



中华人民共和国国家标准

GB/T 10722—2014
代替 GB/T 10722—2003

GB/T 10722—2014

炭黑 总表面积和外表面面积的测定 氮吸附法

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

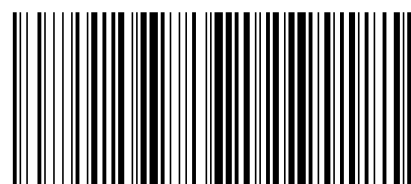
中华人民共和国
国家标准
炭黑 总表面积和外表面面积的测定
氮吸附法
GB/T 10722—2014

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字
2015年2月第一版 2015年2月第一次印刷

*
书号: 155066·1-50942 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 10722-2014

2014-12-31 发布

2015-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

10.5.4 按式(6)计算 S_{STSA} (m^2/g), 精确至 $0.1 \text{ m}^2/\text{g}$:

$$S_{\text{STSA}} = M_2 \times k \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

M_2 —— V_a-t 图的斜率;

k ——氮气与液氮的体积转换常数, 同时计量单位也换算为 m^2/g ($k=15.47$)。

10.5.5 STSA 是基于炭黑 N762 推导出的厚度模型, 选择这个炭黑是由于它的表面积和结构低, 这个通用模型并不完全适用所有的炭黑, 因此虽然理论上外表面积不可能高于总表面积, 但实际中仍存在 STSA 值高于 NSA 值的分析, 对于发生 STSA 值高于 NSA 值的分析, 宜报告 STSA 测量值。

10.6 结果表示

结果表示比 GB 3778、GB/T 3782、GB/T 7044、HG/T 3061 规定的有效位数多一位, 如有多次测量结果, 取其平均值, 然后按 GB/T 8170 进行修约。

11 精密度

11.1 氮吸附表面积(S_{NSA})

11.1.1 重复性: 两个独立测定结果之差不大于平均值的 1.87%。

11.1.2 再现性: 两个独立测试结果之差不大于平均值的 3.18%。

11.2 统计吸附层厚度表面积(S_{STSA})

11.2.1 重复性: 两个独立测定结果之差不大于平均值的 3.49%。

11.2.2 再现性: 两个独立测试结果之差不大于平均值的 6.87%。

12 试验报告

试验报告应至少包含下列内容:

- 试样的品种和编号;
- 本标准编号;
- 测定 NSA 和 STSA 所取的数据点数及相对压强;
- 试验结果;
- 与规定分析步骤的差异;
- 试验中观察到的异常现象;
- 试验日期。

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 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 0.1~0.5 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 0.1~0.5 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 0.05~0.2 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, 样品管宜加盖橡胶塞, 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);

- 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);
 - 修改“在相对压强(p/p_0)为 0.1~0.5 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 0.1~0.5 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 0.05~0.2 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。

- B —— y 轴截距, $\pm 10^{-5}$;
- S_N —— 1 mL 氮分子所占的面积 $[(6.02 \times 10^{23}) \times \sigma / V_1]$ 的数值,单位为平方米(m^2)($S_N = 4.35$);
- 6.02×10^{23} —— 阿伏加德罗常数;
- σ —— 每个氮分子的截面积的数值,单位为平方米(m^2)($\sigma = 16.2 \times 10^{-20}$);
- V_1 —— 在标准温度和压强(STP)条件下,1 mol 气体所占体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1 = 2\ 400$)。

表 2 NSA 数据处理的实例

品种	原始数据			计算结果	
	p/p_0	吸附体积/(mL/g)	相对压强范围	相关系数	$S_{NSA}/(m^2/g)$
N121	0.050 0	26.716	—	—	—
	0.100 0	29.753	—	—	—
	0.150 0	32.313	0.05~0.15	0.999 981	123.9
	0.200 0	34.692	0.05~0.20	0.999 992	124.0
	0.250 0	37.110	0.05~0.25	0.999 990	123.6
	0.300 0	39.641	0.05~0.30	0.999 935	122.8
	0.250 0	23.035	0.05~0.25	0.999 964	76.6
	0.300 0	24.751	0.05~0.30	0.999 979	76.6
N683	0.050 0	8.194	—	—	—
	0.100 0	9.113	—	—	—
	0.150 0	9.945	0.05~0.15	0.999 939	38.2
	0.200 0	10.739	0.05~0.20	0.999 950	38.5
	0.250 0	11.543	0.05~0.25	0.999 972	38.6
	0.300 0	12.364	0.05~0.30	0.999 973	38.4

注 1: N121 最准确的 S_{NSA} 在相对压强为 0.05~0.20 范围内测定。

注 2: N326、N683 最准确的 S_{NSA} 在相对压强为 0.05~0.30 范围内测定。

10.5 统计吸附层厚度表面积(S_{STSA})

10.5.1 用 STP 条件下每克试样吸附的氮气体积(V_a)与统计吸附层厚度(t)的函数关系作图来测定炭黑的 STSA。

10.5.2 以 V_a (在 STP 条件下, mL/g)为 y 轴(纵坐标), $t(10^{-10} m)$ 为 x 轴(横坐标)作 V_a-t 图, 等距离取 p/p_0 在 0.2~0.5 范围内的数据。按式(5)计算 t :

$$t = a(p/p_0)^2 + b(p/p_0) + c \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- a —— 0.88;
- b —— 6.45;
- c —— 2.98。

10.5.3 用标准的线性回归法测定 V_a-t 图的斜率。