

ICS 00.000

CCS 0 00



团 标 准

T/CEATEC XXX—2025

抗菌用纳米氧化镁制备技术规范

Technical specification for preparation of nano magnesium oxide for
antibacterial purposes

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

中国欧洲经济技术合作协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 制备原理	2
4.1 沉淀法原理	2
4.2 溶胶-凝胶法原理	2
5 制备环境	2
5.1 环境洁净度	2
5.2 温度与湿度	2
5.3 通风与气压	2
5.4 环境监测	2
6 人员	3
6.1 人员资质	3
6.2 人员卫生与防护	3
6.3 培训与考核	3
7 原材料	3
7.1 镁源	3
7.2 沉淀剂	3
7.3 溶剂与螯合剂	4
7.4 原材料验收与储存	4
8 制备过程	4
8.1 沉淀法制备过程	4
8.2 溶胶-凝胶法制备流程	5
8.3 过程控制与记录	5
9 质量控制	5
9.1 外观与感官	5
9.2 理化性能指标	6
9.3 抗菌性能	6

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。

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。

本文件由中国欧洲经济技术合作协会提出并归口。

本文件主要起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件为首次编制。

抗菌用纳米氧化镁制备技术规范

1 范围

本文件规定了抗菌用纳米氧化镁的制备原理、制备环境、人员、原材料、制备过程、质量控制。本文件适用于抗菌用纳米氧化镁的生产和制造。

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 包装储运图示标志
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积
- GB/T 20041.1 电气电子产品中某些物质的测定 第1部分：铅、汞、镉、铬和溴的测定
- GB/T 21510 纳米无机材料抗菌性能检测方法
- GB/T 23111 纳米磷灰石 术语
- GB/T 30706 纳米二氧化钛
- HG/T 3821 工业碳酸镁
- HG/T 4825 工业氢氧化镁
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- QB/T 2591 抗菌塑料抗菌性能试验方法和抗菌效果

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米氧化镁 nano-magnesium oxide

粒径在1nm-100nm范围内，主要成分为MgO，具有纳米材料特性及抗菌功能的无机粉末材料。

3.2

抗菌性能 antibacterial performance

纳米氧化镁抑制或杀灭细菌（如大肠杆菌、金黄色葡萄球菌等）的能力，通常以抗菌率、抑菌圈直径等指标表征。

3.3

沉淀法 precipitation method

将可溶性镁盐与沉淀剂在特定条件下反应生成氢氧化镁或碳酸镁沉淀，经洗涤、干燥、煅烧后得到纳米氧化镁的制备方法。

3.4

溶胶-凝胶法 sol-gel method

以有机镁盐（如硝酸镁、乙酸镁）为前驱体，在溶剂中形成溶胶，经凝胶化、老化、干燥、煅烧后制备纳米氧化镁的方法。

3.5

比表面积 specific surface area

单位质量纳米氧化镁所具有的总表面积，通常采用BET（Brunauer–Emmett–Teller）法测定，单位为 m^2/g 。

4 制备原理

4.1 沉淀法原理

4.1.1 以可溶性镁盐（如氯化镁、硝酸镁）为镁源，与沉淀剂（如氢氧化钠、碳酸钠）在水溶液中发生化学反应，生成氢氧化镁(Mg(OH)_2)或碳酸镁(MgCO_3)沉淀。反应方程式如下：

- a) 生成氢氧化镁： $\text{Mg}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Mg(OH)}_2 \downarrow$
- b) 生成碳酸镁： $\text{Mg}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{MgCO}_3 \downarrow$

4.1.2 生成的沉淀经纯化去除杂质离子后，在特定温度下（400–800°C）煅烧，氢氧化镁或碳酸镁分解为纳米氧化镁，分解反应方程式如下：

- a) 氢氧化镁煅烧： $\text{Mg(OH)}_2 \rightarrow \text{MgO} + \text{H}_2\text{O} \uparrow$
- b) 碳酸镁煅烧： $\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2 \uparrow$

4.2 溶胶-凝胶法原理

以有机镁盐（如硝酸镁、乙酸镁）为前驱体，溶解于乙醇、乙二醇等有机溶剂中，加入螯合剂（如柠檬酸、乙二醇）形成稳定的前驱体溶液。在一定温度下，前驱体发生水解、缩聚反应，逐渐形成溶胶；随着溶剂挥发和反应持续进行，溶胶转变为凝胶；凝胶经老化（去除残留溶剂和小分子产物）、干燥（100–150°C）后，在较高温度（600–900°C）下煅烧，去除有机成分并使镁盐分解，最终形成纳米氧化镁粉末。

5 制备环境

5.1 环境洁净度

制备车间应符合GB 50457中Class8级（万级）洁净室要求，其中溶胶制备、沉淀反应、粉末收集等关键工序区域应提升至Class7级（千级）洁净度；空气中悬浮粒子浓度应满足： $\geq 0.5 \mu\text{m}$ 粒子 $\leq 352000\text{个}/\text{m}^3$ ， $\geq 5 \mu\text{m}$ 粒子 $\leq 2930\text{个}/\text{m}^3$ 。

5.2 温度与湿度

5.2.1 温度

制备车间环境温度应控制在20–25°C，波动范围 $\leq \pm 2^\circ\text{C}$ ；煅烧工序前后的物料冷却区域温度应控制在25–30°C。

5.2.2 湿度

溶胶制备、凝胶老化区域相对湿度应控制在40%~60%；沉淀反应、干燥区域相对湿度应 $\leq 65\%$ ，避免湿度过高导致物料吸潮或反应异常。

5.3 通风与气压

车间应配备机械通风系统，换气次数 $\geq 15\text{次}/\text{h}$ ；关键工序区域（如煅烧炉周边）应保持微负压（-5—-10Pa），防止粉尘扩散；洁净区域应保持正压（5~10Pa），避免外部污染物进入。

5.4 环境监测

5.4.1 应每日监测洁净室的温度、湿度、洁净度，记录数据并保存至少1年；

5.4.2 每月对车间空气进行微生物检测，细菌菌落数 $\leq 100\text{CFU}/\text{m}^3$ ，霉菌菌落数 $\leq 50\text{CFU}/\text{m}^3$ ，检测方法按照GB/T 16293执行。

6 人员

6.1 人员资质

6.1.1 技术人员

应具备材料科学、化学工程等相关专业大专及以上学历，或具有3年以上纳米材料制备相关工作经验，经培训考核合格后上岗，熟悉本文件规定的制备工艺、质量要求及安全操作规程。

6.1.2 检验人员

应具备分析化学、微生物检测等相关专业背景，持有计量检定或实验室分析相关资格证书，能熟练操作比表面积仪、X射线衍射仪、抗菌性能检测设备等仪器。

6.1.3 操作人员

应经过岗前培训，掌握设备操作方法、物料配比、工艺参数控制要点，了解常见故障处理措施，考核合格后方可独立操作。

6.2 人员卫生与防护

6.2.1 进入洁净车间的人员应按照洁净室管理要求，穿戴无菌工作服、工作鞋、口罩、手套，经风淋室清洁后进入，严禁携带无关物品。

6.2.2 操作人员在接触物料前应进行手部消毒，避免汗液、毛发等杂质污染物料。

6.2.3 从事煅烧、酸碱操作的人员应佩戴防护眼镜、防酸碱手套、防护服等防护用品，防止高温烫伤或化学腐蚀。

6.3 培训与考核

6.3.1 企业应建立人员培训计划，每年至少开展1次专业技能培训（包括工艺更新、设备维护、安全防护等内容），并保留培训记录。

6.3.2 每半年对操作人员进行工艺参数控制、设备操作的考核，对检验人员进行检测方法准确性的验证考核，考核不合格者应重新培训，直至合格。

7 原材料

7.1 镁源

7.1.1 可溶性镁盐（沉淀法用）

7.1.1.1 氯化镁 ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$)

应符合HG/T 3548的要求，纯度≥98.0%，钙含量≤0.5%，铁含量≤0.005%，重金属（以Pb计）含量≤0.001%。

7.1.1.2 硝酸镁 ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)

应符合GB/T 678的要求，纯度≥99.0%，氯化物（以Cl⁻计）含量≤0.005%，硫酸盐（以SO₄²⁻计）含量≤0.01%，重金属（以Pb计）含量≤0.0005%。

7.1.2 有机镁盐（溶胶-凝胶法用）

7.1.2.1 乙酸镁 ((CH₃COO)₂Mg·4H₂O)

纯度≥99.0%，水分含量≤15.0%，游离酸（以乙酸计）含量≤0.1%，重金属（以Pb计）含量≤0.0005%。

7.1.2.2 硝酸镁（分析纯）

应符合GB/T 678的要求，纯度≥99.5%，其他杂质含量同7.1.1中硝酸镁要求。

7.2 沉淀剂

7.2.1 氢氧化钠 (NaOH)

应符合GB/T 209的要求，纯度≥96.0%（隔膜法）或≥99.0%（离子交换法），碳酸钠含量≤1.0%，重金属（以Pb计）含量≤0.001%。

7.2.2 碳酸钠 (Na₂CO₃)

应符合GB/T 10735的要求，纯度≥99.2%（优等品），氯化物（以Cl⁻计）含量≤0.02%，铁含量≤0.003%，重金属（以Pb计）含量≤0.0005%。

7.3 溶剂与螯合剂

7.3.1 水

应采用符合GB/T 6682规定的一级水，电导率≤0.01mS/m（25℃），总有机碳≤10μg/L。

7.3.2 乙醇（C₂H₅OH）

应符合GB/T 678的要求，纯度≥99.7%（分析纯），水分含量≤0.1%，甲醇含量≤0.05%。

7.3.3 柠檬酸（C₆H₈O₇·H₂O）

应符合GB/T 1987的要求，纯度≥99.5%，水分含量≤9.0%，重金属（以Pb计）含量≤0.0005%。

7.4 原材料验收与储存

7.4.1 原材料到货后，应核对产品名称、规格、批次、质量证明书，按每批次抽取不少于3个样品进行检验，检验合格后方可入库。

7.4.2 镁盐、沉淀剂等固体原材料应储存在干燥、通风的库房中，避免受潮结块；有机溶剂应密封储存于阴凉处，远离火源，严禁与强氧化剂混存。

7.4.3 原材料储存期限

固体镁盐、沉淀剂储存期不超过12个月，有机溶剂储存期不超过6个月，超过储存期的原材料应重新检验，合格后方可使用。

8 制备过程

8.1 沉淀法制备过程

8.1.1 物料配制

8.1.1.1 镁盐溶液配制

将可溶性镁盐（如氯化镁）加入一级水中，搅拌溶解，控制镁离子浓度为1.0~2.0mol/L，搅拌速度300~500r/min，溶解温度25~30℃，溶解后用0.22μm滤膜过滤，去除不溶性杂质。

8.1.1.2 沉淀剂溶液配制

将氢氧化钠或碳酸钠加入一级水中，搅拌溶解，控制浓度为1.5~2.5mol/L（若为氢氧化钠，应缓慢加入，防止放热过快），溶解后同样用0.22μm滤膜过滤。

8.1.2 沉淀反应

8.1.2.1 将镁盐溶液加入反应釜中，开启搅拌（转速400~600r/min），控制反应温度30~40℃。

8.1.2.2 以滴加速度5~10mL/min将沉淀剂溶液缓慢滴入镁盐溶液中，同时监测溶液pH值：若生成氢氧化镁沉淀，控制终点pH=9.0~10.0；若生成碳酸镁沉淀，控制终点pH=8.0~8.5。

8.1.2.3 滴加完成后，继续搅拌30~60min，使沉淀充分生长，形成均匀的颗粒。

8.1.3 沉淀洗涤

8.1.3.1 将反应后的沉淀悬浮液转入离心分离机，离心转速3000~4000r/min，离心时间10~15min，去除上清液。

8.1.3.2 向离心后的沉淀中加入一级水，搅拌分散后再次离心，重复洗涤3~5次，直至洗涤液中无氯离子（用硝酸银溶液检测，无白色沉淀）或钠离子（用焰色反应检测，无黄色火焰）。

8.1.3.3 最后一次离心后，收集湿沉淀，控制含水率≤60%。

8.1.4 干燥

8.1.4.1 将湿沉淀放入真空干燥箱中，控制干燥温度80~100℃，真空度-0.08~-0.09MPa。

8.1.4.2 干燥时间4~6h，每隔1h记录一次温度和真空度，干燥后物料含水率应≤5%。

8.1.4.3 干燥完成后，将物料粉碎过100目筛，去除结块。

8.1.5 煅烧

8.1.5.1 将干燥后的物料放入马弗炉中，升温速率控制为5~10℃/min。

8.1.5.2 若为氢氧化镁沉淀，煅烧温度500~600℃，保温时间2~3h；若为碳酸镁沉淀，煅烧温度600~700℃，保温时间3~4h。

8.1.5.3 煅烧完成后，随炉冷却至100℃以下，取出物料，避免高温吸潮。

8.1.6 粉碎与分级

8.1.6.1 将煅烧后的物料放入气流粉碎机中，控制粉碎压力0.6~0.8MPa，分级轮转速8000~10000r/min。

8.1.6.2 粉碎后通过激光粒度仪在线监测粒径，确保D₅₀（中位粒径）在20~50nm范围内，粒径分布跨度((D₉₀-D₁₀)/D₅₀)≤1.5。

8.1.6.3 合格粉末收集于密封容器中，待检验。

8.2 溶胶-凝胶法制备流程

8.2.1 前驱体溶液配制

8.2.1.1 将有机镁盐（如乙酸镁）加入乙醇中，搅拌溶解，控制镁离子浓度为0.5~1.0mol/L，搅拌速度200~300r/min，溶解温度25~35℃。

8.2.1.2 按镁离子与螯合剂（如柠檬酸）摩尔比1:1~1:2的比例加入螯合剂，继续搅拌30~60min，形成均匀的前驱体溶液，用0.45μm滤膜过滤去除杂质。

8.2.2 溶胶制备

8.2.2.1 将过滤后的前驱体溶液转入恒温水浴反应釜中，控制温度60~80℃，搅拌速度150~200r/min。

8.2.2.2 缓慢滴加一级水（滴加速度2~5mL/min），滴加量为前驱体溶液体积的10%~20%，滴加完成后继续搅拌2~3h，直至溶液形成透明或半透明溶胶（黏度控制在50~100mPa·s）。

8.2.3 凝胶化与老化

8.2.3.1 将溶胶转入密封容器中，在室温（20~25℃）下静置12~24h，使溶胶逐渐转变为凝胶。

8.2.3.2 凝胶在40~50℃下老化24~48h，期间定期排出容器内挥发的溶剂，使凝胶结构稳定，避免开裂。

8.2.4 干燥

8.2.4.1 将老化后的凝胶放入真空干燥箱中，控制干燥温度100~120℃，真空度-0.07~-0.08MPa。

8.2.4.2 干燥时间6~8h，去除凝胶中的溶剂和小分子产物，干燥后得到干凝胶，含水率≤3%。

8.2.5 煅烧

8.2.5.1 将干凝胶放入管式炉中，通入氮气保护（氮气流量50~100mL/min），升温速率5℃/min。

8.2.5.2 先在300℃下保温1h，去除有机成分；再升温至700~800℃，保温2~3h，使镁盐完全分解为纳米氧化镁。

8.2.5.3 煅烧完成后，继续通氮气冷却至室温，取出物料。

8.2.6 分散与提纯

8.2.6.1 将煅烧后的物料加入乙醇中，超声分散（功率300~500W，时间15~30min），形成悬浮液。

8.2.6.2 悬浮液用0.22μm滤膜过滤，去除团聚颗粒，滤液经旋转蒸发（温度60~70℃，真空度-0.09MPa）去除乙醇，得到纳米氧化镁粉末。

8.3 过程控制与记录

8.3.1 制备过程中，应实时记录各工序的工艺参数（如温度、压力、搅拌速度、反应时间、物料用量等），记录应真实、准确、完整，保存至少2年。

8.3.2 每批次制备过程中，应在沉淀反应终点、干燥后、煅烧后各抽取1次中间样品，检测粒径、含水率等指标，不合格时应及时调整工艺参数。

8.3.3 设备应定期维护保养，马弗炉、离心分离机、气流粉碎机等关键设备每季度校准1次，确保运行稳定，维护记录保存至少1年。

9 质量控制

9.1 外观与感官

9.1.1 要求

纳米氧化镁粉末应为白色疏松粉末，无结块、无肉眼可见杂质。

9.1.2 检验方法

取适量样品置于白色瓷盘中，在自然光下观察外观，判断是否符合要求；每批次随机抽取3个样品，均应符合要求。

9.2 理化性能指标

9.2.1 纯度

9.2.1.1 要求

MgO纯度 \geq 98.0%。

9.2.1.2 检验方法

按照GB/T 19281的方法，采用EDTA络合滴定法测定镁含量，换算为MgO纯度；每批次抽取3个样品，取平均值，结果应符合要求。

9.2.2 粒径

9.2.2.1 要求

中位粒径(D50) 20~50nm，粒径分布跨度 \leq 1.5。

9.2.2.2 检验方法：按照GB/T 19077的方法，采用激光粒度分析仪测定，样品经超声分散(功率300W，时间5min)后测试；每批次测试3次，取平均值。

9.2.3 比表面积

9.2.3.1 要求

BET比表面积 \geq 50m²/g。

9.2.3.2 检验方法：按照GB/T 19587的方法，采用气体吸附BET法测定，样品测试前在150℃下脱气2h；每批次测试1次，结果应符合要求。

9.2.4 含水率

9.2.4.1 要求

\leq 1.0%。

9.2.4.2 检验方法

按照GB/T 6284的方法，采用卡尔费休水分测定仪测定；每批次抽取2个样品，取平均值。

9.2.5 重金属含量

9.2.5.1 要求

铅(Pb) \leq 0.001%，镉(Cd) \leq 0.0005%，汞(Hg) \leq 0.0001%。

9.2.5.2 检验方法

按照GB/T 20041.1的方法，采用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)测定；每批次测试1次，结果应符合要求。

9.3 抗菌性能

9.3.1 抗菌率

9.3.1.1 要求

对大肠杆菌(ATCC 25922)、金黄色葡萄球菌(ATCC 29213)的抗菌率 \geq 99% (样品浓度1.0g/L, 作用时间24h)。

9.3.1.2 检验方法

按照GB/T 21510的方法，采用抑菌圈法或振荡烧瓶法测定；每批次测试1次，两种菌株的抗菌率均应符合要求。

9.3.2 抑菌圈直径

9.3.2.1 要求

对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌的抑菌圈直径 \geq 15mm (样品用量0.1g, 培养时间24h)。

9.3.2.2 检验方法

按照QB/T 2591的方法，在培养基上接种菌液，放置含样品的滤纸片，培养后测量抑菌圈直径；每批次测试3次，取平均值。