



中华人民共和国国家标准

GB/T 32868—2016/ISO/TS 11308:2011

纳米技术 单壁碳纳米管的热重表征方法

Nanotechnologies—Characterization of single-wall carbon nanotubes using
thermogravimetric analysis

(ISO/TS 11308:2011, IDT)

2016-08-29 发布

2017-03-01 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

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 缩略语和符号	2
5 TGA 原理	2
5.1 测量	2
5.2 放热与吸热反应	2
6 样品制备	2
6.1 坩埚选择	2
6.2 样品用量	3
6.3 样品压制	3
7 测试方法	3
8 数据分析与结果	4
8.1 概述	4
8.2 非碳含量	4
8.3 组成	4
8.4 热稳定性	4
8.5 均一性	4
8.6 纯度	4
8.7 品质	4
9 不确定度	5
10 测试报告	5
附录 A (资料性附录) 研究示例	6
附录 B (资料性附录) 热重分析操作参数的影响	13
参考文献	16

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国际标准 ISO/TS 11308:2011《纳米技术 单壁碳纳米管的热重表征方法》。

本标准做了如下编辑性修改：

- 根据字母顺序对第 4 章的缩略语和符号进行了重新排序；
- 把非法定计量单位转化为国际法定计量单位(1 ton=1 kg)。

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。

本标准负责起草单位：国家纳米科学中心。

本标准主要起草人：朴玲钰、常怀秋、高洁。

引 言

单壁碳纳米管(single-wall carbon nanotubes,简称 SWCNTs)是碳的一种同素异形体,由于几何结构的特殊性具有独特的机械、热和电子特性^[1-5]。单壁碳纳米管可以通过不同的方法合成,包括脉冲激光蒸发法、电弧放电法、一氧化碳(CO)高压歧化法和化学气相沉积法^[6-8]。一般,这些方法合成的是单壁碳纳米管和杂质的混合物,需要做后续纯化处理。通常观察到的杂质包括其他形式的碳,如富勒烯、无定形碳、石墨碳和多壁碳纳米管(multiwall carbon nanotubes,简称 MWCNTs),也有一些残余的金属催化剂纳米颗粒。纯化可以通过气化、化学和/或热氧化进行^[9-12]。

热重分析(thermogravimetric analysis,简称 TGA)是一种评价制备和纯化后单壁碳纳米管样品杂质水平的技术^[13-22]。TGA 是测量温度变化时样品的质量变化,广泛用于评价与结构裂解、氧化、腐蚀、水分吸附/解吸和气体逸出相关的反应动力学。对于一个给定的样品,通过评价反应动力学,可以定性或定量确定不同组分的相对比例。对于含单壁碳纳米管的样品,TGA 通常用来量化非挥发性杂质的含量(例如金属催化剂颗粒)。TGA 也可用于评价热稳定性(测试含有一种或多种类型碳)。然而,单独使用 TGA 无法最终量化材料中含碳产物的相对比例。因此,由 TGA 获得的信息是对其他分析技术的补充,以达到对含单壁碳纳米管样品整体纯度与品质的评价。

此外,TGA 也应用于多壁碳纳米管^[24-28]和少层碳纳米管的制备过程、质量控制^[23]和表征^[29]。

纳米技术 单壁碳纳米管的热重表征方法

1 范围

本标准规定了在空气气氛下使用 TGA 对含单壁碳纳米管样品进行表征的方法。

本标准适用于通过定量测试材料中非碳杂质(如金属催化剂)含量进行单壁碳纳米管样品的纯度评价,和对含单壁碳纳米管样品热稳定性和均一性进行品质评价。

本标准不适用于确认单壁碳纳米管的存在和核实金属杂质组成。

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 80004-3 纳米技术 术语 第 3 部分:碳纳米物质(Nanotechnologies—Vocabulary—Part 3:Carbon nano-objects)

3 术语和定义

ISO/TS 80004-3 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

主要氧化温度 primary oxidation temperature

微分热重曲线上最强峰出现处的温度。

3.2

热稳定性 thermal stability

在空气(即含氧)气氛下大部分碳氧化的温度,指主要氧化温度。

3.3

均一性 homogeneity

利用 TGA 反复测量少量样品,以确定一个较大样品中全部组成(碳纳米管及杂质)均匀分布情况。

3.4

组成 constituents

单壁碳纳米管样品中包含的不同组分。

注:单壁碳纳米管样品经常含有不同形式的碳和非碳材料,可以通过 TGA 曲线中的氧化峰和剩余量进行识别。

3.5

单一性 monotypic

材料中只含有一种类型的碳纳米材料。

注:典型的单壁碳纳米管样品含有多种碳纳米材料,包括无定形碳、富勒烯、单壁碳纳米管和多壁碳纳米管。

3.6

纯度 purity

给定样品中单壁碳纳米管的百分数(重量百分比或质量百分比)。

注:单独使用 TGA 不能对样品中各组分的相对含量和所有含碳产物进行量化,但可以定量非挥发性杂质(例如金属催化剂)水平。