} 等效散射球直径:与所测颗粒具有相同散射效应的球体的直径

Δx_j 第 j 个粒度间隔的宽度, $\Delta x_j = x_j - x_{j-1}$

n 粒度分级总数

$\bar{q}_{3,j}$ 第 j 个粒度间隔 Δx_j 内以体积为权频度分布的均值

$\Delta Q_{3,j}$ 落在粒度间隔 Δx_j 范围内的体积分数(以 % 表示), $\Delta Q_{3,j} = \bar{q}_{3,j} \cdot \Delta x_j$

$Q_{3,j}$ 粒度 $x \leq x_j$ 的累积体积分数(以 % 表示)

\bar{X}_V 以体积为权的平均粒径, $\bar{X}_V = \sum_{j=1}^n \Delta Q_{3,j} (x_{j-1} + x_j) / 2$

$X_{50,V}$ 体积分布累积中位粒径

S_V 以体积为权的粒度分布散度

ϵ 散射角

$I(\epsilon)$ 样品在 ϵ 处的散射强度

$\Phi(\zeta)$ 球形颗粒的散射函数: $\Phi(\zeta) = 3(\sin \zeta - \zeta \cos \zeta) / \zeta^3$, $\zeta = \frac{\pi x}{\lambda} (\epsilon^2 + t^2)^{1/2}$

λ 入射 X 射线的波长

t 沿狭缝高度方向的角变量

$F(t)$ 沿狭缝高度方向的狭缝权重函数

x_0 最小颗粒直径