

备案号:4077—1999

HG/T 3073—1999

前 言

本标准的第一篇是非等效采用国际标准 ISO 4652-1 : 1994《橡胶配合剂——炭黑——氮吸附比表面积的测定》,对推荐性化工行业标准 HG/T 3073—1989《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅比表面积的测定 氮吸附方法》中的 A 法修订而成的。

本标准的第一篇与 ISO 4652-1 : 1994 的主要差异为:

——ISO 4652-1 规定了四种测定橡胶用炭黑比表面积的方法,本标准等效采用其中之一的 A 法(使用 Ni-Count-1 仪)即静态吸附法,同时保留了我国现使用的动态吸附法。

——本标准增加了采样。

本标准与 HG/T 3073—1989 的主要差异为:

——本标准将两种测定方法规定为第一篇和第二篇,其中第一篇为仲裁法。

——本标准增加了“前言”和“ISO 前言”。

——本标准规定使用 ISO/TR 6809-96 中的标准参比炭黑校正仪器。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3073—1989。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

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归口。

本标准起草单位:炭黑工业研究设计院。

本标准主要起草人:薛蕾、周咏梅。

本标准于 1989 年 3 月首次发布为国家标准 GB 10529—89,1997 年 12 月调整为化工行业标准,并重新编号为 HG/T 3073—1989,原 GB 10529—89 废止。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国家标准团体(ISO 成员团体)的世界性联合机构。制定国际标准的工作通常由 ISO 各技术委员会进行。凡对已建立技术委员会的项目感兴趣的成员团体均有权参加该委员会。与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织,也可参加此项工作。在电工技术标准化的所有方面,ISO 与国际电工委员会(IEC)紧密合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,要发给成员团体进行投票。作为国际标准发布时,要求至少有 75%投票的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 4652-1 由 ISO/TC 45 橡胶和橡胶制品技术委员会,SC 3 橡胶工业用原材料分技术委员会(包括乳胶)制定。

本标准对第一版进行了技术修订,废止并代替了第一版(ISO 4652-1:1981)。

ISO 4652 总标题为:橡胶配合剂——炭黑——比表面积测定——氮吸附方法。包括下述几部分:

——第 1 部分:单点法

——第 2 部分:BET 多点法

附录 A 是 ISO 4652 的组成部分。

中华人民共和国化工行业标准

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 比面积的测定 氮吸附方法

HG/T 3073—1999
neq ISO 4652-1 : 1994

代替 HG/T 3073—1989

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated—
Determination of specific surface area—Nitrogen adsorption method

1 范围

本标准规定了用静态吸附法或动态吸附法测定沉淀水合二氧化硅比面积的方法。
本标准适用于各种类型的沉淀水合二氧化硅比面积的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 3061—1999 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅技术条件(neq ISO 5794-1 : 1994)

ISO/TR 6809 : 1996 橡胶配合剂——炭黑——标准参比炭黑

第一篇 静态吸附法

3 原理

将定量的脱气沉淀水合二氧化硅试样置于液氮温度下的氮气流中,待沉淀水合二氧化硅表面吸附的氮气达到平衡后,测定其吸附量,依其吸附量计算试样的比表面积。

4 试剂及材料

- 4.1 纯氮:钢瓶装或其他氮气源,一级品。
- 4.2 液氮。
- 4.3 高真空脂 1 号。
- 4.4 精细玻璃棉。
- 4.5 苯:化学纯。
- 4.6 丙酮:化学纯。
- 4.7 乙醇:化学纯。

5 仪器、设备

实验室通用仪器、设备及

- 5.1 氮吸附比表面积测定仪:奈康特-1 仪(Ni-Count-1)(见图 1 和图 2)或其他单点氮吸附比表面积测定仪。

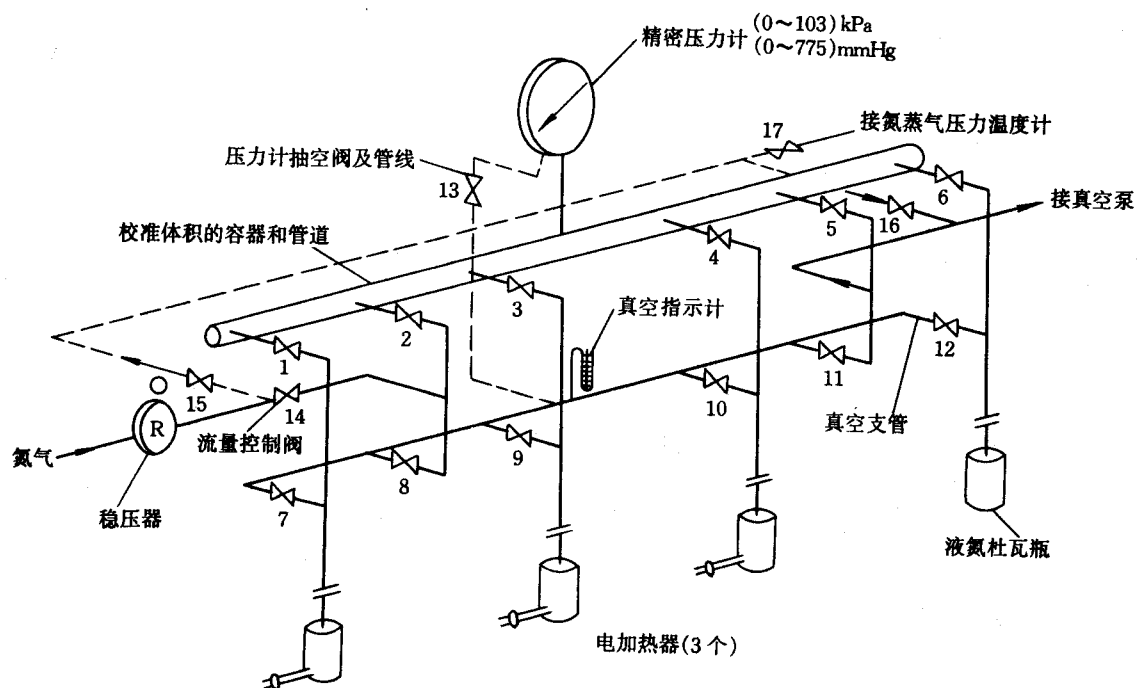


图1 四试样管 Ni-Count-1 比表面积测定仪简图

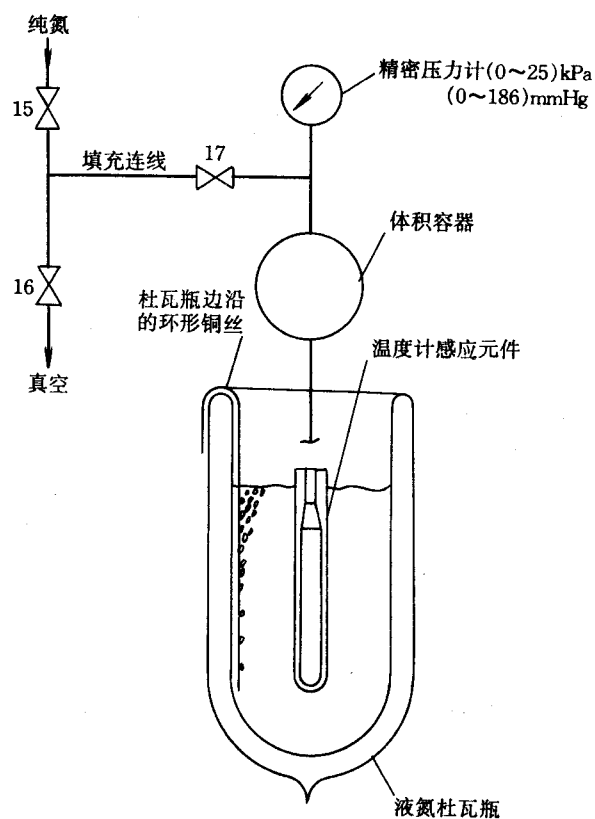


图2 氮蒸气压力温度计

注：系统已被纯氮填充，压力为 13~20 kPa(100~150 mmHg)。

5.2 调温加热电炉：温度可保持在 $(160 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

5.3 真空泵：极限压力 $1.3 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 。

- 5.4 杜瓦瓶:容量约 265 cm^3 。
 5.5 液氮容器:容量 30 dm^3 。
 5.6 氮蒸气压力温度计(见图 2)或氧蒸气压力温度计。
 5.7 试样管:见图 3。

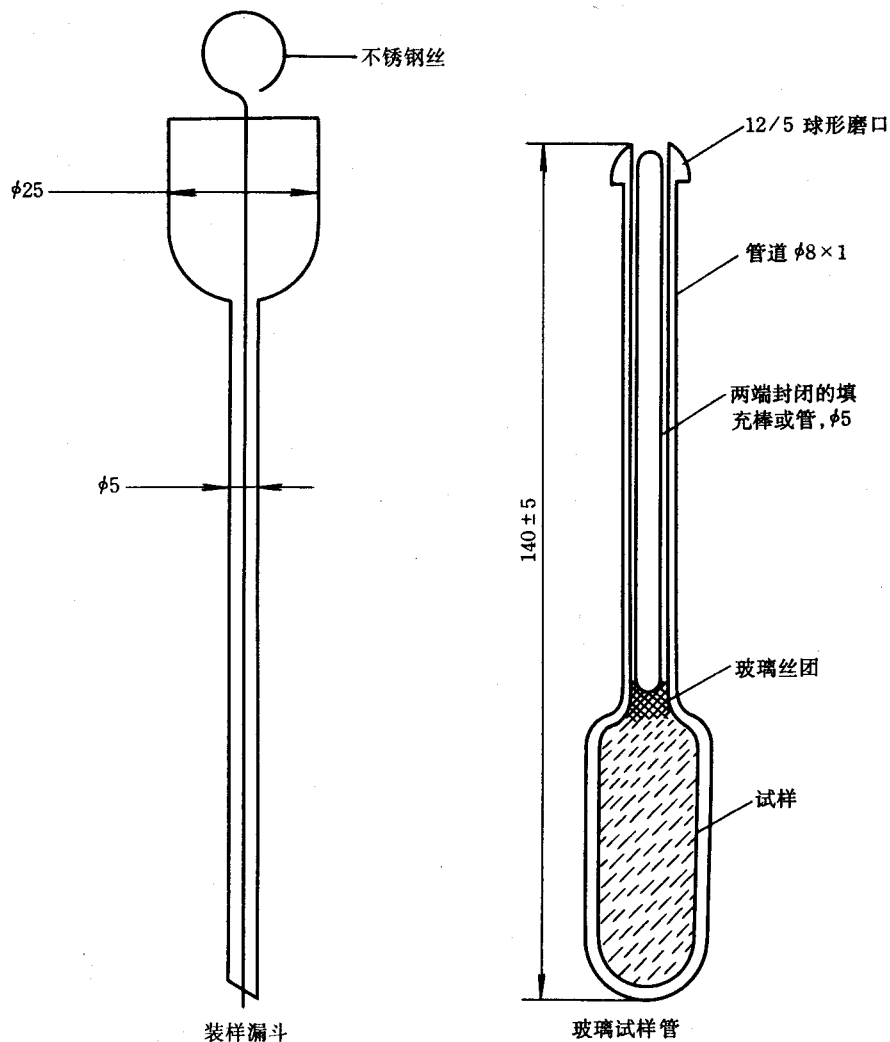


图 3 装样漏斗及玻璃试样管

- 5.8 分析天平:精度为 0.1 mg 。

6 试验条件

- 6.1 试验应在相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ 、室温 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$,或相对湿度 $(65 \pm 5)\%$ 、室温 $(27 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下进行。
 6.2 试剂和仪器使用前应在实验室温度和湿度下保持 24 h 。
 6.3 实验室应无烟气,以免影响试验结果。

7 采样¹⁾

按 HG/T 3061 的规定进行。

采用说明:

1) ISO 4652-1:1994 无此规定。

8 试样制备

- 8.1 粒状试样不需要压碎,可直接在仪器上或在机外专用真空装置上进行脱气。
8.2 粉状试样如需要压实,可压实后在仪器上或在机外专用真空装置上进行脱气。

9 仪器的准备和校核

- 9.1 奈康特-1(Ni-Count-1 仪)比表面积测定仪在室温 27℃、压力 66.7 kPa 时的容积(包括通向真空阀的管线及压力计)为 139.5 cm³(制造厂已校准)。如果内部体积已调到 139.5 cm³,根据表面积与压力的函数关系图表(与仪器一起提供),将得到精确的比表面积。
9.2 用 ISO/TR 6809 中的标准参比炭黑进行试验来确认仪器的内部体积。
9.3 奈康特-1 比表面积测定仪的准备应按仪器使用说明书规定进行。包括用氮气充满氮蒸气压力温度计及在关闭阀门情况下冲洗和抽空校准体积管及真空支管,直至排净空气为止。
9.4 电炉温度控制在(160±10)℃,为防止空气进入系统,应随时抽真空,充氮气进行净化。
9.5 仪器的校核和精度用 ISO/TR 6809 规定的标准参比炭黑进行检验。

10 测定步骤

- 10.1 参考表 1 中规定,选择适当的试样量。

表 1 沉淀水合二氧化硅试样用量参考表

类别	比表面积, m ² /g	试样量, g
A	≥191	0.84~0.27
B	161~190	1.00~0.84
C	136~160	1.20~1.00
D	106~135	1.50~1.20
E	71~105	2.25~1.50
F	≤70	2.25

- 10.2 称一团大小合适的玻璃棉(精确至 0.1 mg),记录其质量(m_1)。
10.3 称一个带填充玻璃棒的洁净试样管(精确至 0.1 mg),记录其质量(m_2)。
10.4 粗称试样(未脱气质量)。把试样放入试样管中,将玻璃棉团推到试样上面,放入填充棒。
10.5 用高真空脂涂抹试样管球形磨口(注意不要进入管内)。将试样管装到仪器上。
10.6 在(160±10)℃下进行真空脱气,脱气时要用氮气对试样进行几次瞬间净化,即:关闭去真空泵的阀,开氮气到真空管的阀,然后重新抽真空。
10.7 关闭真空阀,用真空指示计检查是否有气体从试样中放出。保持压力不大于 0.1 kPa,待 5 min 后真空指示计无变化,证明试样脱气完毕。
10.8 关闭阀门使脱气后试样与真空管隔离,移开调温加热电炉。
10.9 用氮气充满净化后的容器、压力计和管线,直到室温 27℃时,压力为 66.7 kPa(500 mmHg),若超过或低于此室温时,则每增高或降低 1℃应加上或减少 0.222 kPa(1.67 mmHg)。
10.10 开校准体积管通向试样管的阀,使氮气进入试样管中。
10.11 将盛有液氮的杜瓦瓶套在试样管上。
10.12 试样进行吸附时,应仔细观察,待压力计指针稳定不变时,证明吸附达到平衡。记录压力计读数,准至 0.1 kPa(1 mmHg)。全部吸附过程必须保持液氮面的高度不变。
10.13 把杜瓦瓶套在氮(或氧)蒸气压力温度计的感应元件上。待氮(或氧)蒸气压力温度计稳定后,观

察其读数并记录,准至 0.1 kPa。

10.14 将氮气通入试样管中,直到压力计读数约比大气压高 1.3 kPa(10 mmHg),关闭阀门,轻轻取下试样管。

10.15 打开通向试样管的阀,接通大气,并记录压力计读数,准至 0.1 kPa,关闭阀门。

10.16 用脱脂棉蘸少许溶剂,擦净试样管上球形磨口的高真空脂,并擦干试样管外部的水滴,旋开真空阀抽空总管及支管。

10.17 称试样管(包括干燥脱气后的试样、玻璃棉及填充玻璃棒,精确至 0.1 mg),记录质量(m_3)。

10.18 按 10.13 测得的压力加上大气压力即为氮的蒸气压力 P_N (用氧压计可直接查表得到),再查表 2 即得液氮温度校正因子 B 。

11 结果表示

比表面积 S_m (m^2/g)按式(1)计算:

$$S_m = \frac{S}{m} \left[1 - F \left(V_t - V_{dt} - V_{gw} - \frac{m}{\rho} \right) \right] \times B \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: S ——平衡压力下表面积(查表 3), m^2 ;

m ——脱气后炭黑试样量($m = m_3 - m_1 - m_2$),g;

F ——关联因子(查表 3);

V_t ——加填充棒后试样管容积, cm^3 ;

V_{dt} ——液氮面上部试样管管颈容积, cm^3 ;

V_{gw} ——玻璃棉体积(密度按 2.3 g/ cm^3 计算), cm^3 ;

ρ ——沉淀水合二氧化硅密度,密度按 2.0 g/ cm^3 计算;

B ——液氮温度校正因子(查表 2)。

计算结果精确到 0.1 m^2/g 。

12 校正系数

用标准参比炭黑(见表 4)测定比表面积。如果标准参比炭黑的测定值与公认值之差超过 $\pm 1.2 m^2/g$,按式(2)计算仪器的校正系数。

$$\text{校正系数} = \frac{\text{公认值}}{\text{测定值}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

13 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a 完全鉴定样品所需的资料;
- b 本试验依据的标准编号(注明静态吸附法);
- c 试验条件;
- d 计算结果;
- e 如果选用标准参比炭黑,注明校正系数和所用的标准参比炭黑。

表2 液氮温度校正因子

氮蒸气压 P_N		校正因子 B	氮蒸气压 P_N		校正因子 B	氮蒸气压 P_N		校正因子 B
mmHg	kPa		mmHg	kPa		mmHg	kPa	
660	88.0	0.954 16	694	92.5	0.973 64	728	97.1	0.993 12
661	88.1	0.954 73	695	92.7	0.974 22	729	97.2	0.993 70
662	88.3	0.955 31	696	92.8	0.974 79	730	97.3	0.994 27
663	88.4	0.955 88	697	92.9	0.975 36	731	97.5	0.994 84
664	88.5	0.956 45	698	93.1	0.975 93	732	97.6	0.995 42
665	88.7	0.957 03	699	93.2	0.976 51	733	97.7	0.995 99
666	88.8	0.957 60	700	93.3	0.977 08	734	97.9	0.996 56
667	88.9	0.958 17	701	93.5	0.977 65	735	98.0	0.997 14
668	89.1	0.958 74	702	93.6	0.978 23	736	98.1	0.997 71
669	89.2	0.959 32	703	93.7	0.978 80	737	98.3	0.998 28
670	89.3	0.959 89	704	93.9	0.979 37	738	98.4	0.998 85
671	89.5	0.960 46	705	94.0	0.979 95	739	98.5	0.999 43
672	89.6	0.961 04	706	94.1	0.980 52	740	98.7	1.000 00
673	89.7	0.961 61	707	94.3	0.981 09	741	98.8	1.000 57
674	89.9	0.962 18	708	94.4	0.981 66	742	98.9	1.001 15
675	90.0	0.962 76	709	94.5	0.982 24	743	99.1	1.001 72
676	90.1	0.963 33	710	94.7	0.982 81	744	99.2	1.002 29
677	90.3	0.963 90	711	94.8	0.983 38	745	99.3	1.002 86
678	90.4	0.964 47	712	94.9	0.983 96	746	99.5	1.003 44
679	90.5	0.965 05	713	95.1	0.984 53	747	99.6	1.004 01
680	90.7	0.965 62	714	95.2	0.985 10	748	99.7	1.004 58
681	90.8	0.966 19	715	95.3	0.985 68	749	99.9	1.005 16
682	90.9	0.966 77	716	95.5	0.986 25	750	100.0	1.005 73
683	91.1	0.967 34	717	95.6	0.986 82	751	100.1	1.006 30
684	91.2	0.967 91	718	95.7	0.987 39	752	100.3	1.006 88
685	91.3	0.968 49	719	95.9	0.987 97	753	100.4	1.007 45
686	91.5	0.969 06	720	96.0	0.988 54	754	100.5	1.008 02
687	91.6	0.969 63	721	96.1	0.989 11	755	100.7	1.008 59
688	91.7	0.970 20	722	96.3	0.989 69	756	100.8	1.009 17
689	91.9	0.970 78	723	96.4	0.990 26	757	100.9	1.009 74
690	92.0	0.971 35	724	96.5	0.990 83	758	101.1	1.010 31
691	92.1	0.971 92	725	96.7	0.991 41	759	101.2	1.010 89
692	92.3	0.972 50	726	96.8	0.991 98	760	101.3	1.011 46
693	92.4	0.973 07	727	96.9	0.992 55	761	101.5	1.012 03

表 2 (完)

氮蒸气压 P_N		校正因子 B	氮蒸气压 P_N		校正因子 B	氮蒸气压 P_N		校正因子 B
mmHg	kPa		mmHg	kPa		mmHg	kPa	
762	101.6	1.012 61	775	103.3	1.020 05	788	105.1	1.027 50
763	101.7	1.013 18	776	103.5	1.020 63	789	105.2	1.028 08
764	101.9	1.013 75	777	103.6	1.021 20	790	105.3	1.028 65
765	102.0	1.014 32	778	103.7	1.021 77	791	105.5	1.029 22
766	102.1	1.014 90	779	103.9	1.022 35	792	105.6	1.029 80
767	102.3	1.015 47	780	104.0	1.022 92	793	105.7	1.030 37
768	102.4	1.016 04	781	104.1	1.023 49	794	105.9	1.030 94
769	102.5	1.016 62	782	104.3	1.024 07	795	106.0	1.031 51
770	102.7	1.017 19	783	104.4	1.024 64	796	106.1	1.032 09
771	102.8	1.017 76	784	104.5	1.025 21	797	106.3	1.032 66
772	102.9	1.018 34	785	104.7	1.025 78	798	106.4	1.033 23
773	103.1	1.018 91	786	104.8	1.026 36	799	106.5	1.033 81
774	103.2	1.019 48	787	104.9	1.026 93			

注:

液氮温度校正因子 B 由下式导出:

$$1 + 0.0573 \times \left[\frac{P_N - 98.7}{13.3} \right]$$

式中: P_N ——液氮温度下纯氮的蒸气压力,由氮蒸气压力温度计测定, kPa;98.7——用校正后仪器测定平衡压力下表面积 S (见表 3) 时的大气压, kPa。

如果压力用 mmHg 表示,则上式为:

$$1 + 0.0573 \times \left[\frac{P_N - 740}{100} \right]$$

表3 与平衡压力对应的 S 和 F 值

平衡压力		关联因子 F	表面积 S	平衡压力		关联因子 F	表面积 S
mmHg	kPa			mmHg	kPa		
100	13.3	0.006 99	255.7	140	18.6	0.010 94	213.8
101	13.4	0.007 08	254.6	141	18.7	0.011 05	212.8
102	13.5	0.007 17	253.5	142	18.9	0.011 17	211.8
103	13.7	0.007 26	252.4	143	19.0	0.011 28	210.8
104	13.8	0.007 35	251.3	144	19.1	0.011 39	209.8
105	13.9	0.007 44	250.2	145	19.3	0.011 51	208.8
106	14.1	0.007 53	249.1	146	19.4	0.011 62	207.9
107	14.2	0.007 62	248.0	147	19.5	0.011 73	206.9
108	14.3	0.007 71	247.0	148	19.7	0.011 85	205.9
109	14.5	0.007 81	245.9	149	19.8	0.011 97	204.9
110	14.6	0.007 90	244.8	150	19.9	0.012 08	204.0
111	14.7	0.007 99	243.7	151	20.1	0.012 20	203.0
112	14.9	0.008 09	241.7	152	20.2	0.012 32	202.0
113	15.0	0.008 18	241.6	153	20.3	0.012 44	201.1
114	15.1	0.008 28	240.5	154	20.5	0.012 56	200.1
115	15.3	0.008 37	239.5	155	20.6	0.012 68	199.2
116	15.4	0.008 47	238.4	156	20.7	0.012 80	198.2
117	15.5	0.008 56	237.3	157	20.9	0.012 93	197.3
118	15.7	0.008 66	236.3	158	21.0	0.013 05	196.3
119	15.8	0.008 76	235.2	159	21.1	0.013 17	195.4
120	15.9	0.008 86	234.2	160	21.3	0.013 30	194.5
121	16.1	0.008 96	233.1	161	21.4	0.013 42	193.5
122	16.2	0.009 06	232.1	162	21.5	0.013 55	192.6
123	16.3	0.009 16	231.0	163	21.7	0.013 68	191.7
124	16.5	0.009 26	230.0	164	21.8	0.013 81	190.7
125	16.6	0.009 36	229.0	165	21.9	0.013 93	189.8
126	16.7	0.009 46	227.9	166	22.1	0.014 06	188.9
127	16.9	0.009 56	226.9	167	22.2	0.014 19	188.0
128	17.0	0.009 66	225.9	168	22.3	0.014 33	187.1
129	17.1	0.009 77	224.9	169	22.5	0.014 46	186.1
130	17.3	0.009 87	223.8	170	22.6	0.014 59	185.2
131	17.4	0.009 97	222.8	171	22.7	0.014 73	184.3
132	17.5	0.010 08	221.8	172	22.9	0.014 86	183.4
133	17.7	0.010 19	220.8	173	23.0	0.015 00	182.5
134	17.8	0.010 29	219.8	174	23.1	0.015 13	181.6
135	17.9	0.010 40	218.8	175	23.3	0.015 27	180.7
136	18.1	0.010 51	217.8	176	23.4	0.015 41	179.8
137	18.2	0.010 61	216.8	177	23.5	0.015 55	178.9
138	18.3	0.010 72	215.8	178	23.7	0.015 69	178.1
139	18.5	0.010 83	214.8	179	23.8	0.015 83	177.2

表 3 (续)

平衡压力		关联因子 <i>F</i>	表面积 <i>S</i>	平衡压力		关联因子 <i>F</i>	表面积 <i>S</i>
mmHg	kPa			mmHg	kPa		
180	23.9	0.015 98	176.3	220	29.3	0.022 63	143.3
181	24.1	0.016 12	175.4	221	29.4	0.022 82	142.5
182	24.2	0.016 26	174.5	222	29.5	0.023 02	141.7
183	24.3	0.016 41	173.7	223	29.7	0.023 22	141.0
184	24.5	0.016 56	172.8	224	29.8	0.023 42	140.2
185	24.6	0.016 70	171.9	225	29.9	0.023 62	139.5
186	24.7	0.016 85	171.0	226	30.1	0.023 82	138.7
187	24.9	0.017 00	170.2	227	30.2	0.024 02	138.0
188	25.0	0.017 15	169.3	228	30.3	0.024 23	137.2
189	25.1	0.017 31	168.5	229	30.5	0.024 44	136.5
190	25.3	0.017 46	167.6	230	30.6	0.024 65	135.7
191	25.4	0.017 61	166.8	231	30.7	0.024 86	135.0
192	25.5	0.017 77	165.9	232	30.9	0.025 07	134.2
193	25.7	0.017 93	165.1	233	31.0	0.025 29	133.5
194	25.8	0.018 08	164.2	234	31.1	0.025 50	132.8
195	25.9	0.018 24	163.4	235	31.3	0.025 72	132.1
196	26.1	0.018 40	162.5	236	31.4	0.025 94	131.3
197	26.2	0.018 56	161.7	237	31.5	0.026 16	130.6
198	26.3	0.018 73	160.9	238	31.7	0.026 39	129.9
199	26.5	0.018 89	160.0	239	31.8	0.026 61	129.2
200	26.6	0.019 05	159.2	240	31.9	0.026 84	128.4
201	26.7	0.019 22	158.4	241	32.1	0.027 07	127.7
202	26.9	0.019 39	157.6	242	32.2	0.027 31	127.0
203	27.0	0.019 56	156.8	243	32.3	0.027 54	126.3
204	27.1	0.019 73	155.9	244	32.5	0.027 78	125.6
205	27.3	0.019 90	155.1	245	32.6	0.028 02	124.9
206	27.4	0.020 07	154.3	246	32.7	0.028 26	124.2
207	27.5	0.020 24	153.5	247	32.9	0.028 50	123.5
208	27.7	0.020 42	152.7	248	33.0	0.028 74	122.8
209	27.8	0.020 59	151.9	249	33.1	0.028 99	122.1
210	27.9	0.020 77	151.1	250	33.3	0.029 24	121.5
211	28.1	0.020 95	150.3	251	33.4	0.029 50	120.8
212	28.2	0.021 13	149.5	252	33.5	0.029 75	120.1
213	28.3	0.021 31	148.7	253	33.7	0.030 01	119.4
214	28.5	0.021 50	147.9	254	33.8	0.030 27	118.7
215	28.6	0.021 68	147.2	255	33.9	0.030 53	118.1
216	28.7	0.021 87	146.4	256	34.1	0.030 79	117.4
217	28.9	0.022 06	145.6	257	34.2	0.031 06	116.7
218	29.0	0.022 25	144.8	258	34.3	0.031 33	116.1
219	29.1	0.022 44	144.0	259	34.5	0.031 60	115.4

表 3 (完)

平衡压力		关联因子 F	表面积 S	平衡压力		关联因子 F	表面积 S
mmHg	kPa			mmHg	kPa		
260	34.6	0.031 88	114.7	280	37.3	0.038 01	102.1
261	34.7	0.032 16	114.1	281	37.4	0.038 36	101.5
262	34.9	0.032 44	113.4	282	37.5	0.038 70	100.9
263	35.0	0.032 72	112.8	283	37.7	0.039 55	100.4
264	35.1	0.033 01	112.1	284	37.8	0.039 40	99.8
265	35.3	0.033 30	111.5	285	37.9	0.039 76	99.2
266	35.4	0.033 59	110.8	286	38.1	0.040 12	98.6
267	35.5	0.033 88	110.2	287	38.2	0.040 49	98.0
268	35.7	0.034 18	109.6	288	38.3	0.040 86	97.4
269	35.8	0.034 48	108.9	289	38.5	0.041 23	96.8
270	35.9	0.034 79	108.3	290	38.6	0.041 61	96.3
271	36.1	0.035 09	107.7	291	38.7	0.042 00	95.7
272	36.2	0.035 41	107.1	292	38.9	0.042 38	95.1
273	36.3	0.035 72	106.4	293	39.0	0.042 78	94.6
274	36.5	0.036 04	105.8	294	39.1	0.043 17	94.0
275	36.6	0.036 36	105.2	295	39.3	0.043 57	93.4
276	36.7	0.036 68	104.6	296	39.4	0.043 98	92.9
277	36.9	0.037 01	104.0	297	39.5	0.044 39	92.3
278	37.0	0.037 34	103.4	298	39.7	0.044 81	91.8
279	37.1	0.037 67	102.8	299	39.8	0.045 23	91.2

表 4 125℃标准参比炭黑干燥样品性能的公认值(ISO/TR 6809)

特 性	单位	A-5 (1)	B-5 (1)	C-5 (1)	D-5 (1)	E-5 (1)	F-5 (1)	G (5)	ITRB (2)	IRB No. 6(3)	测试方法
吸碘值	g/kg	151.7 (± 1.62)	79.1 (± 0.82)	121.1 (± 0.96)	28.7 (± 1.08)	35.1 (± 1.08)	38.5 (± 1.20)			80 (± 1)	ISO 1304
CTAB 表面积	10 ³ m ² /kg	127.5 (± 2.08)	77.4 (± 2.56)	117.2 (± 1.36)	29.4 (± 1.06)	37.2 (± 1.30)	40.9 (± 1.18)		83		ISO 6810
氮吸附表面积	10 ³ m ² /kg	141.5 (± 1.02)	74.3 (± 0.68)	122.0 (± 1.82)	27.5 (± 0.32)	35.3 (± 0.58)	39.1 (± 0.58)				ASTM D-4820
压缩试样邻苯二甲酸二丁酯吸收值	10 ⁻⁵ m ³ /kg	118.4 (± 1.04)	86.5 (± 1.24)	98.7 (± 1.02)	57.8 (± 1.16)	72.7 (± 1.26)	88.9 (± 1.36)			87.2 (± 1)	ISO 6894
邻苯二甲酸二丁酯吸收值质量	10 ⁻⁵ m ³ /kg g	136.7 (± 1.24) 20	99.9 (± 1.10) 20	113.7 (± 0.96) 20	64.1 (± 1.06) 25	89.4 (± 1.32) 20	129.5 (± 1.02) 20	40		100 (± 1) 20	ISO 4656-1 或 ISO 4656-2
着色强度	%ITRB	123.1 (± 1.34)	98.3 (± 1.04)	117.5 (± 1.92)	49.5 (± 1.20)	55.3 (± 0.72)	58.0 (± 0.98)		100	99.2 (± 1.5)	ISO 5435

第二篇 动态吸附法

14 原理

将定量的标准参比炭黑及沉淀水合二氧化硅试样置于液氮温度下,以氦气为载气,氮气为吸附质的氮-氮一定比例的混和气流中,当氮气被吸附饱和时,再解吸,利用解吸过程中热导池参比臂与测量臂的电位变化,在记录仪或微机显示屏幕上划出解吸峰面积,并与标准参比炭黑对比,求出被测沉淀水合二氧化硅试样的比表面积。

15 试剂及材料

15.1 氮-氮混合气(体积比为 8 : 2):盛于钢瓶中,分析纯。

15.2 液氮。

16 仪器、设备

实验室通用仪器、设备及

16.1 HPDAI-88 型:高效动态吸附仪,见图 4。

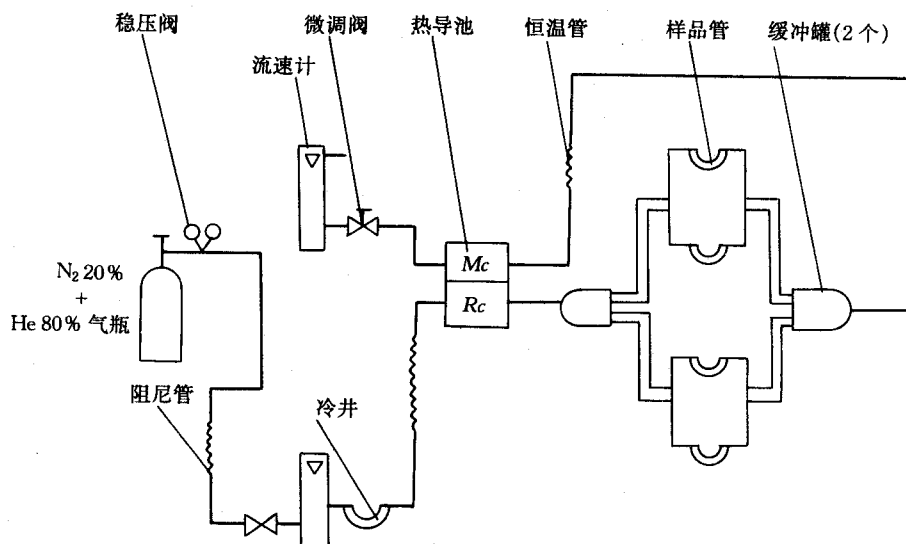


图 4 高效动态吸附仪图

16.2 杜瓦瓶:容量约 265 cm³。

16.3 分析天平:精度为 0.1 mg。

17 试验条件

17.1 试验应在相对湿度为 30%~80%,室温为 10~40℃ 范围内。

17.2 在无震动、无明火、空气流通环境中进行工作。

17.3 试验室应保持仪器、试剂不受烟气污染,周围空间无腐蚀性介质,无明显的电磁场干扰,以免影响试验结果。

18 采样

按 HG/T 3061 的规定进行。

19 试样制备

将试样在 $(160 \pm 10)^\circ\text{C}$ 用惰性气体吹扫 30 min。

20 测定步骤

20.1 准确称取定量的沉淀水合二氧化硅试样(精确至 0.1 mg),试样量按式(3)的经验公式确定:

$$\text{试样量} = \frac{20}{\text{被测试样比表面积估计值}(\text{m}^2)} \dots\dots\dots (3)$$

20.2 将试样倾于试样管中(防止粘附在管壁),试样管细口端与出气口相接,粗口端与进气管相接。要保证试样管底部和实验台间高度一致,以使试样管浸入液氮的深度相同。

20.3 以 $\phi 3 \text{ mm}$ 铜管一端与钢瓶的减压口相连,另一端与仪器的进口相接,旋紧螺丝直至不漏气为止。

20.4 接通电流,将电源线插头和仪器相连,另一端接于 220 V 电源上。

20.5 将主机上的信号输出线与记录仪信号插座或微机接口相接。

20.6 打开气路,调流速为 $120 \sim 150 \text{ cm}^3/\text{min}$,约 5~7 min,待气路中原存空气全部排出为止。

20.7 打开电源开关,调电压至 15 V,电流 100 mA。

20.8 按表 4 标准参比炭黑(ISO/TR 6809)选择衰减挡次,以使解吸峰全部记录在记录仪上或记录在微机中。

20.9 将液氮倒入杜瓦瓶内,要使四瓶液氮的高度保持一致。将试样管装于仪器上,吸附时将杜瓦瓶套于试样管上面。

20.10 待吸附平衡后,将显示器接口、主机电源依次打开,待屏幕上显示提出符号“)”后输入“GC↓”两个大写字母(↓表示回车键 RETURN)。接下输入“RUN↓”,此时屏幕出现“DATE”,待输入实验日期后,屏幕上显示出主菜单功能如下:

FUNCTIONS:

1 BASELINE TEST

2 CONSTANT=?

3 PEAK WIDTH=?

4 N=?

5 INPUT SAMPLE WEIGHT

6 SAMPLE TEST

7 EXIT

PLEASE INPUT YOUR SELECTION(1~7)?

20.11 菜单功能作用:

20.11.1 1 是基线测试。输入 1 后,扳进样开关,屏幕显示基线图形和数据,此时调正系统,待显示 100 个数左右且基线稳定后,将开关扳至结束位置,屏幕又回到主菜单。

20.11.2 2 是改变标准比表面积值。输入 2 后,屏幕上显示 CONSTANT=? 此时输入新的数据,按回车键,回到主菜单。

20.11.3 3 是改变峰的归并数。输入 3 后,屏幕上显示 PEAK WIDTH=? 此时输入新的归并数(一般峰小用的归并数要大,峰大归并数要小,但一定要用偶数),输入后回到主菜单。

20.11.4 4 是改变测试样品的个数。输入 4 后,屏幕上显示 N=? 此时输入新的 N 值。

20.11.5 5 是输入试样的质量。输入 5 后,屏幕上显示 STANDARD SAMPLE WEIGHT=? 输入标准参比炭黑质量;显示 SAMPLE WEIGHT OF NO 1=? 输入第一个被测沉淀水合二氧化硅的质量,直到输入第 N 个被测沉淀水合二氧化硅的质量。全部输入完后,按回车键回到主菜单。

20.11.6 6 是试样测试。输入 6 后,屏幕上显示 STANDARD SAMPLE。此时扳进样开关至进样位置,

出峰后,显示最终积分值可将开关扳回原位置。显示 DONT AGAIN(用不用再作标样),(Y/N)。Y——Yes 的意思,N——No 的意思。如不用再做,输一个 N,按回车↓,屏幕显示 SAMPLE NAME? 输入被测试样的名称,屏幕显示 ANALYSED SAMPLE,此时可进样。试样解吸进行结束后,扳回进样开关,屏幕可自动显示并打印出分析结果:

DATE

NO

SAMPLE NAME

AREA m^2/g

随后显示 SAMPLE NAME? 进行第二个试样解吸操作。同前,输入下一个试样,屏幕又显示: PRESSANY KEY TO CONTINUE,此时按任何一个键都可回到主菜单。再根据需要选择功能。

20.11.7 7 是退出程序。输入 7 后,回到原来状态。

20.11.8 当吸附平衡,微机主菜单的功能也全部选定后,可以开始测试了。解吸前要使微机处于工作状态,主菜单选择 6,此时,将液氮撤出,迅速将约 20~40℃的温水杯套到样品管上,解吸开始,立即将接口打印机进行开关扳到进样一端,待解吸完毕,将开关扳到停止,微机即可自动将数据进行处理。

21 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a 完全鉴别样品所需的资料;
 - b 本试验依据的标准编号(注明动态吸附法);
 - c 试样质量;
 - d 试验条件;
 - e 试验结果。
-