

前 言

本标准是方法标准，等效采用美国材料与试验协会 ASTM D 1512—93《炭黑 pH 值的测定》。

本标准与 ASTM D 1512—93 的主要技术差异：

ASTM D 1512—93 规定了两种测定炭黑 pH 值的方法（煮沸炭黑泥浆法和超声炭黑泥浆法）根据国内的实际情况，本标准只规定了用煮沸炭黑泥浆法来测定硅铝炭黑 pH 值。

ASTM D 1512—93 要求所用试剂应符合美国化学协会分析试剂分委会的要求，本标准规定所使用的试剂均应符合国家标准分析纯等级，多年的实践证明国内试剂已达到国际上同类试剂水平。

ASTM D 1512—93 要求使用不锈钢或铜容器，而本标准规定用烧瓶煮沸蒸馏水，实践证明，使用烧瓶煮沸蒸馏水符合要求。

附录 A 为标准的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出；

本标准由化工部炭黑工业研究设计所归口；

本标准由化工部炭黑工业研究设计所负责起草；

本标准主要起草人：于莲、胡开碧、薛蕾。

硅铝炭黑 pH 值的测定

1 范围

本标准规定了硅铝炭黑 pH 值的测定方法。

本标准适用于各种类型的硅铝炭黑 pH 值的测定。

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。在标准出版时，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。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法 (eqv ISO 3696:1987)

HG/T 2796—1996 硅铝炭黑包装、贮运、采样及验收方法

3 仪器

3.1 pH 计：精度为 ± 0.1 ¹⁾

3.2 烧瓶²⁾：容量 500 cm³ 或 1000 cm³。

3.3 电炉或电热板。

3.4 高速研磨机、混样器或研钵、研杵。

3.5 玻璃烧杯，容量为 50 cm³ 或 100 cm³。

3.6 工业天平：精确至 0.1 g。

3.7 分析天平：精确至 0.1 mg。

3.8 表面皿：尺寸大小适应于所用的烧杯。

4 试剂

4.1 碳酸钠 (Na₂CO₃)：分析纯

4.2 碳酸氢钠 (NaHCO₃)：分析纯

4.3 95%乙醇 (C₂H₅OH)：分析纯

4.4 丙酮 (CH₃COCH₃)：分析纯

4.5 磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄)：分析纯

4.6 磷酸二氢钾 (KH₂PO₄)：分析纯

4.7 邻苯二甲酸氢钾 (KHC₈H₄O₄)：分析纯。

4.8 蒸馏水：符合 GB/T 6682 三级水的要求。使用前应将其放入一个耐化学腐蚀的玻璃容器

采用说明：

1) ASTM D 1512 所用 pH 计精度为 ± 0.05 。

2) ASTM D 1512 规定使用不锈钢或铜制烧杯。

(3.2) 中煮沸³⁾ 5~10 min 并加盖冷却, 放置时间不超过 30 min。

4.9 标准缓冲溶液: pH 值为 4.00; 7.00; 10.00 (具体要求见附录 A)

5 采样

按 HG/T 2796 的第 5 章执行。

6 步骤

6.1 用双份试样进行测定。

用高速研磨机、混样机或研钵和研杵将粒状或块状硅铝炭黑研成粉末状。

6.2 称取硅铝炭黑 5 g (称准至 0.1 g) 移入 100 cm³ 烧杯中。

6.3 加入 50 cm³ 经煮沸并冷却的蒸馏水。

6.4 将表面皿盖在玻璃烧杯上, 在电炉或电热板上煮沸 15 min, 注意不允许煮沸至干。

6.5 取下烧杯, 将盖有表面皿的烧杯置于不受化学气体污染的环境中冷却至室温。

6.6 按仪器操作程序用与炭黑 pH 相近的标准缓冲溶液 (见附录 A) 校正 pH 计。用蒸馏水冲洗电极, 在每次测试后应将电极擦净。

6.7 置电极于悬浮液中, 沿不同方向轻轻转动烧杯, 直至得到稳定的 pH 值, 并记录 pH 值, 精确至 0.1 pH。

6.8 用蒸馏水冲洗电极并擦净, 当试验结束后, 应将电极浸泡在蒸馏水中。

7 结果表示

7.1 硅铝炭黑试样的 pH 值以 pH 计所显示的数字表示。

7.2 允许差: 两次测定结果之差不得超过 0.5 pH。

8 试验报告

8.1 试验报告应包括下列项目:

8.1.1 本试验依据的标准编号;

8.1.2 样品的类别和标志;

8.1.3 两次测试结果的平均值, 报告准确到 0.1 pH;

8.1.4 试验中出现的异常现象;

8.1.5 注明在本标准中没有规定的操作步骤。

采用说明:

3) ASTM D 1512 对蒸馏水的煮沸时间没有规定。

标准缓冲溶液

表 A 1 标准缓冲溶液

序号	试剂名称	溶液浓度 g/L	试剂处理	蒸馏水的 水质要求	试剂等级
1	邻苯二甲酸氢钾 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	10.12	110℃下 干燥 1 h	不必除去 溶解的 二氧化碳	分析纯
2	磷酸二氢钾 KH_2PO_4	3.388			
	磷酸氢二钠 Na_2HPO_4	3.533			
3	磷酸二氢钾 KH_2PO_4	1.179			
	磷酸氢二钠 Na_2HPO_4	4.302			
4	碳酸氢钠 NaHCO_3	2.092	室温	煮沸 15 min	
	碳酸钠 Na_2CO_3	2.640	270℃下 灼烧 1 h		

表 A 2 标准缓冲溶液 pH 值与温度对应表

序号	溶液	pH 值	温度, ℃							
			0	10	20	25	30	35	40	50
1	10.12 g/L 邻苯二甲酸氢钾		4.003	3.998	4.002	4.008	4.015	4.024	4.035	4.060
2	3.388 g/L 磷酸二氢钾+ 3.533 g/L 磷酸氢二钠		6.984	6.923	6.881	6.865	6.853	6.844	6.838	6.833
3	1.179 g/L 磷酸二氢钾+ 4.302 g/L 磷酸氢二钠		7.534	7.472	7.429	7.413	7.400	7.389	7.380	7.367
4	2.092 g/L 碳酸氢钠+ 2.640 g/L 碳酸钠		10.317	10.179	10.062	10.012	9.966	9.925	9.889	9.828