ICS 71.060.20
CCS G 13

中华人民共和国国家标准

GB/T 19591—2023
代替 GB/T 19591—2004

纳米二氧化钛

Nano-titanium dioxide

2023-09-07 发布　　2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

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) 增加了术语和定义一章(见第3章)；
b) 更改了分类(见5.1，2004年版的第3章)；
c) 增加了代号(见5.2)；
d) 更改了指标参数，按照新的产品分类进行调整，更改了水分的指标项目为105 ℃挥发物(见6.2，2004年版的4.2)，增加了振实密度、三氧化二铁的指标项目及参数(见6.2)，删除了堆密度的指标项目(见2004年版的4.2)；
e) 更改水分测定为105 ℃挥发物测定的试验方法(见7.5，2004年版的5.12)；
f) 增加了气相法二氧化钛pH值测定的试验方法(见7.8.2)；
g) 增加了振实密度的试验方法(见7.12)；
h) 更改了砷含量测定的试验方法(见7.13，2004年版的5.10)；
i) 更改了铅含量测定的试验方法(见7.14，2004年版的5.11)；
j) 更改了汞含量测定的试验方法(见7.15，2004年版的5.9)；
k) 增加了三氧化二铁含量测定的试验方法(见7.16)；
l) 删除了堆密度测定的试验方法(见2004年版的5.15)。

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(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：广州汇富研究院有限公司、湖北天瓷电子材料有限公司、江苏河海纳米科技股份有限公司、广东普本纳米科技有限公司、河北惠尔信新材料股份有限公司、山东金海钛业资源科技有限公司、广州创天电子科技有限公司、宣城晶瑞新材料有限公司、广东中瀚生物科技有限公司、中国科学院过程工程研究所、中海油天津化工研究设计院有限公司、天津海关工业产品安全技术中心。

本文件主要起草人：吴春蕾、资美勇、徐斌海、张军、王归所、陈金国、吴浩、徐勇、邓燕民、王丹、芮雪、杜海晶、赵美敬、李霞、李子栒、李秀平。

本文件于2004年首次发布，本次为第一次修订。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

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。

本文件适用于未改性未涂覆的纳米二氧化钛。

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—2008 包装储运图示标志

GB/T 1706—2006 二氧化钛颜料

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

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

GB/T 23947.2 无机化工产品中砷测定的通用方法 第 2 部分：砷斑法

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：制剂及制品的制备

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

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

适的沉淀剂或经蒸发、升华、水解等操作，使金属离子以化合物形式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的方法。

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的方法。

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：79.87(按 2022 年国际相对原子质量)。

5 分类和代号

5.1 分类

5.1.1 纳米二氧化钛按照制备方法的不同产品可分为两类：

——液相法产品(L)；

——气相法产品(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，在选用产品时需关注制备方法。

5.1.2 纳米二氧化钛按照晶体结构组成不同可分为两型：

——单一晶型；

——混合晶型。

注：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 纳米二氧化钛代号可用材料名称、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-TiO_2-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 纳米二氧化钛应符合表 1 规定。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 1

项目		指标	
		L	G
二氧化钛(TiO_2,以干基计)w/%		≥90	≥95
105 ℃挥发物 w/%		≤2.0	
氮吸附 BET 比表面积[a]/(m^2/g)		标称值×(1±15%)	
白度(Wh)		≥90	
pH 值	100 g/L 悬浮液	6.0～9.0	—
	40 g/L 悬浮液	—	3.4～4.5
X 射线衍射(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)		协商	
砷(As)/(mg/kg)		≤5	
铅(Pb)/(mg/kg)		≤10	
汞(Hg)/(mg/kg)		≤1	
三氧化二铁(Fe_2O_3)w/%		协商	≤0.02
[a] 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,严重者应立即就医。

7.1 一般规定

本文件试验中所用的试剂和水,当未注明其他要求时,应为分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中表 1 规定的三级水。试验中所用的制剂及制品,当未注明其他要求时,应按 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

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

范围内得到最大值，角度范围 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

按 GB/T 1706—2006 中 7.1.1。

7.4.2 试剂或材料

按 GB/T 1706—2006 中 7.1.2。

7.4.3 仪器设备

按 GB/T 1706—2006 中 7.1.3。

7.4.4 试验步骤

称取约 0.2 g 试料 A（见 7.5.2），精确至 0.000 2 g，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

按 GB/T 1706—2006 中 7.1.5.1。

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：ϕ50 mm×30 mm。

7.5.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 ℃±2 ℃。

7.5.2 试验步骤

用已于 105 ℃±2 ℃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 ℃±2 ℃条件下干燥不少于 2 h，取出置于干燥器中冷却至室温称量，重复以上操作至前后两次质量差不超过 5 mg，即为质量恒定，再次加热时间不少于 30 min，取较低的称量值。保留此试料为试料 A，用于二氧化钛含量的测定。

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：

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

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%。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

7.6 氮吸附 BET 比表面积的测定

称取适量试样，精确至 0.000 2 g，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 ℃抽真空脱气 2 h。

7.7 白度的测定

7.7.1 仪器设备

7.7.1.1 白度计：带有标准白度板和工作白度板，分度值 0.2。

7.7.1.2 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。

7.7.1.3 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。

7.7.2 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，测定白度(Wh)，读准至 0.1；将试样皿在仪器台上旋转 90°，测定白度，读准至 0.1；再旋转 90°，测定白度，读准至 0.1。三次读数结果极差不应大于 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。

7.8 pH 值的测定

7.8.1 液相法二氧化钛

7.8.1.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

7.8.1.2 仪器设备

酸度计：精度为 0.02。配有玻璃电极、饱和甘汞电极或复合电极。

7.8.1.3 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 ℃的 100 mL 无二氧化碳的水，待试样完全溶解后，按照 GB/T 23769—2009 中 8.3 规定的方法进行测定。

7.8.2 气相法二氧化钛

按照 GB/T 20020—2013 中附录 E 规定的方法进行测定。

7.9 XRD 线宽化法平均晶粒的测定

7.9.1 试剂和材料

多晶硅标准样品。

7.9.2 仪器设备

7.9.2.1 X 射线衍射仪。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

7.9.2.2 X射线发生器功率：不低于40 kV/15 mA。

7.9.3 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25°～29°。锐钛型101晶面的25°左右，角度范围23°～27°。

7.10 电镜平均粒径的测定

7.10.1 试剂或材料

乙醇溶液：1+1。

7.10.2 仪器设备

7.10.2.1 超声波分散仪。

7.10.2.2 透射电子显微镜。

7.10.3 试验步骤

称取约0.1 g试样，置于150 mL烧杯中，加入50 mL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，用照相机摄下电子显微镜图，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100个颗粒中每个颗粒的长径和短径，取算术平均值。

7.10.4 试验数据处理

电镜平均粒径d，以纳米(nm)表示，按公式(2)计算：

$$d=\frac{\sum(d_l+d_s)}{2n} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

d_l ——微粒的长径，单位为纳米(nm)；

d_s ——微粒的短径，单位为纳米(nm)；

n ——量取微粒的个数。

7.11 团聚指数的测定

7.11.1 仪器设备

7.11.1.1 激光粒度分析仪：测量范围0.02 μm～100 μm。

7.11.1.2 超声波分散仪。

7.11.2 试验步骤

称取约0.05 g试样，置于50 mL烧杯中，加入10 mL～20 mL水，将试样溶液置于超声波分散仪上进行超声分散10 min后，按激光粒度分析仪操作步骤测定试样的平均粒径(D)，由7.9获得平均晶粒作为一次粒子的平均粒径(e)。

7.11.3 试验数据处理

团聚指数T，按公式(3)计算：

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

$$T=\frac{D}{e} \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

D ——分散后按激光粒度分析仪操作步骤测定的试样的平均粒径，单位为纳米(nm)；

e ——按 7.9 获得的一次粒子的平均粒径，单位为纳米(nm)。

7.12 振实密度的测定

按照 GB/T 21354 规定的方法进行测定。

7.13 砷含量的测定

7.13.1 试剂和材料

盐酸溶液：1+19。

7.13.2 试验步骤

称取 10.00 g±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 15 min。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 25.0 mL 试验溶液 A，按照 GB 5009.11 或 GB 5009.76 或 GB/T 23947.2 规定的方法进行测定，试验中所用水为 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

7.14 铅含量的测定

移取适量试验溶液 A(见 7.13.2)，按照 GB 5009.12 或 GB 5009.75 规定的方法进行测定，试验中所用水为 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

7.15 汞含量的测定

移取适量试验溶液 A(见 7.13.2)，按照 GB 5009.17 规定的方法进行测定，试验中所用水为 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

7.16 三氧化二铁含量的测定

7.16.1 原理

用盐酸羟胺将试液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+}，在 pH 值为 2～9 时，Fe^{2+} 与 1,10-菲啰啉生成橙红色络合物，在分光光度计最大吸收波长 510 nm 处测定其吸光度。

7.16.2 试剂或材料

7.16.2.1 硫酸。

7.16.2.2 硫酸铵。

7.16.2.3 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

7.16.2.4 酒石酸钾钠溶液：300 g/L。

7.16.2.5 其他按 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

7.16.3 仪器设备

按 GB/T 3049—2006 中第 5 章。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

7.16.4 试验步骤

7.16.4.1 标准曲线的绘制

按照 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定，按铁含量为 10 μg～100 μg 标准曲线的要求，分别移取相应的铁标准溶液，加适量的水，加 5 mL 酒石酸钾钠溶液，用盐酸溶液调节 pH 值≈2(用精密 pH 试纸检验)。加 2.5 mL 盐酸羟胺溶液，10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液及 5 mL 1,10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 30 min 后，使用 4 cm 或 5 cm 比色皿，用水调零，在分光光度计上于波长 510 nm 处测其吸光度。从每个标准比色溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度，以铁质量为横坐标，所对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.16.4.2 试验

称取约 0.2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 干燥的烧杯中，加 3 g 硫酸铵和 10 mL 硫酸，混匀，置于电炉上慢慢加热，至试样全部溶解至澄清，冷却后全部转移至 100 mL 容量瓶中，按 7.16.4.1 从“加 5 mL 酒石酸钾钠溶液……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从标准曲线上查出相应的铁质量。

7.16.5 试验数据处理

三氧化二铁含量以三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数 w_2 计，按公式(4)计算：

$$w_2=\frac{[(m_3-m_4)/1\ 000]\times 1.430}{m}\times 100\% \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：

m_3 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_4 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)；

1.430 ——铁换算为三氧化二铁的系数。

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 0.003%。

8 检验规则

8.1 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，正常生产情况下，每 6 个月应至少进行一次型式检验：

a) 更新关键设备和生产工艺；

b) 主要原料有变化；

c) 停产又恢复生产；

d) 与上次型式检验有较大的差异。

8.2 第 6 章规定的二氧化钛含量、105 ℃挥发物、氮吸附 BET 比表面积、白度(Wh)、pH 值共 5 项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

8.3 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型的纳米二氧化钛为一批。每批产品不超过 10 t。

8.4 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。将采出的样品混匀后，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。瓶或袋上粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、类别、型号、批号、采样日期和采样者

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

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。

8.5 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。

8.6 检验结果如有指标不符合本文件要求时，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应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、型号、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB/T 191—2008 中第 2 章规定的“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、型号、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 纳米二氧化钛的内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，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；外包装采用复合纸袋、纸箱、纸桶或塑料桶包装。每袋净含量 5 kg、10 kg 或 25 kg。或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。运输工具应清洁、干燥。

10.3 纳米二氧化钛应贮存在通风、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运、混贮。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载