

ICS 71.060.20
G 13
备案号:30086—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2354—2010

代替 HG/T 2354—1992

层析硅胶

Chromatographic silica gel

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2354—1992《薄层层析硅胶》。

本标准与 HG/T 2354—1992 的主要技术差异：

——标准名称改为《层析硅胶》；

——标准中增加了分类(本版的 4)；

——要求中薄层层析硅胶增加了加热减量(1992 年版的 4.2, 本版的 5.2)；

——增加了柱层层析硅胶的要求及相应试验方法(本版的 5.3)。

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/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、青岛美高集团有限公司、青岛谱科分离材料有限公司、青岛海洋化工有限公司。

本标准主要起草人：范国强、李永兆、崔志雷、张崇岷、徐卫红、柳春磊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

——HG/T 2354—1992。

层析硅胶

1 范围

本标准规定了层析硅胶的分类与分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于层析硅胶。该产品主要用于有机化合物的分离、提纯及分析。

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 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

HG/T 2765.5—2005 硅胶试验方法

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式

分子式: $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

4 分类与分型

层析硅胶分为薄层层析硅胶和柱层析硅胶两类。

薄层层析硅胶分为如下型号。

H 型: 不含有煅石膏及其他有机粘合剂。

HF₂₅₄ 型: 不含有煅石膏及其他有机粘合剂, 含有荧光指示剂, 在 254 nm 波长的紫外光照射下能显示出黄绿色荧光。

G 型: 含有作粘合剂用的煅石膏(半水硫酸钙)。

GF₂₅₄ 型: 含有煅石膏和荧光指示剂。在 254 nm 波长的紫外光照射下能显示出黄绿色荧光。

柱层析硅胶分为普通型和精制型, 并根据孔容范围分为如下规格。

规格 1: 孔容范围 0.35~0.50;

规格 2: 孔容范围 0.6~0.8;

规格 3: 孔容范围 0.8~1.0;

规格 4: 孔容范围 >1.0。

5 要求

- 5.1 外观:白色均匀粉末。
 5.2 薄层层析硅胶应符合表 1 要求。
 5.3 柱层层析硅胶应符合表 2 要求。

表 1 薄层层析硅胶要求

项 目	H		HF ₂₅₄		G		GF ₂₅₄	
	优等品	一等品	优等品	一等品	优等品	一等品	优等品	一等品
煨石膏(CaSO ₄ · $\frac{1}{2}$ H ₂ O), w/%	—	—	—	—	12.0~ 14.0	12.0~ 14.0	12.0~ 14.0	12.0~ 14.0
氯化物(以 Cl 计), w/% ≤	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
铁(Fe), w/% ≤	0.015	0.020	0.015	0.020	0.015	0.020	0.015	0.020
pH(100 g/L 水悬浮液)	6.5~7.0	6.0~7.0	6.5~7.0	6.0~7.0	6.5~7.0	6.0~7.0	6.5~7.0	6.0~7.0
筛余物(w=38 μm), w/% ≤	4.0	8.0	4.0	8.0	4.0	8.0	4.0	8.0
活度	三色分开	三色分开	三色分开	三色分开	三色分开	三色分开	三色分开	三色分开
加热减量, w/% ≤	5	5	5	5	5	5	5	5

注:活度指标中的“三色”指二甲基黄、苏丹红、靛酚蓝。

表 2 柱层层析硅胶要求

项 目	指 标							
	普通型				精制型			
	规格 1	规格 2	规格 3	规格 4	规格 1	规格 2	规格 3	规格 4
比表面积/(m ² /g)	>450	380~550	300~450	<350	>450	380~550	300~450	<350
孔容/(mL/g)	0.35~0.50	0.6~0.8	0.8~1.0	>1.0	0.35~0.50	0.6~0.8	0.8~1.0	>1.0
氯化物(以 Cl 计), w/% ≤	—				0.02			
铁(Fe), w/% ≤	—				0.02			
pH(100 g/L 水悬浮液)	协 议				协 议			
加热减量, w/% ≤	5				5			
粒度/μm	协 议				协 议			
粒度合格率, w/% ≥	60				60			

6 试验方法

6.1 安全提示

本标准中使用的强酸强碱均具有腐蚀性,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,应注意在通风橱内进行操作,并防止与明火接触。

6.2 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。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观检验

在自然光条件下,用目视法判别。

6.4 煨石膏含量的测定

6.4.1 方法提要

在碱性介质中以钙红作指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定试样中的钙离子。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 氢氧化钠溶液:400 g/L;

6.4.2.2 盐酸溶液:1+3;

6.4.2.3 三乙醇胺溶液:1+1;

6.4.2.4 亚铁氰化钾溶液:50 g/L;

6.4.2.5 硝酸银溶液:10 g/L;

6.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$;

6.4.2.7 钙红:称取 0.5 g 钙试剂羧酸钠盐与 50 g 氯化钠研磨均匀。

6.4.3 仪器

6.4.3.1 微量滴定管:分度值 0.02 mL;

6.4.3.2 耐酸过滤漏斗:滤板孔径为 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

6.4.4 分析步骤

称取约 0.25 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 磨口三角瓶中,加 3 mL 盐酸溶液润湿,再加 20 mL~30 mL 水,在磁力搅拌器上搅拌约 30 min 后,用耐酸过滤漏斗抽滤,用水洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。将滤液及洗液收集于洁净的抽滤瓶中,控制体积为 100 mL 左右。先滴加约 3 mL EDTA 标准滴定溶液(含荧光剂产品应先加 1.5 mL 三乙醇胺溶液再加 1 mL 亚铁氰化钾),然后加入 4 mL 氢氧化钠溶液、0.1 g 钙红,摇匀后继续用 EDTA 标准滴定溶液滴定,至溶液颜色由紫红变为纯蓝即为终点。

同时做空白试验。空白试验除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与测定试验相同。

6.4.5 结果计算

煅石膏含量以半水硫酸钙($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$)的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{1000m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——EDTA 标准滴定溶液实际浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——煅石膏($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=145.1$);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 方法提要

在酸性介质中,试样中用水浸煮出的氯离子与硝酸银作用生成氯化银,其浊度与同法处理的氯化物标准溶液比较。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 硝酸:1+1;

6.5.2.2 硝酸银溶液:17 g/L;

6.5.2.3 氯化物标准液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

6.5.3 仪器

50 mL 比色管。

6.5.4 分析步骤

准确称取 5.00 g±0.01 g 试样,置于 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 水搅拌后加热煮沸 5 min。冷却后,全部移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。然后干过滤,弃去 20 mL 前滤液,用移液管移取 10 mL 滤液,置于 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,所呈浊度不得大于标准。

标准比浊溶液是取 1.00 mL 氯化物标准溶液与试验溶液同时同样处理。

6.6 铁含量的测定

6.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸溶液:1+7;

6.6.2.2 其他同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 分光光度计:带有厚度为 4 cm 或 5 cm 的比色皿;

6.6.3.2 回流冷凝管。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条的规定,使用 4 cm 或 5 cm 比色皿,取相应体积的铁标准溶液,绘制工作曲线。

6.6.4.2 试验溶液的制备

称取 5 g~7 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 清洁干燥的锥形瓶中。用移液管加 100 mL 盐酸溶液,装上回流冷凝管,在沸水浴上加热约 30 min 后,进行干过滤,收集滤液备用。

6.6.4.3 测定

移取 10 mL 试验溶液和 10 mL 盐酸溶液(空白试验溶液)分别置于 100 mL 烧杯中,以下按 GB/T 3049—2006 第 6.4 条从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

6.6.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) / 1000}{m \times 10 / 100} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

6.7 pH 的测定

6.7.1 方法提要

试样加 100 mL 不含二氧化碳的水搅拌 5 min 后,用酸度计测定悬浮液的 pH 值。

6.7.2 试剂

不含二氧化碳的水:pH=6.5~7。

6.7.3 仪器

酸度计:分度值 0.02 pH 单位。配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极或复合电极。

6.7.4 分析步骤

试验前应按 GB/T 23769—2009 进行仪器校正。

称取 $10.0\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 不含二氧化碳的水。在磁力搅拌器上搅拌 5 min 后,用倾析法取上层水悬浮液,用酸度计测定其 pH 值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 pH。

6.8 筛余物(38 μm)含量的测定

6.8.1 仪器

试验筛:筛孔直径 38 μm 。

6.8.2 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.1 g),置于试验筛内。用毛刷轻轻刷动试料,并用手不断振动筛子。如此边刷边筛,筛分约 30 min 后,称量筛余物的质量,精确至 0.01 g。

6.8.3 结果计算

筛余物的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——筛余物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 2.0 %。

6.9 活度的测定

6.9.1 方法提要

将试样制成薄层板,将二甲基黄、苏丹红和靛酚蓝的混合液滴于其上,置于甲苯中展开,黄红蓝三色明显分开为合格。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 甲苯;

6.9.2.2 三色混合液:分别称取二甲基黄、苏丹红、靛酚蓝各 $0.0100\text{ g} \pm 0.0002\text{ g}$,置于 150 mL 烧杯中,加入适量甲苯溶解后,全部移入 100 mL 容量瓶中,用甲苯稀释至刻度,摇匀。

6.9.3 仪器

6.9.3.1 铺板器:见图 1;

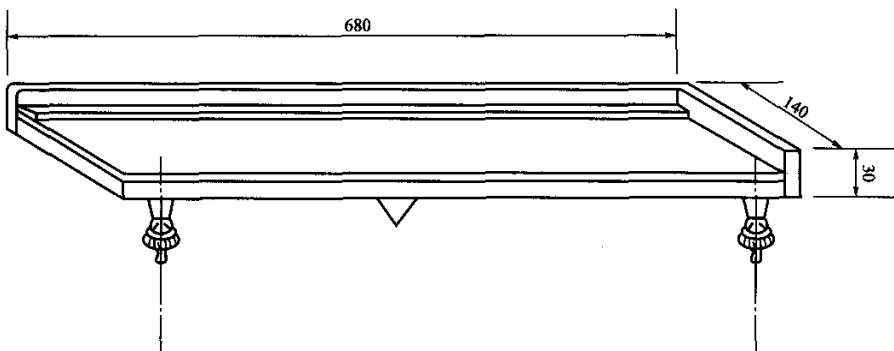


图 1 铺板器

6.9.3.2 涂布器:见图 2;

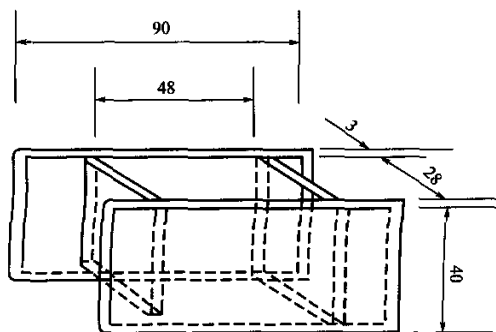


图 2 涂布器

6.9.3.3 层析缸:见图 3,带盖玻璃缸,配有玻璃支架;

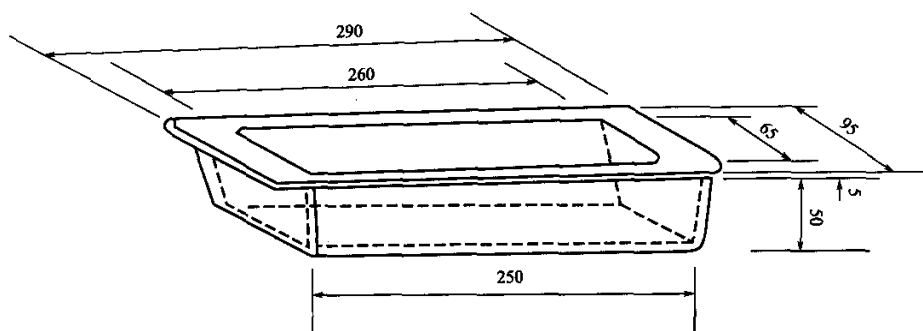


图 3 层析缸

6.9.3.4 玻璃板:5 cm×20 cm;

6.9.3.5 微量进样器:10 μL~25 μL。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 薄层板的制备

将三块清洁干燥的玻璃板置于铺板器上。称取 $5.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中,加入 14 mL 水。搅匀后立即倒在玻璃板上,用涂布器涂布均匀,在玻璃板上形成厚度为 0.2 mm~0.3 mm 的硅胶匀浆的薄层。于空气中晾干后,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干 0.5 h,置于干燥器中备用。

6.9.4.2 点样、展开

在薄层板上距底边 2.5 cm 处,用微量进样器注射 10 μL 三色混合液,然后将板置于层析缸中,薄层板与水平面夹角约 25° ,层析缸中甲苯的液面离薄层板点样点 0.5 cm~1.0 cm,盖上盖子。当展开高度为 10 cm(优等品)或 15 cm(一等品)时,将板取出于空气中自然晾干。

6.9.4.3 层析斑点的判断

在薄层层析板上形成的黄、红、蓝三色斑点应明显分开,靛酚蓝的色斑点接近原点,二甲基黄的色斑点在色谱上方,苏丹红的色斑点在两者之间。蓝、黄色斑点较圆滑,红色斑点有少许拖尾。

6.10 比表面积的测定

按 HG/T 2765.5—2005 第 15 章的要求操作。

6.11 孔容的测定

6.11.1 方法原理

采用液氮温度下,氮单层吸附原理 BET 法测定比表面;改变相对压力 P/P_0 ,根据凯尔文定律测定孔容。

6.11.2 仪器

6.11.2.1 比表面孔隙度测定仪;

6.11.2.2 高纯氮气;纯度 99.99 %;

6.11.2.3 高纯氮气;纯度 99.99 %。

6.11.3 分析步骤

称取 0.2 g~0.3 g 试样(精确至 0.000 2 g)放入测量管中,在 $150\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下抽真空脱气 2 h,使真空度达到 1 Pa 以下,用高纯氮气清洁试样表面。根据测得的吸附等温线,用 BET 法计算比表面积,单位为 m^2/g ;由相对压力(P/P_0)为 0.995 时吸附的液氮体积计算总孔容,以单位质量的孔体积的数值为孔容,单位为 mL/g 。

6.12 加热减量的测定

控制温度 $150\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$,按 HG/T 2765.5—2005 中第 10 章的要求操作。

6.13 粒度合格率的测定

6.13.1 分析步骤

按 HG/T 2765.5—2005 第 5 章操作。称取 10 g~25 g 试样,精确至 0.1 g,置于试样筛内。用手摇动并振动筛网,然后继续摇动筛子,重复几次,最后称量筛上或接料盘内的试样量,精确至 0.1 g。

6.13.2 结果计算

粒度合格率 w_4 ,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——筛上或接料盘内试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 2 %。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1.1 型式检验

本标准规定的所有项目为型式检验项目,在正常情况下,每三个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,必须进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

7.1.2 出厂检验

本标准规定的煅石膏、氯化物、铁、pH、筛余物、加热减量、孔容、粒度合格率、活度为出厂检验项目,必须逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的层析硅胶为一批,薄层层析硅胶每批产品不大于 1 t;柱层层析硅胶每批产品不大于 5 t。

7.3 以每批总瓶数的 3 % 确定取样单元数,每瓶中取样不得少于 50 g,小批量时取样单元数不得少于 3 瓶,每瓶中取样不得少于 300 g;桶装产品按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时,将采样

器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、型号、规格、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 生产厂应保证所有出厂的层析硅胶产品都符合本标准要求。

7.5 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 层析硅胶包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、型号、规格、净含量、等级、批号或生产日期、本标准编号以及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的层析硅胶都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、型号、规格、净含量、等级、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 薄层层析硅胶用附有内盖的白色聚乙烯塑料瓶包装,每瓶 500 g,外包装用瓦楞纸箱,每箱 10 瓶;柱层层析硅胶采用纸箱、纸桶、纸塑复合袋形式包装。桶包装内衬双层聚乙烯薄膜袋,每桶(袋)净含量为 10 kg、25 kg 或按供需双方协议。

9.2 层析硅胶产品应贮存在阴凉、干燥、通风良好的库房。

9.3 层析硅胶产品运输时应注意防止日晒、雨淋,保持包装完好。
