



中华人民共和国国家标准

GB/T 34698—2017

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 水可溶物含量的测定 电导率法

Rubber compounding ingredients—Determination of water soluble substance of
silica, precipitated, hydrated—Electrolytic conductivity method

2017-11-01 发布

2018-05-01 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。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位：确成硅化学股份有限公司、索尔维精细化工添加剂(青岛)有限公司、中昊黑元化工研究设计院有限公司、无锡恒诚硅业有限公司、福建省沙县金沙白炭黑制造有限公司、龙星化工股份有限公司、江西黑猫炭黑股份有限公司、福建正盛无机材料股份有限公司、福建远翔新材料股份有限公司、金能科技股份有限公司、株洲兴隆新材料股份有限公司、四川理工学院。

本标准主要起草人：毛善兵、石峰、邓毅、王定友、卢爱平、范希周、侯贺钢、吕俊英、谢志雄、王承辉、张慧、唐志凡、陈建。

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 水可溶物含量的测定 电导率法

警示——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

本标准规定了用电导率法测定沉淀水合二氧化硅中水可溶物含量的方法。

本标准适用于硫酸法生产的沉淀水合二氧化硅。其他方法生产的沉淀水合二氧化硅可参考使用。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3061 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅

3 原理

溶液的电导率是阴阳离子在正负两个电极间迁移的能力表征,电导率与溶液中的离子浓度成正比关系,因此通过测电导率可间接测定可溶性盐的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用下列试剂和材料:

——硫酸钠(Na_2SO_4),分析纯;

——蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5 仪器

5.1 分析天平,分度值为 0.1 mg。

5.2 研钵。

5.3 磁力搅拌器。

5.4 电导仪,配有常数为 1.0 cm^{-1} 电导电极。

5.5 具塞锥形瓶, 250 mL。

5.6 试验筛, $\Phi 200\text{ mm} \times 25\text{ mm}/0.25\text{ mm}$,符合 GB/T 6003.1 的规定。

5.7 量筒, 250 mL。

5.8 磁力搅拌棒,其表面有聚四氟乙烯或碳氟化合物的耐化学腐蚀涂覆层,尺寸适用于 250 mL 具塞

锥形瓶。

6 样品

按 HG/T 3061 规定采集样品。

7 试验条件

室温应控制在 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 或 $(27\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

8 试验步骤

8.1 建立回归方程

按附录 A 选 6 个水可溶物浓度含量合适的标准参比溶液。按附录 A 描述方法测出其电导率,并计算回归方程。

8.2 样品准备

如果是造粒的沉淀水合二氧化硅样品,需要用研钵研磨样品,并过 $250\ \mu\text{m}$ 试验筛。

8.3 测定

8.3.1 进行平行样测定。

8.3.2 在室温下,称取试样 $(10\pm 0.01)\text{g}$ 于 250 mL 的具塞锥形瓶中,用量筒加入 200 mL 蒸馏水,置于磁力搅拌器上平稳搅拌 5 min 以上,静置约 1 min,无明显悬浮物时可进行测定。配成混合液的沉淀水合二氧化硅含量为 5%。

8.3.3 用蒸馏水淋洗电极,并用滤纸吸干电极上的蒸馏水滴。将电极浸入试样液中,停留数秒,待显示数据稳定,读取电导率,准至 $0.1\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。补偿到 $25\ ^{\circ}\text{C}$ 。

8.3.4 将试样的值代入 8.1 建立的回归方程中,计算可得出水可溶物含量 y_{c} 。

9 结果表示

9.1 电导率测定值

试样的电导率测定值 L_{t} ,单位为微西门子每厘米($\mu\text{S}/\text{cm}$)。取两次测定值的平均值,按 GB/T 8170 修约至整数位。

9.2 水可溶物含量测定值

水可溶物含量以 8.3.4 计算的结果表示,数值以百分率(%)计。取两次结果的平均值,按 GB/T 8170 修约至小数点后一位。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果之差不大于其平均值的 2.5%。

11 试验报告

试验报告包括下列项目：

- a) 试样名称及标识；
- b) 本试验依据的标准名称或编号；
- c) 试验结果(注明电导率、 Na_2SO_4 或其他盐含量)；
- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 试验中出现的异常现象；
- f) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
水可溶物含量回归方程计算示例

A.1 标准参比溶液的制备

分别称取 500 mg、1 000 mg、1 500 mg、2 000 mg、2 500 mg、3 000 mg Na_2SO_4 ，精确至 0.1 mg，置于 250 mL 具塞锥形瓶中，用量筒加入 200 mL 蒸馏水溶解并混匀。

A.2 校准参比曲线的绘制

A.2.1 按照 8.3 的规定，依次测定 6 个 Na_2SO_4 标准溶液的电导率值。

A.2.2 以标准校准溶液的 Na_2SO_4 称样量为横坐标，对应的电导率值为纵坐标，进行回归计算，获取回归方程，据此绘出溶液电导率校准曲线。

A.3 应用实例

A.3.1 选取电导率由低到高的 6 个样品（沉淀水合二氧化硅含量为 5%），进行电导率和 Na_2SO_4 含量（EDTA 滴定法）测试，并用式（A.1）～式（A.4）进行回归计算，数据见表 A.1。

表 A.1 电导率和 Na_2SO_4 滴定测试值

序号	水可溶物(Na_2SO_4) 实测值 $y_i/\%$	电导率 $x_i/(\mu\text{S}/\text{cm})$	y_i^2	$x_i y_i$	水可溶物计算值 y_c
1	0.89	766	0.792 1	681.74	0.89
2	1.09	932	1.188 1	1 015.88	1.10
3	1.75	1 437	3.062 5	2 514.75	1.74
4	1.82	1 489	3.312 4	2 709.98	1.81
5	2.02	1 664	4.080 4	3 361.28	2.03
6	2.11	1 733	4.452 1	3 656.63	2.12
$n=6$	$T_y=9.68$	$T_x=8\,021$	$\sum y_i^2=16.89$	$\sum x_i y_i=13\,940.26$	—

A.3.2 用最小二乘法计算回归方程

$$L_{xy} = \sum x_i y_i - \frac{T_x T_y}{n} = 999.7 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

$$L_{yy} = \sum y_i^2 - \frac{T_y^2}{n} = 1.27 \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

$$a = \frac{L_{xy}}{L_{yy}} = 786.8 \quad \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

$$b = \frac{T_x - aT_y}{n} = 67.4 \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

L_{xy} ——水可溶物、电导率的离均差积之和;

T_x ——6次测试的电导率之和,单位为微西门子每厘米($\mu\text{S}/\text{cm}$);

T_y ——6次测试的水可溶物(Na_2SO_4)之和,%;

L_{yy} ——水可溶物的离均差平方和;

a ——系数;

b ——截距;

n ——试验次数。

则计算的样品的水可溶物含量 y_c 的回归方程为式(A.5):

$$y_c = \frac{X_T - b}{a} = 0.001\,27X_T - 0.085\,6 \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

y_c ——样品的水可溶物含量,%;

X_T ——测试液的电导率,单位为微西门子每厘米($\mu\text{S}/\text{cm}$)。

A.3.3 各实验室需根据企业生产情况,定期更新本实验室使用的回归方程。

A.3.4 使用其他酸为原料的企业可参考本方法建立回归方程。