



中华人民共和国国家标准

GB/T 39630—2020

纳米银胶体溶液

Colloidal solution of silver nanoparticles

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)归口。

本标准起草单位：浙江三禾纳米科技有限公司、晋大纳米科技(厦门)有限公司、张家港耐尔纳米科技有限公司、广州市微生物研究所、成都天佑晶创科技有限公司、北京崇高纳米科技有限公司、西南交通大学、冶金工业信息标准研究院、安阳北清科技创新研究院有限责任公司、惠州清水湾生物材料有限公司、昆明汉德纳米生物科技有限责任公司、西南大学、通标标准技术服务有限公司、广东省微生物分析检测中心、云南通印股份有限公司、中国科学院理化技术研究所、广州中科检测技术服务有限公司、中国科学技术大学、同曦集团有限公司、中关村汇智抗菌新材料产业技术创新联盟、深圳技术大学。

本标准主要起草人：秦社宣、吴继贤、张峰、赵培静、何秀琼、彭红芳、周祚万、李毕忠、曹文彬、蔡昶麟、杜华茂、陈健、谢小保、解明亮、郑苏江、钟瑜、吴征威、陈广川、张迎增、李倩、曾雅晶、陈丽琼。



引 言

纳米银材料是纳米金属材料的重要品种,除了具有一般金属纳米材料的光、电、磁、热等效应外,还具有广谱、高效、低毒、不易产生耐药的抗菌性能,近年来在抗菌行业尤其是抗菌纺织品、抗菌日用品、抗菌日化、抗菌公共卫生产品等得到越来越多的应用。

纳米银颗粒在固相时不易稳定存在,有团聚倾向,所以使用时常常将纳米银颗粒分散在液态介质中形成纳米银胶体溶液,又称纳米银溶胶。



纳米银胶体溶液

1 范围

本标准规定了纳米银胶体溶液技术要求、检测方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及质量证明书等内容。

本标准适用于抗菌用途的纳米银胶体溶液质量检验和产品验收,其他用途的纳米银胶体溶液可以参照使用。

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。

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 13221 纳米粉末粒度分布的测定 X射线小角散射法

GB/T 15445.1 粒度分析结果的表述 第1部分:图形表征

GB/T 30544.4—2019 纳米科技 术语 第4部分:纳米结构材料

GB/T 35828—2018 化妆品中铬、砷、镉、锑、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

GB/T 36083—2018 纳米技术 纳米银材料 生物学效应相关的理化性质表征指南

HG/T 4317 含银抗菌溶液

消毒技术规范 (2002年版) 卫生部

化妆品安全技术规范(2015年版) 卫生部

3 术语和定义

GB/T 30544.4—2019、GB/T 36083—2018 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

胶体溶液 colloidal solution

由线性大小在 1 nm~100 nm 之间的微粒分散于介质中所组成的多相分散系统。

注 1: 大分子溶液为均相系统。

注 2: 胶体溶液也称溶胶。

4 技术要求

4.1 外观要求

液态、无明显沉淀。

4.2 理化指标要求

4.2.1 纳米银胶体溶液的理化指标应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标要求

序号	项目	要求
1	pH 值	报实测值
2	总银含量标称与实测值偏差/%	≤ 10
3	总银含量中单质银的比例/%	≥ 50
4	纳米银平均粒径/nm	1~100
5	粒度分布	报实测值或按协议
6	杂质含量/(mg/L): 铅(以 Pb 计) 砷(以 As 计) 汞(以 Hg 计) 镉(以 Cd 计)	按使用条件配制后,应 < 10 < 2 < 1 < 5

4.2.2 根据用户需要,也可提供以下指标:Zeta 电势、紫外可见吸收光谱最大吸收峰等。

4.3 抗菌要求

4.3.1 纳米银胶体溶液的抗菌要求应符合表 2 的规定。

表 2 抗菌要求

项目	要求	稳定性
按标称浓度稀释至 10 mg/L, 作用 30 min 的抗菌率	对大肠杆菌 (<i>Escherichia coli</i> , ATCC 25922 或 AS 1.90)/% ≥ 90 对金黄色葡萄球菌 (<i>Staphylococcus</i> <i>aureus</i> , ATCC6538 或 AS 1.89)/% ≥ 90	≥ 6 个月; 且对两种菌的抗菌率 依然 $\geq 90\%$

4.3.2 根据产品的使用要求,可增加其他菌种作为检验菌株,该菌种应由国家级菌种保藏中心提供。

4.4 毒理要求

4.4.1 纳米银胶体溶液的毒理要求(按使用条件配制后)应符合表 3 的规定。

表 3 毒理要求

序号	项目	要求
1	急性经口毒性 LD ₅₀ /(mg/kg)	$> 5\ 000$
2	多次完整皮肤刺激性	无或轻刺激性

4.4.2 根据产品的使用要求,可增加其他毒理要求。

5 检测方法

警示——本标准中使用的样品、强酸等均具有腐蚀性，操作时应谨慎，避免溅出；挥发性有机溶剂有害人体健康且易燃，应注意在通风栅内进行操作，并防止与明火接触。

5.1 外观

外观质量在光线充足的条件下目测，必要时可采用标准光源箱。

5.2 理化分析方法

5.2.1 pH 值

pH 值按 GB/T 36083—2018 中 4.4 规定的方法测定。

5.2.2 总银含量标称与实测值偏差

总银含量标称与实测值偏差按 GB/T 36083—2018 中 4.6 规定的方法测试总银含量，并按式(1)计算出与标称值的偏差。

$$\sigma = \frac{|c_1 - c_0|}{c_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中

- σ —— 偏差；
- c₁ —— 银含量实测值；
- c₀ —— 银含量标称值。

5.2.3 银价态分析，单质银占比

纳米银胶体溶液需按以下步骤进行样品制备与分析：

- a) 取样品溶液(分散质银要求不低于 1.0 mg)，滴加到洁净的铝箔纸或定速滤纸上，常温下进行真空干燥，直至恒重(精确至 0.1 mg)。制备好的样品需置于干燥容器中存放。按 X 射线光电子能谱法(XPS)的要求剪下有溶质的位置，按 GB/T 36083—2018 中 4.7 规定的 XPS 进行银价态分析。
- b) 图谱分析时，需提供必要参数，如阴离子、阳离子种类和浓度。

5.2.4 平均粒径

平均粒径按 GB/T 36083—2018 中 4.2 规定的方法测定。

5.2.5 粒度分布



粒度分布按 GB/T 13221 规定的方法测定，并根据 GB/T 15445.1 得出体积分数累积分布和微分分布图。

5.2.6 杂质含量

- 5.2.6.1 铅、砷、镉含量按 GB/T 35828—2018 中规定的方法测定，其中样品处理选用微波消解法。
- 5.2.6.2 汞含量按《化妆品安全技术规范》(2015 年版)规定的方法测试。

5.2.7 Zeta 电势

Zeta 电势按 GB/T 36083—2018 中 4.3 规定的方法测定。

5.2.8 紫外可见吸收光谱最大吸收峰

紫外可见吸收光谱最大吸收峰按 GB/T 36083—2018 中 4.5 规定的方法测定。

5.3 抗菌性能

5.3.1 抗菌性能测试按 HG/T 4317 规定的方法测定。注意取样时,不可搅动液体或混匀,只取上层液体进行测试。

5.3.2 稳定性测试方法可参考《消毒技术规范》(2002 年版)规定的稳定性试验方法,室温下存放 6 个月,然后按 5.3.1 进行抗菌性能测试。

注:根据供需双方协商,也可采用加速试验法,即 54℃~57℃恒温箱内存放 14 天,测试合格后可判定稳定性为 1 年。

5.4 毒理

5.4.1 急性经口毒性 LD₅₀ 按《消毒技术规范》(2002 年版)的 2.3.1 规定的方法测定。

5.4.2 多次完整皮肤刺激试验按《消毒技术规范》(2002 年版)的 2.3.3.3.3 规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 检查和验收

产品应由供方质量监督管理部门进行检验,保证产品质量符合本标准或订货协议的规定,并填写质量证明书。需方也可按本标准进行检验和验收。纳米银胶体溶液的检验分为型式检验和出厂检验。

6.2 型式检验

6.2.1 本标准规定的所有要求均为型式检验项目。在有下列情况之一时,应按表 4 的规定进行型式检验:

- a) 原材料的批号、型号、供货厂家等有变更时;
- b) 生产工艺流程有变化时;
- c) 转厂迁址后恢复生产时;
- d) 正常生产每年进行一次;
- e) 生产设备停产 6 个月以上,又开始第一次生产时;
- f) 用户特殊要求时。

6.2.2 所有检验项目均合格,则该型式检验为通过。

6.3 出厂检验

6.3.1 产品应按批交货。每批由同一原料、同一工艺生产的纳米银胶体溶液组成。

6.3.2 产品取样方法按 GB/T 6680 的规定进行。

6.3.3 出厂检验的检验项目和检验方法见表 4。

表 4 检验项目

序号	项目名称	出厂检验	型式检验	要求	试验方法
1	pH 值	△	△	4.2	5.2.1
2	总银含量标称与实测值偏差	△	△	4.2	5.2.2
3	银的价态分析,单质银占比	△	△	4.2	5.2.3
4	平均粒径/nm	△	△	4.2	5.2.4
5	粒度分布	△	△	4.2	5.2.5
6	杂质含量: 铅(以 Pb 计) 砷(以 As 计) 汞(以 Hg 计) 镉(以 Cd 计)	—	△	4.2	5.2.6
7	Zeta 电势	按协议	按协议	4.2	5.2.7
8	紫外可见吸收光谱最大吸收峰	按协议	按协议	4.2	5.2.8
9	抗菌性能,对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌	—	△	4.3	5.3
10	急性经口毒性 LD50	—	△	4.4	5.4
11	多次完整皮肤刺激性	—	△	4.4	5.4
注:带△为必做项。					

6.3.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,允许重新自 2 倍量的包装容器中按 GB/T 6680 的规定采样进行复验,复验的结果若有任何一项指标不符合本标准要求时,则该批产品为不合格。

7 包装、标志、运输、贮存及质量证明书

7.1 包装

采用防腐蚀的瓶(桶)或容器包装。

7.2 标志

纳米银胶体溶液产品的外包装上应有牢固清晰的标志,其上注明:

- a) 本标准编号;
- b) 生产厂名、厂址;
- c) 产品名称;
- d) 规格(总银含量标称与实测值偏差、单质银占比、平均粒径及分布等);
- e) 净含量;
- f) 批号或生产日期;
- g) 保质期。

7.3 运输

纳米银胶体溶液在运输时应避免产品变质,并要经常检查,确保容器严密不漏。

7.4 贮存

纳米银胶体溶液应储存于常温、通风、避光、干燥库房内，避免露天堆放。

7.5 质量证明书

每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：

- a) 本标准编号；
 - b) 生产厂名、厂址；
 - c) 产品名称；
 - d) 规格（总银含量标称与实测值偏差、单质银占比、平均粒径及分布等）；
 - e) 净含量或件数；
 - f) 批号或生产日期；
 - g) 保质期；
 - h) 分析检测结果和产品质量合格标记；
 - i) 检验人员姓名或代码；
 - j) 质保书出具日期。
-

