

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2765.5—2005
代替 HG/T 2765.5—1996

硅胶试验方法

Test method for silica gel

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准规定的试验方法为硅胶系列产品的试验方法。

本标准代替 HG/T 2765.5—1996《硅胶 试验方法》。

本标准与 HG/T 2765.5—1996 相比主要变化如下：

- 增加氯化钴含量试验方法(本版 16 章)。
- 粒度合格率取样由 50 g 改为 50 g~100 g(1996 年版 3.3, 本版 5.3)。
- 堆积密度测定操作按日本标准 JIS Z 0701—1977 方法进行修改(1996 年版 5 章, 本版 7 章)。
- 吸附量测定注明溶液加入量(1996 年版 6.1.3, 本版 8.1.3)。

HG/T 2765 分成如下若干独立部分：

HG/T 2765.1 A 型硅胶(细孔硅胶)

HG/T 2765.2 C 型硅胶(粗孔硅胶)

HG/T 2765.3 微球硅胶

HG/T 2765.4 蓝胶指示剂、变色硅胶和无钴变色硅胶

HG/T 2765.5 硅胶试验方法

HG/T 2765.6 B 型硅胶

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准起草单位：天津化工研究设计院、青岛海洋化工有限公司、青岛美高集团有限公司、山东招源硅胶有限公司。

本标准主要起草人：范国强、张崇岷、胡熙美、李永照、王骏、温亭功、夏桂芳、武莉莉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7823—1987；
- HG/T 2765.5—1996。

硅胶试验方法

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 HG/T 2765.1《A 型硅胶》、HG/T 2765.2《C 型硅胶》、HG/T 2765.3《微球硅胶》、HG/T 2765.4《蓝胶指示剂、变色硅胶和无钴变色硅胶》、HG/T 2765.6《B 型硅胶》所规定的要求的试验方法。

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 2922 化学试剂 色谱载体比表面积测定

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 安全提示

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

4 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—1992 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

5 粒度合格率的测定

5.1 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。

5.2 仪器设备

试验筛:符合 GB/T 6003.1—1997 中规定的 R40/3 系列试验筛。

5.2.1 金属丝编织网试验筛:配有密封盖和接料盘。用于块状硅胶及微球硅胶的测定。

5.2.2 金属穿孔板试验筛:配有密封盖和接料盘。用于球形硅胶的测定。

5.3 分析步骤

将筛孔尺寸分别等于供需双方协议粒度(建议粒度。球状硅胶:1 mm~3 mm;2 mm~5 mm;4 mm~8 mm。块状硅胶: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。

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。不得敲打,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。

5.4 结果计算

粒度合格率以质量分数 w_1 计,数值以%表示,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%。

6 磨耗率的测定

6.1 球磨法

6.1.1 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。

6.1.2 仪器设备

6.1.2.1 金属丝编织网试验筛:GB/T 6003.1—1997 规定的 R40/3 系列试验筛,网孔基本尺寸为 1 mm,配有密封盖及接料盘。

6.1.2.2 球磨机:装置如图 1。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。

单位为毫米

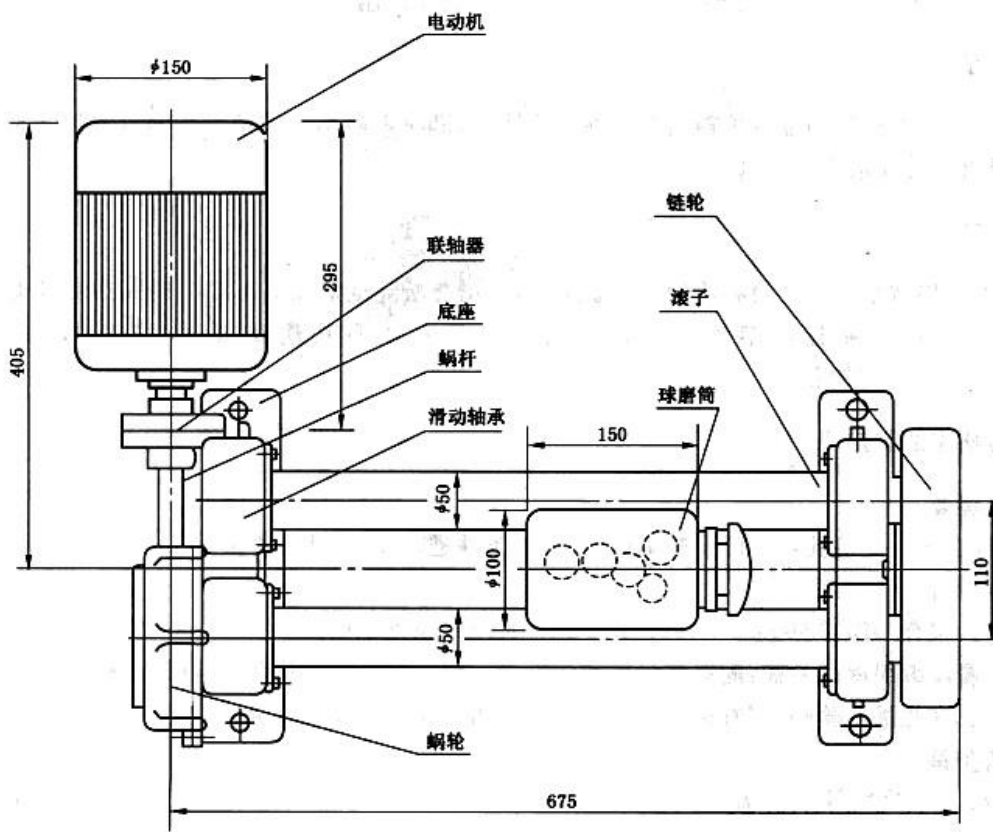


图 1 球磨装置

6.1.3 分析步骤

将试样在 $(150\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 下烘至恒重。使用试验筛(6.1.2.1),按5.3规定的方法筛分。量取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(6.1.2.1)中,按5.3规定的方法筛分。称量接料盘中的试样量,精确至0.01 g。

6.1.4 分析结果的表述

磨损率 w_2 数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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%。

6.2 导向喷泉床法

6.2.1 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,然后筛分并测量体积。

6.2.2 仪器设备

6.2.2.1 导向喷泉床装置:如图2。

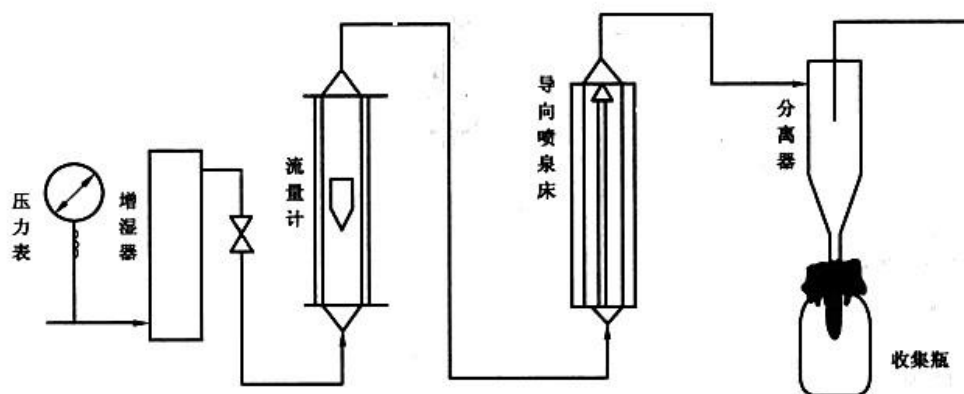


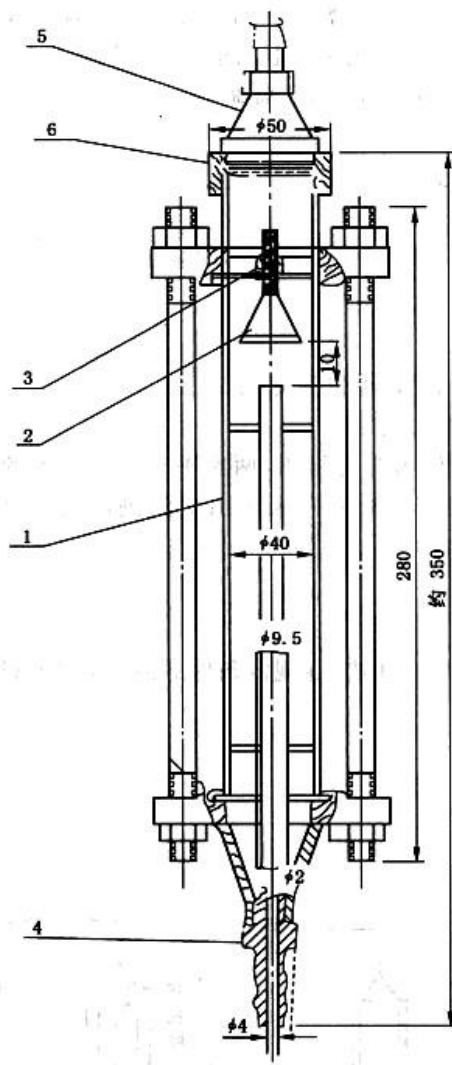
图2 导向喷泉床装置

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

6.2.2.3 流量计:量程0 L/min~30 L/min。

6.2.2.4 导向喷泉床,结构及尺寸如图3。其中导向喷泉管1为玻璃制,其余零件为不锈钢制。

单位为毫米



- 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3 导向喷泉床

6.2.2.5 分离器及收集瓶。

6.2.2.6 玻璃量器，分度值 $0.1\ \text{mL}$ 。

6.2.2.7 金属丝编织网试验筛：GB/T 6003—1997 规定的 R40/3 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。

6.2.3 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 $125\ \mu\text{m} \sim 425\ \mu\text{m}$ 规格的产品），按 5.3 规定的方法进行筛分。将约 $10\ \text{mL}$ 筛余物置于 $50\ \text{mL}$ 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(6.2.2.6)内,量取 (10 ± 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 ± 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。

6.2.4 分析结果的表述

磨耗率以体积分数 ρ_3 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$\rho_3 = \frac{V - V_1}{V} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

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%。

7 堆积密度的测定

7.1 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操作后读出试料体积进行计算。

7.2 仪器设备

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

7.3 分析步骤

取约 80 mL 试样,称量试样的质量。精确至 0.5 g。倒入量筒(7.2)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。

7.4 结果计算

堆积密度 ρ_4 ,数值以 g/L 表示,按式(4)计算:

$$\rho_4 = \frac{m}{V} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——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。

8 吸附量的测定

8.1 静态吸附法(仲裁法)

8.1.1 方法提要

将一定量的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。

8.1.2 试剂

8.1.2.1 硫酸:分析纯。

8.1.2.2 按表 1 配制不同浓度的硫酸水溶液,以制备不同相对湿度的空气。

表 1 不同浓度的硫酸水溶液

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

8.1.3 分析步骤

将试料粉碎,用 850 μm 试验筛(5.2.1)过筛,均匀混合,在 170 $^{\circ}\text{C}$ ~190 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中加热 2 h。取约 0.3 g~0.5 g 迅速地置于称量瓶中,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。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。分别置于密闭容器中,使密闭容器内保持 RH20%、RH50%、RH90% 的相对湿度(或根据标准要求的其他相对湿度)。将称好的试料放入密闭容器在(25 $\pm$ 2.5) $^{\circ}\text{C}$ 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。

8.1.4 结果计算

吸附量 w_5 , 数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

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%。

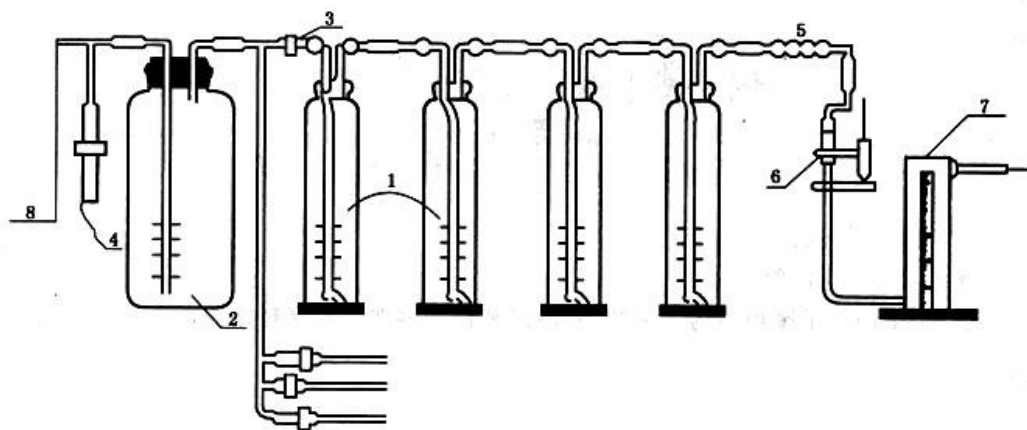
8.2 动态吸附法

8.2.1 方法提要

使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。

8.2.2 仪器设备

动态吸附装置:如图 4 所示。其中动态吸附管为玻璃制,形状、尺寸如图 5。测定装置环境温度保持在(25 $\pm$ 2.5) $^{\circ}\text{C}$ 。



1——孟氏气体洗瓶;

2——2 500 mL 玻璃瓶;

3,4——螺旋夹;

5——干燥管,内装玻璃棉;

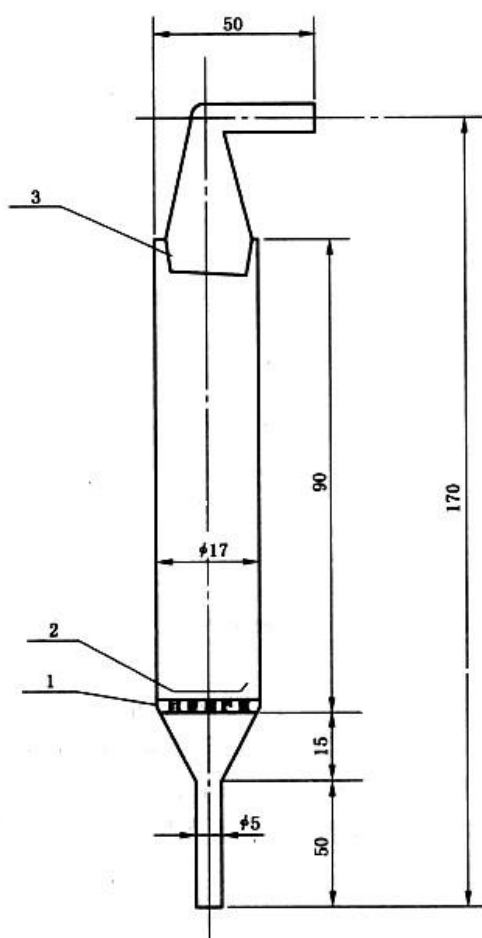
6——动态吸附管;

7——气体流量计;

8——接空气压缩机。

图 4 动态吸附装置

单位为毫米



- 1——筛板；
2——玻璃纤维；
3——磨口。

图5 动态吸附管

8.2.3 试剂

同 8.1.2。

8.2.4 分析步骤

在四个孟氏气体洗瓶 1 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 而定。加入溶液的高度约 6 cm~8 cm。硫酸水溶液的用量为每一试样 100 mL 以上。按图 4 连接好仪器。

称取预先按 10.2 烘至恒重的试样 1.0 g~1.5 g，称准至 0.2 mg，放入动态吸附管 6 内。盖紧装水玻璃瓶 2 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)℃ 和常压下吸附 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。

8.2.5 结果计算

吸附量 w_6 ，数值以 % 表示，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,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%。

9 孔容的测定

9.1 方法提要

取一定粒度的试样,滴入蒸馏水。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。

9.2 仪器设备

金属丝编织网试验筛:GB/T 6003—1997规定的R40/3系列试验筛,筛孔尺寸为250 μm 和850 μm 的筛子以及密封盖、接料盘各一只。

9.3 分析步骤

9.3.1 试样制备

对于粗孔微球形硅胶,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(9.2)选取250 μm ~850 μm 的颗粒供测定用。

9.3.2 测定

称取于 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 烘至恒重的试样(9.3.1)约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滴定管一次加入约7 mL蒸馏水,盖好瓶塞,放置15 min。然后摇动锥形瓶至试样呈松散状。再打开瓶塞,逐滴加水,并于每次加水后摇动锥形瓶。如经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黏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。记录所消耗的蒸馏水的体积。

9.4 分析结果的表述

孔容 w_7 ,数值以mL/g表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{V}{m} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V ——消耗蒸馏水的体积的数值,单位为毫升(mL);

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0.02 mL/g。

10 加热减量的测定

10.1 方法提要

于规定温度下将试样烘至恒重。

10.2 分析步骤

使用预先已于规定温度下烘至恒重的扁形称量瓶称取2 g~3 g试样,精确至0.000 2 g,置于温度控制在 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ [对于蓝胶指示剂和变色硅胶为 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$,对细孔硅胶为 170°C ~ 190°C]的电烘箱内烘至恒重。

10.3 结果计算

加热减量 w_8 ,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

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%。

11 球形颗粒合格率的测定

11.1 分析步骤

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

11.2 结果计算

球形颗粒合格率 w_9 , 数值以%表示,按式(9)计算:

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

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%。

12 二氧化硅含量的测定

12.1 方法提要

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

12.2 试剂

12.2.1 氢氟酸。

12.2.2 硫酸。

12.3 仪器设备

铂坩埚:50 mL

12.4 分析步骤

称取粉碎至125 μm以下的约2 g试样,置于称量瓶中并在170℃~190℃电烘箱内烘2 h。取出后在干燥器内冷却至室温。称取1.0 g~1.1 g冷却后的试料,精确至0.2 mg放入铂坩埚内,用蒸馏水将试料润湿,加数滴硫酸及20 mL氢氟酸,将铂坩埚置于砂浴上加热蒸干,再于(1 000±50)℃下灼烧至恒重。

12.5 结果计算

二氧化硅含量以质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按式(10)计算:

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

式中:

m_1 ——冷却后残渣质量的数值,单位为克(g);

m ——试料于170℃~190℃烘干后的质量的数值,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0.5%。

13 pH值的测定

13.1 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。

13.2 仪器设备

酸度计:分度值为0.1。

13.3 分析步骤

称取 (10.0 ± 0.1) g 试样,放入300 mL烧杯中。加入200 mL蒸馏水,盖上表面皿,在 $(80 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ 下加热30 min,冷却至室温,取上清液用酸度计测定溶液的pH值。

14 比电阻的测定

14.1 仪器设备

电导仪。

14.2 分析步骤

称取 (10.0 ± 0.1) g 试样,放入300 mL烧杯中。加入200 mL蒸馏水(比电阻大于 $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$),盖上表面皿,在 $(80 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ 下加热30 min,冷却至室温,取上清液在25 $^{\circ}\text{C}$ 条件下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 $300 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

15 比表面积的测定

样品在150 $^{\circ}\text{C}$ 下脱附2 h,按GB/T 2922进行测定。

16 氯化钴含量的测定

16.1 试剂和溶液

16.1.1 硫酸。

16.1.2 氢氟酸。

16.1.3 硝酸溶液:1 mol/L。

16.1.4 硝酸镧溶液:0.18 mol/L。

16.1.5 钴标准溶液:每毫升含钴(Co)0.01 mg。按HG/T 3696.2配制后,用移液管移取1 mL,置于100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

16.2 仪器设备

原子吸收分光光度计:配钴空心阴极灯;波长:240.7 nm;火焰:乙炔-空气。

16.3 分析步骤

16.3.1 试验溶液的制备

称取约1 g干燥试样,精确到0.000 1 g。放入铂坩埚内。用适量水润湿试样,加入数滴硫酸和约20 mL氢氟酸,在砂浴上蒸干。以上操作重复2次。加入10 mL硝酸,将溶液全部转移到100 mL容量瓶中。加10 mL硝酸镧溶液。用水稀释到刻度。

16.3.2 测定

用移液管分别移取10 mL试验溶液,置于四个100 mL容量瓶中,第(1)份不加标准溶液,第(2)、第(3)、第(4)份分别加入成比例的标准溶液,均用水稀释至100 mL。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。

16.4 结果计算

氯化钴(CoCl_2)的质量分数 w_{11} ,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_{11} = \frac{c \times 10^{-3} M_2 / M_1}{m \times 10 / 100} \times 100 = \frac{c M_2}{m M_1} \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

c ——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[$M(\text{Co})=58.93$];

M_2 ——氯化钴(CoCl_2)的相对分子质量[$M(\text{CoCl}_2)=129.9$]。

本方法的检出限用于判定有钴硅胶和无钴硅胶。

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%。

17 显色变化的鉴定

17.1 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。

17.2 测定步骤

将按照第8章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HG/T 2765.4附录A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。
