

ICS 71.060.01
G 10



中华人民共和国国家标准

GB/T 34709—2017

硅胶通用试验方法

General test method for silica gel



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
中国国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 试验方法	1
3.1 一般规定	1
3.2 粒度的测定	1
3.3 粒度合格率的测定	2
3.4 磨耗率的测定	3
3.5 振实堆积密度的测定	7
3.6 松装密度	7
3.7 吸附量的测定	8
3.8 显色变化的鉴定	11
3.9 孔容的测定	11
3.10 加热减量的测定	13
3.11 灼烧减量的测定	13
3.12 球形颗粒合格率的测定	14
3.13 二氧化硅含量的测定	14
3.14 铁含量的测定	15
3.15 氯化物含量的测定	16
3.16 pH 值的测定	17
3.17 比电阻的测定	17
3.18 比面积的测定	17
3.19 氯化钴含量的测定	17
3.20 二氧化碳吸附量的测定	18
3.21 颗粒强度的测定	18
3.22 遇水不炸裂率的测定	19
附录 A (资料性附录) BET 比表面积测定的典型仪器的标准操作方法	20
附录 B (资料性附录) 二氧化碳吸附量测定的典型仪器的标准操作方法一	21
附录 C (资料性附录) 二氧化碳吸附量测定的典型仪器的标准操作方法二	23

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。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院有限公司、山东辛化硅胶有限公司、青岛美高集团有限公司、招远汇源硅胶股份有限公司、青岛海洋化工有限公司、厦门市蓝水灵环保科技有限公司。

本标准主要起草人:范国强、仇兴亚、张新文、李永兆、崔志雷、温亭功、赵玉奇、庄马展、郭永欣、杨裴。



硅胶通用试验方法

1 范围

本标准规定了硅胶系列产品的试验方法。

本标准适用于 A 型硅胶、C 型硅胶、微球硅胶、变色硅胶、指示剂硅胶、B 型硅胶、变压吸附硅胶、FNG 耐水硅胶、猫砂硅胶、添加剂硅胶、大孔硅胶等系列产品。

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 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 6003.1—2012 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 6003.2—2012 试验筛 技术要求和检验 第 2 部分:金属穿孔板试验筛

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13390—2008 金属粉末比表面积的测定 氮吸附法

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分:制剂及制品的制备

3 试验方法

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

3.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

3.2 粒度的测定

3.2.1 方法提要

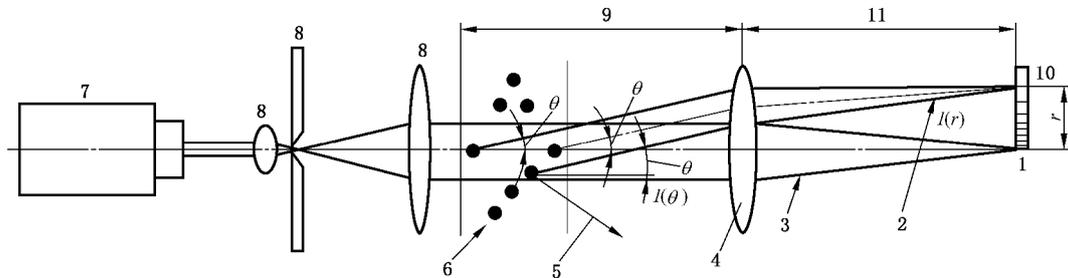
当激光照射在一定介质中的分散颗粒时,光被颗粒散射后,分布在不同的角度上,有规律的多元探测器在许多角度上接收到的有关散射光强的数值,使用适当的光学模型和数学程序,对散射数值进行计算,得到各粒度级别的颗粒体积占总体积的比值,从而得到粒度的体积分布,并以适当的特征粒径表达。

3.2.2 试剂

3.2.2.1 六偏磷酸钠分散剂:4%溶液。

3.2.3 仪器、设备

3.2.3.1 激光粒径分析仪：量程应满足检测的粒径范围。典型的激光粒径分析仪的构造如图 1。



说明：

- 1 —— 光强探测器；
- 2 —— 散射光束；
- 3 —— 透射光束；
- 4 —— 傅立叶透镜；
- 5 —— 未被透镜 4 收集的散射光；
- 6 —— 颗粒群；
- 7 —— 激光源；
- 8 —— 光束处理单元；
- 9 —— 透镜 4 的工作距离；
- 10 —— 多元探测器；
- 11 —— 透镜 4 的焦距。

图 1 典型的激光粒径分析仪的构造图

3.2.3.2 超声波分散仪：功率大于 100 W。

3.2.4 分析步骤

根据激光粒径分析仪的要求取一定量的试样，加入适量水，可加入适量六偏磷酸钠分散剂，将试样溶液置于超声波分散仪上进行超声分散 3 min(超声波分散-测量一体化仪器可直接进样启动测试)。将分散液逐渐加入到测量系统，直至遮光度达到满足测量要求。按激光粒径分析仪操作步骤测定试样的激光粒度(以 D_{50} 报告测定结果；空气折射率为 1；液体折射率为 1.333；二氧化硅折射率为 1.46)。

3.3 粒度合格率的测定

3.3.1 方法提要

将试样置于一定筛孔尺寸的试验筛内，按规定条件进行筛分，然后称量。

3.3.2 仪器、设备

3.3.2.1 金属丝编织网试验筛：GB/T 6003.1—2012 规定的系列试验筛，配有密封盖和接料盘。用于块状硅胶及微球硅胶的测定。

3.3.2.2 金属穿孔板试验筛：GB/T 6003.2—2012 规定的系列试验筛，配有密封盖和接料盘。用于球形硅胶的测定。

3.3.3 分析步骤

将筛孔尺寸分别等于供需双方协议粒度(球状硅胶一般粒度范围:1 mm~3 mm; 2 mm~5 mm; 4 mm~8 mm;块状硅胶一般粒度范围:0.5 mm~2 mm;1 mm~6 mm;2 mm~8 mm)的规格上限和下限的两只筛子以及接料盘依次装好。根据产品粒度选择以下操作:

- a) 对粒度为 250 μm (60 目)以上产品,称取 50 g~100 g 试样,精确至 0.1 g。置于上限筛内。盖好密封盖,用手托住,水平圆周摇动 1 min,摇动次数 60~70 次,摇动幅度约 20 cm 称量下限筛内的试样量,精确至 0.1 g。
- b) 对粒度为 250 μm (60 目)及以下产品,称取约 20 g 试样,精确至 0.1 g。置于上限筛内。用毛刷轻轻刷动试料,并用手不断震动筛子。如此边刷边筛,筛分约 30 min 后,称量下限筛内的试样量,精确至 0.1 g。

3.3.4 结果计算

粒度合格率以质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——下限筛内试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 2.0%。

3.4 磨耗率的测定

3.4.1 球磨法

3.4.1.1 方法提要

将一定量的试样置于球磨筒内,按规定条件转动,使试样与钢球及筒壁摩擦,然后筛分并称量。

3.4.1.2 仪器、设备

3.4.1.2.1 金属丝编织网试验筛:GB/T 6003.1—2012 规定的系列试验筛,网孔基本尺寸为 1 mm。配有密封盖及接料盘。

3.4.1.2.2 球磨机:装置如图 2。球磨筒为铝制,内径 80 mm,长 125 mm,筒内置 5 个直径为(22±0.5)mm 的钢球,转数(50±2)r/min。

3.4.1.2.3 电热恒温干燥箱:温度能控制在 150 $^{\circ}\text{C}$ ±5 $^{\circ}\text{C}$ 。

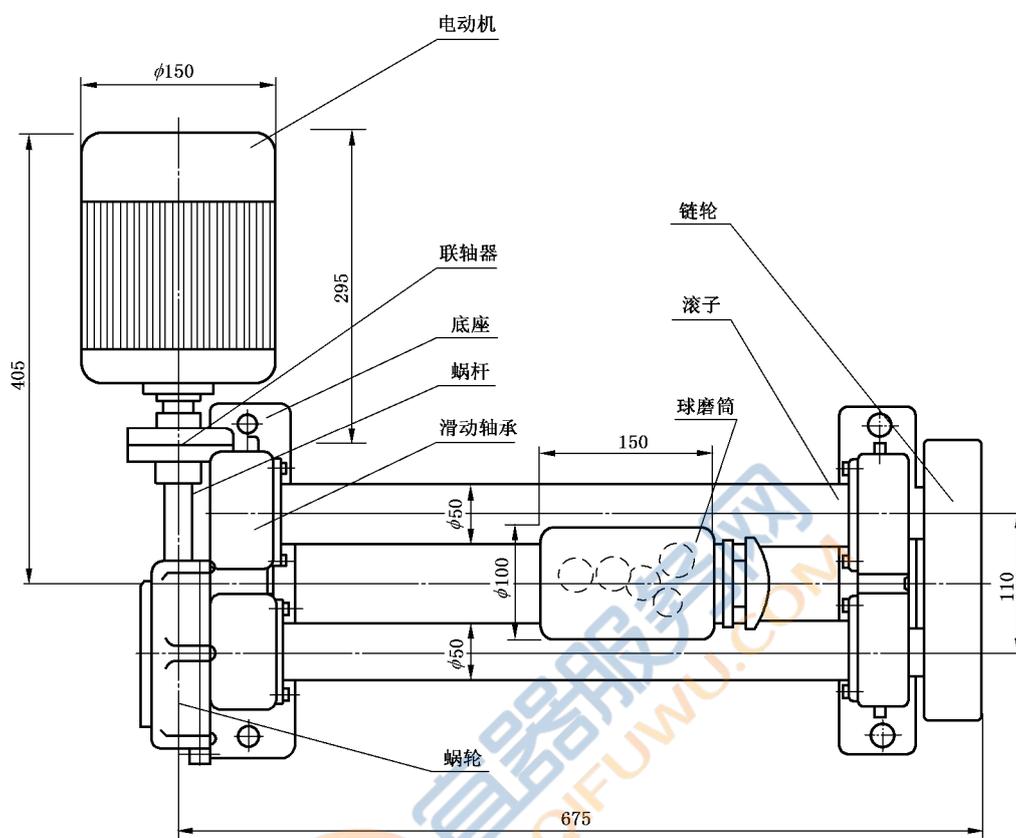


图 2 球磨装置

3.4.1.3 分析步骤

将试样于(150±5)℃下干燥 2 h 后。使用试验筛,按 3.3 规定的方法筛分。量取约 50 mL 筛余试样,称量,精确至 0.01 g。全部置于球磨筒中,将钢球在筒内排列成一直线,旋紧筒盖,开动球磨机。运转 15 min 后,取下球磨筒,打开筒盖,用镊子取出钢球。将筒内试样全部倒入试验筛中,按 3.3 规定的方法筛分。称量接料盘中的试样量,精确至 0.01 g。

3.4.1.4 结果计算

磨耗率以质量分数 ω_2 计,按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——接料盘内试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值对于球形硅胶不大于 0.5%,对于块状硅胶,测定结果小于 5%时,不大于 1.0%;测定结果为 5%~10%时,不大于 1.5%;测定结果大于 10%时,不大于 2.0%。

3.4.2 导向喷泉床法(适用于微球硅胶)

3.4.2.1 方法提要

将一定体积的试样装入导向喷泉床内,在规定条件下由气流带动硅胶粒子进行撞击摩擦,持续一段时间后筛分并测量体积。

3.4.2.2 仪器、设备

3.4.2.2.1 导向喷泉床装置如图 3 所示。

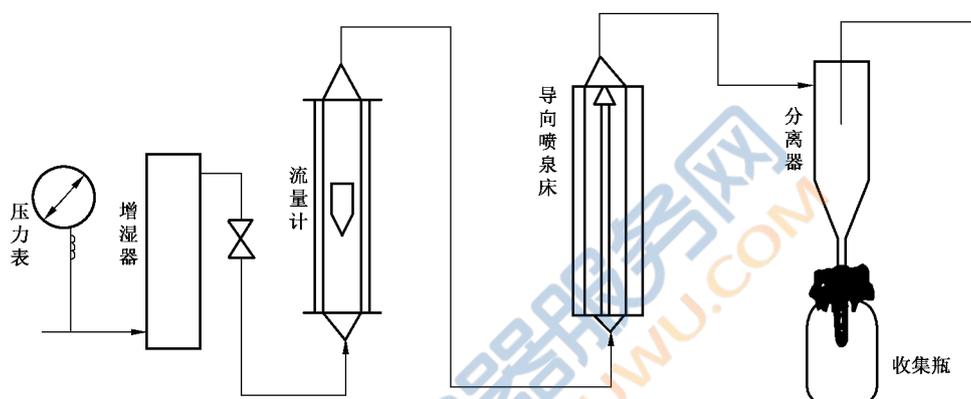
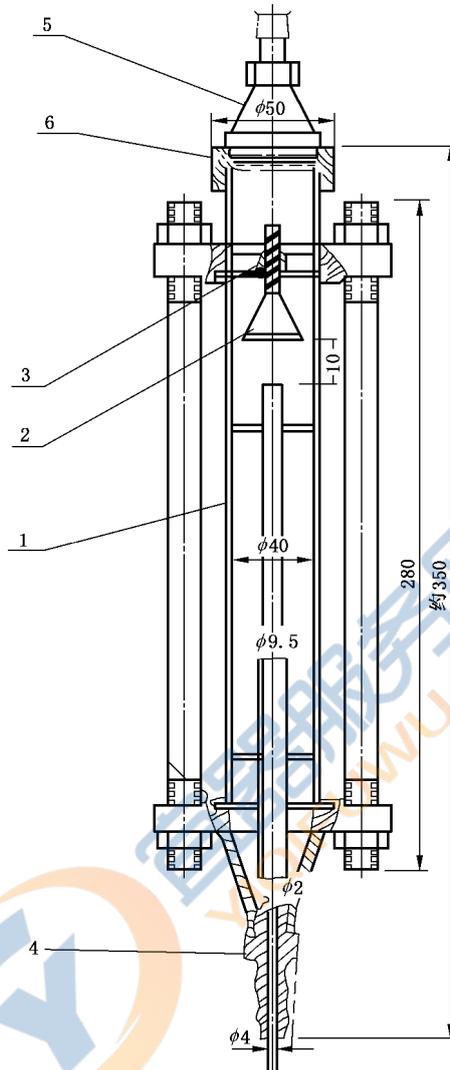


图 3 导向喷泉床装置

3.4.2.2.2 增湿器:直径 120 mm,高 500 mm,内装瓷环,底部换水。

3.4.2.2.3 流量计:量程 0 L/min~30 L/min。

3.4.2.2.4 导向喷泉床:结构及尺寸如图 4 所示。其中导向喷泉管 1 为玻璃制,其余零件为不锈钢制。



说明:

- 1——导向喷泉管;
- 2——滴状碰撞体;
- 3——定位圈;
- 4——喷嘴;
- 5——圆盘碰撞体;
- 6——金属网,孔径 $125\ \mu\text{m}$ 。

图 4 导向喷泉床

3.4.2.2.5 分离器及收集瓶。

3.4.2.2.6 玻璃量器:分度值 $0.1\ \text{mL}$ 。

3.4.2.2.7 金属丝编织网试验筛:GB/T 6003.1—2012 规定的系列试验筛,网孔基本尺寸为 $125\ \mu\text{m}$ 、 $250\ \mu\text{m}$ 、 $300\ \mu\text{m}$ 及 $425\ \mu\text{m}$ 的筛子各一只,配有密封盖及接料盘各一只。

3.4.2.3 分析步骤

取约 $25\ \text{mL}$ 试样,使用 $425\ \mu\text{m}$ 的试验筛(对于 $300\ \mu\text{m}\sim 850\ \mu\text{m}$ 规格产品)或 $250\ \mu\text{m}$ 的试验筛

(对于 125 μm ~425 μm 规格的产品),按 3.3 规定的方法进行筛分。将约 10 mL 筛余试样置于 50 mL 烧杯中,然后将烧杯中的试样在约 1 min 的时间内均匀地倾入配有玻璃漏斗的玻璃量器内,量取(10 \pm 0.1)mL。打开导向喷泉床的圆盘碰撞体 5 和金属网 6,将试样倒入导向喷泉床,安装好。开启空气压缩机,使气流通过增湿器和流量计,以流量(15 \pm 0.5)L/min 的空气流吹磨 30 min。卸下喷嘴 4,取出试样。用 300 μm 的试验筛(对于 300 μm ~850 μm 规格的产品)或 125 μm 的试验筛(对于 125 μm ~425 μm 规格的产品)筛分。按上述同样的方法量出筛余物的体积,量准至 0.1 mL。

3.4.2.4 结果计算

磨损率以体积分数 w_3 计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{V - V_1}{V} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V —— 试料体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 —— 吹磨后筛余试料体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 3%。

3.5 振实堆积密度的测定

3.5.1 方法提要

将称量后试样堆积于一定体积的容器内按规定方法振实操作后读出试料体积进行计算。

3.5.2 仪器、设备

玻璃量筒:容量 100 mL,内径(25 \pm 2)mm 的具有玻璃底座的量筒。

3.5.3 分析步骤

取约 80 mL 试样,称量试样的质量,精确至 0.1 g。倒入玻璃量筒内,振动时量筒与操作台面(铺有约 3 mm 厚的胶皮)成约 80°角并绕轴线旋转,振幅约 2 cm,振动频率约 130 次/min。振动 1 min 后,读出试料体积。

3.5.4 结果计算

振实堆积密度 w_4 ,数值以 g/L 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m}{V} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m —— 试料质量的数值,单位为克(g);

V —— 振实试料体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 10 g/L。

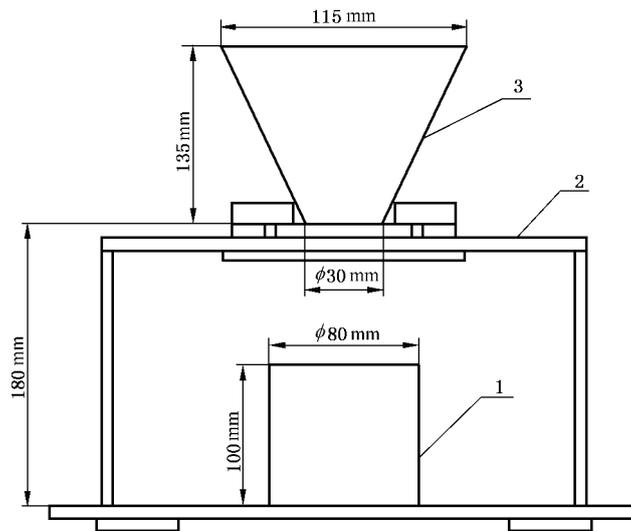
3.6 松装密度

3.6.1 方法提要

称量经过特定尺寸的漏斗流入标准体积容器内的试样质量并计算出结果。

3.6.2 仪器设备

堆积密度测定装置:结构尺寸见图 5。



说明：

- 1——料罐；
- 2——支架；
- 3——漏斗。

图 5 堆积密度测定装置

3.6.3 分析步骤

将试样倒入关闭的隔板上方漏斗中，试样量与漏斗口齐平，抽开隔板，试样自然流到下方的料罐中，料罐上方的锥体用平板沿杯口刮掉，称量料罐中试样。

3.6.4 结果计算

松装密度 w_5 ，数值以 g/L 表示，按式(5)计算：

$$w_5 = \frac{m}{V} \times 1\,000 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- m —— 试样质量的数值，单位为克(g)；
- V —— 料罐容积的数值，单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 10 g/L。

3.7 吸附量的测定

3.7.1 静态吸附法

3.7.1.1 方法提要

将一定量的干燥试样置于一定相对湿度的密闭容器中，使之达到吸附平衡。然后称量试样，计算吸附量。

3.7.1.2 试剂

硫酸溶液：用硫酸和水按表 1 配制不同浓度的硫酸溶液，以制备不同相对湿度的空气。

表 1

相对湿度/%	10	20	30	35	40	50	60	70	80	90	100
硫酸浓度/%	64.8	58.9	52.9	51.0	48.0	43.4	38.0	35.0	26.2	18.5	0
水溶液相对密度(d_{4}^{25})	1.55	1.48	1.42	1.40	1.37	1.33	1.28	1.24	1.19	1.12	1.00

3.7.1.3 仪器、设备

3.7.1.3.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 170 °C~190 °C。

3.7.1.3.2 密闭容器:一般试验室用玻璃干燥器。

3.7.1.4 分析步骤

将试样在 170 °C~190 °C 加热干燥 2 h 后,称取约 0.3 g~0.5 g 试料,迅速地置于已于 170 °C~190 °C 下干燥至质量恒定的称量瓶中,并尽量摊平均匀,立刻盖紧瓶塞,放于干燥器中。冷却至室温,准确称量,精确至 0.000 2 g。将按表 1 配制不同浓度的硫酸溶液(硫酸溶液的用量为每一试样 100 mL 以上)。分别置于系列密闭容器中。使密闭容器内的相对湿度保持 20%、50%、90% (或根据标准要求的其他相对湿度)。将称好试样的称量瓶放入密闭容器隔层,打开称量瓶盖,在(25±2.5)°C 下保持 48 h 之后,取出立刻盖紧瓶塞并称量,精确至 0.000 2 g。

3.7.1.5 结果计算

吸附量以质量分数 w_6 计,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 —— 试料吸附平衡后质量的数值,单位为克(g);

m —— 试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%。

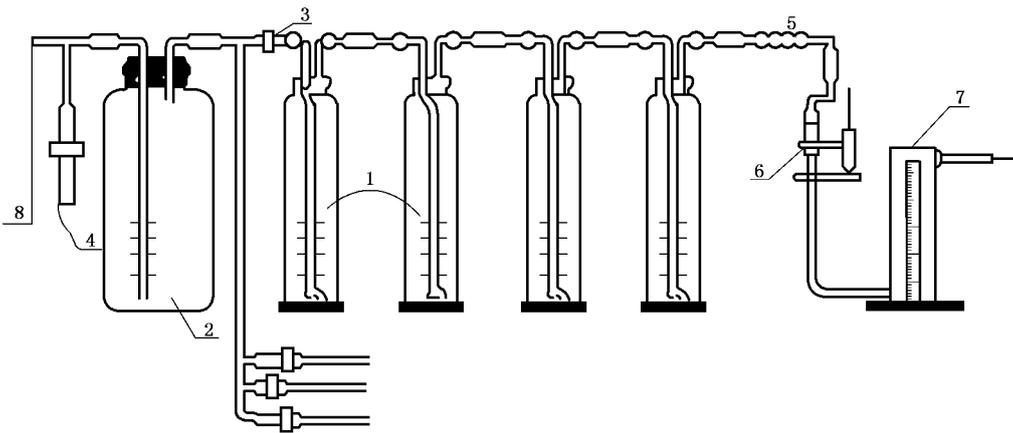
3.7.2 动态吸附法

3.7.2.1 方法提要

将一定相对湿度的空气通过一定量的试样,使之达到吸附平衡,然后称量。

3.7.2.2 仪器、设备

动态吸附装置:如图 6 所示。其中动态吸附管为玻璃制,形状、尺寸如图 7 所示。测定装置环境温度保持在(25±2.5)°C。

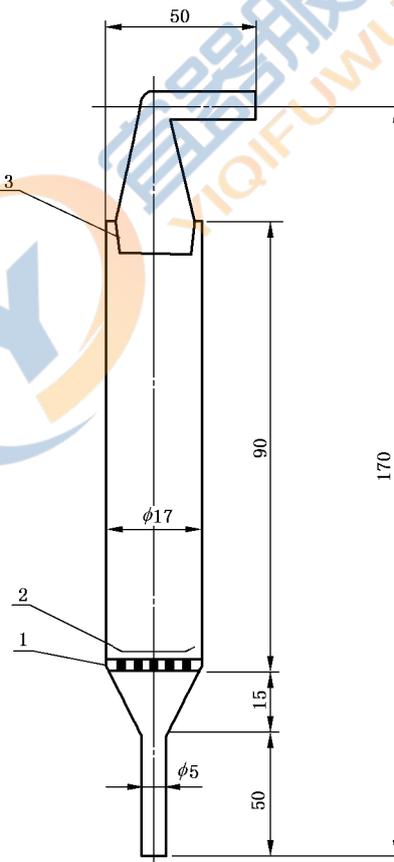


说明：

- | | |
|--------------------|--------------|
| 1 —— 孟氏气体洗瓶； | 6 —— 动态吸附管； |
| 2 —— 2 500 mL 玻璃瓶； | 7 —— 气体流量计； |
| 3、4 —— 螺旋夹； | 8 —— 接空气压缩机。 |
| 5 —— 干燥管，内装玻璃棉； | |

图 6 动态吸附装置

单位为毫米



说明：

- 1 —— 筛板；
 2 —— 玻璃纤维；
 3 —— 磨口。

图 7 动态吸附管

3.7.2.3 试剂

同 3.7.1.2。

3.7.2.4 分析步骤

在 4 个孟氏气体洗瓶中加入相同浓度的硫酸溶液,其浓度根据试验所需的空气相对湿度按表 1 确定。加入硫酸溶液的高度约 6 cm~8 cm,硫酸溶液的用量为每一试样 100 mL 以上。按图 5 连接好仪器。称取 1.0 g~1.5 g 预先按 3.10 烘至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,放入动态吸附管内。盖紧装水玻璃瓶的塞子,完全打开螺旋夹 4,开动空气压缩机,打开螺旋夹 3。利用螺旋夹 4 将空气流量控制为 2 L/min~2.5 L/min,在(25±2.5)°C 常压下吸附 5 h。完全打开螺旋夹 4,关闭螺旋夹 3,取下动态吸附管,称量,精确至 0.000 2 g。重复进行上述操作并每隔 1.5 h~2 h 称量一次,直至增重不超过 0.001 g 为止。

3.7.2.5 结果计算

吸附量以质量分数 w_7 计,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 - m}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——试料吸附平衡后质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,空气相对湿度为 20%时,两次平行测定结果之差不大于 1.0%;空气相对湿度为 35%~50%时,两次平行测定结果之差不大于 1.5%;空气相对湿度为 80%时,两次平行测定结果之差不大于 2.0%。

3.8 显色变化的鉴定

3.8.1 方法提要

试样在不同空气相对湿度下达到吸附平衡后所显示的颜色与指示色谱图进行比较。

3.8.2 测定步骤

将按照 3.7 规定进行测定后的试料或在相应相对湿度下吸附达到平衡的试料与指定指示色谱图进行比较。试样颜色应符合相应色标或表述的要求。

3.9 孔容的测定

3.9.1 水滴定法

3.9.1.1 方法提要

取一定粒度的试样,滴入水。当试样吸水达到饱和后,稍微过量的水将使试样颗粒之间出现粘连现象,从而指定滴定终点。记录滴入水的体积。

3.9.1.2 仪器设备

3.9.1.2.1 金属丝编织网试验筛:GB/T 6003.1—2012 规定的系列试验筛,筛孔尺寸为 250 μm 。

3.9.1.2.2 金属丝编织网试验筛:GB/T 6003.1—2012 规定的系列试验筛,筛孔尺寸为 850 μm 。

3.9.1.2.3 密封盖:与 GB/T 6003.1—2012 规定的系列试验筛配套。

3.9.1.2.4 接料盘:与 GB/T 6003.1—2012 规定的系列试验筛配套。

3.9.1.2.5 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $(150\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。

3.9.1.3 分析步骤

3.9.1.3.1 试样制备

对于粗孔微球状硅胶,直接使用原规格试样。

对于粗孔大颗粒硅胶,先将试样粉碎,然后用试验筛选取 $250\ \mu\text{m}\sim 850\ \mu\text{m}$ 的颗粒于 $(150\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的恒温干燥箱内干燥 2 h,冷却待用。

3.9.1.3.2 测定

称取于 $(150\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 后的试样 10 g,精确至 0.01 g。置于干燥的带磨口塞的 250 mL 锥形瓶中,用 25 mL 滴定管一次准确加入约 5 mL 水,盖好瓶塞,然后摇动锥形瓶 5 min 至试样呈松散状。再打开瓶塞,逐滴加水,并于每次加水后摇动锥形瓶。如摇动后试样仍呈松散状,则继续逐滴加水;如试样颗粒之间出现相互粘结和附着瓶壁现象并在继续摇动 1 min 后仍不消失时即为滴定终点。记录所消耗水的体积。

3.9.1.4 结果计算

孔容 w_s ,数值以 mL/g 表示,按式(8)计算:

$$w_s = \frac{V}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

V ——消耗水的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 mL/g。

3.9.2 氮吸附法

3.9.2.1 方法提要

利用比表面孔隙度测定仪,样品在液氮温度下,测量相对压强(P/P_0)吸附等温线,也即 BET 法测定比表面过程。根据凯尔文理论当 $P/P_0 > 0.35$ 时会开始出现孔凝现象, $P/P_0 > 0.99$ 时基本填满硅胶的孔。根据吸附量可以计算样品的孔容。

3.9.2.2 仪器、设备

比表面孔隙度测定仪;配备高纯氮。

3.9.2.3 分析步骤

称取 0.2 g~0.3 g 烘干至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g。放入测量管中,在 $150\ ^{\circ}\text{C}\sim 200\ ^{\circ}\text{C}$ 下抽真空脱气 2 h,使真空度达到 1 Pa 以下,开始测量吸附等温线。初次测定时需要启动死体积校正。专门测定孔容时相对压强(P/P_0)设置点可以集中在 0.35~0.995 之间,也可延续 BET 法测定比表面过程将相对压强(P/P_0)延续到 0.995 后结束测量。根据测得的吸附等温线,由相对压强(P/P_0)为 0.995 时对应吸附的液氮体积计算总孔容,以单位质量的孔体积的数值为孔容,单位为 mL/g。典型仪器操作参见附录 A。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 mL/g。

3.10 加热减量的测定

3.10.1 烘箱法

3.10.1.1 方法提要

于规定温度下将试样加热至恒定质量。

3.10.1.2 仪器、设备

电热恒温干燥箱:在控温 120 °C~190 °C 范围内控温精度可达到 ±5 °C。

3.10.1.3 分析步骤

使用预先已于规定温度下烘至质量恒定的扁形称量瓶称取 2 g~3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于温度控制在(150±5)°C(对于蓝胶指示剂和变色硅胶为 120 °C±5 °C;对细孔硅胶为 170 °C~190 °C)的恒温干燥箱内烘干至质量恒定。保留试料必要时进行灼烧减量等试验。

3.10.1.4 结果计算

加热减量以质量分数 w_9 计,按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

m —— 试料质量的数值,单位为克(g);

m_1 —— 试料烘干后质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

3.10.2 快速水分测定仪器法

3.10.2.1 方法提要

仪器采用程序控制升温用卤素灯/红外灯加热样品,连续自动称量直至恒定质量后报出结果。

3.10.2.2 仪器设备

快速水分测定仪:卤素/红外加热型,称量精度 0.001 g。

3.10.2.3 分析步骤

将约 2 g~10 g 的试样,精确至置于快速水分测定仪的干燥盘中摊平,设置干燥温度控制在(150±5)°C(对于蓝胶指示剂和变色硅胶为 120 °C±5 °C,对细孔硅胶为 170 °C~190 °C)。输入试样质量,启动测定程序,测定结束仪器自动报出结果。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

3.11 灼烧减量的测定

3.11.1 仪器和设备

3.11.1.1 高温炉:可控温度 1 000 °C±50 °C。

3.11.1.2 瓷坩埚:50 mL。

3.11.2 分析步骤

称取 1 g~2 g 加热减量试验后试料,精确至 0.000 2 g,置于预先于 1 000 °C ± 50 °C 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于 1 000 °C ± 50 °C 灼烧 2 h。取出,于干燥器中冷却,称量。

3.11.3 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_{10} 计,按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

m ——干燥试料质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——试料灼烧后质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

3.12 球形颗粒合格率的测定

3.12.1 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.1 g,置于搪瓷盘内。用镊子选出半球、小于半球的碎块,将剩余颗粒称量,精确至 0.1 g。

3.12.2 结果计算

球形颗粒合格率 w_{11} ,按式(11)计算:

$$w_{11} = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

m_1 ——剩余颗粒质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 4.0%。

3.13 二氧化硅含量的测定

3.13.1 方法提要

试样经 170 °C ~ 190 °C 烘干其吸附水后,称量,用过量氢氟酸加热分解二氧化硅,灼烧后称量。计算二氧化硅含量。

3.13.2 试剂

3.13.2.1 硫酸。

3.13.2.2 氢氟酸。

3.13.2.3 高氯酸。

3.13.3 仪器、设备

3.13.3.1 高温炉;可控温度(1 000 ± 50)°C。

3.13.3.2 电热恒温干燥箱;可控温在 170 °C ~ 190 °C。

3.13.3.3 铂坩埚;50 mL。

3.13.4 分析步骤

称取粉碎至 125 μm 以下的试样约 2 g, 置于称量瓶中并在 170 $^{\circ}\text{C}$ ~190 $^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中干燥, 2 h 后取出置于干燥器内冷却至室温。称取 1.0 g~1.1 g 冷却后的试样, 精确至 0.000 1 g, 置于 (1 000 \pm 50) $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的铂坩埚中。用水将试料润湿, 加入 10 滴硫酸及 20 mL 氢氟酸, 将铂坩埚置于砂浴上加热蒸干, 再加入 20 mL 的氢氟酸(必要时加入 2 mL 的高氯酸), 蒸至白烟冒尽, 将铂坩埚于 (1 000 \pm 50) $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

3.13.5 结果计算

二氧化硅含量以质量分数 w_{12} 计, 按式(12)计算:

$$w_{12} = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

m_1 ——铂坩埚质量的数值, 单位为克(g);

m_2 ——铂坩埚和试料质量的数值, 单位为克(g);

m_3 ——铂坩埚和残渣质量的数值, 单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

3.14 铁含量的测定

3.14.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

3.14.2 试剂

3.14.2.1 硫酸。

3.14.2.2 氢氟酸。

3.14.2.3 高氯酸。

3.14.2.4 盐酸溶液:1+7;

3.14.2.5 盐酸溶液:1+1;

3.14.2.6 其他同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

3.14.3 仪器、设备

3.14.3.1 分光光度计:带有厚度为 4 cm 或 5 cm 的比色皿;

3.14.3.2 回流冷凝管。

3.14.4 分析步骤

3.14.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定, 使用 4 cm 或 5 cm 比色皿, 取相应体积的铁标准溶液, 绘制工作曲线。

3.14.4.2 试验溶液的制备

3.14.4.2.1 酸浸法

称取 5 g~7 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 250 mL 清洁干燥的锥形瓶中。用移液管加 100 mL 盐酸

溶液(见 3.14.2.4),装上回流冷凝管,在沸水浴上加热约 30 min 后,冷却至室温。过滤于 250 mL 容量瓶中,定容,摇匀。此溶液为溶液 A。同时做空白试验。

3.14.4.2.2 去硅法

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 50 mL 铂坩埚中。用水润湿,加入 5 滴~6 滴硫酸、10 mL 氢氟酸。于电炉上蒸至刚冒白烟,冷却,再加入 10 mL 氢氟酸、2 mL 高氯酸蒸干。加入 2 mL 盐酸溶液(见 3.14.2.5)加热溶解,转移于 100 mL 容量瓶中,定容,摇匀。此溶液为溶液 B。同时做空白试验。

3.14.4.3 测定

分别移取 10 mL 试验溶液 A 或试验溶液 B 和 10 mL 相应空白试验溶液,分别置于 100 mL 烧杯中,以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

3.14.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_{13} 计,按式(13)计算:

$$w_{13} = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1}{m \times V_2 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

V_1 ——试样处理后定容的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定时移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

3.15 氯化物含量的测定

3.15.1 方法提要

在酸性介质中,用水浸煮出试样中的氯离子,与硝酸银作用生成氯化银,其浊度与同法处理的氯化物标准溶液比较。

3.15.2 试剂

3.15.2.1 硝酸:1+1。

3.15.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

3.15.2.3 氯化物标准液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.1 mg,用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

3.15.3 分析步骤

准确称取适量试样(预计氯化物含量与标准相同),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水,搅拌,加热煮沸 5 min。冷却后,全部移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去 20 mL 前滤液。用移液管移取 10 mL 滤液,置于 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,所呈浊度不得大于标准。

标准比浊溶液是取 1.00 mL 氯化物标准溶液与试验溶液同时同样处理。

3.16 pH 值的测定

3.16.1 方法提要

以热水浸取试样中的可溶解成分,用酸度计测定浸取液的 pH 值。

3.16.2 仪器、设备

酸度计:分度值为 0.01,配有 pH 玻璃电极和参比电极。

3.16.3 分析步骤

称取 (10.0 ± 0.1) g 试样,置于 250 mL 烧杯中。加入 200 mL 水,盖上表面皿,在 (80 ± 3) °C 的水浴上加热 30 min,冷却至室温。取上清液用酸度计测定溶液的 pH 值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.5。

3.17 比电阻的测定

3.17.1 仪器、设备

电导率测定仪:配铂电导池。

3.17.2 分析步骤

按电导率测定仪操作手册校准电导仪。称取 (10.0 ± 0.1) g 试样,置于 250 mL 烧杯中。加入 200 mL 水(比电阻大于 $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$),盖上表面皿,在 (80 ± 3) °C 的水浴上加热 30 min,冷却至室温。取上清液,插入铂电导池,用电导仪测定其比电阻。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 $300 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

3.18 比表面积测定

烘干至恒定质量的试样在 150 °C 下脱附 2 h,按 GB/T 13390—2008 规定的容量法进行测定。典型仪器操作参见附录 A。

3.19 氯化钴含量的测定

3.19.1 试剂

3.19.1.1 硫酸。

3.19.1.2 氢氟酸。

3.19.1.3 硝酸溶液:1 mol/L。

3.19.1.4 硝酸镧溶液:50 g/L。

3.19.1.5 钴标准溶液:每毫升含钴(Co)0.1 mg。按 HG/T 3696.2 配制后,用移液管移取 10 mL,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.19.2 仪器、设备

3.19.2.1 原子吸收分光光度计:配有钴空心阴极灯。

3.19.2.2 铂坩埚:50 mL。

3.19.3 分析步骤

3.19.3.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 按 3.10 干燥后试样,精确至 0.000 1 g,置于铂坩埚内。用适量水润湿试料,加入数滴硫酸及 20 mL 氢氟酸,在砂浴上蒸干。以上操作重复 2 次后。加入 10 mL 硝酸溶液,将溶液全部转移到 100 mL 容量瓶中。再加入 10 mL 硝酸镧溶液,定容,摇匀。

3.19.3.2 测定

用移液管分别移取 4 份 10 mL 试验溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钴标准溶液,用水稀释至刻度。摇匀。在 240.7 nm 下,以乙炔-空气火焰,用空白溶液调零,在规定的仪器条件下,分别测定其吸光度。以加入标准溶液钴的毫克数为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将工作曲线反向延长与横轴相交,交点横坐标绝对值即为被测溶液钴的毫克数(如与第 1 个钴标准溶液加入点钴量相差超过 3 倍,可调整钴标准溶液加入比例)。

3.19.4 结果计算

氯化钴含量以氯化钴(CoCl_2)的质量分数 w_{14} 计,按式(14)计算:

$$w_{14} = \frac{m_1 M_2}{100mM_1} \times 100\% \dots\dots\dots (14)$$

式中:

m_1 ——被测溶液钴的毫克数,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量,单位为克(g);

M_1 ——钴(Co)的相对原子质量(58.93);

M_2 ——氯化钴(CoCl_2)的相对分子质量(129.9)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

3.20 二氧化碳吸附量的测定

3.20.1 方法提要

利用比表面孔隙度测定仪,样品在 25 °C 恒温下,测量一系列绝对压强(mmHg)下的二氧化碳气体吸附等温线。

3.20.2 仪器、设备

比表面孔隙度测定仪: 配备高纯二氧化碳(纯度 99.99%及以上)。

3.20.3 分析步骤

称取 0.2 g~0.3 g 试样,精确至 0.000 2 g,放入测量管中。在(180±2)°C 下抽真空脱气 2 h,使真空度达到 1 Pa 以下,水浴温度为 25 °C。以二氧化碳气做吸附气体开始测量吸附等温线。初次测定时需要启动死体积校正。选择绝对压强(mmHg),一般设置点可以集中在低压(50 mmHg)和常压(760 mmHg)附近。测量完毕,即可根据要求读取相应压强下的吸附量。典型仪器操作参见附录 B、附录 C。

3.21 颗粒强度的测定

3.21.1 方法提要

选取一定数量的完整硅胶颗粒,用颗粒强度测定仪测出每个样品破碎时所承载的力。

3.21.2 仪器、设备

颗粒强度测定仪:灵敏度为 0.5 N。

3.21.3 分析步骤

从混合均匀的试样中挑选 30 粒没有裂痕,外观浑圆的试样,放置在颗粒强度测定仪上,记下每粒试样破碎时所承载的压力。

3.21.4 结果计算

去掉最大值和最小值,以算术平均值作为测试结果。

3.22 遇水不炸裂率的测定

3.22.1 分析步骤

取 100 粒完好的硅胶样品试样,将其全部投入盛有 100 mL 水的烧杯内,15 min 后倒掉烧杯中的水,计数未炸裂的试样颗粒数。

3.22.2 结果计算

遇水不炸裂率 w_{15} ,按式(15)计算:

$$w_{15} = \frac{N}{100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

N ——不炸裂颗粒数,单位为粒;

100 ——试样颗粒总数,单位为粒。

附录 A

(资料性附录)

BET 比表面积测定的典型仪器的标准操作方法

A.1 仪器

A.1.1 吸附分析工作站:配备高纯氮气(纯度 99.99%);高纯氦气(纯度 99.99%)。

A.1.2 杜瓦瓶:配备液氮。

A.2 分析步骤

A.2.1 初始化仪器

根据仪器操作手册安装并初始化仪器。

A.2.2 样品管质量测定

将清洁的空样品管(如果需要连同填充棒)装在仪器的脱气站,真空脱气 5 min,无需对样品管加热,脱气结束后,回填氦气,卸下样品管并立即盖上橡皮塞,称量,精确至 0.000 1 g,并记录氦气填充的样品管、塞子和填充棒的质量。

A.2.3 样品的预处理

将样品装入已称量的样品管,样品量是根据样品材料的比表面预期值是不同的,推荐样品质量应使管内样品的总表面保持在 $20 \text{ m}^2 \sim 50 \text{ m}^2$ 之间。

将样品管放入加热包,用金属加热包夹固定好,然后再将样品管装到脱气站,在所有需要脱气的样品都装到脱气站口后,开始脱气,这时被选脱气站的指示灯点亮,在相应脱气站的数字温控器上设置预处理温度 $150 \text{ }^\circ\text{C}$ 。应该将脱气温度清楚地写入打印报告中。计算机将自动控制样品管内压力逐渐降低并加热脱气。

A.2.4 样品分析

A.2.4.1 准备

仪器都有各自的饱和汽压(P_0)测量站,也有采用计算(P_0)的方式。如果需要测量 P_0 ,则可将一干净的空管放在一个分析站上作为参比站。

将液氮倒入杜瓦瓶,并可在杜瓦瓶中放几粒沸石,液氮的液位高度在所有站(包括 P_0 站)必须是一样的,否则可导致总孔体积的测量误差。杜瓦瓶可以容纳足够多的液氮,满足 60 h 的分析需要,所以在分析过程中不必补充液氮。

A.2.4.2 吸附等温线的测定

点击主菜单中的“OPERATION”,分别设定好窗口中的以下参数:样品名(Sample ID),操作者(Operator),吸附气(Adsorbate Gas),样品重量(Weight)。

在功能栏中,可选择不低于 5 点的若干个相对压力(P/P_0)作为测量点,平衡时间(Equilibration time)3,公差值(Tolerance)3。设定以上参数后,点击“OK”→“Start”→“OK”,仪器将对管道进行再次初始化,杜瓦瓶上升并自动调节高度,并按照设置进行吸附量的测量,得到的曲线为吸附等温线。

附录 B

(资料性附录)

二氧化碳吸附量测定的典型仪器的标准操作方法一

B.1 仪器

B.1.1 吸附脱气站。

B.1.2 吸附分析工作站:配备高纯二氧化碳(纯度 99.99%);高纯氦气(纯度 99.99%);高纯氮气(纯度 99.99%)。

B.1.3 杜瓦瓶。

B.2 分析步骤

B.2.1 初始化仪器

根据仪器操作手册安装并初始化仪器。

B.2.2 样品管称量

将清洁的空样品管(如果需要连同填充棒)盖上橡皮塞,称量,精确至 0.000 1 g,并记录样品管,塞子和填充棒的质量。

B.2.3 样品的预处理

将事先烘干水分的样品装入已称量的样品管,准确称量样品管和样品总重,精确至 0.000 1 g,记录数据。将脱气站的数字温控器上设置预处理温度 180 °C,并升温至 180 °C。将样品管放入脱气站加热包中,用金属加热包夹固定好,然后再将样品管装到脱气站在所有需要脱气的样品都装到脱气站口后。打开高纯氮气开关,开始脱气。脱气时间为 2 h。脱气结束,将样品管放置在脱气站冷却口处自然冷却至室温。

B.2.4 样品分析

B.2.4.1 准备

将 25 °C 的水倒入干净的杜瓦瓶中,水的填充量应保证样品管完全进入后没有液体溢出。

B.2.4.2 吸附等温线的测定

点击主菜单中“File”→“Open”→“Sample Information”,创建新的分析文件,分别设定好窗口中的以下参数:样品名(Sample ID),操作者(Operator),样品重量(Weight)。

在功能栏分析条件(Analysis Conditions)中,选择绝对压强(Absolute pressure dosing)后,在压强(Pressures)中设置不同的绝对压强作为测量点(760、750、700、650、……、200、150、100、52.5、50、25) mmHg,共计 18 点;温度(Temperature) 25 °C;回填气体(Backfill Gas) CO₂;在功能栏吸附性能(Adsorptive Properties): Carbon Dioxide @ 273.15 K。设定以上参数后,点击“Save”保存参数。点击“Unit 1”→“Sample Analysis”,在设置分析样品,点击“Start”,杜瓦瓶上升并调节位置和高度,并按照设置进行吸附量的测量,得到的不同绝对压强下的吸附量数据。

B.2.4.3 吸附量测定结果的读取

点击主菜单“Report”→选择对应的检测报告并进入菜单,点击“Isotherm Tabular Report”,在“Absolute Pressure”系列中选择要求压强下对应的吸附量数据为检测结果。



附 录 C

(资料性附录)

二氧化碳吸附量测定的典型仪器的标准操作方法二

C.1 仪器

C.1.1 比表面积及孔径分析仪,配备高纯二氧化碳(纯度 99.99%);高纯氦气(纯度 99.99%)。

C.1.2 杜瓦瓶。

C.2 分析步骤

C.2.1 初始化仪器

根据仪器操作手册安装并初始化仪器。

C.2.2 样品称量

放入烧杯,进行归零,将清洁的空样品管进行称量,精确至 0.000 1 g,并记录样品管质量,加入样品后再次进行称量,记录数值后进行样品预处理,脱气完成后再次对样品管进行称量,将此次称量的值与样品管的毛质量做差值即得到样品质量。

C.2.3 样品的预处理

将样品安装至仪器左侧样品预处理位,打开软件,进行“样品设置”,分两个阶段进行,第一阶段加热升温设定,第二阶段加热抽真空设定,温度设定为 180 ℃,抽真空脱气时间为 120 min,设置完成保存后点击“样品预处理”,样品将自动进行加热抽真空脱气处理,完成后自动冷却至室温并回填充气,取下称量后进行样品测试准备。

C.2.4 样品分析

C.2.4.1 吸附等温线的测定

进入中文测试界面,点击“参数设置”,在“测试参数区”选择“BET 比表面积测试”,“吸附质参数区”选择“CO₂+He”;“样品管参数区”选择对应的管路,输入样品名称和样品质量。

“修正参数”取默认值,“测试参数区”依次推荐选取模式分别为: P/P_0 选点(推荐取点)、 P_0 值测定(固定预值)、充抽气方式(智能计算)、液氮面控制(关闭),选择自动回填充气。

“ P/P_0 列表”选择 15 个若干个 P/P_0 作为测量点。最大值为 0.03,该仪器实际绝对压强可达 1 200 mmHg。“实验信息区”填写“样品名称”,“送检单位”,“处理条件”,“操作人员”,“核对人员”,“检测单位”等参数。

设定以上参数后,点击“保存”保存参数。点击“开始实验”即可进行实验,杜瓦瓶上升并自动调节高度,按照设置进行吸附量的测量,得到的曲线为吸附等温线。

C.2.4.2 吸附量测定结果的读取

点击主菜单“文件”选择“打开”,选择测定结束后生成的文件。打开“显示视图”,勾选“所有选项,在

“吸附详细数据页面”即可读出要求压强(P/P_0)下对应的吸附量数据为检测结果。通过预设 P_0 值换算即可获得绝对压强下对应的吸附量数据。若需要精确测量某点的吸附量,可通过线性插值进行计算得到。





中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

硅胶通用试验方法

GB/T 34709—2017

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年11月第一版

*

书号: 155066 · 1-58083

版权专有 侵权必究



GB/T 34709-2017