



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20020—2013  
代替 GB/T 20020—2005

---

## 气相二氧化硅

Fumed silica

2013-09-06 发布

2014-01-31 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 20020—2005《气相二氧化硅》，与 GB/T 20020—2005 相比，主要技术变化如下：

- 将“分类名称”更改为“典型分类名称”(见 3.3 表 1 的表题, 2005 版的表 1)；
- 删除了典型分类名称中 A50 和 A70 的 NSA 典型值(见 3.3 的表 1, 2005 版的表 1)；
- 修改了部分项目的技术指标及其允许波动范围(见 4.2 表 2, 2005 版的表 2)；
- 删除了引入文件 GB/T 1717、GB/T 5211.3、GB/T 5211.4、GB/T 5211.14(见第 2 章)；
- 增加了规范性附录 E、附录 F、附录 G 和附录 H(见第 5 章)；
- 出厂检验删除了灼烧减量、二氧化硅含量这两项(见 6.1, 2005 版的 6.1)；
- 增加了“g) 客户提出型式检验要求时”(见 6.2.1)；
- 增加了“大型防水聚丙烯编织袋包装”(见 7.1)；
- 将“不锈钢采样勺”修改为“硬质塑料或其他耐腐蚀采样勺”，同时将“不锈钢管”修改为“其他耐腐蚀材质”(见 8.1, 2005 版的 8.1)；
- 采样管的直径由“25 mm”增大至“40 mm”，长度由“300 mm”增加至“600 mm”(见 8.1 的图 1, 2005 版的图 1)；
- 将“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”修改为“根据采样用途确定样品容器大小, 可为洁净、干燥旋盖广口瓶或其他不污染气相二氧化硅可密闭的容器”(见 8.2, 2005 版的 8.2)；
- 细化了采样总量(见 8.4, 2005 版的 8.4)；
- 增加了采集的样品需密闭储存的要求(见 8.5)；
- 将“在第二个烧杯中加入 15 cm<sup>3</sup> 硝酸”修改为“在第二个烧杯中加入 20 cm<sup>3</sup> 硝酸”(见附录 D.6, 2005 版附录 D.6)。

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/TC 35/SC 5 归口。

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

本标准参加起草单位：德山化工(浙江)有限公司、赢创德固赛(中国)投资有限公司、浙江新安化工集团股份有限公司、瓦克化学(张家港)有限公司、无锡广信感光科技有限公司、佛山市华联有机硅有限公司、江西黑猫炭黑股份有限公司、成都硅宝科技股份有限公司、浙江凌志精细化工有限公司。

本标准主要起草人：吴春蕾、聂素青、王立军、沈岚、胡家啟、武英、李有明、肖燕平、段力辉、李步春、陈世龙、蒋丽妍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20020—2005。



# 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 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则

GB/T 10722 炭黑 总表面积和外表面面积的测定氮吸附法

## 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表面改性产品。

**3.2 气相二氧化硅**一般分为亲水型的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(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 典型分类名称**

| A 类  | B 类  | NSA 典型值/(m <sup>2</sup> /g) |
|------|------|-----------------------------|
| 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技术指标应符合表 2 规定。

表 2 技术指标

| 项目                                                                                                                                                                                                    | 要求      |        |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|--------|
|                                                                                                                                                                                                       | A 类     | B 类    |
| 氮吸附比表面积/(m <sup>2</sup> /g)                                                                                                                                                                           | 典型值±30  | 典型值±30 |
| 灼烧减量/%                                                                                                                                                                                                | ≤2.5    | ≤10.0  |
| 二氧化硅含量/%                                                                                                                                                                                              | ≥99.8   | ≥99.8  |
| 三氧化二铝含量/(mg/kg)                                                                                                                                                                                       | ≤400    | ≤400   |
| 二氧化钛含量/(mg/kg)                                                                                                                                                                                        | ≤200    | ≤200   |
| 三氧化二铁含量/(mg/kg)                                                                                                                                                                                       | ≤30     | ≤30    |
| 碳含量/%                                                                                                                                                                                                 | ≤0.2    | ≥0.3   |
| 氯化物含量/(mg/kg)                                                                                                                                                                                         | ≤250    | ≤250   |
| 悬浮液 pH 值                                                                                                                                                                                              | 3.7~4.5 | ≥3.5   |
| 105℃挥发物/%                                                                                                                                                                                             | ≤3.0    | ≤1.0   |
| 振实密度/(g/dm <sup>3</sup> )                                                                                                                                                                             | 30~60   | 30~60  |
| 45 μm 筛余物/(mg/kg)                                                                                                                                                                                     | ≤250    | —      |
| <p>注 1：碳含量可以是灼烧减量的一部分。</p> <p>注 2：疏水产品碳含量可根据不同产品由相关方协商。</p> <p>注 3：用 1+1 的甲醇水溶液，相关方经协商一致亦可使用 1+1 的乙醇水溶液。</p> <p>注 4：振实密度亦可根据包装型式由相关方协商。</p> <p>注 5：压缩产品和氮吸附比表面积低于 90 m<sup>2</sup>/g 的特殊型号由相关方协商。</p> |         |        |

5 测定方法

- 5.1 氮吸附比表面积按 GB/T 10722 测定。
- 5.2 灼烧减量和二氧化硅含量按附录 A 测定。
- 5.3 三氧化二铝、二氧化钛和三氧化二铁含量按附录 B 测定。
- 5.4 碳含量按附录 C 测定。
- 5.5 氯化物含量按附录 D 测定。
- 5.6 悬浮液 pH 值按附录 E 测定。
- 5.7 105℃挥发物按附录 F 测定。
- 5.8 振实体积和振实密度按附录 G 测定。
- 5.9 45 μm 筛余物按附录 H 测定。

## 6 检验规则

### 6.1 出厂检验

产品出厂应进行外观、氮吸附比表面积、pH 值、105℃挥发物含量等各项检验。

### 6.2 型式检验

6.2.1 有下列情况之一时,应进行型式检验。

- a) 新产品或老产品转生产的试制定型鉴定;
- b) 生产中如原料、工艺有较大改变、可能影响产品性能时;
- c) 正常生产时,每半年应进行一次型式检验,以考核产品质量的稳定性;
- d) 产品停产半年后再恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次检验结果有较大差异时;
- f) 国家质量监督机构提出型式检验要求时;
- g) 客户提出型式检验要求时。

6.2.2 型式检验应符合本标准第 4 章的要求。

### 6.3 验收

6.3.1 产品按出厂检验项目检验。检验结果按本标准的规定判定。凡经检验未达到品级规定时,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 |
|-------------|---------|
| 1~10        | 全采      |
| 11~49       | 11      |
| 50~64       | 12      |
| 65~81       | 13      |
| 82~101      | 14      |
| 102~125     | 15      |
| 126~151     | 16      |
| 152~181     | 17      |
| 182~216     | 18      |
| 217~254     | 19      |
| 255~296     | 20      |
| 297~343     | 21      |
| 344~394     | 22      |
| 395~450     | 23      |
| 451~512     | 24      |

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签封,送或寄到专业的国家法定检验机构进行仲裁。

## 7 包装、标识、贮存和运输

7.1 气相二氧化硅吸水性强,应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或者大型防水聚丙烯编织袋包装。

7.2 每袋净含量为 10 kg,或由相关方商定。

7.3 若用牛皮纸阀口袋包装,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 8~10 层叠放为宜,并用拉伸膜或热缩膜作整体缠绕密封。

7.5 包装袋上应明显标识以下内容:

- a) 产品名称;
- b) 商标;
- c) 分类名称;
- d) 执行标准;
- e) 生产日期或批号;
- f) 净含量;
- g) 制造单位名称和地址;
- h) 注意事项。

7.6 产品按非危险品贮存和运输,贮存时应存放在阴凉、干燥处,运输时应有防淋雨或防污染措施。

## 8 采样

### 8.1 采样工具

8.1.1 硬质塑料或其他耐腐蚀采样勺。

8.1.2 采样管:主管为硬质塑料或其他耐腐蚀材质,密封板为橡胶板,其内孔略小于主管外径,并可沿主管轴方向移动,示意图见图 1。

单位为毫米

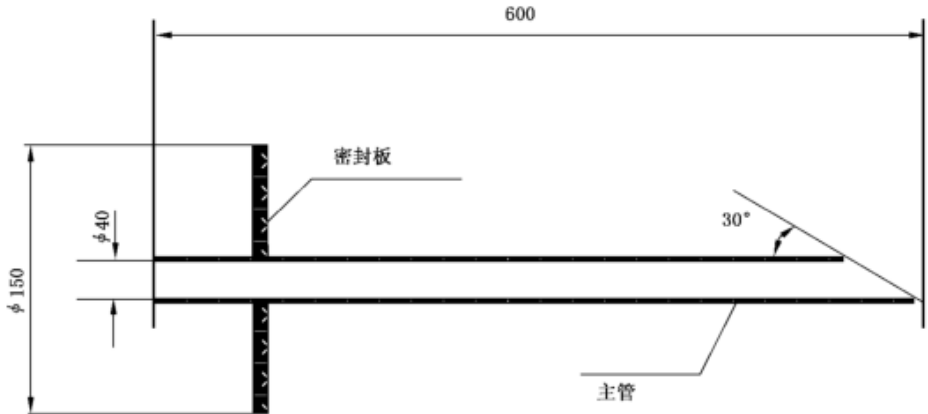


图 1 采样管示意图

## 8.2 样品容器

根据采样用途确定样品容器大小,可为洁净、干燥旋盖广口瓶或其他不污染气相二氧化硅可密闭的容器。

## 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;当总体物料单元数大于 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

8.4.1 采样总量由采取样品的用途来确定的。进行产品质量综合性能检测的样品量应不少于 500 g (包括保留样)。

8.4.2 当从一个单独的包装中直接采样时,采取的样品量必须是足够的小,使包中最终剩余的量在提供给使用时不产生有害的影响,否则应补偿采取的样品量。

## 8.5 采样方法

8.5.1 可根据客户认可方式进行过程采样或成型包装采样。成型包装采样时,拆开产品包装袋的折叠口或袋口,用采样工具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封闭。

8.5.2 采集的样品应储存在密闭的样品容器中,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:

- a) 样品名称及分类名称;
- b) 样品编号;
- c) 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 样品保存应密闭、防潮、防污染。

8.7.2 样品有效贮存期至少为 3 个月。

## 附录 A

(规范性附录)

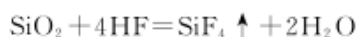
## 灼烧减量、二氧化硅含量的测定

## A.1 原理

测试 105 ℃挥发物后的试样经煅烧、称量,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

除非另有说明,仅使用分析纯的试剂。

A.3.1 水,符合 GB/T 6682 中三级以上。

A.3.2 硫酸溶液,体积分数为 50%。将 1 份质量分数为 96%左右, $\rho=1.84 \text{ Mg/m}^3$  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%, $\rho=1.13 \text{ Mg/m}^3$ 。

## A.4 仪器

实验室的通用仪器和玻璃器皿,以及以下仪器:

A.4.1 铂坩埚。

A.4.2 高温炉,1 000 ℃ $\pm 20$  ℃。

A.4.3 红外线蒸发器或其他加热方式。

A.4.4 干燥器,装有高氯酸镁或五氧化二磷作为干燥剂。

## A.5 采样及试样制备

## A.5.1 采样步骤

按本标准第 8 章的规定采取测试所需样品。

## A.5.2 试样制备

按附录 F 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 称量灼烧至恒量的铂坩埚( $m_0$ ),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。

A.6.2 将盛有试样的铂坩埚放入高温炉中于 $(1\,000\pm 20)^\circ\text{C}$ 灼烧至恒量(大约需要 2 h)。取出,并放到干燥器中冷却至室温,称量( $m_2$ ),精确至 0.1 mg。

A.6.3 用  $2\text{ cm}^3\sim 3\text{ cm}^3$  水湿润铂坩埚中样品,加入  $1\text{ cm}^3$  硫酸和  $15\text{ cm}^3$  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铂坩埚内壁,再加入  $10\text{ cm}^3$  氢氟酸蒸发至干。若  $\text{SiF}_4$  挥发不彻底,则再次加入  $10\text{ cm}^3$  氢氟酸并蒸发至干。

A.6.4 加热残留物直至不再有白烟生成,放入高温炉中,在 $(1\,000\pm 20)^\circ\text{C}$ 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

灼烧减量用质量分数  $w_{\text{L.I}}$  计,按式(A.1)计算:

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

式中:

$m_0$ ——灼烧至恒量的坩埚的质量数值,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

二氧化硅含量用质量分数  $w$  计,按式(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:

$m_0$ ——灼烧至恒量的坩埚的质量数值,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 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

试样在铂坩埚中用硫酸和氢氟酸处理,产生四氟化硅并挥发掉。残余物用盐酸溶解后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

除非另有说明,仅使用优级纯的试剂。

B.2.1 水,符合 GB/T 6682 中三级以上。

B.2.2 硫酸,体积分数为 50%。将 1 体积质量分数约为 96%, $\rho \approx 1.84 \text{ Mg/m}^3$  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%, $\rho \approx 1.13 \text{ Mg/m}^3$ 。

B.2.4 盐酸,质量分数约为 30%, $\rho \approx 1.15 \text{ Mg/m}^3$ 。

B.2.5 盐酸,质量分数约为 3%, $\rho \approx 1.01 \text{ Mg/m}^3$ 。

B.2.6 氯化铯缓冲溶液:将 50 g 氯化铯溶解于约 500 cm<sup>3</sup> 水中,加 50 cm<sup>3</sup> 浓盐酸(B.2.4)。用水稀释至 1 000 cm<sup>3</sup>,摇匀。

B.2.7 备用标准溶液,分别含 1 000 mg/dm<sup>3</sup> 的铝、钛、铁。每种液体均贮存在氟化处理过的聚乙烯/聚丙烯瓶中。

B.2.8 标准溶液,含 10 mg/dm<sup>3</sup> 的相关元素。

标准溶液在使用当天配制。用移液管吸 1 cm<sup>3</sup> 备用液(B.2.7)加到 100 cm<sup>3</sup> 单刻度容量瓶中,加 10 cm<sup>3</sup> 浓盐酸(B.2.4)。用水稀释至刻度,摇匀。

每毫升标准溶液含 10  $\mu\text{g}$  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 高纯乙炔,工业级,用钢瓶贮存。

B.2.10 压缩空气。

B.2.11 高纯一氧化二氮,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,以及以下仪器:

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( $\leq 0.01$  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 cm<sup>3</sup>。

**B.3.5** 单刻度容量瓶, 100 cm<sup>3</sup>。

**B.3.6** 移液管, 经校准, 容量适当。

## **B.4 取样**

### **B.4.1 采样步骤**

按本标准第 8 章的规定采取测试所需样品。

### **B.4.2 试样制备**

**B.4.2.1** 按附录 F 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。

**B.4.2.2** 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 cm<sup>3</sup> 水润湿样品; 对 B 类气相二氧化硅, 用 2 cm<sup>3</sup>~3 cm<sup>3</sup> 水和 3 cm<sup>3</sup>~4 cm<sup>3</sup> 乙醇润湿样品。

**B.4.2.3** 加 2 cm<sup>3</sup> 硫酸和 30 cm<sup>3</sup> 氢氟酸, 小心蒸发至糊状后, 再加 10 cm<sup>3</sup> 氢氟酸蒸发至干, 如果四氯化硅挥发不彻底, 再加 10 cm<sup>3</sup> 氢氟酸继续蒸发至干。

**B.4.2.4** 加热剩余物至白烟冒尽, 加 5 cm<sup>3</sup> 盐酸(B.2.4)和 2 cm<sup>3</sup>~3 cm<sup>3</sup> 水溶解剩余物。

**B.4.2.5** 将得到的溶液转移到 50 cm<sup>3</sup> 单刻度容量瓶中。用 FAAS 测定铝、钛时, 加 2.5 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 单刻度容量瓶中, 加 10 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 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)/<br>( $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ) |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|---------|---------------------------------------------|
| 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                                       |
| 注 1: 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约为 0.55。<br>注 2: 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。<br>注 3: 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(发射)线/nm | 测量范围(氧化物)/( $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ) |
|----|--------------|-----------------------------------------|
| 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  $1\text{ cm}^3$  系列标准溶液中元素的质量(单位为:  $\mu\text{g}$ )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( $A_0$ ), 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收值, 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  $\rho_i$  值, 或者在系列标准溶液的元素含量—吸光度数据对中, 选择  $A_0$  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, 按式(B.1)计算:

$$\rho_i = \frac{\rho_c \times A_i}{A_c} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：  
 $\rho_c$  ——选择的系列标准溶液的质量浓度数值，单位为微克每立方厘米( $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ )；  
 $A_i$  ——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)含量以质量比  $w_{(\text{Ox})}$  计，以(mg/kg)表示，按式(B.2)计算：

$$w_{(\text{Ox})} = \frac{\rho_i \times D \times V_0 \times f}{m_0 \times (100 - w_{\text{L.I}})} \times 100 \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：  
 $\rho_i$  ——测试溶液中元素质量浓度数值，单位为微克每立方厘米( $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ )；  
 $D$  ——稀释倍数(如果需要稀释的话)；  
 $V_0$  ——测试溶液的体积，50  $\text{cm}^3$ ；  
 $f$  ——转换系数(见表 B.3)；  
 $m_0$  ——测试样品的质量，单位为克(g)；  
 $w_{\text{L.I}}$  ——灼烧减量，%。

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 $f$ |
|----|-------|----------|
| 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 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覆盖上合适的催化剂,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

除非另有说明,仅使用分析纯的试剂。

C.2.1 水,符合 GB/T 6682 中三级以上。

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 420  $\mu\text{m}$ ~250  $\mu\text{m}$ (40 目~60 目)。

C.2.4.2 钨/锡粉末,碳含量不高于 5 mg/kg,粒度为 420  $\mu\text{m}$ ~250  $\mu\text{m}$ (40 目~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  $^{\circ}\text{C}$ ~450  $^{\circ}\text{C}$  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,以及以下仪器:

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  $^{\circ}\text{C}$  下操作的电感炉,一个排废气单元,一个约 450  $^{\circ}\text{C}$  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 也可以用一个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(高氯酸镁)和一个控制氧气流的流量计。

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  $^{\circ}\text{C}$  或更高的温度下充分灼烧至恒量(大约需要 20 min)。

### C.4 采样

#### C.4.1 采样步骤

按本标准第 8 章的规定采取测试所需样品。

#### C.4.2 试样制备

按附录 F 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。

#### 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( $m_b$ )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

**C.5.3.1** 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。

**C.5.3.2** 如果分析仪配有组合式天平,样品的质量会自动贮存在记忆器中,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,碳的质量分数以  $w(C)$  计,以 % 表示,按式(C.1)计算:

$$w(C) = \frac{m_t - m_b}{m_0(100 - w_{L1})} \times 10\,000 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

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);

$m_t$  ——测试样品时碳质量数值,单位为克(g);

$w_{L1}$  ——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

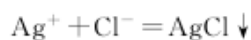
测试报告包括下列内容:

- 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**

将气相二氧化硅试样溶解在氢氧化钠溶液中。用  $\text{AgNO}_3$  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**

除非另有说明,仅使用分析纯的试剂。

**D.3.1 水**,符合 GB/T 6682 中三级以上。

**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,体积分数为 50%。将 1 份质量分数约 65%、 $\rho \approx 1.40 \text{ Mg/m}^3$  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**, $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/dm}^3$  或  $0.01 \text{ mol/dm}^3$ 。

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,以及以下仪器:

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

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

**D.4.3** 150  $\text{cm}^3$  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,  $-5 \text{ }^\circ\text{C} \sim 30 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

**D.5 采样****D.5.1 采样步骤**

按本标准第 8 章的规定采取测试所需样品。

**D.5.2 试样制备**

按附录 F 要求预先干燥适量试样。也可以取测试  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  挥发物后的试样。

## D.6 分析步骤

应同时进行平行样测定。

D.6.1 根据氯化物的含量称取 1 g~5 g 样品( $m_0$ ),精确至 0.1 mg,加入烧杯中。再向烧杯中加入 20 cm<sup>3</sup> 氢氧化钠溶液,缓缓加热。用水冲洗烧杯壁。

D.6.2 在第二个烧杯中加入 20 cm<sup>3</sup> 硝酸。将两个溶液放在磁力搅拌器上的冰浴中冷却至近 0℃。

D.6.3 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℃。勿将硝酸加到硅酸钠溶液中。

D.6.4 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。

D.6.5 记录滴定到终点时硝酸银溶液的体积  $V_1$ 。

D.6.6 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

氯含量用质量分数  $w(\text{Cl})$  计,数值以质量比(mg/kg)表示,按式(D.1)计算:

$$w(\text{Cl}) = \frac{(V_1 - V_b) \times c(\text{Ag}) \times M}{m_0 \times (100 - w_{\text{L1}})} \times 10^5 \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中:

$V_1$  ——滴定消耗的  $\text{AgNO}_3$  标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$V_b$  ——空白测定消耗的  $\text{AgNO}_3$  标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$c(\text{Ag})$  —— $\text{AgNO}_3$  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);

$w_{\text{L1}}$  ——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**  
**(规范性附录)**  
**悬浮液 pH 值的测定**

**E.1 原理**

用新鲜无二氧化碳的水将气相二氧化硅试样配成 4% 悬浮液,用酸度计测定试样 pH 值。

**E.2 试剂**

除非另有说明,仅使用分析纯的试剂。

**E.2.1** 新鲜蒸馏水,符合 GB/T 6682。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 min~10 min,加盖冷却至室温,冷却后的水应用碱石棉管或类似装置隔绝空气。放置时间不超过 30 min。

**E.2.2** 润湿剂,甲醇或无水乙醇,中性。

**E.2.3** 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 GB/T 9724 进行配制。

**E.3 仪器**

**E.3.1** 酸度计,能精确到 0.1 个单位。按 GB/T 9724 的规定在实验温度下用已知 pH 标准缓冲溶液校正。

**E.3.2** 玻璃容器,锥形瓶,50 cm<sup>3</sup> 具塞磨口塞。容器在第一次使用前,必须用沸稀盐酸浸泡,然后用蒸馏水充分润洗干净。

**E.3.3** 天平,精确至 0.01 g 或更高精度。

**E.4 采样**

**E.4.1** 按本标准第 8 章规定进行采样。

**E.4.2** 采集的样品需置于密闭的样品容器中,并使样品在试验之前达到室温。

**E.5 分析步骤**

应同时进行平行样测定。

**E.5.1** 在玻璃容器(E.3.2)中,用煮沸的新鲜蒸馏水(E.2.1)将试样配制成质量分数为 4% 的悬浮溶液。用塞子塞紧容器,并激烈震荡 1 min,静置 5 min。

**E.5.2** 移去塞子,置电极于待测试液中,待酸度计示值稳定 1 min 后读取 pH 值,准确至 0.1 个 pH 单位。

**E.5.3** 记录 pH 值(准确至 0.1 个单位)和溶液的温度(准确至 0.1 ℃)。

**E.5.4** 疏水产品不易分散在水中,可使用一种中性的润湿剂(E.2.2),但需确保使用最小量,最多不超过 5 cm<sup>3</sup>。如果使用了润湿剂,应减少水体积,以保持得到质量分数为 4% 的悬浮液。润湿剂的类型和体积应在测试报告中注明。

## E.6 结果表示

计算两次测定值的平均值,用 GB/T 8170 进行数值修约。

## E.7 精密度

E.7.1 重复性:同一实验室两次测定结果之差不大于 0.1 个 pH 单位;

E.7.2 再现性:不同实验室两次测定结果之差不大于 0.2 个 pH 单位。

## E.8 试验报告

测试报告包括下列内容:

- a) 试样的类型和名称;
- b) 本试验依据的标准;
- c) 如果使用了润湿剂,写明润湿剂的类型和体积;
- d) 试验结果和测试温度;
- e) 与本试验规定操作的差异;
- f) 试验日期。

**附 录 F**  
(规范性附录)  
**105 ℃挥发物的测定**

**F.1 原理(A 法——重力对流干燥箱法,仲裁法)**

试样在 105 ℃加热条件下失重的质量分数,即为该试样 105 ℃挥发物。

**F.2 仪器**

F.2.1 恒温干燥箱,重力对流型,能维持在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

F.2.2 称量瓶,矮型,高 30 mm,直径 60 mm,配有磨口玻璃盖。

F.2.3 分析天平,精度为 0.1 mg。

F.2.4 干燥器,装有高氯酸镁或其他高效干燥剂。

**F.3 采样**

F.3.1 按本标准第 8 章节规定进行采样。

F.3.2 采集的样品需置于密闭的样品容器中,并使样品在试验之前达到室温。

**F.4 试验条件**

环境湿度为 50%以下。

**F.5 分析步骤**

应同时进行平行样测定。

F.5.1 打开称量瓶(F.2.2)盖子,放入 105 ℃烘箱(F.2.1)中加热 2 h。放入干燥器(F.2.4)中冷却,加盖称量,精确至 0.1 mg( $m_0$ )。

F.5.2 将约 2 g 试样平铺在称量瓶底部,加盖称量( $m_1$ ),精确至 0.1 mg。

F.5.3 移去盖子,将称量瓶和试样在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱中加热 1 h。盖上盖子,移至于干燥器中冷却约 15 min 至室温,准确称量至 0.1 mg( $m_2$ )。

F.5.4 如果两份样品测定的差值超过较高值的 10%,则需重复上述操作。

**F.6 结果计算**

105 ℃挥发物以质量分数  $w_H$  计,按式(F.1)计算:

$$w_H = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{F.1})$$

式中:

$m_0$ ——称量瓶质量,单位为克(g);

$m_1$ ——干燥前试样与称量瓶的总质量,单位为克(g);

$m_2$ ——干燥后试样与称量瓶的总质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位小数,取其平均值,用 GB/T 8170 进行数值修约。

#### F.7 精密度

两份样品测定的差值不超过较高值的 10%。

#### F.8 原理(B 法——仪器照射法)

用仪器中的间接加热源均匀加热试样,在设定温度下损失的量即为 105 °C 挥发物。

#### F.9 仪器

内置天平的精度应不小于 1 mg,并有一个间接加热源,可为卤素灯、红外线及其他加热方式。

#### F.10 采样

F.10.1 按本标准第 8 章规定进行采样。

F.10.2 采集的样品需置于密闭的样品容器中,并使样品在试验之前达到室温。

#### F.11 试验条件

环境湿度为 50%以下。

#### F.12 分析步骤

应同时进行平行样测定。

F.12.1 按照仪器说明书进行加热程序设置。

注:加热程序设置的测试结果应与 A 法结果相对照。

F.12.2 打开仪器上盖,取适量试样均匀地平铺在仪器的样品盘上,准确至 1 mg。

注:试样厚度以能完全照射试样为宜,不宜超出仪器规定的厚度。

F.12.3 轻轻闭合上盖。启动仪器,按设定程序进行加热。

F.12.4 照射一段时间后,数字显示器所显示的读数每分钟下降 $\leq 0.05\%$ 或设定的值,仪器自动停止,显示的数值就是 105 °C 挥发物,以%表示。

#### F.13 结果计算

F.13.1 105 °C 挥发物以数字显示器所显示的数值表示。

F.13.2 取平均值,用 GB/T 8170 进行数值修约。

#### F.14 试验报告

测试报告包括下列内容：

- a) 试样的标识和编号；
- b) 本试验依据的标准编号；
- c) 试样的质量；
- d) 使用的方法(A 法或 B 法)；
- e) 试验结果；
- f) 所有试样步骤与基本步骤的差异；
- g) 在试验中观察到的异常现象；
- h) 试验日期。

附 录 G

(规范性附录)

振实体积和振实密度的测定

G.1 仪器

G.1.1 振实体积测定仪(图 G.1)。

G.1.1.1 量筒,容积为  $250\text{ cm}^3$  刻度量筒,刻度间隔为  $2\text{ cm}^3$ ,配备一个合适的塞子。

G.1.1.2 量筒座驾(带轴),量筒、塞子和量筒座驾总重量为  $670\pm 45\text{ g}$ 。

G.1.1.3 凸轮,每旋转一次提升座驾一次,其震动频率为  $1\,250\text{ 次/min}\pm 15\text{ 次/min}$ 。

G.1.1.4 铁砧,安装位置应使升起的轴端离铁砧  $3\pm 0.1\text{ mm}$  高处落到该砧上。

G.1.1.5 旋转计数器,计算凸轮旋转的次数。

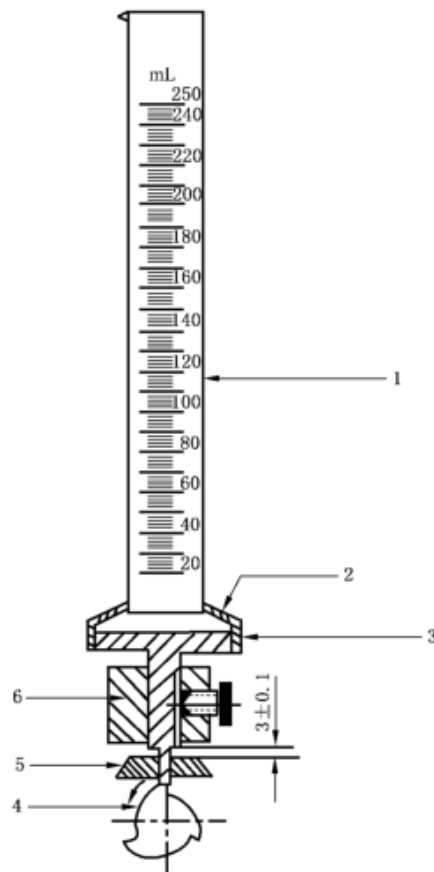
G.1.1.6 轴套,用合适的材料制成,使轴套与轴之间的摩擦最小。

G.1.2 干燥箱,能维持在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

G.1.3 天平,精确至  $0.1\text{ g}$  或更高精度。

G.1.4 干燥器,内装有效干燥剂。

单位为毫米



图中:

1——带刻度的测量量筒;

2——橡皮垫子;

3——量筒座架;

4——凸轮;

5——铁砧;

6——轴套。

图 G.1 振实体积测定仪

## G.2 采样

按本标准第8章规定进行采样。

## G.3 分析步骤

应同时进行平行样测定。

**G.3.1** 取足够进行两次测定的试样(约30 g),在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱(G.1.2)中烘2 h,然后在干燥器(G.1.4)中冷却。

**G.3.2** 将干燥均匀的样品加入到预先干燥称重(准确至0.1 g)的具塞量筒(G.1.1.1)( $m_0$ )中,加入样品的同时倾斜量筒并相对于轴线作转动,以免形成空隙。

**G.3.3** 加入 $200\text{ cm}^3\pm 10\text{ cm}^3$ 样品后,称取量筒和样品的总质量( $m_1$ ),准确至0.1 g,轻拍量筒使样品的表面接近水平,塞上塞子。

**G.3.4** 将量筒装到振实体积测定仪的座架上,振动约1 250次后压实,读取压实后试样体积,准确至 $1\text{ cm}^3$ (如振动后样品表面不呈水平,读取最高点和最低点平均值作为振实体积数)。

**G.3.5** 继续振动,每遍1 250次,振动后读出样品的体积,直到连续两遍振动后的体积差不大于 $2\text{ cm}^3$ 为止,记录振实后试样的最终体积( $V$ )。

## G.4 结果表示

振实体积 $V_t$ 按式(G.1)计算:

$$V_t = \frac{100 V}{m_1 - m_0} \quad \dots\dots\dots(\text{G.1})$$

振实密度 $\rho_t$ 按式(G.2)计算:

$$\rho_t = \frac{100}{V_t} = \frac{m_1 - m_0}{V} \quad \dots\dots\dots(\text{G.2})$$

式中:

$m_0$ ——空量筒的质量,单位为克(g);

$m_1$ ——量筒和试样的总质量,单位为克(g);

$V$ ——振实后试样最终体积,单位为立方分米( $\text{dm}^3$ );

$V_t$ ——振实体积,单位为立方分米每一百克( $\text{dm}^3/100\text{ g}$ );

$\rho_t$ ——振实密度,单位为克每立方分米( $\text{g}/\text{dm}^3$ )。

取两份试样测定值的平均值,记录结果准确至 $0.1\text{ dm}^3/100\text{ g}$ 或 $0.01\text{ g}/\text{dm}^3$ 。

## G.5 精密度

两次测定结果之差不超过平均值的0.80%。

## G.6 试验报告

试验报告包含下列内容:

a) 试验样品的类型和名称;

- b) 本试验依据的标准编号；
- c) 测试结果；
- d) 与本试验规定操作的差异；
- e) 试验日期。

附 录 H  
(规范性附录)  
45  $\mu\text{m}$  筛余物的测定

## H.1 原理

在实验仪器中,分散在水中的样品,由旋转水流带动做离心运动,水将细颗粒冲洗过筛,粗颗粒残留在筛上,干燥称重。

## H.2 材料

H.2.1 自来水,经过滤,加压至 300 kPa $\pm$ 20 kPa 以上。

H.2.2 润湿剂,如体积分数为 95% 的乙醇,并在试验报告中加以说明。

## H.3 仪器

H.3.1 筛余物测定仪,如图 H.1。

H.3.2 45  $\mu\text{m}$  试验筛,用磷青铜或不锈钢制成,符合 GB/T 6003.1 规定。

H.3.3 干燥箱,能维持在 105  $^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

H.3.4 天平,精确至 0.1 mg。

H.3.5 干燥器,内有有效干燥剂。

## H.4 采样

按本标准第 8 章规定进行采样。

## H.5 分析步骤

应同时进行平行样测定。

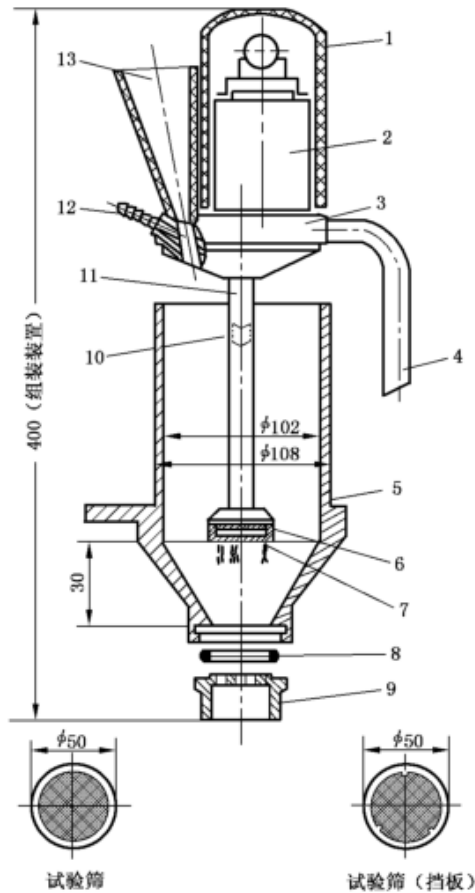
H.5.1 试验样品。称取一定量的试样(精确至 0.1 mg)到合适容积的烧杯中,试样质量为  $m_1$ 。需保证在筛子上的残余物是足够的,通常试样质量一般为 5 g~10 g,筛余物少时,试样量要增大。

H.5.2 分散体的制备。在试样中加入合适的水,必要时加入适量润湿剂(H.2.2),用磁力搅拌器搅拌分散试样,将试样分散成自由流动的悬浮体。

### H.5.3 测定

H.5.3.1 保持试验装置清洁,防止污染。定期检查水过滤器中的滤网并保持其清洁。按水洗筛余物测定装置说明书要求校正喷嘴和试验筛的中心及距离,确保其处于最佳状态。试验前应检查试验筛,确保试验筛网平整无破损、无变形。

H.5.3.2 将整个测试系统用水清洗 3 min,以除去杂质异物。



图中:

- |            |          |           |
|------------|----------|-----------|
| 1——保护罩;    | 6——喷头;   | 11——空心轴;  |
| 2——驱动电机;   | 7——喷嘴;   | 12——供水管;  |
| 3——盖;      | 8——筛子;   | 13——加料漏斗。 |
| 4——把手和溢流管; | 9——筛座;   |           |
| 5——容器;     | 10——喷水口; |           |

图 H.1 机械冲洗装置

H.5.3.3 将干燥称量过的试验筛(H.3.2)( $m_0$ )装上装置。

H.5.3.4 调节机械冲洗装置中水的压力,保证水的压力是  $300 \text{ kPa} \pm 20 \text{ kPa}$ 。开动电机,用漏斗慢慢将分散体转移到设备中,用水冲洗烧杯和漏斗。

H.5.3.5 当细小颗粒几乎全部通过筛子时,通过喷嘴发出的噪声变得较大,杂音明显保持稳定,而同时流过筛子的水变得清亮,记录时间。再继续冲洗 10 min,以便快速水流打碎团聚体,使最后细的颗粒通过筛子。如水质硬度较大,最后可用蒸馏水冲洗装置。

注:冲洗的持续时间应该通过实验确定,如果冲洗时间不超过 10 min,应在测试报告中写明。

H.5.3.6 关闭电机,停止水流。从测试装置上取下筛子,移入  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  (H.3.3) 的干燥箱中干燥 1 h 后放入干燥器(H.3.5)中冷却,准确称量至  $0.1 \text{ mg}(m_2)$ 。

H.5.3.7 筛余物的检验

检查筛余物上是否有未完全分散的团状物,如果有,应加大润湿剂的量,重复上述过程。

如果残留物中含有杂质,报告其类型及性质。

## H.6 结果表示

筛余物(机械冲洗法)用质量分数  $w_R$  计,数值以质量比(mg/kg)表示,按式(H.1)计算:

$$w_R = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (H.1)$$

式中:

$m_0$ ——空筛子的质量,单位为克(g);

$m_1$ ——试样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——筛子和残余物的总质量,单位为克(g)。

## H.7 精密度

如果两次测定的结果之差高于0.1%,就应重复上述操作步骤,重复操作的两个结果之差仍超过0.1%,则应在测定报告中取四个测量值的平均值作为最后结果,并在报告中注明产品的不均匀性。

## H.8 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a) 试样名称及标识;
  - b) 本试验依据的标准;
  - c) 试样质量,g;
  - d) 试验筛的标准孔径;
  - e) 试验结果;
  - f) 润湿剂的类型和添加量;
  - g) 冲洗持续时间;
  - h) 试验日期。
-





中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准

气 相 二 氧 化 硅

GB/T 20020—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: [www.gb168.cn](http://www.gb168.cn)

服务热线: 010-51780168

010-68522006

2013年12月第一版

\*

书号: 155066 · 1-47726

版权专有 侵权必究



GB/T 20020-2013