

ICS 83.040.30
G 49
备案号:23769—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3062—2008

代替 HG/T 3062—1999

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

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated—
Determination of silica content on dried sample

(ISO 3262-19 : 2000 Extenders for paints-Specifications and methods of
test—Part 19 : Precipitated silica, MOD)

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准修改采用 ISO 3262-19:2000(E)《涂料添加剂——规范和试验方法——第 19 部分:沉淀二氧化硅》(英文版)第 6 章(二氧化硅含量的测定)。

本标准根据 ISO 3262-19:2000(E)第 6 章重新起草。为了方便比较,在资料性附录 A 中列出了本标准条款和 ISO 标准条款的对照一览表。

考虑到我国国情,为方便标准使用者,在采用 ISO 3262-19:2000(E)第 6 章时,本标准做了一些修改,在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为了便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

——用小数点“.”代替用作小数点的逗号“,”。

本标准代替 HG/T 3062—1999《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》。

本标准与 HG/T 3062—1999 相比主要变化如下:

- a) 增加了引用文件 GB/T 8170(本版的 2);
- b) 增加原理(本版的 3);
- c) 增加用蒸馏水浸润灼烧后的样品(本版的 7.2);
- d) 修改灼烧残渣的温度为 $(1000\pm 20)^{\circ}\text{C}$ (上版的 4.2,本版的 5.3);
- e) 增加精密度(本版的 9);
- f) 增加了附录 A“本标准章条号与 ISO 3262-19:2000(E)第 6 章章条编号对照”;
- g) 增加了附录 B“本标准与 ISO 3262-19:2000(E)第 6 章的技术性差异及其原因”。

本标准的附录 A、附录 B 是资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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,无锡确成硅化学有限公司。

本标准主要起草人:代传银、毛善兵、余艳。

本标准代替标准的历次版本发布情况为:

——HG/T 3062—1989、HG/T 3062—1999。

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

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

本标准规定了干燥样品二氧化硅含量的测定方法。

本标准适用于橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅。

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 6682 实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则

HG/T 3061 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅[HG/T 3061—2008, mod ISO 5794-1 : 2005(E)]

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 3065—2008, mod ISO 787/2—1981(E)]

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 3066—2008, mod ISO 3262-1 : 1997(E)]

3 原理

二氧化硅在氢氟酸的作用下,以四氟化硅的形式挥发掉,二氧化硅的含量用已挥发的物质的质量占干燥样品质量的百分数表示。

4 试剂

除非另有规定,仅使用分析纯试剂,试验用水是蒸馏水或同等纯度的水,应符合 GB/T 6682 三级水的要求。

4.1 氢氟酸,质量分数为 40 % (GB/T 620)。

4.2 硫酸溶液,1+1。

将 1 体积硫酸($\rho=1.84\text{ g/cm}^3$) (GB/T 625)缓慢地加入 1 体积水中。

5 仪器

5.1 分析天平,精度 0.1 mg。

5.2 铂坩埚,容积为 35 cm³ 或 50 cm³。

5.3 高温炉,温度可保持在(1000±20)℃。

5.4 电热板或电炉,可调温。

5.5 干燥器,装有五氧化二磷干燥剂。

6 采样

按 HG/T 3061 的规定进行¹⁾。

1) ISO 5794-1 采样方法是用具有半圆形或 C 形横截面的采样管采样,本标准规定用不锈钢采样勺采样。

HG/T 3062—2008

7 分析步骤

7.1 称取按 HG/T 3065 干燥后的试样约 2 g (m_0), 精确到 0.1 mg, 置于铂坩埚(5.2)中。按 HG/T 3066 的要求灼烧至质量恒定, 记录该质量 m_1 ¹⁾。

7.2 用少量蒸馏水将灼烧后的试样浸润。

7.3 将 15 cm³ 氢氟酸(4.1)和 1 cm³ 硫酸(4.2)加入盛有灼烧剩余物的铂坩埚中, 在通风橱内于电热板或电炉(5.4)上加热蒸发至浆状, 同时应避免飞溅损失。冷却坩埚并用少量水将坩埚壁上的物质冲下, 再加入 10 cm³ 氢氟酸并蒸发至干。

7.4 在电热板或电炉上继续加热剩余物, 直至不再放出白烟, 然后将坩埚置于(1000±20)℃的高温炉内灼烧 15 min。

7.5 从高温炉中取出坩埚, 在干燥器(5.5)中冷却至室温, 称量并记录灼烧后残渣与铂坩埚的质量 m_2 , 精确到 0.1 mg。

8 结果表示

8.1 干燥样品二氧化硅含量 $W(\text{SiO}_2)$ 用加氢氟酸并灼烧后样品减少的质量占干燥样品的质量分数计, 数值以 % 表示, 用下式计算:

$$W(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

式中:

m_1 ——灼烧至质量恒定后样品与铂坩埚的质量, 单位为克(g);

m_2 ——加氢氟酸处理并灼烧后残渣与铂坩埚的质量, 单位为克(g);

m_0 ——干燥样品的质量, 单位为克(g)。

8.2 计算结果精确到 0.1 %。报告试验结果时, 取多次测量结果的平均值, 然后按报告要求或 HG/T 3061 的规定依据 GB/T 8170 进行数值修约。

9 精密度

重复性: 两次测定结果之差不大于 0.6 %。

10 试验报告

试验报告包括下列项目:

- a) 试样名称及标识;
- b) 本试验依据的标准;
- c) 试样质量, g;
- d) 试验结果(均值或中位数、测试次数);
- e) 与规定的分析步骤的差异;
- f) 在试验中观察到的异常现象;
- g) 试验日期。

1) 经试验验证, 在原国际标准的基础上, 删去加盐酸反复蒸干过滤的步骤。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 3262-19 : 2000(E)第 6 章章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 3262-19 : 2000(E)第 6 章章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 3262-19 : 2000(E)第 6 章章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ISO 标准章条编号
1	—
2	—
3	6.1
—	6.2.1
—	6.2.2
4.1	6.2.4
4.2	6.2.3
5.1	—
—	6.3.1
5.2	6.3.2
—	6.3.3
—	6.3.4
5.3	6.3.5
—	6.3.6
—	6.3.7
5.4	—
5.5	6.3.8
6	—
7.1	—
—	6.4.1、6.4.2
—	6.4.3 第 1~6 段
7.2、7.3	6.4.3 第 7 段
7.4、7.5	6.4.3 第 8 段
—	6.4.4
8	6.5
9.1	6.6.1
—	6.6.2
10	—
附录 A	—
附录 B	—

HG/T 3062—2008

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 3262-19 : 2000(E)第 6 章的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 3262-19 : 2000(E)第 6 章的技术性差异及其原因一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 3262-19 : 2000(E)第 6 章的技术性差异及其原因

本标准章 条编号	技术性差异	原因
封面	对标准名称进行了修改	与 HG/T 3061《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅》系列标准一致
2	引用了与 ISO 标准有对应关系的我国标准,而非 ISO 标准 增加引用了 HG/T 3061、HG/T 3065、HG/T 3066、GB/T 6682、GB/T 8170	以适合我国国情 该标准中有采样、烘样、样品灼烧、数据处理等内容
5.4	将红外线蒸发器改为电热板或电炉	电热板或电炉易于操作
5.5	将干燥器用的干燥剂由高氯酸镁改为五氧化二磷	五氧化二磷的干燥效率比高氯酸镁高,且易于采购
6	增加了采样章节	ISO 3262-19 仅为标准的一个章节,故无采样章节
7	删除了 ISO 3262-19 : 2000(E)中用盐酸对未干燥试样进行反复浸渍、蒸发、过滤后再进行灼烧的操作过程及相关的试剂、设备 本标准直接用干燥后的试样进行灼烧,然后再进行二氧化硅含量的测试	经验表明,用盐酸进行反复处理后的测试结果与未处理测试结果的差异不明显,而且处理过程相当繁琐,不易操作,故在不影响结果的情况下删除了处理过程
7	删除了 ISO 3262-19 : 2000(E)中 6.4.4 即灼烧减量的测试部分	灼烧减量的测试有独立的方法标准 HG/T 3066,本标准中不再叙述
7.1	将称样量由 1 g 改为 2 g	通过长期试验表明,增大称样量可降低测量误差
7.4	将灼烧残余物的时间由 30 min 改为 15 min	由于残余物的量很少,在 1000 °C 的温度下灼烧 15 min 足以将挥发物灼烧完全
8.1	修改了二氧化硅含量的计算公式:原公式为 $100(m_1 - m_2)/[m_0(1 - w_{TL}/100)]$,修改后的公式为 $100(m_1 - m_2)/m_0$	两个公式表征的意义有区别,原公式表示二氧化硅含量的结果以试样在 1000 °C 下灼烧后的质量为计算基础,而后者仅以试样在 105 °C 下干燥后的质量为计算基础,显然对于同一样品,前者的计算结果比后者高,据橡胶配合剂沉淀水合二氧化硅的特点及长期的使用情况,故本标准采用后者进行计算
附录 A	增加了附录 A	方便标准使用者查阅
附录 B	增加了附录 B	方便标准使用者比较