

中国标准出版社第五编辑室 编

纳米技术标准汇编

(第2版)



 中国标准出版社

纳米技术标准汇编

(第2版)

中国标准出版社第五编辑室 编

中国标准出版社

北京

纳米技术标准汇编

(第二集)

图书在版编目(CIP)数据

纳米技术标准汇编/中国标准出版社第五编辑室编.

—2版. —北京:中国标准出版社,2010

ISBN 978-7-5066-5973-4

I. ①纳… II. ①中… III. ①纳米材料-标准-汇编-中国 IV. ①TB383-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 170275 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 29.75 字数 871 千字

2010 年 9 月第二版 2010 年 9 月第二次印刷

*

定价 155.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

第2版出版说明

本汇编收集了截至2010年6月底批准、发布的纳米国家标准共37项。与前一版相比,新增标准10项,修订标准5项。

本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(强制性或推荐性),年号用四位数字表示。由于所收录标准的发布年代不尽相同,我们对标准中所涉及到的有关量和单位的表示方法未做统一改动。

本书可供与纳米技术相关的科研、生产、检验的技术人员和各管理部门的相关人员使用,也可供大中专院校相关专业的师生参考。

编者

2010年6月

第1版出版说明

随着纳米技术的飞速发展,纳米材料及纳米检测技术在信息、医疗、制药、航天、化工、建材、农业、环保等行业有了越来越广泛的应用。纳米标准化工作也取得了较好的成绩,纳米材料及纳米检测方法标准体系都已初步建立并逐步完善。为满足生产企业、监督检验部门、行业管理部门、科研机构等各级使用单位的需要,我们整理出版了本汇编。

本汇编收集了截至2007年12月底批准、发布的纳米国家标准以及与纳米技术密切相关的其他标准共27项。

本汇编系首次出版发行,收入的标准均为现行有效标准。但是,由于客观情况变化,各使用单位在参照执行时,应注意个别标准的修订情况。本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(强制性或推荐性),年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些国家标准时,其属性以目录标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。由于所收录标准的发布年代不尽相同,我们对标准中所涉及到的有关量和单位的表示方法未做统一改动。

本书可供与纳米技术相关的科研、生产、检验的技术人员和各管理部门的相关人员使用,也可供大中专院校相关专业的师生参考。

编 者

2008年1月

目 录

一、基础标准

GB/T 17507—2008	透射电子显微镜 X 射线能谱分析生物薄标样的通用技术条件	3
GB/T 18735—2002	分析电镜(AEM/EDS)纳米薄标样通用规范	11
GB/T 19619—2004	纳米材料术语	17

二、产品标准

GB/T 19345—2003	非晶、纳米晶软磁合金带材	33
GB/T 19588—2004	纳米镍粉	41
GB/T 19589—2004	纳米氧化锌	47
GB/T 19590—2004	超微细碳酸钙	57
GB/T 19591—2004	纳米二氧化钛	63
GB/T 24491—2009	多壁碳纳米管	73

三、试验方法标准

GB/T 6524—2003	金属粉末 粒度分布的测量 重力沉降光透法	83
GB/T 10722—2003	炭黑 总表面积和外面积的测定 氮吸附法	99
GB/T 11847—2008	二氧化钛粉末比表面积测定 BET 容量法	109
GB/T 12334—2001	金属和其他非有机覆盖层 关于厚度测量的定义和一般规则	118
GB/T 13221—2004	纳米粉末粒度分布的测定 X 射线小角散射法	123
GB/T 13390—2008	金属粉末比表面积测定 氮吸附法	137
GB/T 18873—2008	生物薄试样的透射电子显微镜-X 射线能谱定量分析通则	149
GB/T 18907—2002	透射电子显微镜选区电子衍射分析方法	157
GB/T 19077.1—2008	粒度分析 激光衍射法 第1部分:通则	171
GB/T 19346—2003	非晶纳米晶软磁合金交流磁性能测试方法	201
GB/T 19587—2004	气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积	209
GB/T 19627—2005	粒度分析 光子相关光谱法	221
GB/T 19921—2005	硅抛光片表面颗粒测试方法	246
GB/T 19922—2005	硅片局部平整度非接触式标准测试方法	256
GB/T 20099—2006	样品制备 粉末在液体中的分散方法	265
GB/T 20170.1—2006	稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物粒度分布的测定	291
GB/T 20170.2—2006	稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物比表面积测定	301
GB/T 20307—2006	纳米级长度的扫描电镜测量方法通则	309
GB/T 20725—2006	波谱法定性点分析电子探针显微分析导则	324
GB/T 21510—2008	纳米无机材料抗菌性能检测方法	335
GB/T 22458—2008	仪器化纳米压入试验方法通则	345
GB/T 22462—2008	钢表面纳米、亚微米尺度薄膜 元素深度分布的定量测定 辉光放电原子	

	发射光谱法	383
	纳米技术处理服装	397
GB/T 22925—2009	纳米材料晶粒尺寸及微观应变的测定 X 射线衍射线宽化法	411
GB/T 23413—2009	金纳米棒表征 第 1 部分:紫外/可见/近红外吸收光谱方法	422
GB/T 24369.1—2009	硒化镉量子点纳米晶体表征 紫外-可见吸收光谱方法	434
GB/T 24370—2009	多壁碳纳米管纯度的测量方法	449
GB/T 24490—2009	一维纳米材料的基本结构 高分辨透射电子显微镜检测方法	459
GB/Z 21738—2008		



一、基础标准





中华人民共和国国家标准

GB/T 17507—2008
代替 GB/T 17507—1998

透射电子显微镜 X 射线能谱 分析生物薄标样的通用技术条件

General specification of thin biological standards for
X-ray EDS microanalysis in transmission electron microscope

2008-06-16 发布

2009-03-01 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

引 言

X射线微区成分分析技术在生物医学领域内已得到越来越广泛的应用,与此相适应的X射线微区成分分析标准化工作也显示出其重要性。对于生物医学领域,X射线微区成分分析主要用于薄生物样品中的元素分析。生物组织中的元素浓度较低,主要以可溶性元素(如钾、钠、钙、镁、磷、硫、氯等)的方式存在于生物组织中。生物组织与金属、矿石材料差别很大,其分析方法有很大不同,不能以现有的金属、矿石分析标准来规范。而应以标准化为准绳,使生物薄标样检测技术标准化,进而对其生物医学研究的结果作统一、完善、精确的评估与论述,是目前国内外生物医学X射线微区成分分析领域急需解决的重要问题。为此,制定了本项国家标准。

前 言

本标准代替 GB/T 17507—1998《电子显微镜 X 射线能谱分析生物薄标样通用技术条件》。

本标准与 GB/T 17507—1998 相比主要变化如下：

- 将标准名称改为“透射电子显微镜 X 射线能谱分析生物薄标样通用技术条件”；
- 生物薄标样的厚度范围定在 50 nm~300 nm(1998 年版的 3.8;本版的 3.8)；
- 对生物薄标样的常见元素测试时,推荐的加速电压值定为 35 kV~80 kV(1998 年版的 4.2.3.1;本版的 4.2.3.1)；
- 删除对钾、钠等不稳定元素进行分析时的规定(1998 年版的 4.3.2.2)；
- 删除对标样运输的规定(1998 年版的 5.2)；
- 生物薄标样使用期限由 2 年改为 5 年(1998 年版的 5.3.2;本版的 5.2.2)；
- 本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国人民解放军第二军医大学、复旦大学上海医学院和中国人民解放军军事医学科学院。

本标准主要起草人:杨勇骥、俞彰、张德添。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17507—1998。

引 言

X 射线微区成分分析技术在生物医学领域内已得到越来越广泛的应用,与此相适应的 X 射线微区成分分析标准化工作也显示出其重要性。对于生物医学领域,X 射线微区成分分析主要用于薄生物样品中的元素分析。生物组织中的元素浓度较低,主要以可溶性元素(如钾、钠、钙、镁、磷、硫、氯等)的方式存在于生物组织中。生物组织与金属、矿石材料差别很大,其分析方法有很大不同,不能以现有的金属、矿石分析标准来规范。而应以标准化为准绳,使生物薄标样检测技术标准化,进而对其生物医学研究的结果作统一、完善、精确的评估与论述,是目前国内外生物医学 X 射线微区成分分析领域急需解决的重要问题。为此,制定了本项国家标准。

透射电子显微镜 X 射线能谱 分析生物薄标样的通用技术条件

1 范围

本标准规定了透射电子显微镜 X 射线能谱分析生物薄标样的技术要求、检测条件和检测方法。
本标准适用于生物薄标样的透射电子显微镜 X 射线能谱分析。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

生物薄试样 thin biological sample

指采用超薄切片机切成的、厚度为 50 nm~300 nm 的生物试样。

2.2

平均原子序数(或 G 因子、平均加重权) average atomic number(or G factor, average aggravating weight)

生物试样和生物标样的化学组成成分的元素因子。平均原子序数 G 可用式(1)计算得到:

$$G = \sum_{i=1}^n C_i Z_i^2 / A_i \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C_i ——薄试样或薄标样化学组成中元素 i 所占的质量百分比;

Z_i ——元素 i 的原子序数;

A_i ——元素 i 的原子量。

3 生物薄标样的技术要求

3.1 生物薄标样材料的物理性质、化学性质要尽可能地与被分析的生物薄试样相一致。生物薄标样中元素的浓度值建议用原子吸收光谱法测定,并给出元素定值与偏差。

3.2 用以制备生物薄标样的基质材料,其平均原子序数要接近生物试样的平均原子序数,为 3.28。

3.3 生物薄标样应具有较高的抗电子辐射及抗污染能力。

3.4 标样材料的母体应有足够量,除足够供应化学定值消耗外,保证能在被确认后制成 200 个以上的标样成品。

3.5 生物薄标样的均匀性判别指数应不大于 3。

3.6 生物薄标样的稳定性判别指数应不大于 3。

3.7 生物薄标样的元素浓度误差应小于 $\pm 5\%$ 。

3.8 生物薄标样的厚度应在 50 nm~300 nm 范围内。

3.9 生物薄标样应制备成直径小于等于 3 mm 的超薄切片,可用多孔或单孔的尼龙支持网、碳支持网及其他低背景材料的支持网夹持。

4 生物薄标样的检测

4.1 标样的初检

4.1.1 用光学显微镜观察生物薄标样,初选出均匀、平坦、无污染及无破损的标样。

4.1.2 用分析电镜的透射模式或扫描透射模式对生物薄标样进行检查,选取均匀、无污染及无破损的部位作为测试区域,用能谱仪的面扫描功能对生物薄标样进行面扫描测试,检查测试区域元素分布图中元素的分布是否均匀。

4.2 均匀性的检测

4.2.1 生物薄标样必须具备微米尺度空间范围的元素均匀性。

4.2.2 生物薄标样均匀性判别指数 HI 由式(2)表示:

$$HI = \sigma / \sqrt{X}$$
$$\sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^{15} (X_i - X)^2 / N - 1}$$
$$X = \sum_{i=1}^{15} X_i / N$$

.....(2)

式中:

- σ ——实测计数值标准偏差;
- X ——平均计数值;
- X_i ——第 i 次测量计数值;
- N ——计数次数, $N=15$ 。

4.2.3 测量条件与方法

- 4.2.3.1 对生物薄标样的常见元素测试时,推荐的加速电压值为 35 kV~80 kV。
- 4.2.3.2 在确定的加速电压下,所选束流应使 X 射线的计数率达 500 cps 以上。
- 4.2.3.3 束斑直径约 500 nm。
- 4.2.3.4 被分析元素的原子序数 $Z \leq 32$ 时,采用 K 线系;被分析元素的原子序数 $72 > Z > 32$ 时,采用 L 线系;被分析元素的原子序数 $Z \geq 72$ 时,采用 M 线系。
- 4.2.3.5 从一个母体制备的批量生物薄标样中,随机选取 3 个标样,每个标样最少选 5 个测试点,每个测试点测一次 100 s~200 s,共计 15 个计数测量值。
- 4.2.3.6 判别方法,在式(2)中 $HI \leq 3$,则认为标样是均匀的。

4.3 稳定性测量

4.3.1 生物薄标样稳定性判别指数由式(3)表示:

$$SI = \sigma / \sqrt{Y}$$
$$\sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (Y_i - Y)^2 / N - 1}$$
$$Y = \sum_{i=1}^{10} Y_i / N$$

.....(3)

式中:

- σ ——实测计数值标准偏差;
- Y ——平均计数值;
- Y_i ——第 i 次测量计数值;
- N ——计数次数, $N=10$ 。

4.3.2 测量条件与方法

- 4.3.2.1 在与测量均匀性相同的工作条件下,对标样任选一点,作一次 50 s~100 s 计数测量,连续测 10 次。
- 4.3.2.2 判别方法只要式(3)中 $SI \leq 3$,则认为标样是稳定的。

4.4 检测报告发布

检测报告的发布可参考附录 A 的格式。

5 包装与储运

5.1 标样包装

5.1.1 建议将生物薄标样置于生物样品专用的透射电镜样品盒内。

5.1.2 装有生物薄标样的样品盒与干燥剂袋一起放在泡沫塑料中,连同标样说明书置于一个有密封盖的透明塑料盒容器中。

5.1.3 装有标样的塑料盒容器,应装在干燥、防潮、防尘和防霉的箱中,箱中应有装箱单。

5.1.4 装箱单、包装盒、包装箱的外表,应注明标样的名称、标准号、数量、包装者、生产日期及检验印章等。

5.2 保管

5.2.1 生物薄标样应妥善保存于干燥器中。

5.2.2 生物薄标样使用期限为5年。

附 录 A
(资料性附录)

透射电子显微镜 X 射线能谱分析生物薄标样检测报告

报告编号：
送样单位：
送样日期：
标样内容：
测定项目：
送样人姓名：
测量条件：
仪器型号：
仪器条件：
加速电压：
束斑直径：
检测结果：
标样编号：
标样化学成分：
初检结果：
均匀度 *HI*：
稳定度 *SI*：
标样浓度：

分析单位(公章)：

分析人姓名：

审核人姓名：

分析日期： 年 月 日

报告书共 页