



中华人民共和国国家标准

GB/T 20020—2005

气 相 二 氧 化 硅

Fumed silica

(ISO 3262-20:2000 Extenders for paints—Specifications and
methods of test—Part 20:Fumed silica,MOD)

2005-09-15 发布

2006-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 3262-20:2000《涂料和添加剂 说明及一般方法 第20部分:气相二氧化硅》(英文版)。

本标准根据 ISO 3262-20:2000 重新起草,与 ISO 3262-20:2000 的技术性差异详见附录 F。

作上述修改的目的在于更好地指导产品的生产与使用。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) ISO 3262 的“本部分”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言;
- d) 将表 2 的限定要求改为文字叙述,写入 4.3 中;
- e) 将 ISO 3262-20 的第 6 章,第 7 章,第 8 章,第 9 章分别写成附录 A,附录 B,附录 C,附录 D;
- f) 将 ISO 3262-20 的 7.4.6 关于灼烧减量的内容并入附录 A;
- g) 将 ISO 3262-20 的 7.5.2 公式中的倍数错误和 7.4.4 中的叙述错误作了更正;
- h) 统一使用法定计量单位。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为规范性附录。

本标准的附录 E、附录 F 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归口。

本标准负责起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院、广州吉必时科技实业有限公司。

本标准参加起草单位:威凯有机硅技术(上海)有限公司、德固萨(中国)投资有限公司、成都硅宝科技实业有限公司、广州白云化工实业有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、浙江凌志精细化工有限公司。

本标准主要起草人:王定友、王跃林、杨本意、代传银、蓬建星、陈欠平、李步春、牛蓉、陈根良、陈世龙。

本标准首次发布。

气 相 二 氧 化 硅

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

本标准规定了气相二氧化硅的术语和分类、要求、测定方法、检验规则、包装、标识、贮存与运输、采样。

本标准适用于气相法制得的二氧化硅。

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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1717—1986 颜料水悬浮液 pH 值的测定(eqv ISO 787-9:1981)

GB/T 5211.3—1985 颜料在 105℃挥发物的测定(eqv ISO 787-2:1981)

GB/T 5211.4—1985 颜料装填体积和表观密度的测定(eqv ISO 787-11:1981)

GB/T 5211.14—1988 颜料筛余物的测定 机械冲洗法(eqv ISO 787-18:1983)

GB/T 6682 分析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

GB/T 10722 炭黑 总表面积和外表面积的测定 氮吸附法(GB/T 10722—2003, ASTM D 6556, MOD)

3 术语和分类

3.1 气相二氧化硅:将卤代硅烷在高温火焰中水解而生成的非晶质二氧化硅及其改性产品。

3.2 气相二氧化硅一般被分为亲水型的 A 类和疏水型的 B 类共两类产品。A 类气相二氧化硅表面没有覆盖有机物;B 类气相二氧化硅由 A 类产品经有机物表面改性制成。

3.3 气相二氧化硅的产品名称以类型代号(A/B)加典型的氮吸附比表面积值(NSA)构成。典型分类名称详见表 1。生产者可参照典型分类名称命名新开发的气相二氧化硅产品。

表 1 分类名称

A 类	B 类	NSA 典型值/(m ² /g)
A50	B50	50
A70	B70	70
A90	B90	90
A110	B110	110
A150	B150	150
A200	B200	200
A250	B250	250
A300	B300	300
A380	B380	380

4 要求

4.1 外观:蓬松的白色粉末。

4.2 各类型气相二氧化硅应符合表2中相应各项技术指标的要求。

表2 气相二氧化硅技术指标

分类名称	氮吸附比表面积/ (m ² /g)	45 μm 筛余物 质量分数/ %	悬浮液 pH	105℃ 挥发物 质量分数/ %	灼烧减量 质量分数/ %	二氧化硅 质量分数/ %	三氧化二 铝 质量分数/ (mg/kg)	二氧化钛 质量分数/ (mg/kg)	三氧化二 铁 质量分数/ (mg/kg)	碳 质量分数/ %	氯化物 质量分数/ %
A50	40~59	≤0.05	3.6~4.5	≤3	≤2.5	≥99.8	≤500	≤300	≤30	≤0.2	≤0.025
A70	60~79										
A90	80~99										
A110	100~125										
A150	126~175										
A200	176~225										
A250	226~275										
A300	276~335	—	3.4~8 ^a	≤1	≤10.0	≥99.8	≤500	≤300	≤30	≥0.3	≤0.02
A380	336~405										
B50	40~59										
B70	60~79										
B90	80~99										
B110	100~125										
B150	126~175										
B200	176~225										
B250	226~275										
B300	276~335										
B380	336~405										

^a 碳含量可以是灼烧减量的一部分。

^b 用1+1的甲醇水溶液。

4.3 供需双方可以就敲击后的表观密度进行协商并取得一致意见。

5 测定方法

5.1 氮吸附比表面积按 GB/T 10722 测定。

5.2 pH 值按 GB/T 1717—1986 测定。

5.3 105℃挥发物按 GB/T 5211.3—1985 测定。

5.4 表观密度按 GB/T 5211.4—1985 测定。

5.5 45 μm 筛余物按 GB/T 5211.14—1988 测定。

5.6 灼烧减量、二氧化硅含量按附录 A 测定。

5.7 三氧化二铝、二氧化钛、三氧化二铁含量按附录 B 测定。

5.8 碳含量按附录 C 测定。

5.9 氯化物含量按附录 D 测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

产品出厂时应进行的各项检验。包括外观及颜色、NSA、pH 值、105℃挥发物、灼烧减量、二氧化硅含量共计 6 项。

6.2 型式检验

对产品质量进行全面考核,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,应进行型式检验。

- 新产品或老产品转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,每半年应进行一次检验,以考核产品质量的稳定性;
- 产品停产半年后再恢复生产时;
- 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型式检验要求时。

6.3 验收

6.3.1 产品按出厂检验项目检验。检验结果按 GB/T 1250 标准的规定判定。有一项或一项以上指标未达到该产品品级规定,应按表 3 的规定增加 1 倍的样本量重新采样进行检验和判定,仍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。

表 3 选取采样单元的规定

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

6.3.2 产品到达收货方车站或口岸之日起 30 d 内应完成验收。

6.3.3 当供需双方发生质量争议时,应由双方共同采样并密封,送或寄到专业的国家法定检验机构进行仲裁。

7 包装、标识、贮存与运输

7.1 气相二氧化硅吸水性强,宜用三层以上牛皮纸阀口袋包装、采用真空包装机自动包装。也可以采用大型密闭容器包装。

7.2 每袋净含量为 (5 ± 0.1) kg、 (10 ± 0.1) kg,或由供需双方商定。

7.3 包装后应将纸袋阀口折叠整齐,使整个袋子形成规则、饱满的长方体,并且在轻微外力作用下袋子不发生明显变形。

7.4 产品堆码层数极限为 20 层。以托盘形式运输时,以 8~9 层叠放为宜,并用拉伸膜作整体缠绕

密封。

7.5 包装袋上应明显标识以下内容：产品名称、分类名称、执行标准、生产日期或批号、净含量、制造单位名称和地址、商标、注意事项。

7.6 产品按非危险品贮存、运输，应在阴凉、干燥处贮存，运输时注意防潮、防污染。

8 采样

8.1 采样工具

——不锈钢采样勺；

——采样管：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，示意图见图 1。

单位为毫米

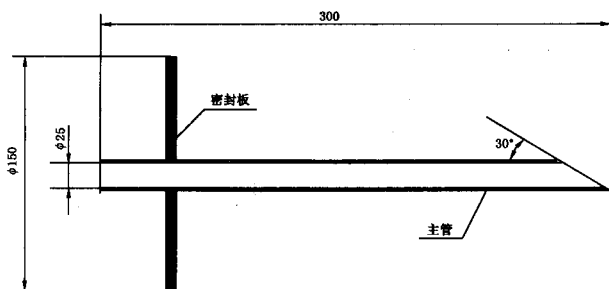


图 1 采样管示意图

8.2 样品容器

能盛 200 g 气相二氧化硅的旋盖广口瓶或其他不污染气相二氧化硅的容器。

8.3 采样单元

当总体物料的单元数小于 500 时，按表 3 的规定确定采样单元数；当总体物料单元大于 500 时，采样单元数为总体单元数立方根的三倍即 $3(N)^{1/3}$ (N 为总体单元数)。如遇小数时，则进为整数。

8.4 采样总量

不少于 80 g(包括保留样)。

8.5 采样方法

拆开产品包装袋的折叠口，用采样勺以每单元大约均等的数量取样于样品容器中，取样后将包装袋口按原样折叠；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，取出产品，放入样品容器中，取足数量后抽出采样管，封闭取样口。

将不同采样单元取得的样品混合均匀。

8.6 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：

- 样品名称及分类名称；
- 样品编号；
- 总体物料批号及数量；

- d) 生产单位(必要时);
- e) 样品量;
- f) 采样日期;
- g) 采样者。

8.7 样品保存

8.7.1 样品保存应防潮、防污染。

8.7.2 样品有效贮存期为3个月。

附 录 A

(规范性附录)

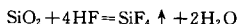
灼烧减量、二氧化硅含量的测定

A.1 原理

测试 105℃挥发物后的试样经煅烧、称重,可以计算出规定温度下的灼烧减量。继续用硫酸与氢氟酸处理试样,二氧化硅可转化成四氟化硅挥发掉,从质量的减少可计算出二氧化硅含量。

由于二氧化硅含量很高(质量分数 $\geq 99.8\%$),不需要预先分离杂质。

A.2 反应式



A.3 试剂与材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

A.3.1 水,GB/T 6682,三级以上。

A.3.2 硫酸溶液:1+1(V_1+V_2)。

将 1 份质量分数为 96% 左右, $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 的硫酸慢慢加入相同体积的水中。

A.3.3 氢氟酸:质量分数为 40%, $\rho=1.13 \text{ g/mL}$ 。

A.4 仪器

实验室的通用仪器和玻璃器皿,以及:

A.4.1 铂坩埚。

A.4.2 高温炉:($1\,000 \pm 20$)℃。

A.4.3 红外线蒸发器。

A.4.4 干燥器:装有氯化镁或五氧化二磷作为干燥剂。

A.5 取样

A.5.1 采样步骤

按第 8 章的规定采取测试所需样品。

A.5.2 试样制备

按 GB/T 5211.3—1985 要求预先干燥适量试样。也可以取测试 105℃挥发物后的试样。

A.6 分析步骤

应同时进行平行样测定。

A.6.1 测定

称量灼烧至恒重的铂坩埚(m_0),精确至 0.1 mg。取 1 g 试样加到铂坩埚中并准确称量(m_1),精确至 0.1 mg。

将盛有试样的铂坩埚放入高温炉中于($1\,000 \pm 25$)℃灼烧至恒重(大约需要 2 h)。取出,并放到干燥器中冷却至室温,称量为 m_2 ,精确至 0.1 mg。

用(2~3)mL 水湿润铂坩埚中样品,加入 1 mL 硫酸和 15 mL 氢氟酸,放在红外线蒸发器上蒸成糊

状,小心溅失。冷却并用少量水冲洗皿壁,再加入 10 mL 氢氟酸蒸发至干。如果 SiF_4 挥发不彻底,则再次加入 10 mL 氢氟酸并蒸发至干。

加热残留物直至不再有白烟生成,放入高温炉中,在 $(1\,000 \pm 25)^\circ\text{C}$ 下灼烧 30 min。取出并在干燥器中冷却,称量(m_3),精确至 0.1 mg。

A.7 结果计算

A.7.1 灼烧减量的计算

灼烧减量(LI)用质量分数计,数值以百分数表示,用公式(A.1)计算:

$$LI = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

m_0 ——灼烧至恒重的坩埚的质量数值,单位为克(g);

m_1 ——灼烧前试样和坩埚的质量数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试样和坩埚的质量数值,单位为克(g)。

计算两次测定结果的平均值,报告结果按 GB/T 8170 规定修约至 0.1%。

A.7.2 二氧化硅含量的计算

二氧化硅含量 w 用质量分数计,数值以百分数表示,用公式(A.2)计算:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

m_0 ——灼烧至恒重的坩埚的质量数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试样和坩埚的质量数值,单位为克(g);

m_3 ——用氢氟酸处理并灼烧后试样和坩埚的质量数值,单位为克(g)。

计算两次测定结果的平均值,报告结果按 GB/T 8170 规定修约至 0.1%。

A.8 精密度

A.8.1 灼烧减量

重复性:两次测试结果之差,不大于其平均值的 6.9%。

A.8.2 二氧化硅含量

重复性:两次测试结果之差,不大于其平均值的 0.05%。

A.9 测试报告

测试报告应至少包括下列内容:

- 试样的品种和编号;
- 试验依据的标准编号;
- 试验结果;
- 与规定的分析步骤的差异;
- 在试验中观察到的异常现象;
- 试验日期;
- 测试者。

附录 B

(规范性附录)

三氧化二铝、二氧化钛和三氧化二铁含量的测定

B.1 原理

测试样品在铂坩埚中用硫酸和氢氟酸处理,产生四氯化硅并挥发掉。用盐酸溶解得到的残余物,用水稀释至一定体积,未受损失的铝、钛和铁可以用火焰原子吸收光谱(FAAS)或用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)测定。

注:ICP-AES方法的优越之处在于宽动能范围和多元素能力。FAAS和ICP-AES是相关的分析技术,为了获得定量的分析结果,两种测定技术都必须用系列的标准溶液进行校验。

B.2 试剂与材料

除非另有规定,仅使用优级纯试剂。

B.2.1 水,GB/T 6682,三级以上。

B.2.2 硫酸:1+1(V_1+V_2)。

将1体积质量分数约为96%, $\rho \approx 1.84$ g/mL的硫酸慢慢地加入到相同体积的水中。

B.2.3 氢氟酸:质量分数约为40%, $\rho \approx 1.13$ g/mL。

B.2.4 盐酸:质量分数约为30%, $\rho \approx 1.15$ g/mL。

B.2.5 盐酸:质量分数约为3%, $\rho \approx 1.01$ g/mL。

B.2.6 氯化铯缓冲溶液

将50克氯化铯溶解于约500 mL水中,加50 mL浓盐酸(B.2.4)。用水稀释至1 000 mL,摇匀。

B.2.7 备用标准溶液,分别含1 000 mg/L的铝、钛、铁。

每种液体均贮存在氯化处理过的聚乙烯/聚丙烯瓶中。

B.2.8 标准溶液:每升含10 mg的元素。

这些溶液在使用当天配制。

用移液管吸1 mL备用液(B.2.7)加到100 mL单刻度容量瓶中,加10 mL浓盐酸(B.2.4)。用水稀释至刻度,摇匀。

每毫升标准溶液含10 μ g的相关元素。

在测试的时候,根据产品中铝、钛、铁的含量,可配制更多浓的或稀的标准溶液。

B.2.9 乙炔:工业级,用钢瓶贮存。

B.2.10 压缩空气。

B.2.11 一氧化二氮:工业级,用钢瓶贮存。

B.2.12 乙醇:体积分数为96%。

B.3 仪器

实验室的通用仪器和玻璃器皿,以及:

B.3.1 火焰原子吸收光谱(FAAS)仪器,测量时用下列适合的波长:

——测铝用309.3 nm;

——测钛用364.3 nm;

——测铁用248.3 nm。

装配合适的燃烧器并连接:

——用于铝、钛测试的乙炔—氧化二氮混合气源；

——用于铁测试的乙炔—空气混合气源；

还要配备各测量元素的空心阴极灯和氘(重氢)背景校正器。

B.3.2 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)仪：具有高分辨率(≤ 0.01 nm)、操作功能全自动控制和一个计算机控制的补偿系统。

B.3.3 铂坩埚。

B.3.4 单刻度容量瓶：50 mL。

B.3.5 单刻度容量瓶：100 mL。

B.3.6 移液管：经校准，容量适当。

B.4 取样

B.4.1 采样步骤

按第8章的规定采取测试所需样品。

B.4.2 试样制备

按 GB/T 5211.3—1985 要求预先干燥适量试样。也可以取测试 105℃挥发物后的试样。

称取约 5 g(m_0)试样，精确至 0.1 mg，加入铂坩埚中，对 A 类气相二氧化硅，用 5 mL 水润湿样品；对 B 类气相二氧化硅，用(2~3)mL 水和(3~4)mL 乙醇润湿样品。

加 2 mL 硫酸和 30 mL 氢氟酸，小心蒸发至糊状，加 10 mL 氢氟酸蒸发至干，如果四氯化硅挥发不彻底，再加 10 mL 氢氟酸继续蒸发至干。

加热剩余物至白烟冒尽，加 5 mL 盐酸(B.2.4)和(2~3)mL 水溶解剩余物。

将得到的溶液转移到 50 mL 单刻度容量瓶中。用 FAAS 测定铝、钛时，加 2.5 mL 氯化铯缓冲溶液，然后用水稀释至刻度。

B.5 分析步骤

应同时进行平行样测定。

B.5.1 系列标准溶液的配制

用移液管吸取适量体积的标准溶液(B.2.8)到一系列的 100 mL 单刻度容量瓶中，加 10 mL 浓盐酸(B.2.4)，用水稀释至刻度，摇匀。

用 FAAS 测铝和钛时，在稀释以前需加 5 mL 氯化铯溶液。

B.5.2 光谱测量

B.5.2.1 用 FAAS 仪器测量

安装所要求的燃烧器，调节乙炔—氧化二氮或乙炔—空气流量(参见表 B.1)以满足燃烧器的特性。点燃燃烧器。将光源安装在光谱仪中，优选相关元素(铝、钛或铁)的测定条件，根据厂商提供的说明书(资料)调节仪器，以获得最大吸收值。检测参数列在表 B.1 中。

表 B.1 FAAS 检测参数

元素	光谱共振(吸收)线/nm	火焰	测量范围(氧化物)/(μg/mL)
铝	309.3	乙炔—氧化二氮	2~80
钛	364.3	乙炔—氧化二氮	3~60
铁	248.3	乙炔—空气	0.2~6

设定扩展标尺，确定后，最高浓度的系列标准溶液的吸光度应为约 0.55。

按由低到高的浓度顺序将系列标准溶液吸入火焰中，以验证仪器的稳定性。

每次测量后应将水吸入到火焰中。

B.5.2.2 ICP-AES

用空气雾化器将系列标准溶液引入等离子区,设备设置为生产商推荐的操作条件,用表 B.2 给出的光谱线测试。

表 B.2 ICP-AES 参数

元素	光谱共振(吸收)线/nm	测量范围(氧化物)/(μg/mL)
铝	309.27	0.2~20
钛	334.94	
铁	238.20	0.1~10

B.5.3 校准及校准图

用读取值(A_i)减去空白液值(A_0)的方法校准每一个吸光度值。

对每一个元素作校准图。以 1 mL 系列标准溶液中元素的质量(单位为:μg)为横坐标,以相应的吸光度值为纵坐标。

B.5.4 铝、钛、铁的测定

首先按 B.5.2.1 或 B.5.2.2 调试光谱仪,然后测定系列标准溶液(B.5.1)的吸光度(A_c),再测量测试溶液(B.4.2)的吸光度(A_i)3 次,取其平均值,经空白校准后,得测试溶液的真实吸光度(A_i)。

接着测一下空白溶液。最后重新测试一下浓度最高的系列标准溶液,以确认仪器的吸光度没有变化。

如果测试溶液的吸光度高于浓度最高的系列标准溶液的吸光度,需用一定体积的稀盐酸(B.2.5)稀释测试溶液,注意记录稀释倍数 D 。

B.6 结果计算

B.6.1 计算各种元素的浓度

在校准图的纵坐标上确定 A_i 所在位置,在横坐标上查取相应的 C_i 值,或者在系列标准溶液的元素含量—吸光度数据对中,选择 A_c 最接近 A_i 的一对。

铝、钛、铁在测试溶液中的质量浓度以质量体积比表示,用公式(B.1)计算:

$$C_i = \frac{C_c \times A_i}{A_c} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

C_c ——选择的系列标准溶液的质量浓度数值,单位为微克每毫升(μg/mL);

A_i ——测试溶液的吸光度数值;

A_c ——选择的系列标准溶液的吸光度数值。

B.6.2 计算每种元素氧化物的含量

各种氧化物(三氧化二铝、二氧化钛、三氧化二铁)含量 $w_{(oxi)}$ 以质量比(mg/kg)表示,用式(B.2)计算:

$$w_{(oxi)} = \frac{C_i \times D \times V_o \times f}{m_o \times (100 - LI)} \times 100 \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

C_i ——测试溶液中元素质量浓度数值,单位为微克每毫升(μg/mL);

D ——稀释倍数(如果需要稀释的话);

V_o ——测试溶液的体积,50mL;

f ——转换系数(见表 B.3);

m_0 ——测试样品的质量,单位为克(g);

LI ——灼烧减量,单位为%。

计算两次测定结果的平均值,三氧化二铝和二氧化钛的报告结果按 GB/T 8170 规定修约至 10 mg/kg,三氧化二铁的报告结果按 GB/T 8170 规定修约至 1 mg/kg。

表 B.3 转换系数 f

元素	氧化物	转换系数
铝	三氧化二铝	1.889 5
钛	二氧化钛	1.668 1
铁	三氧化二铁	1.429 8

B.7 精密度

B.7.1 三氧化二铝

重复性:两次测试结果之差不大于其平均值的 14.6%。

B.7.2 二氧化钛

重复性:两次测试结果之差不大于其平均值的 14.4%。

B.7.3 三氧化二铁

重复性:两次测试结果之差不大于其平均值的 30.0%。

B.8 测试报告

测试报告至少应包括下列内容:

- 试样的品种和编号;
- 试验依据的标准编号;
- 试验结果;
- 与规定的分析步骤的差异;
- 在试验中观察到的异常现象;
- 试验日期;
- 测试者。

附 录 C
(规范性附录)
碳含量的测定

C.1 原理

必要时,在装入坩埚的样品上盖上合适的催化剂,并将其置于引入电感炉的氧气流中燃烧。

硫化物、卤素和水蒸气自燃烧物逸去,这些物质会穿过铂催化剂(将一氧化碳转化成二氧化碳),二氧化碳浓度用一种红外探测仪测定。

另外,也可以用导电率来测定碳。在这种情况下,特定的燃烧产物通过铂催化剂,所产生的二氧化碳用氢氧化钠溶液吸收。可以通过测定溶液导电率的变化值来测定碳含量(因为部分氢氧化钠转变成了碳酸钠)。

C.2 试剂与材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

C.2.1 水,GB/T 6682,三级以上。

C.2.2 氧气:纯度至少 99.99%。

C.2.3 碳参比物质(碳钢)

C.2.4 催化剂

C.2.4.1 铁碎片:碳含量不高于 5 mg/kg,粒度为 40~60 目。

C.2.4.2 钨/锡粉末:碳含量不高于 5 mg/kg,粒度为 40~60 目,9 份质量的钨与 1 份质量的锡粉组成的混合物。

注:使用催化剂能得到更满意的结果。

C.2.5 铂催化剂粒:适合于用在(400~450)℃条件下使用,将一氧化碳转变为二氧化碳。

C.3 设备

实验室的通用仪器和玻璃器皿,以及:

C.3.1 低碳分析仪

C.3.1.1 红外高频碳硫分析仪(仲裁仪器):含一个合适的在 1 800℃下操作的电感炉,一个排废气单元,一个约 450℃条件下工作的铂催化剂系统和一个红外检测系统。

C.3.1.2 也可以用含氢氧化钠溶液的二氧化碳吸收单元和测量其导电率变化的设备的系统。吸收单元包括含氢氧化钠溶液的二氧化碳吸收剂,一个起净化作用的水分吸收剂(氯化镁)和一个控制氧气流流量的流量计。

C.3.2 坩埚

用刚玉或类似耐火材料制成的消耗品。使用前将坩埚和盖子在 1 000℃或更高的温度下充分灼烧至恒重(大约需要 20 min)。

C.4 取样

C.4.1 采样步骤

按第 8 章的规定采取测试所需样品。

C.4.2 试样制备

按 GB/T 5211.3—1985 要求预先干燥适量试样。也可以取测试 105℃挥发物后的试样。

C.5 分析步骤

应同时进行平行样测定。

C.5.1 设备处理

按专用设备的说明书操作。操作控制设置完成后,进行若干次空白测定,坩埚中加入需要的催化剂而不加任何测试样品。合格的空白值(m_i)会接近一个很低的恒定值。

C.5.2 检定

在坩埚中称取约 0.5 g 参比物质,精确至 0.1 mg,按设备说明书规定的方法进行检定,如果所用设备能如 C.5.3 描述的那样给出测定结果,就记录该结果;如果所用设备不能给出结果,则用 C.6 中给出的方程计算结果。至少重复第二次。在直读式仪器上调整校正控制以获得正确读数。燃烧另加的参比物质可以获得正确的直读数据。

C.5.3 测定

在坩埚中称取约 0.5 g 样品(m_0),精确至 0.1 mg,覆盖上 0.7 g 铁片和 1 g 钨/锡粉末,将坩埚放在低碳分析仪的电感炉里。当样品是粉末时,用催化剂完全覆盖检测样品是特别重要的,这样可以防止样品在处理过程中损失。

如果分析仪配有组合式天平,样品的质量会自动贮存在存储器中,此时按“分析”键,分析过程自动完成,结果显示在荧屏上,并且可以将测试样品中碳的质量分数自动打印出来。

C.6 结果计算

如果仪器不能自动打印结果,碳的质量分数 $w(C)$ 以百分数表示,用式(C.1)计算:

$$w(C) = \frac{m_i - m_b}{m_0(100 - LI)} \times 10\,000 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

m_0 ——测试样品质量数值,单位为克(g);

m_b ——空白检测时记录的碳质量数值,单位为克(g);

m_i ——测试样品时碳质量数值,单位为克(g);

LI ——灼烧减量,%。

计算两次测定结果的平均值,报告结果按 GB/T 8170 规定修约至 0.01%。

C.7 精密度

重复性:两次测试结果之差,不大于其平均值的 7.0%。

C.8 测试报告

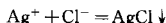
测试报告应至少包括下列内容:

- a) 试样的品种和编号;
- b) 试验依据的标准编号;
- c) 试验结果;
- d) 与规定的分析步骤的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期;
- g) 测试者。

附 录 D
(规范性附录)
氯化物含量的测定

D.1 原理

将气相二氧化硅待测样品溶解在氢氧化钠溶液中。用 AgNO_3 溶液电位滴定法测定氯化物含量。

D.2 反应式**D.3 试剂与材料**

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

D.3.1 水,GB/T 6682,三级以上。

D.3.2 氢氧化钠:质量分数为 20% 溶液,优级纯。

D.3.3 硝酸:优级纯,1+1(V_1+V_2)。

将 1 份质量分数约 65%、 $\rho=1.40$ g/mL 的硝酸慢慢加到相同体积水中。

D.3.4 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1$ mol/L 或 0.01 mol/L,用分析纯的硝酸银配制。

注:溶液的消耗随试样中氯化物含量而定。

D.4 仪器

实验室的通用仪器和玻璃器皿,以及:

D.4.1 电位仪:输入阻抗 $\geq 10^{13} \Omega$,分辨率 ≥ 0.1 mV。

D.4.2 参比电极(如甘汞电极)和测量电极(比如氟离子选择电极或银电极)。

D.4.3 150 mL 烧杯:高型。

D.4.4 冰浴。

D.4.5 磁力搅拌器:包括包覆了聚四氟乙烯的搅拌棒。

D.4.6 温度计: $-5^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 。

D.5 取样**D.5.1 采样步骤**

按第 8 章的规定采取测试所需样品。

D.5.2 试样制备

按 GB/T 5211.3—1985 要求预先干燥适量试样。也可以取测试 105°C 挥发物后的试样。

D.6 分析步骤

应同时进行平行样测定。

根据氯化物的含量称取(1~5)g 样品(m_0),精确至 0.1 mg,加在烧杯中。再向烧杯中加入 20 mL 氢氧化钠溶液,缓缓加热。用水冲洗烧杯壁。

在第二个烧杯中加入 15 mL 硝酸。将两个溶液放在磁力搅拌器上的冰浴中冷却至近 0°C 。

将第一个烧杯中溶解试样得到的硅酸钠溶液慢慢加入第二个烧杯的硝酸中,保持第二个烧杯浸在冰浴中并不断搅拌。在加溶液期间,用温度计测得的混合溶液的温度应不超过 20°C 。

警告:切勿将硝酸加到硅酸钠溶液中。

在室温下用任一种硝酸银标准滴定溶液滴定待测溶液(视氯含量而定),用电极和电位仪来测定滴定终点。

记录滴定到终点时硝酸银溶液的体积 V_1 。

用同样的操作和同样的试剂进行空白测定,记录空白测定消耗硝酸银溶液的体积 V_b 。

D.7 结果计算

氯含量 $w(\text{Cl})$ 用质量分数计,数值以百分数表示,用式(D.1)计算:

$$w(\text{Cl}) = \frac{(V_1 - V_b) \times c(\text{Ag}) \times M}{m_0 \times (100 - LI)} \times 10 \quad \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中:

V_1 ——滴定消耗的 AgNO_3 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_b ——空白测定消耗的 AgNO_3 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$c(\text{Ag})$ —— AgNO_3 标准溶液浓度数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯的摩尔质量, $M=35.43 \text{ g/mol}$;

m_0 ——测试样品质量数值,单位为克(g);

LI ——灼烧减量, %。

计算两次测定结果的平均值,报告结果按 GB/T 8170 规定修约至 0.000 1%。

D.8 精密度

重复性:两次测试结果之差,不大于其平均值的 17.8%。

D.9 测试报告

测试报告应至少包括下列内容:

- a) 试样的品种和编号;
- b) 试验依据的标准编号;
- c) 试验结果;
- d) 与规定的分析步骤的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期;
- g) 测试者。

附录 E

(资料性附录)

本标准与 ISO 3262-20 条款的对照

表 E.1 本标准与 ISO 3262-20 条款对照表

本标准条款编号	ISO 3262-20 对应的条款编号
4,5	4
6	—
7	—
8	5
附录 A	6,7,4.6
附录 B	7
附录 C	8
附录 D	9
注：其余条款互相对应相同。	

附 录 F
(资料性附录)

本标准与 ISO 3262-20:2000 技术性差异及其原因

表 F.1 本标准与 ISO 3262-20:2000 的技术性差异及其原因

本标准章节编号	技术性差异	原 因
3	术语“气相二氧化硅”的定义中加入了“及其改性产品”。	定义更完整、准确。
	将“术语和定义”一章改为“术语和分类”一章,并给出了产品名称、产品分类名称的命名示例。	有利于产品流通。
4	技术要求中增加了氮吸附比表面积值。	符合实际产品的生产与使用要求,有利于产品的质量的控制,便于用户选用。
6、7	增加了“6 检验规则”和“7 包装、标识、贮存与运输”两章。	我国制定产品标准的要求。
8	规定了采样的具体方法。	ISO 3262-20 所引用标准的内容过多,不便于使用。
附录 A~D	增加了精密度数据。	有利于标准使用者判断检验数据的可信度。