

ICS 71.060.20
G 13
备案号:41844—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4526—2013

消光用二氧化硅

Silica for matting use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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：冷水江三 A 化工有限责任公司、山西天一纳米材料科技有限公司、北京航天赛德科技发展有限公司、清远市鑫辉化工有限公司、浙江建业化工股份有限公司、德清县圆正粉末有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：胡湘仲、周日升、裴亚利、李建辉、陈云斌、潘学伟、陆思伟、胡伟民、张原禧。

消光用二氧化硅

1 范围

本标准规定了消光用二氧化硅的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于凝胶法和沉淀法生产的消光用二氧化硅。该产品主要用于涂料、造纸、皮革、油墨等行业作为消光剂。

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 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(neq 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 23774—2009 无机化工产品 白度测定的通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: SiO_2

相对分子质量: 60.08(按 2011 年国际相对原子质量)

4 分类

消光用二氧化硅根据生产工艺分为凝胶法的 N 类和沉淀法的 C 类产品:

N 类、C 类产品分为亲水型(A 型)和疏水型(B 型)共两个类型产品。A 型二氧化硅表面没有覆盖有机物;B 类二氧化硅由 A 型产品经有机物表面改性制成。

消光用二氧化硅的产品名称以类型代号(NA/NB 和 CA/CB)加粒径 d_{50} (μm) 构成。分类名称见表 1。生产者可参照表 1 命名本标准中未包含的消光用二氧化硅产品。

表 1 分类名称

N 类			C 类		
A 型	B 型	粒径 $d_{50}/\mu\text{m}$	A 型	B 型	粒径 $d_{50}/\mu\text{m}$
NA-2	NB-2	2	CA-3	CB-3	3
NA-3	NB-3	3	CA-4	CB-4	4
NA-5	NB-5	5	CA-5	CB-5	5
NA-7	NB-7	7	CA-7	CB-7	7
NA-9	NB-9	9	CA-9	CB-9	9

示例：凝胶法亲水型（产品表面未经处理）粒径（ d_{50} ） $1.5\ \mu\text{m}\sim 2.5\ \mu\text{m}$ 产品类型代号以 NA-2 表示。

5 要求

5.1 外观

蓬松的、不规则的白色粉末。

5.2 消光用二氧化硅按本标准的试验方法检测，各类别应符合表 2 和表 3 中相应的技术要求。

表 2 消光用二氧化硅 N 类技术要求

项 目	NA 型					NB 型				
	NA-2	NA-3	NA-5	NA-7	NA-9	NB-2	NB-3	NB-5	NB-7	NB-9
粒径 $d_{50}/\mu\text{m}$	1.5~ 2.5	2.5~ 4.0	4.0~ 6.0	6.0~ 8.0	8.0~ 10.0	1.5~ 2.5	2.5~ 4.0	4.0~ 6.0	6.0~ 8.0	8.0~ 10.0
孔容/(mL/g) \geq	1.80	1.80	1.80	1.50	1.20	1.90	1.80	1.80	1.50	1.20
比表面积(BET)/(m^2/g)	250~ 300	250~ 300	270~ 300	300~ 350	300~ 350	250~ 300	250~ 300	270~ 300	300~ 350	300~ 350
吸油值/(g/100 g)	220~280					210~260				
二氧化硅(SiO_2) $w/\%$ \geq	99.0					99.0				
干燥减量(105 $^{\circ}\text{C}$) $w/\%$	5.0					5.0				
灼烧失重(1 000 $^{\circ}\text{C}$) $w/\%$ \leq	6.0					13.0				
铁(Fe) $w/\%$ \leq	0.03					0.05				
钠(Na) $w/\%$ \leq	0.16					0.30				
pH 值(5 %水悬浮液)	6~8					6~8				
白度(R457)/% \geq	93					93				

表 3 消光用二氧化硅 C 类技术要求

项 目	CA 型					CB 型				
	CA-3	CA-4	CA-5	CA-7	CA-9	CB-3	CB-4	CB-5	CB-7	CB-9
粒径 $d_{50}/\mu\text{m}$	2.0~ 4.0	4.0~ 5.0	5.0~ 6.0	6.0~ 8.0	8.0~ 10	2.0~ 4.0	4.0~ 5.0	5.0~ 6.0	6.0~ 8.0	8.0~ 10
比表面积(BET)/(m^2/g)	180~250					180~250				
吸油值/($\text{g}/100\text{ g}$)	260~340					250~330				
二氧化硅(SiO_2) $w/\%$	≥ 98.0					≥ 98.0				
干燥减量(105℃) $w/\%$	≤ 5.0					≤ 6.0				
灼烧失重(1 000℃) $w/\%$	≤ 6.0					≤ 13.0				
铁(Fe) $w/\%$	≤ 0.03					≤ 0.05				
钠(Na) $w/\%$	≤ 0.30					≤ 0.30				
pH 值(5%水悬浮液)	6~8					6~8				
白度(R457)/%	≥ 93					≥ 93				

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

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

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.4 干燥减量的测定

6.4.1 方法提要

试样在一定温度下加热干燥,冷却并称量。

6.4.2 仪器

6.4.2.1 带盖称量瓶: $\phi 60\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

6.4.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.3 分析步骤

称取 $1\text{ g}\sim 2\text{ g}$ 试样,精确至 0.000 2 g ,置于预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.4.4 结果计算

干燥减量以质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——干燥后试料的质量的数值,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 0.05 %。

6.5 灼烧减量的测定

6.5.1 方法提要

试样经高温灼烧,根据试样灼烧前后的质量差,确定灼烧减量。

6.5.2 仪器

6.5.2.1 高温炉:温度可以控制在 $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.5.2.2 坩埚:瓷坩埚或铂坩埚。

6.5.3 测定步骤

称取约 1 g ~2 g 预先按 6.4 测定干燥减量后的试样,精确至 0.000 2 g,置于已于 $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的坩埚中,盖上坩埚盖并留少许空隙,置于高温炉中,于 $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

6.5.4 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

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

式中:

m_1 ——灼烧前坩埚和试料质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后坩埚和试料质量的数值,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 0.05 %。

6.6 二氧化硅含量的测定

6.6.1 方法提要

二氧化硅在氢氟酸的作用下,生成易挥发的四氟化硅,经灼烧并根据灼烧前后的质量差,确定二氧化硅含量。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 无水乙醇。

6.6.2.2 氢氟酸。

6.6.2.3 硫酸溶液:1+1。

6.6.3 仪器

6.6.3.1 铂坩埚:50 mL。

6.6.3.2 高温炉:温度可以控制在 $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.4 分析步骤

称取约 1 g 预先按 6.5 测定灼烧减量后的试样,精确至 0.000 2 g。置于已于 $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的铂坩埚中,加 6 滴~8 滴无水乙醇浸润试样,再加 1 mL 硫酸溶液和 10 mL 氢氟酸。在通风橱内于电炉或电热板上加热蒸发至浆状,冷却。用少量水将坩埚壁上的物质冲下,再加入 5 mL 氢氟酸并在电炉或电热板上继续加热直至不再放出白烟。然后将铂坩埚置于 $1\,000\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉内灼烧至质量恒定。保留灼烧后的残渣,备用。

6.6.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅(SiO_2)的质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

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

式中:

m_1 ——灼烧后残渣的质量的数值,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 0.2 %。

6.7 铁含量的测定

6.7.1 方法提要

将测定二氧化硅含量后的残渣溶于盐酸溶液中,用抗坏血酸将试液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。在 pH 为 2~9 的条件下, Fe^{2+} 与 1,10-菲罗啉生成橙红色配合物,用分光光度计在最大吸收波长 510 nm 处测量其吸光度。

6.7.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.7.3 仪器

分光光度计;带有 4 cm 比色皿。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 规定选用厚度为 4 cm 比色皿及其对应的铁标准溶液用量绘制曲线。

6.7.4.2 测定

将测定二氧化硅含量后的灼烧残渣溶于 10 mL 盐酸溶液中,并转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于铁含量、钠含量的测定。

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 100 mL 容量瓶中,用氨水溶液调节至约中性。加水至约 60 mL,用盐酸溶液调节 pH 约为 2(用精密 pH 试纸检验),以下操作按 GB/T 3049—2006 第 6.3.2 条和 6.3.3 条规定选用 4 cm 比色皿,以水为参比,绘制工作曲线、测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

6.7.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (25/250)} \times 100 \% \quad (4)$$

式中:

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

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——6.6.4 条中所称试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.007 %。

6.8 钠含量的测定

6.8.1 方法提要

试样经过处理后,试验溶液导入火焰光度计中,当含钠溶液以雾状喷入火焰时,经火焰原子化后,即能发射出钠元素的特征谱线。在一定浓度范围内,钠元素特征谱线强度与钠元素浓度成正比,测定钠元素的特征谱线强度,用标准曲线法即能求得试样中钠的含量。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.10 mg;

用移液管移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.3 仪器

火焰光度计或原子吸收分光光度计(带发射光谱);配有钠特征谱线滤光片。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 仪器校正试验

按火焰光度计或原子吸收分光光度计(带发射光谱)使用说明书中规定,用钠校正溶液进行仪器的

校正试验。

6.8.4.2 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 容量瓶,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钠标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按火焰光度计或原子吸收分光光度计(带发射光谱)使用说明书的规定进行操作,依次测量特征谱线强度,以钠的质量为横坐标,相对应的特征谱线强度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.8.4.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 100 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。按火焰光度计或原子吸收分光光度计(带发射光谱)使用说明书规定对试验溶液进行测定,从工作曲线上查出钠的质量。

6.8.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数 w_5 计,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (25/250)} \times 100 \% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——6.6.4 条中所称试料质量的数值,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 0.02 %。

6.9 pH 的测定

6.9.1 试剂

无二氧化碳的水。

6.9.2 仪器

酸度计:配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极或复合电极。

6.9.3 分析步骤

称取试样约 5.0 g,精确至 0.1 g。置于具塞的三角瓶中加入 100 mL 无二氧化碳的水,然后塞上塞子,强烈振摇 1 min,静置 5 min,测定悬浮液的 pH。

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。

6.10 白度的测定

按 GB/T 23774—2009 规定的方法进行测定。

6.11 吸油值的测定

6.11.1 试剂

精制亚麻仁油:酸值(以氢氧化钾计)5.0 mg/g~7.0 mg/g。

6.11.2 仪器

6.11.2.1 调刀:长 178 mm,宽 7 mm~8 mm。

6.11.2.2 玻璃板或釉面瓷板:20 cm×20 cm。

6.11.2.3 滴瓶:60 mL。

6.11.2.4 电热恒温干燥箱:温度可控制在 105 ℃±2 ℃。

6.11.3 分析步骤

称取约 1 g 预先在 105 ℃±2 ℃干燥 2 h 的试样,精确至 0.01 g。置于玻璃板或釉面瓷板上,用已知质量的盛有精制亚麻仁油的滴瓶滴加精制亚麻仁油。开始以较快的速度滴加精制亚麻仁油,当滴加到相当于试样吸收值的 3/4 量时,用调刀轻轻调和,使精制亚麻仁油与试样浸润均匀。然后不断调和,碾压使粒状试样全部破碎,以较慢的速度继续滴加精制亚麻仁油并不断调和碾压。试样与精制亚麻仁油形成透明饼状、不松散的状态,且玻璃板上不出现油迹即为终点。称量精制亚麻仁油滴瓶质量,计算

试验过程中精制亚麻仁油消耗的质量差值,精确至 0.01 g。操作应在 10 min~15 min 内完成。

6.11.4 结果计算

吸油值以 w_6 计,数值以每 100 g 消光用二氧化硅所吸收精制亚麻仁油的质量(g)表示,按下列公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——滴加精制亚麻仁油之前滴瓶和精制亚麻仁油的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——滴加精制亚麻仁油之后滴瓶和精制亚麻仁油的质量的数值,单位为克(g);

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,平行测定结果的绝对差值不大于 1.0 g/100 g。

6.12 粒径的测定

6.12.1 仪器

6.12.1.1 激光粒径分析仪。

6.12.1.2 超声波分散仪。

6.12.2 分析步骤

根据激光粒度分析仪的要求取一定量的试样,加入约 400 mL 水(B 型产品加少量无水乙醇),将试样溶液置于超声波分散仪上分散 15 s~60 s,按照激光粒径分析仪规定的步骤进行测定,测定后,由数据处理系统提供试样的粒径数据。

6.13 比表面积及孔容的测定

6.13.1 原理

置于吸附质气体氮气中的样品,其物质表面(颗粒外部和内部通孔的表面)在低温下发生物理吸附。在一定压力和温度下达到吸附平衡后,测量吸附的气体体积,通过不同压力下吸附数据的计算,得到样品比表面积及孔容结果。

6.13.2 仪器

物理吸附仪。

6.13.3 分析步骤

按照仪器使用说明调整仪器正常,称取约 0.1 g~0.2 g 预先按 6.4 测定干燥减量后的试样,置于已知质量的样品管中,于 200 °C~300 °C 下脱附 2 h~3 h。然后准确称量样品管和样品的质量,精确至 0.000 1 g,将样品管安装在仪器上,设定参数并按照仪器使用手册进行样品测定,测定后,由数据处理系统提供试样的比表面积及孔容数据。

7 检验规则

7.1 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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消光用二氧化硅为一批。每批产品不超过 10 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采的样品混匀后,用四分法迅速缩分至约 200 g,分装入两个清洁干燥的广口瓶或塑料袋中,密封,瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类型、批号和采样日期、采样者姓名。一份作为实验室样品,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 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,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要求时,则整批产品为不合格。

7.5 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 消光用二氧化硅包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的消光用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、类型、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 消光用二氧化硅采用双层包装,内包装采用牛皮纸袋组成的双层袋包装。外包装采用塑料编织袋附复合纸。每袋净含量为 10 kg 或根据用户要求进行包装。

9.2 消光用二氧化硅在运输中应有遮盖物,防止包装损坏,防止雨淋、受潮,包装损坏泄漏的产品不能使用。

9.3 消光用二氧化硅应贮存于阴凉、通风、干燥处,防止雨淋、受潮。

消光用二氧化硅在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。

中华人民共和国

化工行业标准

消光用二氧化硅

HG/T 4526—2013

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 18 千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1588

BZ002103232



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:14.00 元

版权所有 违者必究