

中华人民共和国国家标准

GB/T 10722—2014 代替 GB/T 10722—2003

炭黑 总表面积和外表面积的测定 氮吸附法

Carbon black—Determination of total and external surface area—
Nitrogen adsorption test method

2014-12-31 发布 2015-07-01 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 10722—2003《炭黑 总表面积和外表面积的测定 氮吸附法》,与 GB/T 10722—2003 相比,主要技术变化如下:

- ----增加了 GB/T 8170、HG/T 3065(见第 2 章);
- ——删除了"意义和用途"(见 2003 年版的第 5 章);
- ——增加了"(125±10)℃"(见 6.5,2003 年版的 7.5);
- ——增加了"白炭黑的试样制备,宜按 HG/T 3065 的规定加热至恒重",同时增加了注(见 8.1.1、注);
- ——修改了"称取约 0.4 g 试样于样品管中"为"称量试样质量,使管内试样的表面积为 $20 \text{ m}^2 \sim 50 \text{ m}^2$ ",同时增加了注(见 8.1.3 和注,2003 年版的 <math>8.4);
- ——增加了"标准参比炭黑 SRB B8 以及白炭黑可能需要较长的脱气时间以得到稳定的结果,建议 脱气时间延长至 1 h"(见 8.2.2 注 2);
- ——删除了"橡胶用炭黑、色素炭黑和乙炔炭黑规定脱气温度为(300±10)℃,白炭黑规定脱气温度为(160±10)℃"(见 2003 年版的 8.6.3);
- ——增加了"每天测试结束后应净化杜瓦瓶并使其干燥"(见 9.2,2003 年版的 9.2);
- ——增加了"连续两次 p_0 测量之间至少间隔 10 min"(见 9.3 的注);
- ——将"在相对压强(p/p_0)为 $0.1\sim0.5$ 范围内至少要测得五个均匀分布的数据点"修改为"测试炭黑试样时:在相对压强(p/p_0)为 $0.1\sim0.5$ 范围内至少要测得五个均匀分布的数据点,以获取 STSA 值。测试白炭黑试样时:在相对压强(p/p_0)为 $0.05\sim0.2$ 范围内至少要测得五个均匀分布的数据点"(见 9.5,2003 年版的 9.5);
- ——增加了"注:称量过程中,样品管官加盖橡胶塞,以防止试样吸收空气中的水分"(见 9.6 的注);
- ——增加了"所选点数应满足相关系数>0.999"(见 10.4.3);
- ——将"按炭黑品种确定适宜的相对压强"修改为"按表面积范围确定适宜的相对压强"(见 10.4.4, 2003 年版的 10.4.4);
- ——删除了"若 V_a -t 图出现了负截距的情况,则报告 STSA 值等于 NSA 值"的描述,同时增加了 "对于发生 STSA 值高于 NSA 值的分析,宜报告 STSA 测量值"的描述(见 10.5.5,2003 年版 的10.5.5);
- ——增加了对测试结果取值规定的描述(见 10.6);
- ——修改了 NSA 和 STSA 的精密度(见第 11 章,2003 年版的第 11 章);
- ——删除了"标准参比炭黑的 NSA 值和 STSA 值"(见 2003 年版的附录 A);
- ——删除了"本标准与 ASTM D 6556:2000a 技术性差异及其原因"(见 2003 年版的附录 C)。

本标准使用重新起草法参考 ASTM D 6556-10《炭黑标准试验方法 用氮吸附测定总表面积和外表面积》。

本标准与 ASTM D 6556-10 相比在结构上有较多调整, 附录 A 中列出了本标准与 ASTM D 6556-10 的章条对照一览表。

本标准与 ASTM D 6556-10 的技术性差异及其原因如下:

- ——删除了有关"计量单位"和"安全问题"的描述(见 ASTM D 6556-10 的 1.2、1.3);
- ——增加了"本标准适用于橡胶用炭黑、色素炭黑、乙炔炭黑和白炭黑表面积的测定"(见第1章);

GB/T 10722—2014

- ——用"GB 3778、GB/T 3782、GB/T 7044、HG/T 3061"代替"ASTM D 1799、ASTM D 1900",以 符合不同品种炭黑的采样,同时增加了"GB/T 8170、HG/T 3065",删除了"ASTM D 3765、 ASTM D 4483"(见第 2 章, ASTM D 6556-10 的第 2 章);
- ——增加了"术语与定义",使本标准的 NSA 和 STSA 的概念更清晰(见第3章);
- ——删除了"意义和用途",不宜写在标准正文中(见 ASTM D 6556-10 的第 4 章);
- ——增加"(105±2)℃",适应白炭黑的测试(见 6.5,ASTM D 6556-10 的 5.5);
- ——删除了有关"杜瓦瓶"和"测量 p_0 的一系列选项"的部分内容,不适于这种叙述(见 ASTM D 6556-10的 9.2、9.3);
- ——增加了"白炭黑的试样制备,宜按 HG/T 3065 的规定加热至恒重"(见 8.1.1);
- ——增加了"粉状试样宜用压块机制样后进行测试",适应不同品种炭黑的测试(见8.1.1注);
- ——删除了对称样量的描述,增加了对称样量的规定,以提高数据的准确性(见 8.1.3 注,ASTM D 6556-10的 8.3、注 1);
- 一一修改"在相对压强(p/p_0)为 $0.1\sim0.5$ 范围内至少要测得五个均匀分布的数据点"为"测试炭黑试样时:在相对压强(p/p_0)为 $0.1\sim0.5$ 范围内至少要测得五个均匀分布的数据点,以获取 STSA 值。测试白炭黑试样时:在相对压强(p/p_0)为 $0.05\sim0.2$ 范围内至少要测得五个均匀分布的数据点",增加可操作性(见 9.5,ASTM D 6556-10 的 9.6);
- ——增加"所选点数应满足相关系数>0.999",以提高数据的准确性(见 10.4.3, ASTM D 6556-10 的 10.4.3);
- ——将"按炭黑品种确定适宜的相对压强"修改为"按表面积范围确定适宜的相对压强",规定更全面和明确(见 10.4.4, ASTM D 6556-10 的 10.4.4);
- ——增加了(160±10)℃,以符合白炭黑的试样处理(见 6.4、8.2.2 的注 1);
- ——增加了白炭黑的密度,方便标准使用者的使用(见 9.4);
- ——增加了对测试结果取值规定的描述,增加可操作性(见 10.6);
- ——增加了资料性附录 A。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会炭黑分技术委员会(SAC/TC 35/SC 5)归口。

本标准起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院、金能科技股份有限公司、广州吉必盛科技实业有限公司、龙星化工股份有限公司、曲靖众一精细化工股份有限公司、山东联科新材料有限公司、四川理工学院、株洲兴隆化工实业有限公司、佳通轮胎(中国)研发中心配方材料部。

本标准主要起草人: 聂素青、刘健、吴春蕾、代传银、冯洁、侯贺钢、蒋良强、张友伟、陈建、周敏、林俊。 本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 10722—1989,GB/T 10722—1999,GB/T 10722—2003。

炭黑 总表面积和外表面积的测定 氮吸附法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。 使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用 Brunauer、Emmett、Teller(B.E.T. NSA)的多分子层吸附理论多点法测定总表面积,以及用统计吸附层厚度表面积方法测定外表面积。

本标准适用于橡胶用炭黑、色素炭黑、乙炔炭黑和沉淀水合二氧化硅(白炭黑)。

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 3778 橡胶用炭黑
- GB/T 3782 乙炔炭黑
- GB/T 7044 色素炭黑
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- HG/T 3061 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅
- HG/T 3065 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 加热减量的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

氮吸附表面积 nitrogen surface area; NSA

 S_{NSA}

按 B.E.T.理论,由氮吸附数据计算得到的炭黑总表面积。

3.2

统计吸附层厚度表面积 statistical thickness surface area; STSA

 $S_{
m STSA}$

使用 de Boer 理论和炭黑模型,由氮吸附数据计算出的外表面积。

4 原理

在液氮温度下,以炭黑或白炭黑从一定分压的氮气中吸附氮分子的数量来计算总表面积和外表面积。