



中华人民共和国国家标准

GB/T 23656—2009

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 比表面积测定 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)

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

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“ $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 0.05 \text{ mol/dm}^3$ ”，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 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 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 cm^3 ”，修改为“容积 40 cm^3 ”，由于所加 CTAB 溶液为 30 cm^3 ，相应“容积 30 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 r/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 cm^3 为 10 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 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。

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 比面积的测定 CTAB 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。本标准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

本标准规定了用十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)测定比面积的方法。
本标准适用于沉淀水合二氧化硅。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

HG/T 3061 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅(HG/T 3061—1999, neq ISO 5794-1:1994, Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated)

HG/T 3065 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅加热减量的测定(HG/T 3065—1999, eqv ISO 787/2:1981, General methods of test for pigments and extenders—Part 2: Determination of matter volatile at 105 °C)

3 原理

将十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)溶液加入待测的沉淀水合二氧化硅试样,通过机械振荡或超声电磁分散达到吸附平衡,试样吸附 CTAB 形成悬浮液,该悬浮液经离心分离或加压过滤,用浊度滴定方法测定未被试样吸附的 CTAB 的量,计算干燥试样的比表面积。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 缓冲溶液, pH=9.6:在装有 500 cm³ 水的 1 000 cm³ 容量瓶内加入 3.101 g 硼酸和 3.708 g 氯酸钾,再用滴定管加入 1 mol/dm³ 的氢氧化钠溶液 36.85 cm³。待固体完全溶解后,加水于容量瓶中至 1 000 cm³,然后用磁力搅拌器均化。

4.2 十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)溶液, $c(\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN})=0.0151 \text{ mol/dm}^3$:在装有 350 cm³ 缓冲溶液(4.1)和大约 500 cm³ 水的 1 000 cm³ 容量瓶内,溶解 5.50 g CTAB(纯度>99%)。注满水至刻度,把溶液温热至(27~37) °C 以促进溶解。使用前将溶液冷却至(25±2) °C 之间。

注:不得将溶液储存在低于 22 °C 的环境中或冷至 22 °C 以下,否则会导致 CTAB 缓慢结晶析出。

4.3 磺基丁二酸钠二辛酯(OT)标准滴定溶液, $c(\text{C}_{20}\text{H}_{37}\text{NaO}_7\text{S})=0.00389 \text{ mol/dm}^3$:将 1.730 g OT 溶解在 1 000 cm³ 的水中,用磁搅拌器剧烈地搅拌 48 h。放置 12 d 后再标定使用。

注 1:溶液应盖严密封,且放在阴凉的地方,因为 OT 溶液易发生缓慢的生物分解,溶液存放最多不能超过 2 个月。

注 2:OT 一旦启封,应放在干燥器中保存。