

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3748—2014

代替 HG/T 3748—2004

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

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated,
determination of matter soluble in water—Cold extraction method

[mod ISO 787-8:2000(E), General methods of test for pigments and
extenders—Part 8: Determination of matter soluble in water—Cold
extraction method]

2014-12-31 发布

2015-06-01 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。

本标准代替 HG/T 3748—2004《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》，与 HG/T 3748—2004 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 GB/T 8170（见 2）；
- 将“水：pH6～pH7 的新鲜二次蒸馏水或去离子水”修改为“除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水”（见 3，2004 年版的 3）；
- 增加了图 1（见 4.2）；
- 增加了对加压过滤装置的技术要求（见 4.2）；
- 增加了按 GB/T 8170 进行数值修约（见 7）。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 787-8:2000(E)《颜料与填充料的通用试验方法 第 8 部分：水可溶物的测定 冷萃取法》。

本标准与 ISO 787-8:2000(E) 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本标准与 ISO 787-8:2000(E) 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 787-8:2000(E) 相比存在技术性差异，这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线（|）进行了标示，在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表。

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炭黑分技术委员会（SAC/TC35/SC5）归口。

本标准起草单位：中橡集团炭黑工业研究设计院、无锡恒诚硅业有限公司、通化双龙化工股份有限公司、福建省沙县金沙白炭黑制造有限公司、金能科技股份有限公司、确成硅化学股份有限公司、株洲兴隆新材料股份有限公司、山东联科白炭黑有限公司、福建远翔化工有限公司。

本标准主要起草人：邓毅、王成、卢爱平、白英杰、范希周、冯洁、王永庆、周敏、吴晓强、王承辉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 3748—2004。

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

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用冷萃取法测定橡胶配合剂沉淀水合二氧化硅（白炭黑）水可溶物含量的试验方法。
本标准适用于沉淀水合二氧化硅。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
HG/T 3061 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅
HG/T 3065 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 加热减量的测定

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

注 1：在相关双方同意的情况下也可以使用其他类型的水。

4 仪器

4.1 容量瓶：250 mL。

4.2 加压过滤装置（见图 1）：该设备是用加压的氮气或空气经孔径为 0.1 μm ~0.15 μm 的微孔滤膜使混合物分离的装置。耐压范围 0.4 MPa~0.7 MPa，样品过滤筒容积 40 mL，不锈钢材质，两端有 6.4 mm 开关，可承受 0.7 MPa 压力。

注 2：国产 TBY-20 加压过滤装置符合本标准要求。在相关双方同意的情况下也可以使用其他类型的过滤装置。

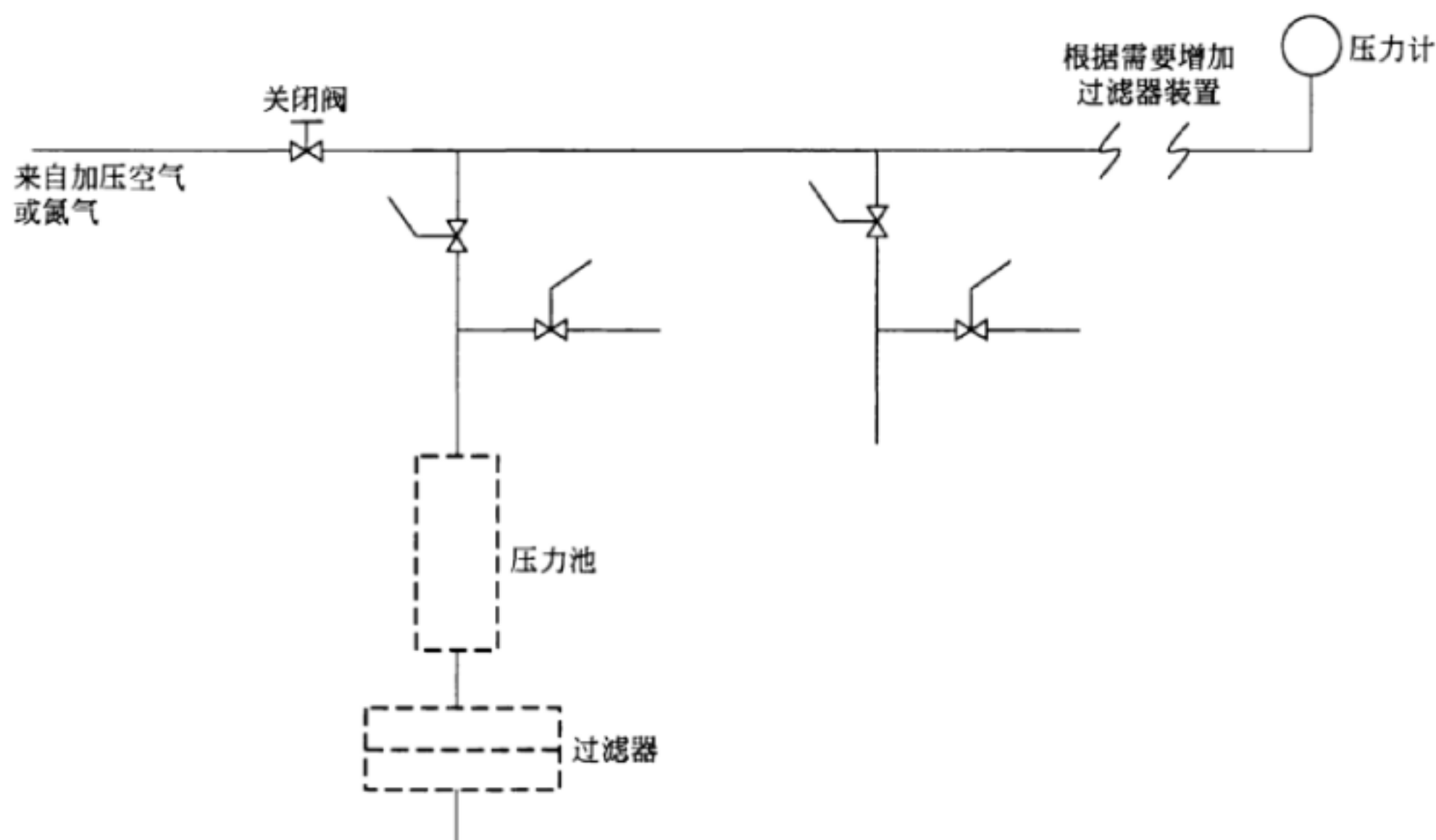


图 1 加压过滤装置示意图

- 4.3 蒸发皿：平底型，材质为玻璃、铂金、釉面瓷或石英材料均可。
- 4.4 水浴。
- 4.5 烘箱：可控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.6 分析天平：精度为 0.1 mg 。
- 4.7 干燥器：装有有效干燥剂。

5 采样

按 HG/T 3061 规定的方法采样。

6 分析步骤

- 6.1 取两份试样进行平行测定。
- 6.2 将蒸发皿置于温度为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中，按 HG/T 3065 干燥至恒重并称量 (m_0)。
- 6.3 于烧杯中称取 5 g 试样 (m_1)，精确到 0.1 mg 。
- 6.4 用适量水润湿烧杯中的试样。若试样在水中不易分散，可使用润湿剂。如果试样不溶于乙醇，则可用乙醇作为润湿剂，否则应采用非离子润湿剂，例如可加入 $10\text{ mL } 0.01\%$ 浓氧化乙烯溶液。若所用的润湿剂不易挥发，则需做空白试验进行校正。
- 6.5 加入约 200 mL 经煮沸除去 CO_2 并冷却至室温的水，在室温下连续搅拌 1 h 。将混合液转入容量瓶中，用水稀释至刻度，将容量瓶上下倒置使混合液充分混匀，立即用加压过滤装置过滤，将滤液转入加压过滤装置重新过滤，直至滤液清澈透明。对于不易过滤的悬浊液应先进行离心分离。
- 6.6 移取 100 mL 清澈透明的滤液或离心清液于干燥恒重的蒸发皿中，将其置于水浴中蒸发。
- 6.7 将带有残余物的蒸发皿置于温度为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥，在干燥器中冷却至室温并称量，精确到 0.1 mg 。然后将蒸发皿干燥至少 30 min ，冷却并称量，直至两次称量结果之差不大于最后一次称量值（残余物质量）的 10% ，记录较小称量值 (m_2)。

7 结果表示

水可溶物含量以溶于水的物质的质量分数 M 计，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

$$M = \frac{(m_2 - m_0) \times 2.5}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_0 ——蒸发皿的质量的数值，单位为克 (g)；
- m_1 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；
- m_2 ——残余物与蒸发皿的质量的数值，单位为克 (g)。

如果两平行测定结果之差不大于较小值的 10 %，取其平均值，否则应进行第三次测试。若第三次测定结果与前两次测定结果的平均值之差不大于较小值的 10 %，取 3 次测定结果的平均值。否则在报告中应注明这种现象，并报出各单次测定结果。

计算结果表示到小数点后 1 位。按 GB/T 8170 进行数值修约。

8 试验报告

试验报告应当包括下列内容：

- a) 试样的品种和编号；
- b) 本标准的编号；
- c) 试样质量；
- d) 所用水的类型；
- e) 过滤装置的类型或是否采用离心分离；
- f) 润湿剂的类型；
- g) 试验结果；
- h) 与规定的分析步骤的差异；
- i) 在试验中观察到的异常现象；
- j) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 787-8:2000(E) 章条编号对照

表 A. 1 给出了本标准章条编号与 ISO 787-8:2000(E) 章条编号对照。

表 A. 1 本标准章条编号与 ISO 787-8:2000(E) 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 的第 1 段	1 的第 1 段
	1 的第 2、3 段
1 的第 2 段	
2～5	2～5
6. 1	6. 1
6. 2	
6. 3～6. 7	6. 2～6. 3
7	7. 1
	7. 2
8	8
附录 A	
附录 B	

附 录 B
(规范性附录)

本标准与 ISO 787-8:2000(E) 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 787-8:2000(E) 的技术性差异及其原因。

表 B.1 本标准与 ISO 787-8:2000(E) 技术性差异及其原因

本标准章条 编号	技术性差异	原 因
1	删除了 ISO 787-8:2000(E) 第 1 章的第 2、3 段关于 ISO 787-3 的描述。	仅为提示性内容,与本标准技术内容无关。
2	删除了 ISO 787-8:2000(E) 第 2 章 ISO 787-3:2000、ISO 1042:1998 和 ISO 15528:2000。 增加引用了 HG/T 3061。	采样及玻璃量器要求执行我国标准。
3	新鲜二次蒸馏水改为蒸馏水。	验证试验证明可使用蒸馏水。
4.2	将 ISO 787-8:2000(E) 第 4.2 条中的薄膜过滤器改为加压过滤装置。 增加了对加压过滤装置(见图 1)的说明。	两者的原理相同。 便于使用者理解。
4.6	“分析天平,精度为 1 mg 或更高”修改为“分析天平:精度为 0.1 mg”。	提高称量精度。
5	将 ISO 787-8:2000(E) 第 5 章中的采样标准 ISO 15528 改成 HG/T 3061。	符合我国采样要求。
6.2	将 ISO 787-8:2000(E) 第 4.3 条蒸发皿干燥恒重的内容单独列一条并记质量为 m_0 。	便于记录数据。
6.3	将 ISO 787-8:2000(E) 第 6.2 条中的称样量 2 g~20 g 改为约 5 g (m_1)。 删除了 ISO 787-8:2000(E) 第 6.2 条中第 2 段。	对于确定物料,不需要对其称样量进行探索。 根据沉淀水合二氧化硅实际情况确定的大约称量值。
6.7	将 ISO 787-8:2000(E) 第 6.3 条第 6 段中残余物质量(m_1)改写成蒸发皿与残余物的质量(m_2)。	便于记录数据。
7	将 ISO 787-8:2000(E) 第 7.1 条中的计算公式“ $M_{ws,c} = (m_1 \times 2.5/m_0) \times 100$ ”改成“ $M = [(m_2 - m_0) \times 2.5/m_1] \times 100$ ”。	基于第 6 章中的改变。
7	增加“按 GB/T 8170 进行数值修约”。	符合我国取值规定。
	删除了 ISO 787-8:2000(E) 第 7.2 条中的重现性和再现性内容。	仅是说明没有确切的精密度,无实质性内容。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
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

HG/T 3748 - 2014

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张3/4 字数15.1千字

2015年4月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1992

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：12.00 元

版权所有 违者必究