



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 10722—2014  
代替 GB/T 10722—2003

## 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

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

## 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 m<sup>2</sup>~50 m<sup>2</sup>”, 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。

# 炭黑 总表面积和外表面面积的测定 氮吸附法

**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

本标准规定了用 Brunauer、Emmett、Teller(B.E.T. NSA)的多分子层吸附理论多点法测定总表面积,以及用统计吸附层厚度表面积方法测定外表面积。

本标准适用于橡胶用炭黑、色素炭黑、乙炔炭黑和沉淀水合二氧化硅(白炭黑)。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 3778 橡胶用炭黑

GB/T 3782 乙炔炭黑

GB/T 7044 色素炭黑

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3061 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅

HG/T 3065 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 加热减量的测定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**氮吸附表面积** **nitrogen surface area; NSA**

$S_{NSA}$

按 B.E.T.理论,由氮吸附数据计算得到的炭黑总表面积。

### 3.2

**统计吸附层厚度表面积** **statistical thickness surface area; STSA**

$S_{STSA}$

使用 de Boer 理论和炭黑模型,由氮吸附数据计算出的外表面积。

## 4 原理

在液氮温度下,以炭黑或白炭黑从一定分压的氮气中吸附氮分子的数量来计算总表面积和外表面积。



## 5 试剂与材料

5.1 高纯氮,瓶装或其他来源。

5.2 高纯氮,瓶装或其他来源。

5.3 液氮,纯度 $\geq 98\%$ 。

## 6 仪器

6.1 多点静态体积气体吸附仪,带杜瓦瓶及操作所需的其他附件。

6.2 样品管,当样品管与吸附仪连接时,应保证密封,使管内外每变化一个大气压,管内的氮气泄漏率应小于  $10^{-5}$  mL/min。

6.3 分析天平,精度 0.1 mg。

6.4 加热套或其他加热装置,能控制温度在  $(160 \pm 10)^\circ\text{C}$  和  $(300 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

6.5 烘箱,重力对流型且能控温  $(125 \pm 10)^\circ\text{C}$ 、 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

## 7 采样

按 GB 3778、GB/T 3782、GB/T 7044 和 HG/T 3061 采样。

## 8 试样的制备

### 8.1 试样脱气前准备

8.1.1 取适量炭黑于温度为  $(125 \pm 10)^\circ\text{C}$  的烘箱中干燥 1 h,若已知试样中水分很少或连续的处理过程确保水分已被除去,可省略此步。白炭黑的试样制备,宜按 HG/T 3065 的规定加热至恒重。

注:粉状试样宜用压块机制样后进行测试。

8.1.2 在试样脱气条件下处理空样品管至少 10 min,称量样品管并记录质量,精确至 0.1 mg。

8.1.3 称量试样质量,使管内试样的表面积为  $20\text{ m}^2 \sim 50\text{ m}^2$ 。按 8.2 或 8.3 进行脱气。

注:管内试样的表面积 = 试样质量  $\times$  氮吸附表面积。

### 8.2 流动脱气

8.2.1 打开气体控制阀,把气体分配管插入样品管中,用氮气或氮气净化处理至少 1 min。

8.2.2 将加热套或其他加热源套在样品管上,在规定温度下脱气 0.5 h 或更长时间,以确保除去样品管上部痕量的凝结水,最少的脱气时间应由能否测得稳定的表面积来确定。表面积不会随脱气时间的延长而增加。

注 1:橡胶用炭黑、色素炭黑和乙炔炭黑规定脱气温度为  $(300 \pm 10)^\circ\text{C}$ ,白炭黑规定脱气温度为  $(160 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

注 2: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。

8.2.3 一旦确定了典型的脱气时间,以后试样脱气时间以此为基础,若有必要,亦可增加合理脱气时间。有些试样脱气时间会低于 0.5 h,特别是含水量极少的试样。任何情况下脱气操作的最少时间应能保证得到稳定表面积。

8.2.4 脱气并冷却后,可以直接将样品管移到测试仪器上,否则,应将样品管从加热源处移开,并继续保持净化气流直至做好分析测试准备。

### 8.3 真空脱气

8.3.1 将装置保持在大气压下,把装有试样的样品管接到脱气装置上。

8.3.2 按装置规定的操作步骤进行脱气。

8.3.3 将加热套或其他加热源套在样品管上,按注1、注2要求脱气0.5 h或更长时间,同时要求达到并保持管内压强小于1.4 Pa。

8.3.4 一旦确定了典型的脱气时间,以后试样脱气时间以此为基础,若有必要,亦可增加合理脱气时间。有些试样脱气时间会低于0.5 h,特别是含水量极少的试样。任何情况下脱气操作的最少时间应能保证得到稳定表面积。

## 9 分析步骤

9.1 参阅多点静态气体吸附仪的使用手册或技术说明书,并熟练掌握这些操作步骤。

9.2 提前0.5 h~1 h将液氮装入杜瓦瓶中,使其温度达到平衡。每天测试结束后应净化杜瓦瓶并使其干燥。

9.3 准确测定液氮的饱和蒸气压( $p_0$ ),并重复测定,直到连续两次测得的饱和蒸气压之差不超过0.13 kPa。

注:在 $p_0$ 管浸泡在液氮中保持温度平衡的情况下,连续两次 $p_0$ 测量之间至少间隔10 min。若测量时间间隔较短,将导致 $p_0$ 值增大或不稳定。

9.4 用氦气测定或通过计算(一般假定炭黑密度为1.9 g/mL,白炭黑密度为2.0 g/mL)来确定样品管剩余空间的体积。

9.5 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5个均匀分布的数据点。对于一些试样,特别是N100和N200系列,还需增加在 $p/p_0$ 为0.05和0.075两个点的数据,以提高测定NSA值的准确性。每个数据点应包括平衡状态的相对压强和相应的试样吸附氮气总体积。

9.6 称量装有干试样的样品管质量,精确至0.1 mg。称量可在吸附操作前或后进行,也可仔细地将所有试样从样品管倒入称过皮重的盘中直接称量试样质量。使用氦气时,会因样品管内的氦气对试样产生1 mg/mL的浮力而引起质量偏差。

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。

## 10 结果计算

### 10.1 说明

大多数自动分析仪器在完成分析时均能执行下面的计算。操作人员应验证仪器内部的计算符合下面的方法。

### 10.2 试样质量

按式(1)计算,精确至0.1 mg。

$$m = m_1 - m_0 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m$  ——干品试样质量的数值,单位为克(g);

$m_1$  ——样品管与试样质量的数值,单位为克(g);

$m_0$  ——样品管质量的数值,单位为克(g)。

## 10.3 被吸附的氮气体积

按式(2)计算被每克试样吸附的氮气总体积( $V_a$ ),精确至 0.000 1 mL/g。

$$V_a = \frac{V_0}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V_a$  ——每克试样吸附的氮气总体积的数值,单位为毫升每克(mL/g);

$V_0$  ——每次测定吸附氮气体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$  ——干品试样质量的数值,单位为克(g)。

10.4 氮吸附表面积( $S_{NSA}$ )

10.4.1 确定氮吸附表面积  $S_{NSA}$  的 B.E.T.理论即 Brunauer、Emmett、Teller 方程如式(3):

$$\frac{p}{V_a(p_0 - p)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \times \frac{p}{p_0} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$p$  ——表压的数值,单位为千帕(kPa);

$p_0$  ——氮的饱和蒸气压的数值,单位为千帕(kPa);

$V_m$  ——标准状态下,每克氮按单分子层排列所占的体积,单位为毫升每克(mL/g);

$C$  ——与单分子层吸附热的平均值有关的常数。

10.4.2 以  $p/p_0$  为  $x$  轴,  $p/V_a(p_0 - p)$  为  $y$  轴作图,取  $p/p_0$  在 0.05~0.30 范围内的数据,即 B.E.T.方程的线性区间。

10.4.3 取能做出最好直线关系的 3 个或更多数据点,所选点数应满足相关系数  $>0.999$ ,以计算直线在  $y$  轴上的截距和斜率,进而计算表面积。表 2 列出了一些如何选择适宜相对压强范围的例子。

10.4.4 也可根据下面表 1 列出的炭黑及白炭黑相应的表面积范围来确定适宜的相对压强。

表 1 相对压强范围的确定

试样表面积范围	相对压强范围
$\leq 100 \text{ m}^2/\text{g}$ 的炭黑	0.1~0.3
$100 < \text{表面积} < 130 \text{ m}^2/\text{g}$ 的炭黑	0.05~0.2
表面积 $\geq 130 \text{ m}^2/\text{g}$ 的炭黑	0.05~0.1
白炭黑	0.05~0.2
注:操作人员应确认该指导性规定对所测试样的适用性。	

10.4.5 如果一幅 B.E.T.图产生负截距,则表明试样可能存在直径小于 2 nm 的微孔,不过其他因素也会导致负截距。表面积是通过在规定的压强范围内能产生最高相关系数和正截距的三个或更多数据点计算得到的。

10.4.6 按式(4)计算氮吸附表面积  $S_{NSA}$  ( $\text{m}^2/\text{g}$ ),精确至 0.1  $\text{m}^2/\text{g}$ 。

$$S_{NSA} = V_m \times S_N \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$V_m$  ——标准状态下每克氮按单分子层排列所占的体积,单位为毫升每克(mL/g),  $V_m = 1/(B + M_1)$ ;

$M_1$  ——直线的斜率,  $\pm 10^{-5}$ ;

- $B$  ——  $y$  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 ( $m^2$ ) ( $S_N = 4.35$ );
- $6.02 \times 10^{23}$  —— 阿伏加德罗常数;
- $\sigma$  —— 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),  $t (10^{-10} \text{ m})$  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  $t$ :

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

- 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。



10.5.4 按式(6)计算  $S_{\text{STSA}}$  ( $\text{m}^2/\text{g}$ ), 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  $\text{m}^2/\text{g}$  ( $k=15.47$ )。

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( $S_{\text{NSA}}$ )

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( $S_{\text{STSA}}$ )

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:

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

附 录 A  
(资料性附录)

本标准与 ASTM D 6556-10 相比的结构变化情况

本标准与 ASTM D 6556-10 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ASTM D 6556-10 的章条对照情况

本标准章条编号	ASTM D 6556-10 章条编号
1	1.1
—	1.2,1.3
2	2
3	—
—	4
4	3.1
5~12	5~12
注 1	—
注 2	—
—	8.3
—	9.2,9.3
10.6	—
附录 A	—

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
炭 黑 总表面积和外表面积的测定  
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](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

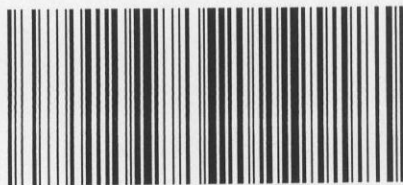
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

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



GB/T 10722-2014

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