



中华人民共和国国家标准

GB/T 23656—2009

GB/T 23656—2009

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 比面积的测定 CTAB 法

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated,
hydrated—Determination of CTAB surface area

(ISO 5794-1:2005, Rubber compounding ingredients—Silica,
precipitated, hydrated—Part 1: Non-rubber tests, NEQ)

中华人民共和国
国家标准
橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅
比面积的测定 CTAB 法
GB/T 23656—2009

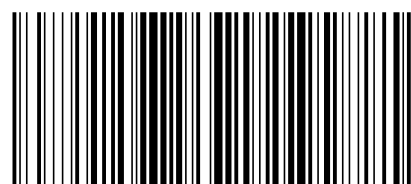
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
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 15 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*
书号: 155066·1-38150 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)68533533



GB/T 23656—2009

2009-04-24 发布

2009-12-01 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

附录 A
(资料性附录)

式(1)计算结果推导过程

A.1 由于假定 CTAB 溶液浓度恰好是 $0.015\ 1\ \text{mol}/\text{dm}^3$, OT 标准滴定溶液的浓度是通过滴定 $5\ \text{cm}^3$ CTAB 溶液测定的(见 8.5)。

$$c_{\text{OT}} = \frac{0.015\ 1 \times 5}{V_0} \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

V_0 ——CTAB 溶液空白滴定所消耗 OT 平均体积的数值,单位为立方厘米(cm^3);

c_{OT} ——OT 标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每立方分米(mol/dm^3)。

A.2 每克二氧化硅吸附 CTAB 的量, N_{ad} , 以 mol/g 表示, 用式(A.2)计算:

$$N_{\text{ad}} = (2V_0 - V) \times c_{\text{OT}} \times \frac{1}{m} \times \frac{V_i}{V_t} \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中:

V_0 ——CTAB 溶液空白滴定所消耗 OT 平均体积的数值,单位为立方厘米(cm^3);

V ——滴定 $10\ \text{cm}^3$ 滤液消耗标准滴定溶液 OT 的体积的数值,单位为立方厘米(cm^3);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

V_i ——加入二氧化硅的 CTAB(溶液)的体积的数值,单位为立方厘米(cm^3);

V_t ——滴定时所消耗 CTAB 滤液的体积的数值(此处为 $10\ \text{cm}^3$)。

A.3 假定吸附一个 CTAB 分子(占据)的分子面积 A_{CTAB} 为 $0.35\ \text{nm}^2$, 则以 m^2/g 表示的比表面积 S' 为:

$$S' = \frac{N_{\text{ad}} \times 0.35 \times 10^{-18} \times N_A}{1\ 000} \quad \dots\dots\dots(\text{A.3})$$

式中:

N_A ——阿伏加德罗常数, $6.022 \times 10^{23}\ \text{mol}^{-1}$ 。

A.4 按 HG/T 3065 规定干燥后的二氧化硅的 CTAB 表面积 S 用式(A.4)计算:

$$S = \frac{S' \times 100}{100 - X} \quad \dots\dots\dots(\text{A.4})$$

式中:

S ——干燥二氧化硅的 CTAB 比表面积,单位为平方米每克(m^2/g);

X ——二氧化硅的加热减量, %。

A.5 合并上述等式:

$$S = \frac{(2V_0 - V) \times c_{\text{OT}} \times A_{\text{CTAB}} \times N_A \times V_i \times 100}{m \times (100 - X) \times V_t \times 1\ 000} \quad \dots\dots\dots(\text{A.5})$$

$$S = \frac{(2V_0 - V) \times 0.015\ 1 \times 5 \times (0.35 \times 10^{-18}) \times 6.022 \times 10^{23} \times 30 \times 100}{V_0 \times m \times (100 - X) \times 10 \times 1\ 000} \quad \dots\dots(\text{A.6})$$

$$S = \frac{(2V_0 - V) \times 4\ 774}{V_0 \times m \times (100 - X)} \quad \dots\dots\dots(\text{A.7})$$

前 言

本标准与 ISO 5794-1:2005《橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅——第 1 部分:非橡胶试验》(英文版)的一致性程度为非等效。

本标准与 ISO 5794-1:2005 的主要差异如下:

- 增加了“前言”及“警告”语,以符合标准编写格式要求;
- 增加了规范性引用文件,以适应我国引用标准的规定(本标准的第 2 章);
- 删除“ $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 0.05\ \text{mol}/\text{dm}^3$ ”,该浓度为初始加入的硼酸浓度,无实际意义(ISO 5794-1:2005 的 G3.1;本标准的 4.1);
- 删除 $20\ \text{cm}^3$,因为仪器不同,容积也不一样[ISO 5794-1:2005 的 G4.1b);本标准的 5.1b)];
- 增加了“可使用国产 TBY-10 炭黑比表面积测定仪”的说明,以方便标准使用者(本标准的 5.1 注);
- 增加了“磁力搅拌棒”材质的规定,以避免测试误差(本标准的 5.4 注);
- 将“微孔滤膜”所规定的“直径 $47\ \text{mm}$ ”,修改为“滤膜直径应与过滤装置相匹配”,以增加可操作性(ISO 5794-1:2005 的 G4.5;本标准的 5.5);
- 增加了“吸附”所使用的仪器,以增加可操作性(本标准的 5.6,5.7);
- 将试样筒“容积 $30\ \text{cm}^3$ ”,修改为“容积 $40\ \text{cm}^3$ ”,由于所加 CTAB 溶液为 $30\ \text{cm}^3$,相应“容积 $30\ \text{cm}^3$ ”的试样筒则不匹配(ISO 5794-1:2005 的 G4.7;本标准的 5.8);
- 增加了“可使用国产 TBY-50 超声波电磁分散仪”(本标准 5.6 的注);
- 增加了“转速在 $1\ 000\ \text{r}/\text{min}$ 以上,可调”,以增加可操作性(ISO 5794-1:2005 的 G4.8;本标准的 5.9);
- 以“锥形瓶”替代“玻璃瓶”,且进行了规格的明确规定,以方便标准使用者(ISO 5794-1:2005 的 G4.12;本标准的 5.13);
- 删除了“滴定烧杯”、“复合玻璃甘汞电极”、“pH 计”,由于我国已普遍使用自动滴定仪,仅“手工滴定”需要该部分仪器(ISO 5794-1:2005 的 G4.16、G4.17、G4.18);
- 增加了“采样的规定”,以增加可操作性(本标准的第 6 章);
- 增加了“试验条件”,因为环境因素对该试验的测试结果影响显著(本标准的第 7 章);
- 修改了“称样量的要求”,与精密度的规定一致(ISO 5794-1 的表 G1;本标准的表 1);
- 增加沉淀水合二氧化硅的分类及“注 2:沉淀水合二氧化硅的分类见 HG/T 3061”,方便标准使用者(本标准的表 1);
- 增加了用“超声波电磁分散仪”吸附方式,该方法在我国已广泛使用(本标准的 8.2.1.2);
- 修改过滤过程弃去最初 $5\ \text{cm}^3$ 为 $10\ \text{cm}^3$,因为滤液收集过程会影响测试精度(ISO 5794-1:2005 的 G6.3.4.2;本标准的 8.3.3.2);
- 将过滤压力 $0.7\ \text{MPa}$ 修改为 $(0.1 \pm 0.05)\ \text{MPa}$,以确保滴状过滤(ISO 5794-1:2005 的 G6.3.4.2;本标准的 8.3.3.2);
- 增加了“二氧化硅的滤液如果透滤,试样应废弃,不能重新过滤”,以提高测试精度(本标准的 8.3.3.2 注);
- 删除了“选择滴定参数以便在开始阶段能快速加入磺基丁二酸钠二辛酯(OT)(常为 $10\ \text{cm}^3/\text{min}$ 或 $170\ \text{mm}^3/\text{s}$),而在滴定曲线的斜率接近终点时又以慢速加入 OT(常为 $0.4\ \text{cm}^3/\text{min}$ 或 $7\ \text{mm}^3/\text{s}$)”,由于自动滴定仪参数已设置好,无须调节(ISO 5794-1:2005 的 G6.4.1);

- 吸取 5 cm³ 的溶液替代 10 cm³ 来滴定,由于目前我国广泛使用的设备——炭黑比表面积测定仪或电位滴定仪,测定池规格仅适用于 5 cm³ 的溶液(ISO 5794-1:2005 的 G6.4.2;本标准的 8.4.2);
- 加入 50 cm³ 的水修改为 25 cm³,以适应测定池规格(ISO 5794-1:2005 的 G6.4.3;本标准的 8.4.3);
- 删除了手工调节振荡频率的描述“调整搅拌速度保证有效混合且不产生泡沫”,由于滴定仪参数已设置好,无须调节(ISO 5794-1:2005 的 G6.4.4);
- 将“标准溶液”更名为“空白测试”,以符合 8.5.1~8.5.5 的内容描述(ISO 5794-1:2005 的 G6.5;本标准的 8.5);
- 将加入 55 cm³ 的水修改为 27.5 cm³,以适应测定池规格(ISO 5794-1:2005 的 G6.5.3;本标准的 8.5.3);
- 吸取 2.5 cm³ 的 CTAB 溶液替代 5 cm³,以适应测定池规格(ISO 5794-1:2005 的 G6.5.1, G6.5.2;本标准的 8.5.1、8.5.2);
- 增加了空白测试结果的重复性要求,以提高试验结果精密度(本标准的 8.5.5);
- 增加了沉淀水合二氧化硅加热减量的测定,以增加可操作性(本标准的 8.6);
- 增加了测试结果的取值方法,为了结果取值的规范化(本标准的 9.2);
- 增加了“试验报告”内容,以符合标准版式(本标准的第 11 章)。

为了方便使用,本标准还做了下列编辑性的修改:

- 采用国际单位制单位;
- 用小数点“.”代替作为小数点的符号“,”。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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/S C5)归口。

本标准起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院、通化双龙化工股份有限公司、青州市博奥炭黑有限责任公司。

本标准主要起草人:聂素青、王志文、白英杰、刘健。

- c) 空白 CTAB 溶液消耗 OT 溶液的体积 V_0 ;
- d) 试样质量;
- e) 滴定试样所消耗的 OT 溶液的体积;
- f) 试验结果(均值或中位数值、测试次数);
- g) 与规定的分析步骤的差异;
- h) 在试验中观察到的异常现象;
- i) 试验日期。