

T/ FSI 131—2023

ICS 83.040.20

CCS G 59

团 体 标 准

T/ FSI 131—2023

气相二氧化硅羟基含量测定方法—TGA 法

Determination of silanol content of fumed silica—

Thermogravimetry method

2023-12-30 发布

2024-01-30 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发布

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这些专利的责任。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本文件起草单位：广州汇富研究院有限公司、四川大学、合盛硅业（嘉兴）有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）。

本文件主要起草人：李政法、张瞳、傅强、罗伟琪、陈敏剑、罗晓霞、修昊、浩瀚、白云。

本文件版权归中国氟硅有机材料工业协会。

本文件由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释。

本文件为首次制定。

气相二氧化硅羟基含量测定方法

1 范围

本文件规定了气相二氧化硅（俗称气相法白炭黑）硅羟基测试的试验方法，包括原理、仪器、步骤的相关规定。

本文件适用于热重分析法测试未改性的气相二氧化硅的总羟基含量。

本文件不适合在测试温度下有挥发性物质的二氧化硅。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

ISO 18473-3 特殊用途的功能颜料和填充剂 第3部分：硅橡胶用气相二氧化硅（Functional pigments and extenders for special application — Part 3: Fumed silica for silicone rubber application）

3 术语和定义

3.1 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

气相二氧化硅 Fumed silica

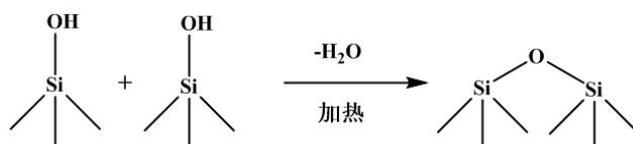
由卤硅烷在高温火焰中水解而生成的非晶质二氧化硅，表面和内部含有硅羟基。

[来源：ISO 18473-3:2018,3.1]

4 试验方法

4.1 原理

本文件测试原理基于气相二氧化硅含有的硅羟基（Si-OH）可以在升温过程中发生脱羟基化反应产生水蒸汽，两分子硅羟基缩合产生一分子水，根据在测试温度下的失重曲线可定量出水蒸汽含量，从而计算出Si-OH的含量。



4.2 试验条件

实验室标准试验条件为：温度（25±2℃）。

4.3 仪器

4.3.1 分析天平：精确至0.1 mg

4.3.2 粉末压片机：压力范围0 MPa~40 MPa

4.3.3 热重分析仪：测试温度为室温至800℃以上。

4.4 样品准备

称取适量的样品，放入粉末压片机，在10 MPa~20 MPa压力下压制约30 s制成薄片，用镊子夹起无落粉薄片待测，以避免热重分析测试时通有气流吹落粉末状SiO₂样品，造成测试结果不准确。

4.5 分析步骤

热重分析仪开机并去皮，称取大于10 mg（根据仪器所配坩埚，尽量多称取样品）的气相二氧化硅样品（4.3），加入坩埚并放入热重分析仪中，参照下列条件设置气氛氛围、升温程序，然后开始测量。用同样的操作和测试条件进行空白测定，计算结果的时候予以扣除。

4.5.1 气氛氛围

干燥氮气；平衡流量40 mL/min。

4.5.2 升温程序

从标准试验温度以10℃/min升温至105℃，恒温10 min，去除物理吸附水。继续以20℃/min，从105℃升温至800℃，进行硅羟基测试。

5 结果计算与表示

气相二氧化硅中硅羟基含量通过式（1）和式（2）计算，

$$\alpha_{OH} = \frac{(\alpha_{OH})_{T_2} \times 10^{18} \times SSA \times wt_{T_2} + \left[\frac{(wt_{T_1} - wt_{T_2})}{MW_{H_2O}} \times 2 \right]}{10^{18} \times SSA \times wt_{T_1}} \dots\dots\dots (1)$$

$$wt\%(OH) = \alpha_{OH} \times \frac{MW_{OH}}{N_A} \times 10^{18} \times SSA \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中，

α_{OH} 为样品的硅羟基数量，无量纲；

$(\alpha_{OH})_{T_2}$ 分为总的和 T₂时的硅羟基个数^[1,2]，单位为个每平方纳米（个/nm²）， $(\alpha_{OH})_{T_2} = 1$ 个/nm²；

SSA 为比表面积，单位为平方米每克（m²/g）；

wt_{T₁}、wt_{T₂} 分别为扣除空白后 T₁和 T₂时的质量，单位为克（g），其中 T₁=105℃，T₂=800℃；

MW_{H_2O} 为水的相对分子质量, $MW_{H_2O}=18.015 \text{ g/mol}$;

N_A 为阿伏伽德罗常数, $6.023 \times 10^{23}/\text{mol}$;

MW_{OH} 为羟基的相对分子质量, 17.008 g/mol ;

$wt\%(OH)$ 为 Si-OH 含量, 单位为质量百分比 (%)。

计算两次测定结果的平均值, 报告结果按 GB/T 8170 规定修约到小数点后两位。两次平行测试结果的相对偏差 (RSD) 不大于 15%。

6 方法检测限

本文件的羟基含量检出限 (MDL) 为 0.03 mg; 羟基含量定量检测限 (LQD) 为 0.10 mg。若测试结果接近上述限值, 则需要增加样品质量, 以获得准确的结果。

7 测试报告

测试报告应至少包括下列内容:

- (1) 实验方法, 应注明是参照本文件;
- (2) 所检测产品的特征;
- (3) 检测结果;
- (4) 实验日期;
- (5) 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。

附录 A

(资料性)

气相二氧化硅的典型热失重曲线

A.1 气相二氧化硅的典型热失重曲线

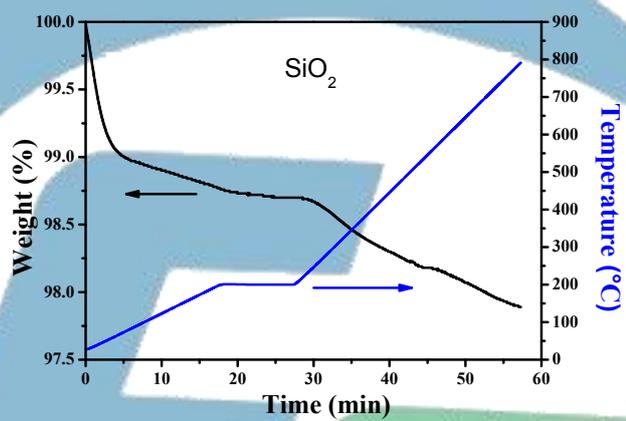


图 A.1 气相二氧化硅的典型热失重曲线

参考文献

- [1] Curthoys G, Davydov V Y, Kiselev A V, Kiselev, S. A.; Kuznetsov, B. V. Hydrogen bonding in adsorption on silica[J]. Journal of Colloid and Interface Science, 1974, 48(1): 58-72.
- [2] Mueller R, Kammler H K, Wegner K, Pratsinis. S E. OH surface density of SiO₂ and TiO₂ by thermogravimetric analysis[J]. Langmuir, 2003, 19(1): 160-165.



中国氟硅有机材料工业协会

团体标准

气相二氧化硅羟基含量测定方法-TGA 法

T/FSI 131—2023

中国氟硅有机材料工业协会

北京朝阳区北三环东路 19 号蓝星大厦 6 层

(100029)

网址: <http://www.sif.org.cn> 联系电话: (010) 64443598

邮箱: cafsi@sif.org.cn

开本: 880×1230 1/12 印张 0.5 字数: 1.9 千字

2023 年 12 月第一版 2023 年 12 月第一次印刷

氟硅协会内部发行, 供会员使用

如有印装差错 由氟硅协会调换

版权所有 侵权必究

举报电话: (010) 64443598