

ICS 83.040.30

G 49

备案号:23769~23779—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3062~3072—2008

代替 HG/T 3062~3072—1999

橡胶配合剂 (2008)

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

目 录

HG/T 3062—2008	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	(1)
HG/T 3063—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅颜色的比较法	(9)
HG/T 3064—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅 45 μm 筛余物的测定	(17)
HG/T 3065—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅加热减量的测定	(25)
HG/T 3066—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅干燥样品灼烧减量的测定	(33)
HG/T 3067—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅水悬浮液 pH 值的测定	(41)
HG/T 3068—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅总铜含量的测定	(49)
HG/T 3069—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅总锰含量的测定	(57)
HG/T 3070—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅总铁含量的测定	(65)
HG/T 3071—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅折射率的测定	(73)
HG/T 3072—2008	橡胶配合剂	沉淀水合二氧化硅邻苯二甲酸二丁酯(DBP)吸收值的测定	(79)

ICS 83. 040. 30
G 49
备案号:23774—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3067—2008

代替 HG/T 3067—1999

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 水悬浮液 pH 值的测定

Rubber compound ingredients—Silica, precipitated, hydrated—
Determination of pH value of an aqueous suspension

[ISO 787/9—1981(E), General methods of test for pigments and extenders—
Part 9 : Determination of pH value of an aqueous suspension, 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

本标准修改采用国际标准 ISO 787/9—1981(E)《颜料和填充剂通用试验方法 第9部分 水悬浮物 pH 值的测试》(英文版)。

本标准根据 ISO 787/9—1981(E)重新起草。在资料性附录 B 中列出了本标准章条编号与 ISO 787/9—1981(E)章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,为便于使用,在采用 ISO 787/9—1981(E)时,本标准做了一些修改。

本标准与 ISO 787/9—1981(E)的主要差异如下:

- 删除了 ISO 787/9—1981 的 0“简介”;
- 修改了标准名称;
- 删除了 ISO 的范围,增加了本标准的范围(ISO 787/9—1981 的 1,本标准的 1);
- 引用了与 ISO 787/9—1981 标准中所引用的 ISO 842 无对应关系的我国标准(ISO 787/9—1981 的 2,本标准的 2);
- 增加了“浸润剂,乙醇(95 %)(GB/T 678)”(本标准的 3.2);
- 为了方便标准使用者的使用,“试剂”中增加了“标准缓冲溶液,可购市售符合本标准要求的标准缓冲溶液,也可按附录 A 进行配制”(本标准的 3.3);
- 为了提高测试结果的精密度,以 0.05 精度的 pH 计替代精度 0.1 的 pH 计(ISO 787/9 的 4.2,本标准的 4.2);
- 为了适合我国国情,本标准规定用半圆形或 C 形横截面的采样管或不锈钢勺采样(ISO 787/9—1981 的 5,本标准的 5);
- 为了增加测试结果的准确性,增加了“采集的样品需置于一个密闭的样品容器中,并使样品在试验之前达到室温”(本标准的 5.2);
- 增加了“试验条件:不受酸碱等化学气体污染”,这是为了避免环境的酸碱气体对测试结果的影响(本标准的 6);
- 为了测试结果的准确性,增加了用两点法对仪器进行校准(本标准的 7.4);
- 为了统一操作,增加了“按仪器操作程序用与试样 pH 值相近的缓冲溶液(见附录 A)定位”(本标准的 7.5);
- 增加了“取下塞子,置电极于待测的水悬浮液中,轻轻旋转锥形瓶,1 min 时读取 pH 值,准至 0.05 个 pH 单位”,由于在测试个别试样时,pH 计的示值始终稳定不下来,因此规定 1 min 时读取 pH 值(本标准的 7.6);
- 为了使标准更加规范化,增加了“电极用蒸馏水冲洗并擦净,当不用时,按使用说明书放置”(本标准的 7.7);
- 增加了测试结果的取值方法(本标准的 8.2)。

为了便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
 - b) 增加了“前言”,删除了 ISO 前言;
 - c) 国际标准用已知 pH 值的缓冲溶液对 pH 计定位,本标准根据我国的实际情况,增加了规范性附录 A“标准缓冲溶液”;
 - d) 增加了附录 B“本标准章条编号与 ISO 787/9—1981(E)章条编号对照”。
- 本标准代替 HG/T 3067—1999《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅水悬浮液 pH 值的测定》。

本标准与 HG/T 3067—1999 相比的主要变化如下：

- a) 将上版 3 的“试剂与材料”更名为本版的“试剂”，并删除了上版“试剂与材料”中的“邻苯二甲酸氢钾”、“磷酸二氢钾”、“磷酸氢二钠”、“四硼酸钠”，同时增加了“标准缓冲溶液，可购市售符合本标准要求的标准缓冲溶液，也可按附录 A 进行配制”(1999 年版的 3.3、3.4、3.5、3.6，本版的 3.3)；
- b) 增加了“采集的样品需置于一个密闭的样品容器中，并使样品在试验之前达到室温”(本版的 5.2)；
- c) 增加了“试验条件”(本版的 6)；
- d) 配置水悬浮液时，增加了“如果使用了浸润剂，应减少相应的水的体积以便得到 10 % 悬浮液”(本版的 7.2)；
- e) 增加了“较低密度的试样，所配悬浮液浓度有必要小于 10 % (质量分数)。此时悬浮液的浓度应在试验报告中加以说明”(本版 7.2 的注 1)；
- f) 将“称取 3 g 试样”修改为“称取适量(建议 3 g)试样”(1999 年版的 6.2，本版的 7.2)；
- g) 增加了“浸润剂的名称和数量应在试验报告中注明”(本版 7.2 的注 2)；
- h) 增加了用两点法对仪器进行校准(本版的 7.4)；
- i) 按 ISO 787/9—1981 规定，删除了上一版的“可直接在三角瓶中测定，亦可将悬浮液倒入 50 cm³ 的烧杯中测定”(1999 年版 6.5 的注)；
- j) “取下塞子，置电极于待测的水悬浮液中，轻轻旋转三角瓶，1 min 时读取 pH 值，准至 0.05 个 pH 单位”代替“取下塞子，测定该悬浮液 pH 值”(1999 年版的 6.5，本版的 7.6)；
- k) 增加了“电极用蒸馏水冲洗并擦净，当不用时，按使用说明书放置”(本版的 7.7)；
- l) 增加了测试结果的取值方法(本版的 8.2)。

本标准的附录 A 为规范性附录、附录 B 为资料性附录。

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。

本标准负责起草单位：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：聂素青、毛善兵、钟磊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG/T 3067—1989、HG/T 3067—1999。

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅水悬浮液 pH 值的测定

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

本标准规定了橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅水悬浮液 pH 值测定的方法。

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 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, neq ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通用方法(GB/T 9724 —2008, eqv ISO 6353-1 : 1982)

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)]

3 试剂

除非另有规定,在分析中仅使用分析纯试剂。

3.1 新鲜蒸馏水,实验室用水应符合 GB/T 6682 三级水的要求。使用前应将其放入耐化学腐蚀的玻璃容器或不锈钢容器中煮沸(5~10)min,然后盖上烧杯或表面皿冷却至室温,放置时间不超过 30 min。

3.2 浸润剂,乙醇(95 %)(GB/T 678)。

3.3 标准缓冲溶液,可购市售符合本标准要求的标准缓冲溶液,也可按附录 A 进行配制。

4 仪器

4.1 锥形瓶,容量 50 cm³,具有磨口塞。

4.2 pH 计,精度为 0.05。

4.3 分析天平,精度为 0.1 mg。

4.4 工业天平:精度为 0.2 g。

5 采样

5.1 按 HG/T 3061 的规定进行¹⁾。

5.2 采集的样品需置于一个密闭的样品容器中,并使样品在试验之前达到室温。

6 试验条件

不受酸碱等化学气体污染。

1) ISO 5794-1 规定用半圆形或 C 形横截面的采样管采样, HG/T 3061 根据我国国情,增加用不锈钢勺采样。

7 分析步骤

7.1 在室温下进行双份试样测试。

7.2 用工业天平(4.4)称取适量(建议 3 g)试样(5.2),置于锥形瓶(4.1)中,每克试样加入 10 cm³ 蒸馏水(3.1)配成水悬浮液。若试样不为水润湿,可加(3~5)cm³ 乙醇(3.2),然后塞上塞子。如果使用了浸润剂,应减少相应的水的体积以便得到 10 %的悬浮液。

注 1:较低密度的试样,所配悬浮液浓度有必要小于 10 % (质量分数)。此时悬浮液的浓度应在实验报告中加以说明。

注 2:浸润剂的名称和数量应在试验报告中注明。

7.3 强烈振摇 1 min,放置 5 min。

7.4 在试验温度下,pH 计按 GB/T 9724 的规定,用两点法进行校准,两标准缓冲溶液互相校正的误差不得大于 0.1 pH 单位,否则应重新配制标准缓冲溶液或校正 pH 计。在每次测试后需用蒸馏水将电极冲洗干净并用滤纸吸干水迹。

7.5 按仪器操作程序用与试样 pH 值相近的缓冲溶液(见附录 A)定位。

7.6 取下塞子,置电极于待测的水悬浮液中,轻轻旋转锥形瓶,1 min 时读取 pH 值,准至 0.05 个 pH 单位。

7.7 电极用蒸馏水冲洗并擦净,当不用时,按使用说明书放置。

8 结果表示

8.1 试样的 pH 值以 pH 计所显示的数值表示。

8.2 取平均值,然后按 GB/T 8170 进行数值修约。

9 精密度

两次测定结果之差不超过 0.3 个 pH 单位。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 试样的名称及标识;
- b) 本试验依据的标准编号;
- c) 试样的质量;
- d) 试验结果(均值或中位数、测试次数);
- e) 所有试样步骤与基本步骤的差异;
- f) 在试验中观察到的异常现象;
- g) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
标准缓冲溶液

缓冲溶液的配制方法见表 A1,其在不同温度下的 pH 值参见表 A2。

表 A1 标准缓冲溶液及配制

序号	试剂名称	溶液浓度 mol/L	溶液浓度 g/L	试剂处理	蒸馏水要求	试剂等级
1	邻苯二甲酸氢钾 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	$c(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=0.05$	10.12	110℃下 干燥 1 h	不必除去 溶解的二氧化 化碳	分析纯
2	磷酸二氢钾 KH_2PO_4	$c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.025$	3.388			
	磷酸氢二钠 Na_2HPO_4	$c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.025$	3.533			
3	磷酸二氢钾 KH_2PO_4	$c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.008\,695$	1.179			
	磷酸氢二钠 Na_2HPO_4	$c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.03\,043$	4.302			
4	四硼酸钠 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	$c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})=0.01$	3.80	室温	煮沸 15 min	

表 A2 标准缓冲溶液 pH 值

序号	溶液	室温 ℃							
		0	10	20	25	30	35	40	50
1	10.12 g/L 邻苯二甲酸 氢钾	4.003	3.998	4.002	4.008	4.015	4.024	4.035	4.060
2	3.388 g/L 磷酸二氢钾 + 3.533 g/L 磷酸氢二钠	6.984	6.923	6.881	6.865	6.853	6.844	6.838	6.833
3	1.179 g/L 磷酸二氢钾 + 4.302 g/L 磷酸氢二钠	7.534	7.472	7.429	7.413	7.400	7.389	7.380	7.367
4	3.80 g/L 四硼酸钠	9.464	9.332	9.225	9.180	9.139	9.102	9.068	9.011

附 录 B

(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 787/9—1981(E)章条编号对照

表 B.1 给出了本标准章条编号与 ISO 787/9—1981(E)章条编号对照一览表。

表 B.1 本标准章条编号与 ISO 787/9—1981(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
前言	—
—	0
—	1
1	—
2	2
3、3.1、3.2	3
3.3	—
4	4
4.1	4.1
4.2	4.2
4.3、4.4	4.3
5.1	5
5.2	—
6	—
7	6
7.1	6 的第 1 段
7.2	6 的第 2 段第 1 句、第 3 段
7.2 注 1	6 的注
7.2 注 2	6 的第 4 段
7.3	6 的第 2 段第 2 句
7.4	—
7.5	—
7.6	—
7.7	—
8.1	6 的第 6 段第 1 句
8.2	—
9	6 的第 6 段第 2 句
10	8
附录 A	—
附录 B	—