



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.5—2008
代替 GB/T 3780.5—2002

炭黑 第5部分：比表面积的测定 CTAB 法

Carbon black—Part 5: Determination of specific surface area—
CTAB test method

2008-05-14 发布

2008-10-01 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

GB/T 3780《炭黑》分为如下几个部分：

- 第 1 部分：吸碘值试验方法；
- 第 2 部分：吸油值的测定；
- 第 4 部分：压缩试样吸油值的测定；
- 第 5 部分：比面积的测定 CTAB 法；
- 第 6 部分：着色强度试验方法；
- 第 7 部分：pH 值的测定；
- 第 8 部分：加热减量的测定；
- 第 10 部分：灰分的测定；
- 第 12 部分：杂质的检查；
- 第 14 部分：硫含量的测定；
- 第 15 部分：甲苯抽出物透光率的测定；
- 第 17 部分：粒径的间接测定 反射率法；
- 第 18 部分：在天然橡胶(NR)中的鉴定方法；
- 第 21 部分：橡胶配合剂筛余物的测定 水冲洗法。

本部分是 GB/T 3780 的第 5 部分。

本部分修改采用 ASTM D 3765:2004《炭黑标准试验方法 CTAB 表面积》(英文版)。

本部分根据 ASTM D 3765:2004 重新起草。为了方便比较,在资料性附录 A 中列出了本部分章条编号与 ASTM 标准章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,为方便标准使用者,在采用 ASTM D 3765:2004 时做了一些修改。本部分与 ASTM D 3765:2004 的主要差异如下：

- 修改了标准名称,根据统一标准名称的要求；
- 增加 GB 3778、GB/T 8170,以适应我国国情(本部分的第 2 章)；
- 将 ASTM D 3765:2004 的 5.16 所规定的烘箱温度可以控制在 $(125 \pm 5)^\circ\text{C}$,修改为本部分的温度可以控制在 $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$,为了标准的统一(本部分的 5.7)；
- 删除了手工法用 OT 滴定 CTAB 的方法及相应的试剂与设备,因为手工法精度较低(ASTM D 3765:2004 的 10.8、10.9.2)；
- 增加了国产标准参比炭黑(SRB3#)(本部分的 4.5)；
- OP 溶液浓度改为 0.015%,可省去加水步骤(ASTM D 3765:2004 的 6.9;本部分的 4.4)；
- 用 5 cm^3 替代 10 cm^3 的移液管(ASTM D 3765:2004 的 5.12;本部分的 5.9),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,测定池规格仅使用于 5 cm^3 的溶液；
- 删除了 ASTM D 3765:2004 的 5.8“玻璃漏斗”、5.9“玻璃瓶”、5.10“滴定管”、5.11“配量型吸量管”、5.14“滴瓶”、5.15“广口瓶”、5.17“微型聚光镜”、5.18“TFE——塑料管线密封带”、5.19“磁力搅拌器”、5.20“常用的适于制备与贮存试剂的容器”、5.23“温度计”、5.24“聚乙烯管”,由于删除部分均为本部分所使用设备的附属部分,因此未一一列举；
- 增加了试验环境的要求,因为环境因素对该试验的测试结果影响显著(本部分的 7)；
- 将 ASTM D 3765:2004 的 8“试剂标定”更名为本部分 9 的“相关性系数的确定”,因为本部分所使用的溶液需确定 V_0 、 a 、 b 等参数,而不是标定；

- 改浸泡滤膜过滤为干滤膜过滤,因为滤膜自身特点及浸泡液的浓度会影响测试结果(ASTM D 3765:2004 的 10.6 注 6;本部分的 8.4);
- 过滤过程改为将试液直接全部倒入滤筒,最初 10 cm³ 弃去不用,收集冒出白泡前的所有滤液进行测试,因为滤液收集过程会影响测试精度(ASTM D 3765:2004 的 10.7;本部分的 8.5);
- 为了适合我国国情,仪器法滴定试样时,试样溶液移取 5 cm³ 替代 10 cm³ (ASTM D 3765:2004 的 10.9.1.4;本部分的 8.7);
- 增加了测试结果的取值方法,为了结果取值的规范化(本部分的 10.2);
- 删除了 ASTM D 3765:2004 的 13.1~13.4、13.7 关于精密度、偏差的描述及具体计算方法,因为如何计算方法的精密度另有国家标准进行规定;
- 增加了附录 B“相关性系数的确定及计算实例”;
- 删除了第 14 章“关键词”。

为便于使用,本部分还做了下列编辑性修改:

- a) “本标准”一词改为“本部分”;
- b) 采用国际单位制单位;
- c) 增加了资料性附录 A“本部分章条编号与 ASTM D 3765:2004 章条编号对照表”。

本部分代替 GB/T 3780.5—2002《橡胶用炭黑比表面积的测定 CTAB 法》。

本部分与 GB/T 3780.5—2002 相比主要变化如下:

- a) 修改了标准名称;
- b) 删除了 GB/T 6682,(本版的第 2 章);
- c) 删除手工法 OT/SDS 滴定 CTAB 的方法及 SDS 自动滴定 CTAB 的方法(2002 年版的 3.2、7.6.2、7.6.3、7.6.4);
- d) 删除 SDS 的溶液及相关试剂的配制方法(2002 年版的 4.5、4.6);
- e) 增加振荡机、电位滴定仪(2002 版的 5.1、5.3;本版的 5.3、5.5);
- f) 删除滤膜处理方法(2002 年版的 5.6);
- g) 删除照明光源(2002 年版的 5.7);
- h) 删除 10 cm³ 移液管(2002 年版的 5.9);
- i) 修改箱烘温度为(125±1)℃(2002 年版的 5.8;本版的 5.7);
- j) 修改了过滤方式(2002 年版的 7.4;本版的 8.4、8.5);
- k) 增加了“炭黑的滤液如果透滤,试样应废弃,不能重新过滤”(本版的 8.5 注);
- l) 增加了“CTAB 溶液的校准”(本版的第 11 章);
- m) 修改了精密度(2002 年版的第 10 章;本版的第 12 章);
- n) 增加资料性附录 A“本部分章条编号与 ASTM D 3765:2004 章条编号对照”;
- o) 增加资料性附录 C“SRB 系列标准参比炭黑 CTAB 比表面积值与 STSA 外表面积文献值”。

本部分的附录 A、附录 B、附录 C 均为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分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。

本部分负责起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院。

本部分参加起草单位:中橡(马鞍山)化学工业有限公司、宁波德泰化学有限公司。

本部分主要起草人:聂素青、王定友、冯洁、曹金英、余艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3780.5—1983、GB/T 3780.5—1991、GB/T 3780.5—2002。

炭黑 第5部分:比表面积的测定 CTAB 法

警告——使用本部分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

GB/T 3780 的本部分规定了用十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)方法,测定炭黑外表面积的测试方法。

本部分适用于橡胶用炭黑。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 3780 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB 3778 橡胶用炭黑

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 9578 标准参比炭黑 3#

3 原理

由于 CTAB 分子相当大,它不能吸附于炭黑的微孔内表面上。因此,CTAB 表面积仅仅反映了炭黑与橡胶分子接触的有效表面积。

炭黑在 CTAB 水溶液中的吸附等温线具有一个较长的单分子吸附层的平坦段。炭黑对 CTAB 的吸附不受其表面焦油状物质或含氢、氧等官能团的影响,用机械搅拌或超声波振荡的方法能迅速使吸附达到平衡。在滤去分散的胶体炭黑后,用磺基丁二酸钠二辛酯(OT)测定未被吸附的 CTAB 的量。试验结果均按工业着色参比炭黑 ITRB 或国产标准参比炭黑(SRB3#)确定其 CTAB 比表面积。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯的试剂和蒸馏水、去离子水或相当纯度的水。

4.1 缓冲溶液,pH=7:溶解 2.722 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4),4.260 g 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)和 1.169 g 氯化钠(NaCl)于 1 dm^3 水中。

4.2 CTAB 溶液, $c(\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN})=0.0100\text{ mol/dm}^3$:称取 3.64 g CTAB(十六烷基三甲基溴化铵)溶解于 900 cm^3 水中,加 100 cm^3 缓冲溶液(4.1),加热至 27℃~37℃溶解,使用前冷却至 23℃~25℃。

注:室温低于 23℃将引起 CTAB 缓慢结晶。

4.3 OT(磺基丁二酸钠二辛酯)溶液, $c(\text{C}_{20}\text{H}_{37}\text{NaO}_7\text{S})=0.0022\text{ mol/dm}^3$:称取 1.000 g 100%的 OT 于含有 2.5 cm^3 甲醛溶液(质量分数为 37%)的 1 dm^3 水中,用磁力搅拌器剧烈搅拌 48 h,盖紧盖子后置于阴凉干燥处停放 12 d 后使用。

注 1:启封的 OT 试剂需贮存在干燥器中。

注 2:OT 溶液易产生降解,使用时应注意浓度变化。

4.4 乳化剂 OP(辛基苯基聚氧乙烯醚,曲拉通 X-100)溶液,质量分数为 0.015%:用磁力搅拌器在