

中华人民共和国国家标准

GB/T 30451—2013

有序介孔二氧化硅

Ordered mesoporous silica

2013-12-31 发布

2014-10-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会 (SAC/TC 279) 和全国化学标准化技术委员会 (SAC/TC 63) 共同提出并归口。

本标准起草单位:中国检验检疫科学研究院、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:闫妍、杨海峰、戴石锋、席广成、张庆、李俊芳、卢晓静。



有序介孔二氧化硅

1 范围

本标准规定了有序介孔二氧化硅粉体材料的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志和标签、包装、运输和贮存等。

本标准适用于具有二维六方结构的介孔二氧化硅粉体材料。

分子式： SiO_2 。

相对分子质量：60.09（按 2001 年国际相对原子质量）。

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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 5195.8 萤石 二氧化硅含量的测定

GB/T 6678—2003 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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 19591—2004 纳米二氧化钛

GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法 第 1 部分：通则

GB/T 23841 无机化工产品中镉含量测定的通用方法 原子吸收分光光度法

GB 25576 食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

有序介孔材料 **ordered mesoporous material**

有序介孔材料是指以表面活性剂形成的超分子结构为模板，利用溶胶-凝胶过程，通过界面间的定向作用，组装成孔径在 2 nm～50 nm 之间、孔径分布窄且有规则孔道结构的多孔材料。

4 分类及代号

根据产品使用不同的结构导向剂制得不同的有序介孔二氧化硅，其分类与命名缩写如表 1 所示。

表 1 有序介孔二氧化硅分类与命名缩写

孔道对称性	命名缩写	结构导向剂
二维六方	SBA-3	CTAB(十六烷基三甲基溴化铵)
	SBA-15	P123(PEO ₂₀ -PPO ₃₀ -PEO ₂₀)聚乙氧基聚丙氧基聚乙氧基三嵌段共聚物
	MCM-41	C _n TMA ⁺ X ⁻ (<i>n</i> =12~18, X=Br, Cl)(十二~十八烷基三甲基铵盐)

5 要求

5.1 外观:白色粉末。

5.2 有序介孔二氧化硅产品技术要求包括纳米属性指标和理化属性指标两部分。其中纳米属性指标用于判定有序介孔二氧化硅产品的纳米属性,见表 2。理化属性指标用于检验有序介孔二氧化硅的常规理化性能指标,见表 3。

表 2 有序介孔二氧化硅的纳米属性指标

序 号	项 目	指 标
1	比表面积/(m ² /g)	≥ 300
2	孔容/(cm ³ /g)	≥ 0.5
3	平均孔径/nm	2 ~ 50
4	介观结构	XRD 谱图 0.5°~8°之间应出现至少 3 个清晰可辨的衍射峰,相应 <i>d</i> 值之比应为 1 : 1/√3 : 1/2,分别对应(100)、(110)、(200)的特征衍射峰。

表 3 有序介孔二氧化硅的理化属性指标

序 号	项 目	指 标
1	有序介孔二氧化硅质量分数/%	≥ 85
2	铅(Pb)的质量分数 /%	≤ 1
3	砷(As)的质量分数 /%	≤ 1
4	镉(Cd) 的质量分数 /%	≤ 1
5	粒度分布(中位径 <i>D</i> ₅₀)	应标明
6	水分含量	应标明
7	白度	应标明
8	堆密度/(g/cm ³)	应标明

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水

冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

6.2 一般规定

在没有注明其他要求时,本文件所用试剂和水分别为分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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 和 HG/T 3696.3 的规定进行。

6.3 比表面积、介孔体积、介孔孔径的测定

称取适量试样,精确至 0.001g,按 GB/T 19587 规定的方法进行测定。样品的比表面积(SBET)采用 Barrett-Emmet-Teller(BET)方法,根据相对压力在 0.04~0.2 范围内吸附数据进行计算;孔容(V_t)和孔径(D)由等温线吸附分支采用 Barrett-Joyner-Halanda (BJH) 模型计算,其中孔容用相对压力 $p/p_0=0.995$ 处的吸附量计算。

6.4 介观结构的测定

6.4.1 仪器

X 射线衍射仪:综合稳定度优于 1%,测角仪精度优于 0.001°。



6.4.2 分析步骤

将样品按 X 射线衍射仪要求制样后进行衍射测定,调节衍射仪增益使被测晶面衍射峰高度在记录范围内得到最大值,角度范围从 0.5°~8°;谱图应出现至少 3 个清晰可辨的衍射峰,相应 d 值之比应为 $1:1/\sqrt{3}:1/2$,分别对应六方相介孔结构(100)、(110)、(200)晶面的特征衍射峰。

6.5 二氧化硅含量测定

二氧化硅含量按 GB/T 5195.8 规定测定。

6.6 铅含量的测定

按 GB 25576 相应方法测定。

6.7 砷含量的测定

按 GB 25576 相应方法测定。

6.8 镉含量的测定

称量 0.2 g~1 g(精确到 1 mg),加入 15 mL 王水,200 °C 消解至 5 mL 左右,定容到 150 mL,镉含量按 GB/T 23841 规定测定。

6.9 粒度分布

按 GB/T 19077.1 的规定测定。

6.10 水分测定

按 GB/T 19591 的规定测定。

6.11 白度的测定

按 GB/T 19591—2004 中 5.14 的规定进行测定。

6.12 堆密度的测定

按 GB/T 19591—2004 中 5.15 的规定进行测定。

7 检验规则

本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1 型式检验

本文件中规定的所有指标项目均需进行型式检验。在正常情况下,每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 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距;
- e) 合同规定。

7.2 出厂检验

7.2.1 本文件中规定的二氧化硅质量分数、比表面积、孔容、孔径、介观结构为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2.2 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同一级别的有序介孔二氧化硅为一批。每批产品不超过 1t。

7.2.3 按 GB/T 6678—2003 中 7.6 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 50g。将样品分装于两个清洁、干燥的具塞瓶或塑料袋中,密封。注明生产厂名、产品名称、类别、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。

7.2.4 有序介孔二氧化硅应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

7.2.5 如检验项目的检验结果有不符合本标准技术要求的,应重新自两倍量的包装中采样,对全部检测项目进行复验。如复验结果中有任何一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.2.6 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 标志和标签

8.1 有序介孔二氧化硅包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、净含量、批号或生产日期及本标准编号,以及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的有序介孔二氧化硅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、商标、净含量、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、运输和贮存

9.1 经检验合格的二氧化硅产品应装入密封的具塞瓶或塑料袋内,外包装可采用多种包装形式:纸桶、塑料桶、塑料编织袋或纸塑复合袋,或与用户协商包装方式及规格。

9.2 有序介孔二氧化硅在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。运输工具应清洁、干燥,尽量采用集装箱、网或集装托盘装卸和运输。不得与碱类及酸类混运。

9.3 有序介孔二氧化硅应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮,防止日晒、受热,不得与碱类及酸类物品混贮。



附 录 A
(资料性附录)

具有 P6 mm 结构的有序介孔二氧化硅的 XRD 图

具有 P6 mm 结构的有序介孔二氧化硅的 XRD 图见图 A.1 和图 A.2。

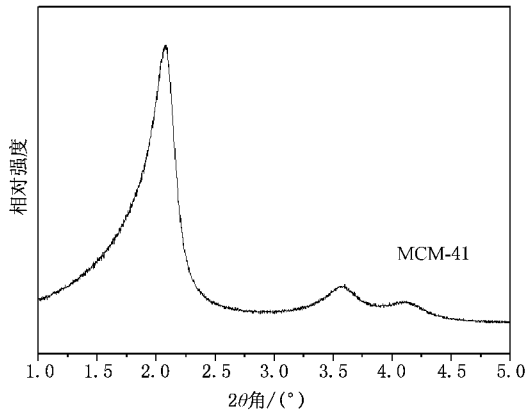


图 A.1 有序介孔二氧化硅产品 X-射线衍射图谱 (MCM-41)

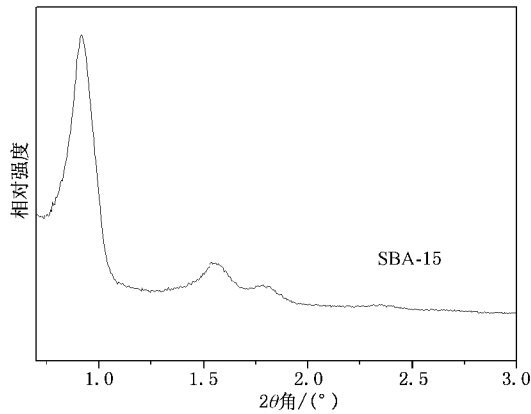


图 A.2 有序介孔二氧化硅产品 X-射线衍射图谱 (SBA-15)