

CCEIA

中国纤维素行业团体标准

T/CCEIA×××××—20XX

蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素

Hydroxypropyl methylcellulose for honeycomb ceramics

（征求意见稿）

20 — — 发布

20 — — 实施

中国纤维素行业协会 发布

前 言

本标准按照 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。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准由中国纤维素行业协会提出并归口。

本标准起草单位：北方天普纤维素有限公司。

本标准参加单位：

本文件主要起草人：

蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素

1 范围

本文件规定了蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素的标记、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本文件适用于以纤维素为原料，经过化学反应制得的蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素。

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 25994—2010 蜂窝陶瓷
GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及其制品的制备
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
GB/T 625 化学试剂 硫酸
GB/T 8077 混凝土外加剂匀质性试验方法
GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
GB/T 6679 固体化工产品采样通则
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 蜂窝陶瓷 honeycomb ceramics

具有蜂窝形状的贯穿平行通道结构的多孔工业陶瓷制品。

注：蜂窝陶瓷由格子状的薄间壁分割成许多蜂窝体单元，具有低热膨胀性、比表面积大、隔热性较好、重量较轻等特点，广泛用于催化剂载体、热交换、化学反应载体等用途。

[来源：GB/T 25994-2010, 3.1, 有修改]

3.2 蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素 hydroxypropyl methylcellulose for honeycomb ceramics

以天然纤维素为原料，经碱化和醚化反应制得的，专门用于蜂窝陶瓷生产加工过程中的非离子型纤维素混合醚。

注：该产品在蜂窝陶瓷加工过程中主要起粘结、保水、流变调节和烧结辅助等作用，可增强陶瓷坯体强度、延缓干燥过程中水分蒸发、调整坯体黏度，并在高温烧结时完全分解。

3.3 凝胶温度 gelation temperature

在特定条件下，羟丙基甲基纤维素水溶液在加热过程中，溶液开始出现明显乳白色浑浊（即发生凝胶化转变）时的温度。

注：凝胶温度与 HPMC 的甲氧基和羟丙氧基含量密切相关，是表征 HPMC 产品类型的重要工艺参数。

3.4 粘度标示值 nominal viscosity value

生产企业依据本标准规定（20℃，2%水溶液），标注在产品包装或说明书上的粘度数值，单位为毫帕秒（mPa·s）。

3.5 透光率 luminous transmittance

在特定波长（590 nm）下，羟丙基甲基纤维素水溶液（2%）的透光程度，用以表征产品溶解后的澄清度，以百分数（%）表示。

3.6 甲氧基含量 methoxyl content

羟丙基甲基纤维素分子链上甲氧基（—OCH₃）的质量分数，以百分数（%）表示。

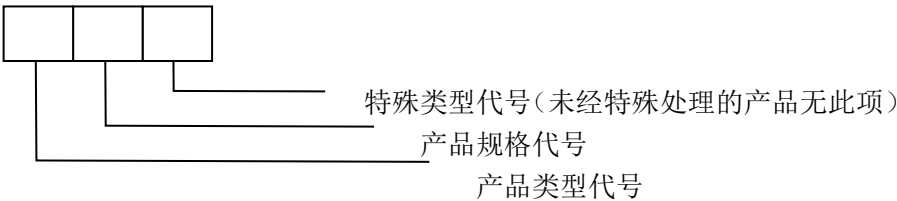
3.7 羟丙氧基含量 hydroxypropoxyl content

羟丙基甲基纤维素分子链上羟丙氧基（—OCH₂CHOHCH₃）的质量分数，以百分数（%）表示。

4 标记

4.1 产品标记

蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素的产品标记由产品名称代号、产品类型代号、产品规格代号和特殊类型代号组成。具体表示如下：



4.2 产品类型代号

甲氧基含量为 28.0%~30.0%，羟丙氧基含量为 7.5%~12.0%，代号为 E；

甲氧基含量为 27.0%~30.0%，羟丙氧基含量为 4.0%~7.5%，代号为 F；

甲氧基含量为 16.5%~20.0%，羟丙氧基含量为 23.0%~32.0%，代号为 J；

甲氧基含量为 19.0%~24.0%，羟丙氧基含量为 4.0%~12.0%，代号为 K。

4.3 产品规格代号

产品规格代号以蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素粘度标示值表示，如粘度标示值为 100mPa·s，则产品规格代号为 100。

4.4 特殊类型代号

国内销售冷水分散型产品代号为 S，出口的冷水分散型产品代号为 R。

4.5 标记示例

示例 1：E4000 表示 E 型蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素，粘度标示值为 4000mPa·s，用 NDJ 型粘度计测定。

示例 2：F15M 表示 F 型蜂窝陶瓷用羟丙基甲基纤维素，粘度标示值为 15000mPa·s，用 BROOKFIELD RVT 型粘度计测定。

5 技术要求

5.1 外观

白色或微黄色纤维状粉末或颗粒。

5.2 理化指标

理化指标应符合表 1 的规定。用户对产品有特殊要求时，可由供需双方协商确定。

表 1 理化指标

项 目	指 标			
	E	F	J	K
甲氧基含量，%	28.0~30.0	27.0~30.0	16.5~20.0	19.0~24.0
羟丙氧基含量，%	7.5~12.0	4.0~7.5	23.0~32.0	4.0~12.0
凝胶温度，℃	58~64	62~68	60~70	70~90
水分，%	≤5.0			
灰分（以硫酸盐计），%	≤1.5			
筛余物（150 μm 标准筛），%	≤5.0			
pH 值（25℃，1%水溶液）	5.0~8.0			
粘度（20℃，2%水溶液）， mPa·s	标示值的±20%			
透光率（2%水溶液），%	≥80			≥75

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件除另有规定，所有试剂的纯度应为分析纯，试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其它要求时，按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

6.2 外观

在自然光线下目视观察其色泽和状态。

6.3 甲氧基和羟丙氧基含量

6.3.1 原理

在己二酸催化作用下氢碘酸与羟丙基甲基纤维素反应,使甲氧基和羟丙氧基转化为碘甲烷和碘代异丙烷,以甲苯为内标物采用内标法测定碘甲烷和碘代异丙烷含量,从而计算出试样中待测甲氧基和羟丙氧基的含量。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 氢碘酸(浓度 $\geq 57\%$)。

6.3.2.2 己二酸。

6.3.2.3 邻二甲苯。

6.3.2.4 甲苯(色谱纯)。

6.3.2.5 碘代甲烷。

6.3.2.6 碘代异丙烷。

6.3.3 仪器、设备

6.3.3.1 气相色谱仪 配有热导池检测器或火焰离子化检测器。

6.3.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

6.3.3.3 5%苯基(95%)甲基聚硅氧烷未固定液的毛细管色谱柱或等效色谱柱。

6.3.3.4 微量注射器 5 μ L、10 μ L、50 μ L。

6.3.3.5 容量瓶 500mL。

6.3.3.6 移液管 5mL、2mL。

6.3.3.7 顶空瓶 10mL。

6.3.3.8 电热恒温干燥箱:温度能控制在105 $^{\circ}$ C,精度 $\pm 2^{\circ}$ C。

6.3.3.9 分析天平 精度0.1mg。

6.3.4 试液制备

6.3.4.1 内标溶液

准确称取2.5g甲苯(精确至0.0001g),加入到100mL的容量瓶中,用邻二甲苯稀释至刻度,混匀。

6.3.4.2 标样溶液

向10mL的顶空瓶中加入60mg~70mg己二酸,用移液管准确滴入2.0mL内标溶液和2.0mL氢碘酸于顶空瓶内,盖严后准确称量顶空瓶的质量。然后用微量注射器向瓶中注入45 μ L碘甲烷,准确称量顶空瓶的质量。再用微量注射器向瓶中注入15 μ L的碘代异丙烷,准确称量顶空瓶的质量。摇混均匀,暗处放置30min~45min后备用。上述物质的称量均应精确至0.0001g。

6.3.4.3 样品溶液

称取预先在105 $^{\circ}$ C下干燥2h的样品65mg于顶空瓶中,加入60mg~70mg己二酸,用移液管吸取2.0mL内标液和2.0mL氢碘酸,滴入到顶空瓶中,盖严后准确称重。上述物质的称量均应精确至0.0001g。

振荡顶空瓶30s,将顶空瓶置于温摩已调节为150 $^{\circ}$ C的干燥箱中反应20min,取出顶空瓶振荡30s,再放入干燥箱中继续反应40min。冷却至室温,称重,要求失重不大于10mg,

否则需重新制备样品溶液。

6.3.5 试验程序

本标准推荐的色谱柱、操作条件及典型色谱图参见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件也可使用。

待仪器稳定后，取标准溶液的上层液体 1μL~5μL 注入气相色谱仪中，并重复做 5 次，记录色谱图。碘甲烷、碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比的相对标准偏差（RSD）不得大于 5%。

取样品溶液的上层液体 1μL~5μL 注入气相色谱仪中，重复做 2~3 次，记录色谱图，按内标法计算甲氧基、羟丙氧基的含量。

6.3.6 结果计算

甲氧基含量 ω_1 ，数值以 % 表示，按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{31}{142} \times \frac{Q_1}{A_1} \times A_2 \times \frac{m_1}{m_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

31 —— 甲氧基摩尔质量；

142 —— 碘甲烷摩尔质量；

Q_1 —— 标准溶液中碘甲烷与甲苯的质量之比；

A_1 —— 标准溶液中碘甲烷与甲苯的峰面积之比；

A_2 —— 样品溶液中碘甲烷与甲苯的峰面积之比；

m_1 —— 内标液中甲苯的质量，单位为克（g）；

m_2 —— 样品溶液中试样质量，单位为克（g）。

羟丙氧基含量 ω_2 ，数值以 % 表示，按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{75}{170} \times \frac{Q_2}{A_3} \times A_4 \times \frac{m_3}{m_4} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

75 —— 羟丙氧基摩尔质量；

170 —— 碘代异丙烷摩尔质量；

Q_2 —— 标准溶液中碘代异丙烷与甲苯的质量之比；

A_3 —— 标准溶液中碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比；

A_4 —— 样品溶液中碘代异丙烷与甲苯的峰面积之比；

m_3 —— 内标液中甲苯的质量，单位为克（g）；

m_4 —— 样品溶液中试样质量，单位为克（g）。

6.3.7 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

6.4 凝胶温度

6.4.1 仪器、设备

6.4.1.1 温度计 量程为 0℃~100℃，精度为 0.1℃。

6.4.1.2 容量瓶 250mL。

6.4.1.3 比色管 100mL。

6.4.1.4 烧杯 容积 1000mL，直径为 110mm，高为 200mm。

- 6.4.1.5 可调电炉 0W~1000W。
- 6.4.1.6 烘箱 控温精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.4.1.7 电子天平：量程 500g，精度 0.1g。
- 6.4.1.8 电子天平：量程 200g，精度 0.0001g。

6.4.2 分析步骤

6.4.2.1 试样的制备

称取约 1g 试样，精确至 0.2g，置于称量瓶中，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 1h 后，置于干燥器中冷却至室温备用。

6.4.2.2 试验程序

称取前述制备的干燥试样 0.5g，准确至 0.0002g，置于 150mL 烧杯中，加 95°C 左右的蒸馏水 100mL，搅拌试液冷至室温后，再在冰浴上搅拌成均匀系，放入 $0^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 冰箱中，使试样完全溶解。然后将试液转入 250 ml 容量瓶中，洗涤烧杯数次，并入容量瓶中，最后用蒸馏水稀释至刻度，摇匀备用。

取制备的试样溶液 50ml 于 100ml 的比色管中，插入一支 $0^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ 温度计(水银球应在溶液中部)，然后将比色管放入加有适量蒸馏水的 1000ml 烧杯中(比色管底应距烧杯底 10mm~15mm，并与周壁等距)。将烧杯置于可调电炉上缓慢升温并轻轻搅拌试样溶液。当温度上升至 40°C 时，控制升温速度为每分钟上升 $0.5^{\circ}\text{C} \sim 1^{\circ}\text{C}$ ，仔细观察溶液变化(为便于观察，在测定比色管背面放一块黑色底板)。当溶液开始出现乳白色时，记下该温度即为此溶液的凝胶温度。

6.5 水分

按 GB/T 6284 的规定进行。

6.6 灰分(以硫酸盐计)的测定

6.6.1 原理

试样经分解、炭化，并在高温炉中灼烧后，以残留物计算出灰分。

6.6.2 仪器、设备

- 6.6.2.1 瓷坩埚 50ml。
- 6.6.2.2 高温炉 工作温度为 $600 \sim 700^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.6.2.3 烘箱 控温精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.3 试剂

硫酸 GB/T 625 分析纯浓硫酸。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 试样的制备

称取约 5g 试样，精确至 0.2g，置于称量瓶中。在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2h 后，置于干燥器中冷却至室温，备用。

6.6.4.2 试验程序

称取 5.6.4.1 制备的干燥试样约 1.5g,精确至 0.0002g,置于已灼烧恒重的瓷坩埚中,用 2ml 硫酸湿润 试样,在电炉上缓缓加热,直至试样完全炭化不冒白烟。将瓷坩埚移入 600-700℃的高温炉中,灼烧至 无黑色斑点,取出,冷却 5 min 后,置于干燥器中,冷却至室温,称量。

6.6.5 分析结果的表述

试样中灰分（以硫酸盐计）的质量分数按下式计算：

$$W_2 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- W₂——试样中灰分的质量分数（%）；
- m₄——坩埚和残渣的质量，单位为克（g）；
- m₃——坩埚质量，单位为克（g）；
- m——试样质量，单位为克（g）。

每份试样平行测定两个结果，取其算术平均值，试验结果表示至两位小数。当灰分小于或等于 0.5%时，平行结果的差值不大于 0.05%；当灰分大于 0.5%时，平行结果的差值不大于 0.1%。

6.7 筛余物的测定

按照 GB/T 8077 第 8 章规定的方法进行，筛孔孔径为 150 μ m。

6.8 pH 值的测定

6.8.1 水溶液的制备

称取约 4g 试样，精确至 0.2g，在 105℃±2℃烘箱中干燥 2h 后，置于干燥器中冷却至室温，备用。

称取干燥试样 2.0g~2.2 g（精确至 0.0001g）加入 250mL 烧杯中，加入 90~100℃热水 100~150mL，充分搅拌使其分散，再补水至试样的质量分数为 2%，将烧杯置于冰水浴中，搅拌均匀备用。

6.8.2 pH 值的测定

将上述配制的溶液按 GB/T 9724 的规定进行测定。

6.9 粘度的测定

6.9.1 原理

利用旋转粘度计测定试样质量分数为 2%的溶液的粘度。

6.9.2 仪器、设备

- 6.9.2.1 旋转粘度计。
- 6.9.2.2 恒温水浴 控温精度±0.1℃。
- 6.9.2.3 烘箱 温度能控制在 105℃，控温精度±2℃。

6.9.3 分析步骤

6.9.3.1 水溶液的制备

称取约 8g 试样，精确至 0.2g，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2h 后，置于干燥器中冷却至室温，备用。

称取干燥试样 4.0g~4.2 g（精确至 0.0001g）加入 250mL 烧杯中，加入 $90 \sim 100^{\circ}\text{C}$ 热水 100~150mL，充分搅拌使其分散，再补水至试样的质量分数为 2%，将烧杯置于冰水浴中，搅拌均匀备用。

6.9.3.2 粘度的测定

将上述配制的溶液消除气泡后在恒温水浴中恒温至 $20^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ ，用旋转粘度计测定，反复 2 次。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.9.4 允许差

两次平行测定结果的相对差值不大于 5%。

6.10 透光率测定

6.10.1 仪器和设备

分光光度计：带有 3cm 光程的比色皿。

6.10.2 分析步骤

开机预热至稳定，调波长 590nm，将水装入 3cm 比色皿中做空白测试，数值为 100%，反复 2 次。取 2% 水溶液（5.9.3.1）倒入 3cm 比色皿中，除去气泡，测定透光率，反复 2 次。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.10.3 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 1%。

7 检验规则

7.1 出厂检验

本标准的表 1 全部项目均为出厂检验项目。

7.2 采样

产品采样按 GB/T 6679 的规定进行。

7.3 判定规则

本标准中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

出厂检验项目全部符合本标准要求时，判定该批产品合格。每批检验合格出厂的产品应附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、产品净含量、本标准编号。

7.4 复验规则

如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自二倍量的包装袋中抽取样品进行检验，重新检验结果中，即使有一项指标不符合本标准要求时，则判该批产品不合格。

8 包装、标识、贮存、运输

8.1 包装

产品采用带有塑料内衬的包装袋（桶）包装。

8.2 标识

产品外包装应注明下列内容：企业名称、地址、产品名称、商标、产品批号、生产日期、产品型号、每袋（桶）产品的净重、产品执行标准号、贮存与运输注意事项。

8.3 贮存

贮存时应注意防潮，避免日晒、雨淋，严防与酸、碱接触。

8.4 运输

装运时应轻装轻放，防止损坏包装，在运输过程中要加盖篷布，避免日晒雨淋，避免包装袋污染、破损。

附录 A

(资料性)

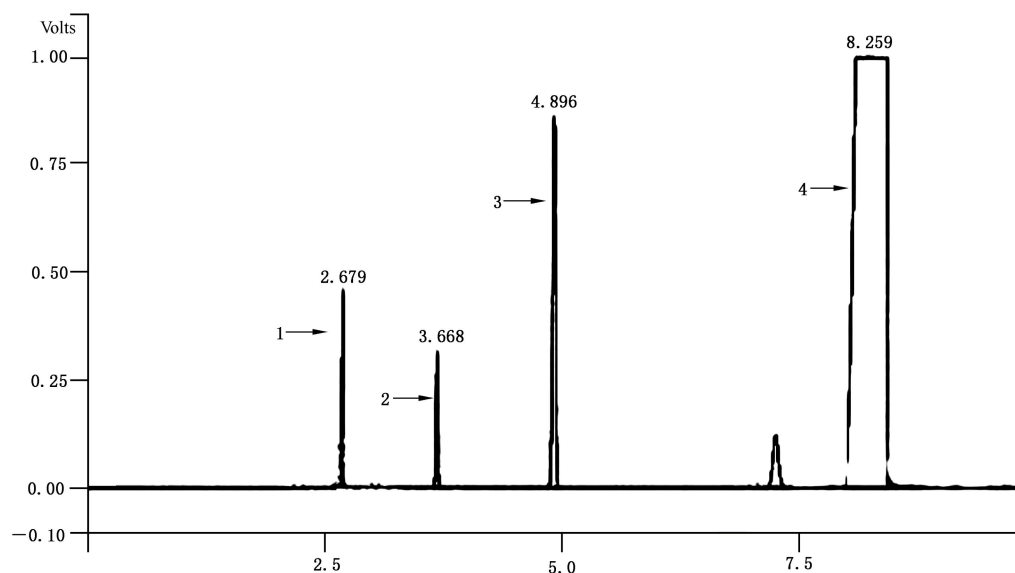
甲氧基、羟丙氧基含量测定的色谱柱操作条件及样品典型色谱图

色谱柱及典型操作条件见表 A.1。

表 A.1 色谱柱及典型操作条件

项目	毛细管柱
色谱柱材质	熔融石英毛细管
柱长/m	30
柱内径/mm	0.32
液膜厚度/ μm	0.25
固定相	5%苯基（95%）甲基聚硅氧烷
载气	高纯氮气
载气流量/(mL/min)	3.8
检测器	FID
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	80
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	200
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	220
进样量/ μL	1
分流比	1:100

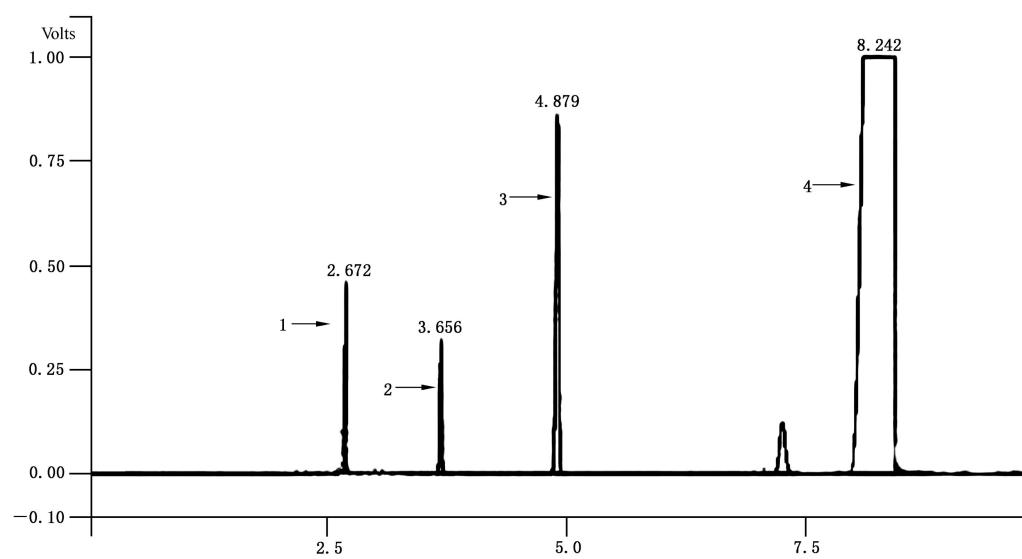
标准溶液色谱图见图 A.1。



- 1—碘甲烷
- 2—碘代异丙烷
- 3—甲苯
- 4—邻二甲苯

图 A. 1 标准溶液色谱图

羟丙基甲基纤维素样品溶液色谱图见图 A. 2。



- 1—碘甲烷
- 2—碘代异丙烷
- 3—甲苯
- 4—邻二甲苯

图A. 2羟丙基甲基纤维素样品溶液色谱图

附录B

(资料性) 引用分析项目标准清单

本文件各试验方法中所引用的主要分析项目标准及相关规定见表B. 1。

表 B. 1 引用分析项目标准一览表

序号	标准编号	标准名称	本文件主要引用位置
1	GB/T 25994—2010	蜂窝陶瓷	3.1 术语定义
2	GB/T 601	化学试剂 标准滴定溶液的制备	6.1 一般规定
3	GB/T 603	化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备	6.1 一般规定
4	GB/T 6682	分析实验室用水规格和试验方法	6.1 一般规定
5	GB/T 9722	化学试剂 气相色谱法通则	6.3 甲氧基和羟丙氧基含量
6	GB/T 6284	化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法	6.5 水分
7	GB/T 625	化学试剂 硫酸	6.6.3 灰分测定试剂
8	GB/T 8077	混凝土外加剂匀质性试验方法	6.7 筛余物的测定
9	GB/T 9724	化学试剂 pH 值测定通则	6.8 pH 值的测定
10	GB/T 6679	固体化工产品采样通则	7.2 采样
11	GB/T 8170	数值修约规则与极限数值的表示和判定	7.3 判定规则

注 1：凡注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件；凡不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有修改单）适用于本文件。

注 2：使用本文件时，建议核查上述引用标准是否为现行有效版本。