

ICS

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/CAQI

中国质量检验协会团体标准

T/CAQI XXXX—XXXX

疏水型气相二氧化硅

Hydrophobic fumed silica

(征求意见稿)

在提交反馈意见时, 请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国质量检验协会 发布

目 次

前言	11
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分类	1
5 技术要求	1
6 试验方法	2
7 采样	3
8 检验规则	4
9 标志、包装、运输和贮存	5
附录 A (规范性) 甲醇值测定	6
附录 B (规范性) 残留硅羟基含量测定	7

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由华兴中科标准技术（北京）有限公司提出。

本文件由中国质量检验协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

疏水型气相二氧化硅

1 范围

本文件规定了疏水型气相二氧化硅的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于疏水型气相二氧化硅的生产和检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 191 包装储运图示标志
GB/T 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限（AQL）检索的逐批检验抽样计划
GB/T 5211.3 颜料和体质颜料通用试验方法 第3部分：105℃挥发物的测定
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 9722 化学试剂 气相色谱法通则
GB/T 10722 炭黑 总表面积和外表面积的测定 氮吸附法
GB/T 20020 气相二氧化硅
ASTM D7490—13 (2022) 用接触角测量法测量固体涂层、基材和颜料表面张力的标准试验方法
(Standard Test Method for Measurement of the Surface Tension of Solid Coatings, Substrates and Pigments using Contact Angle Measurements)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

疏水型气相二氧化硅 hydrophobic fumed silica

将卤代硅烷在高温火焰中水解生成的亲水型非晶质二氧化硅通过有机物表面改性制成。

[来源：选自GB/T 20020—2013，3.1、3.2，有修改]

4 分类

疏水型气相二氧化硅按处理程度划分为半处理和全处理，具体要求见表1。

表1 疏水型气相二氧化硅分类表

处理程度	残留硅羟基含量 ¹ /%
半处理	≥30
全处理	<30

注1：相对于亲水型气相二氧化硅的硅羟基含量。

5 技术要求

5.1 外观

蓬松白色粉末。

5.2 性能要求

疏水型气相二氧化硅的性能应符合表2的规定。

表 2 性能要求

性能	要求
氮吸附BET比表面积 ¹ / (m ² /g)	典型值±20
二氧化硅含量/%	≥99.8
碳含量 ² /%	≥0.5
悬浮液pH值	≥3.5
105℃挥发物/%	≤1.0
振实密度 ³ / (g/dm ³)	40~60
甲醇值/%	≥20
接触角 ⁴ /°	由相关方协商确定
残留硅羟基含量 ⁵ /%	由相关方协商确定

注1：氮吸附BET比表面积典型值范围在30~400之间，也可通过相关方协商确定。
 注2：碳含量可根据不同产品由相关方协商。
 注3：振实密度可由相关方协商。
 注4：接触角可由相关方协商确定，推荐≥110°。
 注5：残留硅羟基含量为相对于亲水型气相二氧化硅的硅羟基含量，可由相关方协商确定，推荐≤60%。

6 试验方法

6.1 外观测定

目视检验。

6.2 氮吸附 BET 比表面积测定

氮吸附BET比表面积按GB/T 10722测定。

6.3 二氧化硅含量测定

二氧化硅含量测定按GB/T 20020-2025中附录A的规定进行。

6.4 碳含量测定

碳含量测定按GB/T 20020-2025中附录C的规定进行。

6.5 悬浮液 pH 值测定

悬浮液pH值测定按GB/T 20020-2025中附录E的规定进行，使用1+1乙醇水溶液配制试样。

6.6 105℃挥发物测定

105℃挥发物测定按GB/T 20020-2025中附录F的规定进行。

6.7 振实密度测定

振实密度测定按GB/T 20020-2025中附录G的规定进行。

6.8 甲醇值测定

甲醇值测定按附录A的规定进行。

6.9 接触角测定

接触角测定按ASTM D7490-13，使用接触角测定仪进行。测试样品通过压片制备，样品量（50~70）mg，压力为（15~18）MPa，压制时间（60±5）s，制备直径约10 mm的的圆片。试验在温度（25±2）℃，

湿度 $\geq 50\%$ 的环境下进行, 测试介质为水, 测试在水滴投放后30 s内完成, 样本接触角为取六次测试的平均值。如果两次平均值相差超过 2° , 结果是可疑的。

6.10 残留硅羟基含量测定

残留硅羟基含量按附录B的规定进行。

7 采样

7.1 采样工具

7.1.1 硬质塑料或其他耐腐蚀采样勺。

7.1.2 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

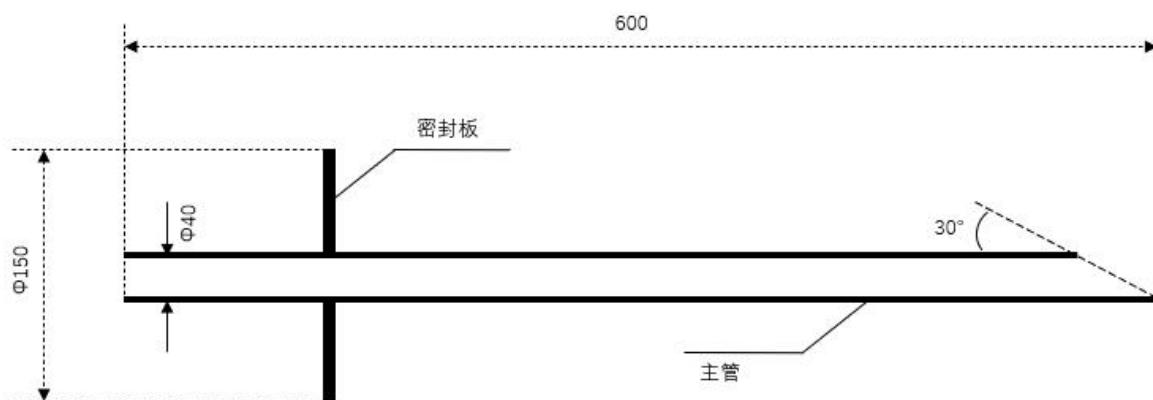


图1 采样管示意图

7.2 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。

7.3 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。

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

7.4 采样总量

7.4.1 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)。

7.4.2 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。

7.5 采样方法

7.5.1 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。

7.5.2 生产过程中采样应该对样品容器中的样品进行防潮保护措施, 并尽量缩短采样时间, 避免样品长时间暴露于空气中。

7.5.3 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。

7.6 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。

7.7 样品保存

7.7.1 样品保存应密闭、防潮、防污染。

7.7.2 样品有效贮存期至少为 3 个月。

8 检验规则

8.1 出厂检验

产品出厂应进行外观、氮吸附BET比表面积、pH值、碳含量、105℃挥发物项目检验。

8.2 型式检验

8.2.1 有下列情况之一时, 应进行型式检验。

- a) 新产品或老产品转产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。

8.2.2 型式检验符合 GB/T 2828.1 的规定及本文件第 5 章的规定。

8.3 验收

8.3.1 产品按出厂检验项目检验。检验结果按本文件的规定判定。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,重新检测的结果若仍有一项或一项以上指标未达到该产品品级规定,则判为不合格。

8.3.2 产品到达收货方车站或口岸之日起30 d内应完成验收。

8.3.3 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。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 疏水型气相二氧化硅包装符合GB/T 191规定。气相二氧化硅具有吸水性,宜用三层以上牛皮纸阀口袋包装或在不影响产品性能前提下协商使用其他包装材料,采用真空包装机自动包装。也可以采用大型密闭容器或者大型防水聚丙烯编织袋包装。

9.2 每袋净含量为(10±0.15)kg,或由相关方商定。

9.3 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。

9.4 产品堆码层数极限为20层。以托盘形式运输时,以8层~10层叠放为宜,并用拉伸膜或热缩膜作整体缠绕密封。

9.5 包装袋上应明显标识以下内容:

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

9.6 产品按非危险品或SDS要求贮存和运输,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。

附录 A (规范性) 甲醇值测定

A. 1 原理

将疏水型气相二氧化硅加入水中，使用甲醇滴定至水中无疏水型气相二氧化硅粉末漂浮。

A. 2 试剂

- A. 2. 1 水, 符合GB/T 6682中三级以上。
A. 2. 2 甲醇 纯度 $\geq 99.5\%$

注：除非另有说明，仅使用分析纯的试剂。

A 3 仪器

- A. 3. 1 酸式滴定管, 50 mL。
 - A. 3. 2 玻璃容器, 250 mL锥形瓶。
 - A. 3. 3 天平, 精确至0.01 g或更高精度。

A. 4 分析步骤

- A. 4. 1 在250 mL锥形瓶中称取0. 20 g样品，精确至0.1 mg，加入50 mL水。
A. 4. 2 使用装有甲醇的滴定管进行滴定，滴定过程需保证滴定管口在液面以下，边滴加边摇晃，直至样品完全溶解在溶液中。记录消耗的甲醇体积 $V_{\text{甲醇}}$ 。

A. 5 结果计算

甲醇值用于表征疏水型气相二氧化硅疏水度, 用 MN 表示, 按公式 (A.1) 计算:

$$MN = \frac{V_{\text{甲醇}}}{V_{\text{甲醇}} + 50} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A. 1})$$

式中：

MN——甲醇值, 数值以百分数表示;

$V_{\text{甲醇}}$ ——滴定消耗的甲醇体积, 单位为毫升 (mL)。

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1%。

A.6 精密度

- A. 6. 1 重复性: 同一实验室两次测定结果之差不大于1个甲醇值。
A. 6. 2 再现性: 不同实验室两次测定结果之差不大于1个甲醇值。

A.7 测试报告

测试报告包括下列内容：

- a) 试样的品种和编号;
 - b) 实验依据的标准编号;
 - 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)
残留硅羟基含量测定

B. 1 原理

分别测试疏水气相二氧化硅和制备疏水气相二氧化硅所用亲水型气相二氧化硅的硅羟基含量, 计算疏水气相二氧化硅硅羟基含量与亲水型气相二氧化硅硅羟基含量比值, 作为残留硅羟基含量。

B. 2 试剂

- B. 2. 1 甲苯, 色谱, 纯度≥99. 9%。
- B. 2. 2 格式试剂, 3. 0M甲基碘化镁 (CH_3MgI) 乙醚溶液。
- B. 2. 3 标准物质, 甲烷气体, 纯度≥99. 9%。
- B. 2. 4 高纯氮气, 纯度≥99. 999%。
- B. 2. 5 氢化钙, 分析纯。

B. 3 仪器

- B. 3. 1 气相色谱仪, 配有氢火焰离子化检测器 (FID) 的气相色谱仪, 整机的灵敏度和稳定性符合GB/T 9722的要求。
- B. 3. 2 顶空系统, 全自动平衡顶空分析装置, 系统应能保持样品瓶处于稳定温度 (约40 ℃±1 ℃), 并且能将样品瓶顶部代表性气体准确地导入配有毛细管柱的气相色谱仪中。
- B. 3. 3 柱温箱, 温度范围40 ℃~300 ℃, 控温精度±1 ℃。
- B. 3. 4 色谱柱, 玻璃或熔融石英制成, 采用分子筛涂覆的多孔层开放管柱或等达到等同分离效果的色谱柱。
- B. 3. 5 样品瓶, 顶空系统配套的玻璃样品瓶, 采用涂有聚四氟乙烯的橡胶隔垫和金属盖密封。推荐采用22 mL的玻璃样品瓶。
- B. 3. 6 天平, 精确至0. 1 mg。
- B. 3. 7 气体收集袋, 用于制备甲烷气体标准样品, 建议采用带一个阀门的适当的容量 (如500 mL或1 L) 的PTFE袋。气体收集袋使用前用(B. 2. 4)中高纯氮气清洗并排空。
- B. 3. 8 注射器, 适当规格的注射器 (例如: 1 mL、2. 5 mL、5 mL、10 mL、100 mL) 用于量取反应溶液、甲烷气体或反应产生的气体。所有与反应溶液接触的注射器部件均应由耐反应溶液且不会化学改变的材料 (例如玻璃、PP、PTFE、不锈钢) 制成。用于手动取样的气体注射器应设有锁定阀。

B. 4 分析步骤

B. 4. 1 样品处理

- B. 4. 1. 1 **样品干燥减量测试:** 按照GB/T 5211. 3测试样品的干燥减量。于(105±2) ℃烘箱中干燥称量瓶和瓶盖2 h, 取出放干燥器中冷却后, 准确称量称量瓶和瓶盖质量 m_1 , 准确至1 mg; 在称量瓶底部均匀铺放2 g左右样品, 盖上瓶盖, 准确称量质量 m_2 , 准确至1 mg; 将称量瓶和样品在(105±2) ℃烘箱中开盖干燥2 h; 盖上瓶盖, 放干燥器中冷却后, 准确称取质量 m_2 , 准确至1 mg。

- B. 4. 1. 2 **甲苯除水:** 实验前将氢化钙加入甲苯中除去其中的痕量水分, 待用。

- B. 4. 1. 3 **反应溶液配制:** 用甲苯(B. 2. 1)将格式试剂(B. 2. 2)稀释10倍。反应溶液应按体积比现用现配。可使用容量瓶或其他清洁玻璃容器 (如顶空瓶) 配制, 在最短的时间内用注射器完成所有样品瓶的注射。

- B. 4. 1. 4 **标准物质配制:** 采用甲烷气体(B. 2. 3)作为标准物质, 使用注射器(B. 3. 8)和气体收集袋

(B. 3.7) 以及适量的稀释气体 (2.4) 制备至少 5 种不同浓度的工作标准气体。将 10 mL 工作标准气体注入含有 2.0 mL 甲苯 (B. 2.1) 的密封样品瓶制备标准样品, 参考表 B. 1。

表 B. 1 标准样品制备

标准样品	纯的甲烷气体	稀释气体 mL	气体收集袋 mL	向标准样品瓶中注入工作标准气体体积 mL	标准样品瓶中甲烷的质量 mg
1	10	490	1000	10	0.131
2	25	475	1000	10	0.328
3	50	450	1000	10	0.656
4	150	350	1000	10	1.968
5	250	250	1000	10	3.280
6	500	0	1000	10	6.560

注: 常温状态 (25 °C, 1.01325×10⁵ Pa) 甲烷的密度按0.6560 g/L计。

B. 4.1.5 样品制备: 样品制备前, 应先将样品瓶和瓶盖在烘箱中于 (105±2) °C 干燥 2 h, 取出放干燥器中冷却待用。在样品瓶中首先加入约 100 mg 样品, 准确称取样品质量 m_0 , 准确至 1 mg。在烘箱中于 (105±2) °C 下干燥 2 h 后, 带上手套取出, 立即盖上样品瓶盖, 然后移至干燥器中冷却待用。

B. 4.2 空白试验

B. 4.2.1 在每批次样品测试前做空白试验。将 2.0 mL 反应溶液 (B. 4.1.3) 注射到密封的样品瓶中 (经 B. 4.1.5 同等处理的空样品瓶) 制备空白样品, 与待测样品同样处理和测试。溶剂中痕量的水和空气中的水蒸气将导致空白样品中产生一定量的甲烷气体。平行测定三份空白样品, 确认甲烷峰面积一致, 并记录峰面积的平均值 S_0 。当三次甲烷峰面积相差较大时 (RSD>5%), 应查找实验过程中出现的问题。继续添加空白试验。

B. 4.3 反应试验

准确地将 2.0 mL 反应溶液 (B. 4.1.3) 注入样品瓶中 (B. 4.1.5), 轻摇使样品粉末分散均匀。将制备好的样品瓶放在顶空系统的样品盘上, 等待进样分析。

B. 4.4 气相色谱分析

B. 4.4.1 顶空系统条件满足下列要求:

- 样品加热温度: 40 °C;
- 进样针 (定量环) 和传输线温度: 50 °C 和 60 °C;
- 进样量: 1.0 mL;
- 样品瓶平衡时间: 15 min。

B. 4.4.2 推荐气相色谱条件满足下列要求:

- 色谱柱: B. 3.4;
- 柱箱温度: 50 °C 保持 10 min;
- 检测器 (FID) 温度: 200 °C;
- 载气: B. 2.4;
- 载气流速: 1.6 mL/min;
- 分流比: 25: 1。

B. 4.4.3 定性分析

根据保留时间定性鉴别。比较相同实验条件下样品谱图中物质峰的保留时间与标准样品谱图中甲烷峰的保留时间, 差值应在±0.05 min 范围内。

根据公式 (B.5) 计算气相二氧化硅表面硅羟基含量。

$$\alpha_{OH} = \frac{m_{CH4}}{m} \times 1.0601 \times 100\% \quad (B.5)$$

式中：

α_{OH} ——硅羟基含量，质量分数，以百分数表示；

m_{CH4} ——样品反应产生的甲烷质量，单位为毫克 (mg)；

m ——干燥后样品的质量，单位为毫克 (mg)；

1.0601——羟基和甲烷摩尔质量的比值。

结果保留两位有效数字。

B.5 方法检测限

按空白实验标准偏差的3倍作为方法的检测下限（定性检测下限），空白实验标准偏差的10倍作为方法的定量检测下限。

定性检测下限0.06%，定量检测下限为0.20%。

B.6 残留硅羟基含量的计算

分别测试疏水气相二氧化硅硅羟基含量 ($\alpha_{OH-疏}$) 和制备疏水气相二氧化硅所用亲水型气相二氧化硅的硅羟基含量 ($\alpha_{OH-亲}$)，根据公式 (B.6) 计算残留硅羟基含量 ($\alpha_{OH-%}$)。

$$\alpha_{OH-%} = \frac{\alpha_{OH-疏}}{\alpha_{OH-亲}} \times 100\% \quad (B.6)$$

式中：

$\alpha_{OH-%}$ ——残留硅羟基含量，以百分数表示；

$\alpha_{OH-疏}$ ——疏水气相二氧化硅硅羟基含量，以百分数表示；

$\alpha_{OH-亲}$ ——制备疏水气相二氧化硅所用亲水型气相二氧化硅的硅羟基含量，以百分数表示；

计算两次测试结果的平均值，结果保留至1%。两次平行测试结果相对标准偏差 (RSD) 不大于5%。

B.7 测试报告

测试报告包括但不限于下列内容：

- a) 试样的品种和编号；
- b) 实验依据的标准编号；
- c) 试验结果；
- d) 本标准中未规定或可选的任何细节以及可能影响结果的任何因素；
- e) 试验日期；
- f) 测试者。