

ICS 59.100.20  
G 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24490—2009

GB/T 24490—2009

## 多壁碳纳米管纯度的测量方法

Test method for purity of multi-walled carbon nanotubes

中华人民共和国  
国家标准  
多壁碳纳米管纯度的测量方法  
GB/T 24490—2009

\*

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](http://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 0.75 字数 15 千字  
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

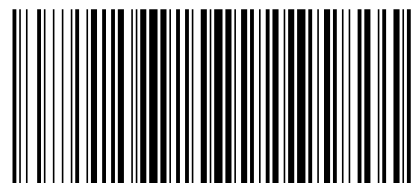
\*

书号: 155066·1-39324 定价 16.00 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



GB/T 24490-2009

2009-10-30 发布

2010-06-01 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

附录 A  
(规范性附录)

透射电子显微镜(TEM)图像定量分析方法

随机拍摄 TEM 图像,保证图像具有代表性,即不同形貌特征的样品区域都应包括在内。通过人工或者计算机辅助软件对 TEM 图像中不同形貌的碳相组分(多壁碳纳米管、碳纤维、碳球、碳壳、石墨片等)进行识别,并获得多壁碳纳米管及碳相杂质的特征参数,根据相应的几何模型统计计算多壁碳纳米管的体积  $V_1$  及碳相杂质的体积  $V_2$ 。不同几何形状的碳相杂质组分,如:碳球、碳壳、碳纤维、长径比低于 20 的短管及石墨片,其对应体积可以分别表示为  $V_{21}$ 、 $V_{22}$ 、 $V_{23}$ 、 $V_{24}$ 、 $V_{25}$ 。

A.1 多壁碳纳米管的几何模型及特征参数

几何模型:圆柱管模型。

多壁碳纳米管体积  $V_1$  按式(A.1)计算:

$$V_1 = \sum_i \frac{\pi}{4} \cdot (D_{1i}^2 - D_{2i}^2) \cdot L_i \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$V_1$ ——多壁碳纳米管体积,单位为立方纳米( $\text{nm}^3$ );

$D_1$ ——多壁碳纳米管的外径,单位为纳米(nm);

$D_2$ ——多壁碳纳米管的内径,单位为纳米(nm);

$L$ ——多壁碳纳米管的长度,单位为纳米(nm);

$i$ ——任意 1 根多壁碳纳米管。

注:求和表示对 1 幅图像中所有多壁碳纳米管进行累计。以下同理。

A.2 碳相杂质的几何模型及特征参数

A.2.1 球模型

碳球体积  $V_{21}$  按式(A.2)计算:

$$V_{21} = \sum_i \frac{4\pi}{3} \cdot R_i^3 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$V_{21}$ ——碳球体积,单位为立方纳米( $\text{nm}^3$ );

$R$ ——球半径,单位为纳米(nm)。

A.2.2 球壳模型

球壳体积  $V_{22}$  按式(A.3)计算:

$$V_{22} = \sum_i \frac{4\pi}{3} \cdot (r_{1i}^3 - r_{2i}^3) \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$V_{22}$ ——球壳体积,单位为立方纳米( $\text{nm}^3$ );

$r_1$ ——球壳外径,单位为纳米(nm);

$r_2$ ——球壳内径,单位为纳米(nm)。

A.2.3 圆柱模型

圆柱体积  $V_{23}$  按式(A.4)计算:

$$V_{23} = \sum_i \frac{\pi}{4} \cdot D_i^2 \cdot Z_i \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由全国纳米技术标准化委员会纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)提出并归口。

本标准起草单位:清华大学、天奈科技有限公司、冶金工业信息标准研究院、中国科学院成都有机化学有限公司。

本标准主要起草人:王垚、宁国庆、魏飞、栾燕、瞿美臻。

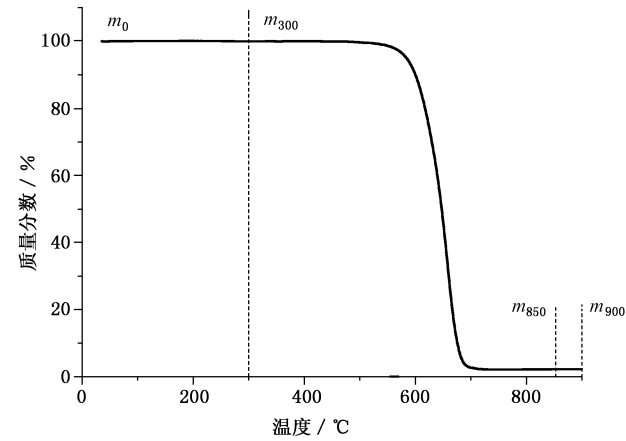


图 2 典型 TGA 曲线

灰分含量  $w_h$  及碳相含量  $w_c$  分别由式(4)和式(5)求得:

$$w_h = \frac{m_{900}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$w_c = \frac{m_{300} - m_{850}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$w_h$ ——灰分含量(质量分数);

$w_c$ ——碳相含量(质量分数);

$m_0$ ——样品的初始质量,单位为毫克(mg);

$m_{300}$ ——样品在 300 °C 时的质量,单位为毫克(mg);

$m_{850}$ ——样品在 850 °C 时的质量,单位为毫克(mg);

$m_{900}$ ——样品在 900 °C 时的质量,单位为毫克(mg)。

对于一个样品,一组 TGA 独立测量三次。根据式(4)和式(5)分别求得灰分含量( $w_{h1}$ 、 $w_{h2}$ 及  $w_{h3}$ )与碳相含量( $w_{c1}$ 、 $w_{c2}$ 及  $w_{c3}$ )。

计算三次 TGA 测得的灰分含量平均值与平均方差,计算方法见式(2)和式(3)。在三次测得的灰分含量中,如有方差大于平均方差 2 倍的结果,应视为因样品不均匀或测量问题造成的异常结果予以剔除并补做测量,然后重新计算平均值与平均方差。

将 TGA 所得平均灰分含量与烧炭所得平均灰分含量进行比较。如果绝对偏差大于 1%,则需要增加一组 TGA 测量(三次)。

判定 TGA 与烧炭测得的灰分含量绝对偏差满足要求后,取一组或两组(如有两组 TGA 检测时需取两组)TGA 结果计算碳相含量平均值  $\bar{w}_c$  与平均方差  $\sigma_c^2$ 。以一组 TGA 为例,计算方法见式(6)和式(7):

$$\bar{w}_c = \frac{w_{c1} + w_{c2} + w_{c3}}{3} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$\sigma_c^2 = \frac{(w_{c1} - \bar{w}_c)^2 + (w_{c2} - \bar{w}_c)^2 + (w_{c3} - \bar{w}_c)^2}{3} \quad \dots\dots\dots (7)$$

## 6 透射电子显微镜分析(TEM)

### 6.1 总则

通过透射电子显微镜的观察及图像分析,确定样品中碳相种类和比例。

### 6.2 仪器

a) 超声分散仪:功率 100 W~200 W;

b) 透射电子显微镜:分辨率高于 0.3 nm,工作电压 80 kV~200 kV。

## 多壁碳纳米管纯度的测量方法

### 1 范围

本标准规定了测量多壁碳纳米管纯度的方法、仪器、分析步骤及结果表示方法。

本标准提供了使用烧炭、热重分析(TGA)、透射电子显微镜(TEM)及图像分析相结合的技术测量多壁碳纳米管(MWCNTs)样品纯度的方法。该纯度以样品中多壁碳纳米管的含量(质量分数)表示。

本标准不适用于均匀度差或含大块碳相杂质的样品。

### 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,其随后所有的修改单(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。

GB/T 14837 橡胶及橡胶制品组分含量的测定 热重分析法(GB/T 14837—1993, neq ISO/DIS 9924:1992)

GB/T 24491 多壁碳纳米管

### 3 方法

本标准提供了多壁碳纳米管纯度的测量方法,其流程见图 1。

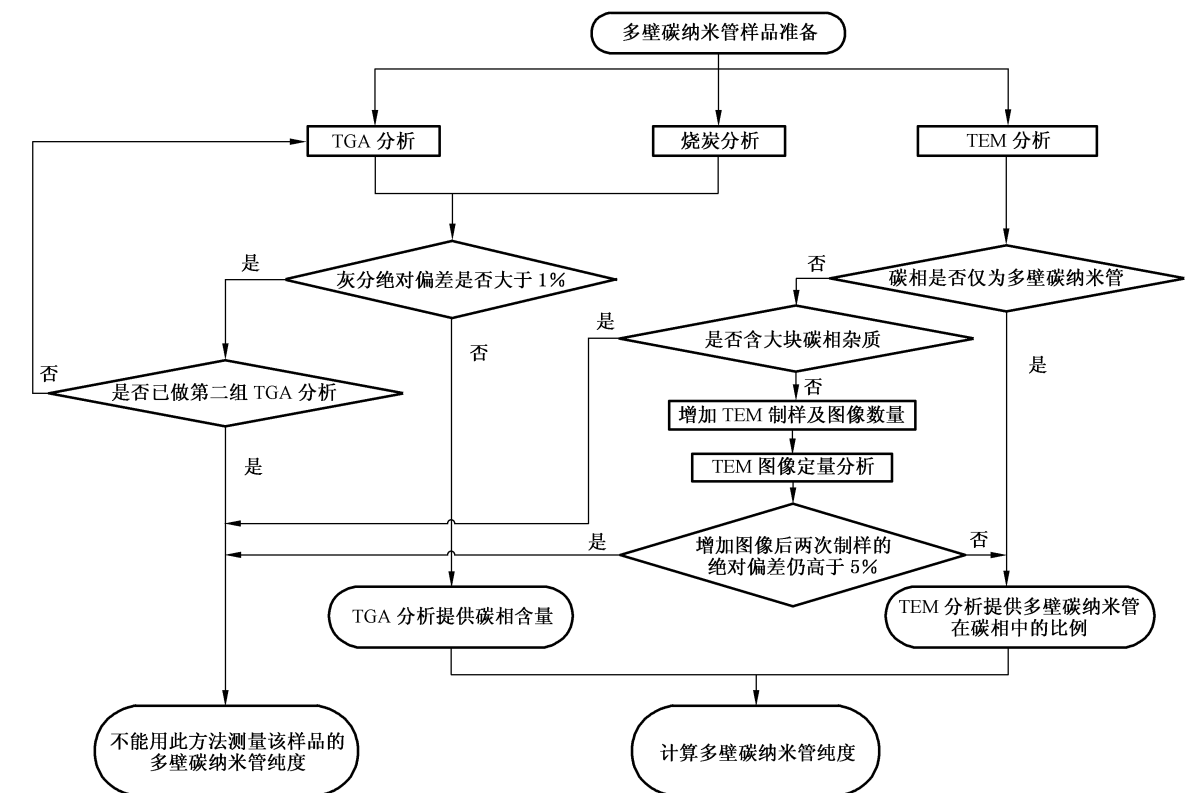


图 1 多壁碳纳米管纯度的测量流程