



中华人民共和国国家标准

GB/T 23764—2009

光催化自清洁材料性能测试方法

Test method of photocatalytic materials for self-cleaning



2009-05-13 发布

2010-01-01 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

前 言

本标准修改采用日本标准 JIS R 1703-1:2007《光触媒材料的自清洁性能试验方法 第一部分:水接触角的测定》(日本版)。

本标准根据日本标准 JIS R 1703-1:2007《光触媒材料的自清洁性能试验方法 第一部分:水接触角的测定》起草。

考虑到我国国情,在采用日本标准 JIS R 1703-1:2007《光触媒材料的自清洁性能试验方法 第一部分:水接触角的测定》时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 A 及附录 B 中给出了这些技术性差异、结构性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准负责起草单位:中国科学院理化技术研究所、中国科学院化学研究所国家纳米工程中心。

本标准参加起草单位:北京首创纳米科技有限公司、广州市华之特奥因特种材料科技有限公司、福州大学光催化研究所。

本标准主要起草人:只金芳、郑苏江、江雷、张玲娟。

本标准为首次发布。

光催化自清洁材料性能测试方法

1 范围

本标准规定了光催化自清洁材料性能测试方法的术语和定义、安全提示、一般规定、原理、试剂、设备、实验环境、样品制备、分析步骤、结果计算、试验报告。

本标准适用于可制备成平面状的自清洁材料。

本标准不适用于黑暗环境中使用及可见光应答型的光催化自清洁材料,以及水可以浸润的透水性材料。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

光催化 photocatalysis

在一定光源激发下,所产生的催化作用,称为光催化。

3.2

自清洁 self-cleaning

在一定条件下,能保持表面清洁不易被污染的性质。

4 安全提示

本试验方法中使用的紫外光源对于人眼及皮肤具有伤害,操作者须小心谨慎! 注意反应器须密闭,当光源打开时不要用眼睛直接观察。

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作者须小心谨慎! 如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

6 原理

通过测试样品的最小接触角来评价光催化材料的自清洁性能。先在样品表面上附载有机物(前处理),使用一定的紫外光进行照射,然后测定这个过程的接触角的变化,表征样品自清洁的性质。

7 试剂

7.1 油酸:纯度(质量分数)大于 60.0%;

7.2 油酸正庚烷溶液:1+199。

8 设备

8.1 黑灯管(UVA):主波长 351 nm。

8.2 紫外光照射装置:试验样品及灯管的位置可以移动调节。如果使用灯光反射板,需选择对紫外线的吸收及劣化影响较小的材料。

8.3 紫外照度计:传感器在 UVA 段,测定范围 $0.1 \mu\text{W}/\text{cm}^2 \sim 199 \text{ mW}/\text{cm}^2$ 。

8.4 接触角测定仪:测定范围 $0^\circ \sim 180^\circ$,测定读数 0.1° ,测定精度 $\pm 1^\circ$ 。

9 实验环境

试验室温度为 $23^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$,相对湿度为 $(50 \pm \frac{20}{10})\%$ 。

10 样品制备

从制品或材料上选取平整的部分,按标准尺寸为 $(100 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}) \times (100 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm})$ 进行裁切,数量为 5 个。在对样品裁切过程中,需要注意防止油等有机污染物的污染,以及试样之间的交叉污染。样品由待测样品裁制而成,若待测样的形状不能得到所需要的标准样品,也可以使用相同原料及相同加工方法在平板上加工得到的材料作为样品。

待测样不能切割成标准尺寸时,若能选取不同的 5 个点测接触角,也可以使用其他尺寸与形状样品。

11 分析步骤

11.1 试片的前处理

对于前处理困难,紫外光照射前的初期接触角在 20° 以上的样品,可以不实施前处理、直接测试最小接触角。

11.1.1 有机物的去除

使用紫外光照射装置,将样品表面的照度调节为 $2.0 \text{ mW}/\text{cm}^2$ (用紫外光照度计检验),对试验片进行 24 h 以上的紫外光照射。

注:为了防止来自疏水性物质等的污染,可以使用聚乙烯制或棉质的手套等。

11.1.2 油酸的涂覆

11.1.2.1 手涂覆:将光催化材料的正面朝上,在样品中央附近滴下 $200 \mu\text{L}$ 的油酸后,用无纺布以放射状涂覆法将油酸均匀的铺展开。擦掉多余的油酸,把涂覆好的样品放在天平上称量,调节油酸的涂覆量在每 100 cm^2 为 $2.0 \text{ mg} \pm 0.2 \text{ mg}$ 。

11.1.2.2 提拉法:将样品浸入油酸正庚烷溶液中,以 $60 \text{ cm}/\text{min}$ 的速度提拉,在 70°C 下干燥 15 min。

注:若涂覆后不能立即开始试验,需把涂覆好的试验片放入没有使用硅酮膏的玻璃制密闭容器内保存。

11.2 水接触角的测定

接通黑灯管的电源,稳定 15 min 后调节光强,对于手工涂覆样片,使到达样片表面的光强为 $2.0(\text{mW}/\text{cm}^2) \pm 0.1(\text{mW}/\text{cm}^2)$ (用紫外光照度计检验);对于提拉法的样片,使到达样片表面的光强为 $1.0 \text{ mW}/\text{cm}^2 \pm 0.1 \text{ mW}/\text{cm}^2$ (用紫外光照度计检验)。

11.2.1 紫外光照射 0 时间后的接触角测定

经前处理后的每个样品,使用接触角测定仪分别选定 5 个点测定其接触角。水滴接触试验片后移动到试验片上形成液滴,应在 3 s~5 s 内快速测定。取其算术平均值,作为各样品的“初始接触角(紫外光照射 0 时间后的接触角)”。

注:水滴的用量,可根据使用的接触角测定仪的要求适当调节。

11.2.2 紫外光照射 n 时间后的接触角测定

样品在紫外光照射开始后,选择适当的时间间隔,对每个样品分别选定 5 个点进行接触角的测定。取其算术平均值,作为各个样品的“紫外光照射 n 时间后的接触角”。

11.2.3 最小接触角的测定

对于每个样品,求得时间上连续 3 次的“紫外光照射 n 时间后的接触角”的算术平均值。若该平均值 $\leq 5^\circ$ 时,则该值作为该样品的“最小接触角”。若所测接触角变动系数 $\leq 10\%$ 时,则取算术平均值为该试验片的“最小接触角”。

若紫外光照射 n 时间后的接触角达到 5° 以下时,可结束测定,这时的接触角测定值为该样品的“最小接触角”。

12 结果计算

12.1 试验成立条件

初始接触角在 30° 以上时为有效试验。

12.2 最小接触角的计算

最小接触角以 θ_f 计,数值以度表示,按式(1)~式(3)计算:

对于每个样品,利用时间上连续 3 次的紫外光照射 n_1, n_2, n_3 时间后的接触角求得其平均值及标准偏差,当变动系数在 10% 以下时,这 3 次接触角的算术平均值即为最小接触角。试验测定实例参见附录 C。

$$\bar{x} = \frac{\theta_{n_1} + \theta_{n_2} + \theta_{n_3}}{3} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\frac{s}{\bar{x}} \leq 10\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\theta_f = \bar{x} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

θ_{n_1} ——紫外光照射 n_1 时间后的接触角的数值,单位为度($^\circ$);

θ_{n_2} ——紫外光照射 n_2 时间后的接触角的数值,单位为度($^\circ$);

θ_{n_3} ——紫外光照射 n_3 时间后的接触角的数值,单位为度($^\circ$);

$\bar{x}$ ——连续 3 次的平均值的数值,单位为度($^\circ$);

s ——连续 3 次的平均偏差的数值,单位为度($^\circ$);

θ_f ——最小接触角。

13 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 规格型号;
- b) 试验日期、温度、相对湿度等;
- c) 试验片的种类、尺寸、材质及形状;
- d) 有机物除去方法及紫外光照射时间;
- e) 油酸的涂敷方法;
- f) 各试验片的初期接触角;
- g) 各试验片的最小接触角及当时的照射时间;
- h) 其他根据需要变更了试验条件,变更点。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与日本标准技术性差异及其原因一览表

表 A.1 给出了本标准与日本标准 JIS R 1703-1:2007《光触媒材料的自清洁性能试验方法 第一部分:水接触角的测定》(日本版)技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准与日本标准 JIS R 1703-1:2007 技术性差异及原因一览表

本标准的章条编号	技术性差异	原因
3	术语和定义的内容进行了删减	删除了没必要的术语和定义
11.1	未规定前处理程序	日本标准的处理程序主要为解释性的陈述

附录 B
(资料性附录)

本标准与日本标准的结构性差异一览表

表 B.1 给出了本标准与日本标准 JIS R 1703-1:2007《光触媒材料的自清洁性能试验方法 第一部分:水接触角的测定》(日本版)的结构性差异。

表 B.1 本标准与日本标准 JIS R 1703-1:2007 的结构性差异一览表

本 标 准		JIS R 1703-1:2007《光触媒材料的自清洁性能试验方法 第一部分:水接触角的测定》	
章节	内 容	章节	内 容
—	—	目次	目次
前言	前言	序文	序文
1	范围	1	适用范围
2	规范性引用文件	2	引用标准
3	术语和定义	3	用语及定义
4	安全提示	—	—
5	一般规定	—	—
6	原理	4	原理
7	试剂	—	—
8	设备	5	试验装置
9	实验环境	5.3	试验室的温度及湿度
10	样品制备	6	试验片的准备
11	分析步骤	7	试验操作
12	结果计算	8	试验结果的计算
13	试验报告	9	试验结果报告

附录 C
(资料性附录)
试验测定实例

表 C.1 所显示的为一例试验实测结果。

表 C.1 试验实测结果实例

试验片		5 点的测定值/(°)					$\theta_n/(^\circ)$	$(s/\bar{x})/\%$	连续 3 次的 平均值
		1	2	3	4	5			
紫外光 照射时间/h	0	54.8	55.2	60.6	55.9	47.7	54.8	—	—
	2	55.9	60.3	60.9	59.2	59.4	59.1		
	4	57.8	60.2	60.9	62.3	59.3	60.1	4.9	58.0
	6	57.4	55.7	58.7	54.9	61.3	57.6	2.1	58.9
	24	45.5	27.1	14.8	19.8	16.1	24.7	41.6	47.5
	28	48.5	34.2	19.7	23.6	35.0	32.2	45.2	38.2
	48	12.8	8.3	9.8	10.0	10.8	10.3	49.7	22.4
	72	8.3	7.4	8.2	8.8	7.6	8.1	79.0	16.9
	74	7.3	8.2	9.8	7.9	7.5	8.1	14.4	8.8
	76	9.8	9.7	9.5	8.6	9.3	9.4	8.8	8.5
试验片的前处理(油酸的涂敷方法)为提拉法的一例。									

试验片：

试验成立条件的确认

θ_f ：试验片的初期接触角=54.8°

54.8°>20° 因此，试验成立。

最小接触角的计算：

θ_{n_1} ——紫外光照射 72 h 后的接触角=8.1°($n_1=72$)；

θ_{n_2} ——紫外光照射 74 h 后的接触角=8.1°($n_2=74$)；

θ_{n_3} ——紫外光照射 76 h 后的接触角=9.4°($n_3=76$)；

$\bar{x}$ ——上記连续 3 次的平均值=8.5°；

s ——上記连续 3 次的标准偏差=0.75；

$s/\bar{x}$ ——上記连续 3 次的变动系数=8.8%；

θ_f ——最小接触角=8.5°；

当时的照射时间=76 h。