

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3061—2020

代替 HG/T 3061—2009

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated

(mod ISO 5794-1:2010, Rubber compounding ingredients—
Silica, precipitated, hydrated)

2020-12-09 发布

2021-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准与 HG/T 3061—2009 相比主要变化如下：

- 修改了规范性引用文件的导语，以符合 GB/T 20001.10 的要求（见第 2 章，2009 年版的第 2 章）；
- 增加了沉淀水合二氧化硅产品按造粒后的形状进行分类，与表 2 进行了有效衔接（见第 5 章）；
- 将项目名称“邻苯二甲酸二丁酯（DBP）吸收值”改为“吸油值”，因为测试试剂包括 DBP、石蜡油等多种（见 5.2 的表 2，2009 年版的 5.2 的表 2）；
- 增加块状沉淀水合二氧化硅吸油值指标为 $(150\sim 300)\times 10^{-5}\text{ m}^3/\text{kg}$ （见 5.2 的表 2）；
- 调整块状沉淀水合二氧化硅的加热减量和 pH 值指标与粒/粉状指标一致（见 5.2 的表 2，2009 年版的 5.2 的表 2）；
- 增加了“注 4：双方协商，也可采用样品的测定值与标准参比白炭黑 1 号（SRS1）的测定值的比值或差值判定，其技术要求见附录 A 中表 A.2。”（见 5.2 的表 2）；
- 将“二氧化硅含量”指标从“ $\geq 90\%$ ”调整为“ $95\%\sim 98\%$ ”，与 ISO 5794-1:2010 的表达方式一致（见 5.2 的表 2，2009 年版的 5.2 的表 2）；
- 将表 2 中“扯断伸长率”修改为“拉断伸长率”，以符合 GB/T 528 的描述（见 5.2 的表 2，2009 年版的 5.2 的表 2）；
- 修改拉断伸长率指标为“ $\geq 520\%$ ”，以满足当前沉淀水合二氧化硅产品质量的现状（见 5.2 的表 2，2009 年版的 5.2 的表 2）；
- 将试验方法单列一节（见 5.4，2009 年版的 5.2）；
- 改变了“二氧化硅含量”的计算方式，即以灼烧样品（干品）作为计算基数，与 ISO 5794-1:2010 一致（见 5.4.3）；
- 出厂检验项目增加了氮吸附比表面积，删除了二氧化硅含量、颜色、 $45\text{ }\mu\text{m}$ 筛余物（见 7.1.1，2009 年版的 6.1.1）；
- 增加了组批规则和抽样方案，增强标准的可操作性（见 7.3）；
- 将标志单列一章，以符合 GB/T 20001.10 的要求（见第 8 章，2009 年版的 7.2）；
- 增加了产品的贮存期，提供保证产品质量稳定的条件（见 9.3.5）；
- 增加了采用标准参比沉淀水合二氧化硅的方法示例（见附录 A）。

本标准修改采用 ISO 5794-1:2010《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 第一部分：非橡胶试验》。

本标准与 ISO 5794-1:2010 的主要差异如下：

- 标准名称改为《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅》（见标准名称，ISO 5794-1:2010 的标准名称）；
- 删除了密度指标，因为密度为常数，而非常规检测项目（见 ISO 5794-1:2010 中附录 H 表 H.2）；
- 删除了附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G，因这些附录已制定成了独立的国家标准或行业标准（见 ISO 5794-1:2010 中附录 A～附录 G）；
- A 类产品的比表面积值范围由“ $>191\text{ m}^2/\text{g}$ ”更改为“ $\geq 191\text{ m}^2/\text{g}$ ”，F 类产品的比表面积值范围由“ $<70\text{ m}^2/\text{g}$ ”更改为“ $\leq 70\text{ m}^2/\text{g}$ ”，使分类更严谨（见第 4 章表 1，ISO 5794-1:

- 2010 中附录 H 表 H.1);
- 水可溶物指标由“ $\leq 3.0\%$ ”调整为“ $\leq 2.5\%$ ”，二氧化硅含量（灼品）的上限指标由“97%”调整为“98%”，体现我国技术进步水平（见 5.2 的表 2，ISO 5794-1:2010 中附录 H 表 H.2);
 - 增加了吸油值、拉伸强度、拉断伸长率、300%定伸应力/500%定伸应力的指标，这些项目均有相应的 ISO 和 GB/T 测试方法标准，并且我国自 1989 年以来历次标准均规定了指标，对生产、使用中的质量控制十分重要（见 5.2 的表 2);
 - 根据我国编写产品标准的规定，增加了“检验规则”“标志”“包装、运输和贮存”要求内容（见第 7 章、第 8 章、第 9 章）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会（SAC/TC35）归口。

本标准起草单位：确成硅化学股份有限公司、无锡恒诚硅业有限公司、中昊黑元化工研究设计院有限公司、江西黑猫炭黑股份有限公司、金能科技股份有限公司、福建省沙县金沙白炭黑制造有限公司、福建远翔新材料股份有限公司、通化双龙硅材料科技有限公司、株洲兴隆新材料股份有限公司、山东联科科技股份有限公司。

本标准主要起草人：王定友、毛善兵、代传银、卢爱平、吕俊英、张慧、范希周、王承辉、白英杰、唐志凡、李祥凯、邓毅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

HG/T 3061—1989；HG/T 3061—1999；HG/T 3061—2009。

橡胶配合剂

沉淀水合二氧化硅

1 范围

本标准规定了橡胶配合剂沉淀水合二氧化硅（俗称沉淀法白炭黑）的术语和定义、分类、技术要求与试验方法、取样、检验规则、标志以及包装、运输和贮存。

本标准适用于作为橡胶配合剂使用的沉淀水合二氧化硅。该产品主要应用于轮胎及橡胶制品。

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，仅所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 528 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸应力应变性能的测定

GB/T 10722 炭黑 总表面积和外表面积测定 氮吸附法

GB/T 20001.10 标准编写规则 第10部分：产品标准

HG/T 2404—2020 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅在丁苯橡胶中的鉴定

HG/T 3062 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 干燥样品二氧化硅含量的测定

HG/T 3063 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 颜色的比较法

HG/T 3064 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 45 μm 筛余物的测定

HG/T 3065 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 加热减量的测定

HG/T 3066 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 干燥样品灼烧减量的测定

HG/T 3067 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 水悬浮液 pH 值的测定

HG/T 3068 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 总铜含量的测定

HG/G 3069 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 总锰含量的测定

HG/T 3070 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 总铁含量的测定

HG/T 3072 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 吸油值的测定

HG/T 3748 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 水可溶物含量的测定 冷萃取法

3 术语和定义

3.1

沉淀水合二氧化硅 silica, precipitated, hydrated

将可溶性硅酸盐水溶液酸化后沉淀得到的以无定形粒子形式存在的材料。

4 分类

沉淀水合二氧化硅产品按造粒后的形状分为粉状、粒状、块状 3 类。

沉淀水合二氧化硅产品按氮吸附比表面积分为 6 类，见表 1。

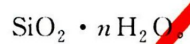
表 1 沉淀水合二氧化硅按氮吸附比表面积的分类

类 别	氮吸附比表面积/(m ² /g)	类 别	氮吸附比表面积/(m ² /g)
A	≥191	D	106~135
B	161~190	E	71~105
C	136~160	F	≤70

注：进行有限数量分类的目的是避免种类的扩大，满足此处给定要求的材料适用于橡胶配合物，并不意味着不满足这些要求的材料不适用于这样的用途。

5 技术要求与试验方法

5.1 化学式



5.2 产品的物理、化学性能的技术要求和试验方法

应符合表 2 的规定。



表 2 技术要求

序 号	项 目	单 位	指 标	
			粒/粉状	块 状
1	灼烧减量（干品）	%	≤7.0	
2	二氧化硅含量（灼品）	%	95～98	
3	45 μm 筛余物	%	≤0.5	
4	水可溶物	%	≤2.5	
5	颜色	—	不次于标样	
6	加热减量	%	4.0～8.0	
7	pH 值	—	5.0～8.0	
8	总铜含量	mg/kg	≤10	≤30
9	总锰含量	mg/kg	≤40	≤50
10	总铁含量	mg/kg	≤500	≤1 000
11	吸油值	10 ⁻⁵ m ³ /kg	200～350	150～300
12	300%定伸应力	MPa	≥5.5	
13	500%定伸应力	MPa	≥13.0	
14	拉伸强度	MPa	≥19.0	
15	拉断伸长率	%	≥520	
注 1：颜色比较用标样由供需双方商定。				
注 2：300%定伸应力、500%定伸应力、拉伸强度和拉断伸长率采用 GB/T 528 中规定的 1 型哑铃状裁刀。				
注 3：拉断伸长率高于 600%时，只考核 500%定伸应力。否则，只考核 300%定伸应力。				
注 4：双方协商，也可采用样品的测定值与标准参比白炭黑 1 号（SRS1）的测定值的比值或差值判定，其技术要求见附录 A 中表 A.2。				

5.3 物理形态和分散性

5.3.1 沉淀水合二氧化硅应是如下物理形态：根据 HG/T 2404—2020 给出的试验配方、使用设备和程序将其配入橡胶时，得到的未硫化混炼胶中沉淀水合二氧化硅分散良好，无明显的团块或未分散开的沉淀水合二氧化硅。

5.3.2 在包装处理沉淀水合二氧化硅时，为了减小粉尘量，建议采取小颗粒状、小块状、小球珠状等能减少粉尘的各形状产品，同时这些产品形状要满足分散性要求（见 5.3.1）和本标准的其他要求。

5.4 试验方法

5.4.1 氮吸附比面积的测定按 GB/T 10722 执行。

5.4.2 灼烧减量（干品）的测定按 HG/T 3066 执行。

5.4.3 二氧化硅含量（灼品）的测定按 HG/T 3062 执行，结果的计算应采用灼烧后样品的质量为基数。

- 5.4.4 45 μm 筛余物的测定按 HG/T 3064 执行, 块状产品需研磨至粉状后再测试。
- 5.4.5 水可溶物的测定按 HG/T 3748 执行。
- 5.4.6 颜色的比较按 HG/T 3063 执行。
- 5.4.7 加热减量的测定按 HG/T 3065 执行。
- 5.4.8 pH 值的测定按 HG/T 3067 执行。若采用 5% 悬浮液浓度, 应在试验报告中注明。
- 5.4.9 总铜含量的测定按 HG/T 3068 执行。
- 5.4.10 总锰含量的测定按 HG/T 3069 执行。
- 5.4.11 总铁含量的测定按 HG/T 3070 执行。
- 5.4.12 吸油值的测定按 HG/T 3072 执行。
- 5.4.13 300% 定伸应力、500% 定伸应力、拉伸强度、拉断伸长率的测定按 HG/T 2404—2020 执行。

6 取样

6.1 取样工具

- 不锈钢勺或硬质塑料勺。
- 取样管: 主管为硬质塑料或不锈钢管。密封板为橡胶板, 其内孔略小于主管外径, 并可沿主管轴向移动。

6.2 样品容器

能盛 2 kg 样品、密闭防潮且不污染样品的容器。

6.3 取样单元

当总物料单元数不大于 512 时, 取样单元数的选取按表 3 的规定进行; 当总物料单元数大于 512 时, 取样单元数为总物料单元数立方根的 3 倍, 即 $3\sqrt[3]{N}$ (N 为总物料单元数), 如遇小数则进位为整数。

表 3 选取取样单元的规定

总物料单元数 N	选取最小单元数
1~10	全采
11~49	11
50~64	12
65~81	13
82~101	14
102~125	15
126~151	16
152~181	17
182~216	18
217~254	19
255~296	20
297~343	21
344~394	22
395~450	23
451~512	24

6.4 取样总量

不少于 2 kg (包括保留样)。

6.5 取样方法

拆开产品包装袋的缝合口，小心扒开表面的产品深约 100 mm，用取样勺以大约均等的数量在每个单元取样，样品置于样品容器中，取样后将包装袋口缝合；或把产品包放平，把需要取样的包装部位清除干净，将取样管斜口端向上插到包装袋内所需处，使产品从管中流入或将管中产品倒入样品瓶中，取足数量后抽出取样管，封闭取样口。

将不同取样单元取得的样品通过样品缩分器至少 3 次或采用电动混样机混合，以获取 2 份以上均匀的样品 (其中 1 份留用)。

6.6 样品标签

样品盛入容器后随即在容器壁上贴上标签，标签内容包括：

- 样品名称及样品编号；
- 总体物料批号及数量；
- 生产单位 (必要时)；
- 样品量；
- 取样日期；
- 取样者。

6.7 样品保存

6.7.1 样品应密封包装并保存在温度、湿度适宜的样品室内。

6.7.2 样品有效贮存期不多于 3 个月。

7 检验规则

7.1 出厂检验

产品出厂时应进行的检验项目如下：氮吸附比表面积、灼烧减量（干品）、水可溶物、加热减量、pH 值、吸油值。

7.2 例行检验

对产品进行全面考核，即按产品标准中规定的技术指标对产品进行全项检验。

有下列情况之一时应进行例行检验：

- 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- 生产中如原料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- 正常生产时，周期进行检验，以考核产品质量的稳定；
- 产品停产后再恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次检验结果有较大差异时；
- 国家质量监督机构提出例行检验要求时。

7.3 组批规则和抽样方案

7.3.1 组批规则

生产厂以同一生产线上、相同原材料、相同工艺生产的同一牌号的产品进行组批，也可按一定的生产周期或贮存料仓为一批对产品进行组批。

产品以批为单位进行检验和验收。

7.3.2 抽样方案

生产厂可在料仓的取样口抽样，也可根据生产周期等实际情况确定具体的抽样方案。

包装后的产品取样按 6.5 的规定进行。

7.4 判定规则

7.4.1 产品验收按出厂检验规定进行。有一项或一项以上指标未达到该产品品级规定，应判为不合格。

7.4.2 验收期限由产品到达收货方车站或口岸之日起 30 日内完成。

7.4.3 当供需双方发生质量争议时，应由双方共同取样并签封，送或寄到专业的国家法定检验机构进行仲裁。

8 标志

包装袋正面应有醒目的标志，内容包括但不限于：

- 产品名称；
- 产品类别；
- 产品标准编号；
- 商标；
- 净含量；
- 制造日期（编号）或生产批号；
- 制造厂名和厂址；
- 印有小心轻放、注意防潮等警示。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

9.1.1 生产结束时，按每包净含量为 5.0 kg 的倍数或按用户要求进行包装，称量允许误差为 ± 0.2 kg。

9.1.2 产品包装材料及包括方法须能防潮、防污染，且能进行醒目的标识。

9.1.3 包装袋要求：

- 内袋为厚度不小于 0.04 mm 的聚乙烯袋，外袋为塑料编织袋；
- 符合用户要求的其他包装。

9.1.4 包装袋应用棉线或合成纤维线缝合。

9.2 运输

9.2.1 运输工具：火车、汽车、轮船等，一律遮篷。

9.2.2 运输过程中不得与可使产品变质或使包装破损的物品在同一车厢、船舱内混放。

9.2.3 装卸、运输时要严防包装袋的破损。

9.3 贮存

9.3.1 产品应贮存在干燥、通风、防湿的仓库内，严防破包造成污染。

9.3.2 不得与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混贮。

9.3.3 凡漏出包外的产品，一律不得再返回包内。

9.3.4 产品按种类、生产批堆放，堆放应整齐、清洁，每堆标识应能清晰辨认，堆间距不得小于 1 m。

9.3.5 产品贮存期不超过 1 年，否则应进行例行检验以判断产品品质；在贮存期内定期对贮存环境（如湿度、通风）进行检查。

附录 A

(资料性附录)

标准参比沉淀水合二氧化硅 1 号 (SRS1) 实用案例

A.1 标准参比沉淀水合二氧化硅 1 号 (SRS1) 标准值

见表 A.1。

表 A.1 标准参比沉淀水合二氧化硅 1 号 (SRS1) 标准值

序号	项 目	指 标		测试方法
		目标值	3 δ	
1	二氧化硅含量(干品)/%	93.2	0.42	HG/T 3062
2	吸油值/(10 ⁻⁵ m ³ /kg)	238	4.2	HG/T 3072
3	氮吸附比表面积(NSA)/(10 ³ m ² /kg)	127.2	2.3	GB/T 10722
4	300%定伸应力/MPa	7.1	0.80	HG/T 2404—2020
5	500%定伸应力/MPa	17.0	4.2	
6	拉伸强度/MPa	20.6	3.6	
7	拉断伸长率/%	544	46	

A.2 标准参比沉淀水合二氧化硅橡胶物理机械性能标准值的使用

A.2.1 按 HG/T 2404—2020 测试标准参比沉淀水合二氧化硅 1 号 (SRS1)。测定值与表 A.1 的值进行比较,若在标准值范围内,表明整个测试系统可信;否则,应查找原因并消除。

A.2.2 按 HG/T 2404—2020 测试样品的同时测试标准参比沉淀水合二氧化硅 1 号 (SRS1),用样品的测定值与 SRS1 的测定值的差值或比值作为考核样品橡胶机械性能优劣的指标。

A.2.3 典型的沉淀水合二氧化硅产品橡胶物理机械性能差值法或比值法质量指标值见表 A.2。

表 A.2 橡胶物理机械性能技术要求

序号	项 目	指 标		测试方法
		差值法	比值法	
1	300%定伸应力/MPa	≥-1.6	≥ 0.77	HG/T 2404—2020
2	500%定伸应力/MPa	≥-4.0	≥ 0.77	
3	拉伸强度/MPa	≥-1.6	≥ 0.92	
4	拉断伸长率/%	≥-24	≥ 0.96	
注 1: 300%定伸应力、500%定伸应力、拉伸强度和拉断伸长率采用 GB/T 528 中规定的 1 型哑铃状裁刀。				
注 2: 拉断伸长率高于 600%时,只考核 500%定伸应力。否则,只考核 300%定伸应力。				

附 录 B
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 5974-1:2010 章条编号对照

表 B.1 给出了本标准章条编号与 ISO 5974-1:2010 章条编号对照。

表 B.1 本标准章条编号与 ISO 5974-1:2010 章条编号对照

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	2
3	3
4	H2
5	5, H5
6	4
7	—
8	—
9	—
注：除上述章条外，本标准其他章条与对应国际标准章条无对应关系。	