

ICS 83.040.20
G 49



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.6—2007
代替 GB/T 3780.6—1998, GB/T 7050—2003

炭黑 第6部分:着色强度的测定

Carbon black—Part 6: Determination of tinting strength

(ISO 5435:1994, Rubber compounding ingredients—Carbon black—Determination of tinting strength, MOD)

2007-11-28 发布

2008-06-01 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：吸油值的测定和试样制备(压缩试样)；
- 第 5 部分：比面积的测定 CTAB 法；
- 第 6 部分：着色强度的测定；
- 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 6 部分。

本部分修改采用 ISO 5435:1994《橡胶配合剂 炭黑 着色强度的测定》。

本部分根据 ISO 5435:1994 重新起草。为了方便比较,在资料性附录 C 中列出了本部分条款和 ISO 5435:1994 标准条款的对照一览表。

考虑到我国国情,为方便标准使用者,在采用 ISO 5435:1994 时做了一些修改。本部分与 ISO 5435:1994 的主要差异如下：

- 修改了标准名称；
- 引用了与国际标准有对应关系的我国标准,增加了 GB/T 3778、GB/T 7044、GB/T 8170 及 GB/T 15338(本部分第 2 章)；
- 增加对试剂氧化锌的要求(本部分 4.2),这是由于我国无专门用于炭黑测试的氧化锌标准物质,而其对测试结果的影响较大；
- 增加用于清理研磨机平板的“溶剂”(本部分的 4.3)；
- 增加色素炭黑定位用国产标准参比炭黑 3#(SRB3#)(本部分的 4.4),因为 ITRB 与 SRB3# 的反射率不同；
- 将各种型号的设备所用的玻璃板及墨浆涂敷器的要求列入了仪器一章(本部分的第 5 章),这样使标准结构更紧凑；
- 试验条件仅规定温度(本部分的第 7 章),因为湿度条件对测试结果的影响不明显；
- 增加用 FHD-1 型反射式黑度计进行测量的方法(本部分的 8.3.1),因为该设备在我国被广泛使用；
- 增加用 0.140 0 g ITRB 工业标准参比炭黑进行仪器校准时的校准着色值:136.5~141.9,这是为了满足我国炭黑生产质量控制需要(本部分的 8.4.1 的表 1)；
- 删除 ISO 5435:1994 中的米克比色计测量法,因为该方法中的玻璃载片的光学性能会严重影响测试结果；

- 删除 ISO 5435:1994 中的登什克隆反射仪法,因为我国无单位使用该仪器;
- 删除计算结果中的注,因为在仪器校准中已规定了工业标准参比炭黑 ITRB 着色值的允许波动范围;
- 增加精密度的规定,这使标准更加完善(本部分的第 10 章);
- 增加资料性附录 B“反射仪校准计算实例”,便于使用者正确执行标准规定;
- 增加资料性附录 C“本部分章条编号与 ISO 5435:1994 章条编号对照”。

为便于使用,本部分还做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本部分”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言。

根据国家清理整顿标准的要求,本部分已整合并同时代替了 GB/T 3780.6—1998《橡胶用炭黑着色强度试验方法》和 GB/T 7050—2003《色素炭黑 着色力的测定》。

本部分与 GB/T 3780.6—1998 和 GB/T 7050—2003 相比主要变化如下:

- a) 修改了标准名称;
- b) 不规定注射器的体积,只规定其精度(GB/T 3780.6—1998 的 5.5,GB/T 7050—2003 的 5.5,本部分的 5.6);
- c) 增加对试剂氧化锌的要求(本部分的 4.2);
- d) 增加用 0.140 0 g ITRB 工业标准参比炭黑进行仪器校准时的校准着色值:136.5~141.9 (本部分的 8.4.1 的表 1);
- e) 分析步骤中增加埃里克森着色试验仪的具体测试步骤(本部分的 8.3);
- f) 取消了 FHD-1 反射式黑度计测量法中的玻璃载片法,涂层制膜法用玻璃板的厚度由 3 mm~5 mm 代替 5 mm(GB/T 3780.6—1998 的 5.8.2.2,本部分的 5.8.1);
- g) 增加规定橡胶用炭黑和色素炭黑分别用不同的标准参比炭黑进行仪器定位(本部分的 8.3.1.2 的注);
- h) 附录 A 中用标准参比炭黑 A6、B6、C6、D6、E6、F6 和 SRB3 # 的着色强度值代替 A4、B4、C4、D4、E4、F4、SRB2 # 的着色强度值;
- i) 增加附录 B“反射仪校准计算实例”;
- j) 增加附录 C“本部分章条编号与 ISO 5435:1994 章条编号对照”。

本部分的附录 A、附录 B、附录 C 是资料性附录。

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。

本部分起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院、天津海豚炭黑有限公司。

本部分主要起草人:余艳、王定友、马宝亮。

本部分所代替部分的历次版本发布情况为:

- GB/T 3780.6—1983、GB/T 3780.6—1991、GB/T 3780.6—1998;
- GB/T 7050—1986、GB/T 7050—1993、GB/T 7050—2003。

炭黑 第6部分:着色强度的测定

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

本部分规定了以工业着色参比炭黑(ITRB)为基准相比较,用反射仪测定橡胶用炭黑着色强度的方法。

本部分还规定了以国产标准参比炭黑3#(SRB3#)为基准相比较,用反射仪测定色素炭黑着色力(着色强度)的方法。

本部分适用于各类橡胶用炭黑及各类色素炭黑。

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 3780.8 炭黑加热减量的测定(GB/T 3780.8—2002,eqv ISO 1126:1992)

GB/T 7044 色素炭黑

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 9578 标准参比炭黑3#

GB/T 15338 炭黑试验方法精密度和偏差的确认

3 原理

工业着色参比炭黑(ITRB)或标准参比炭黑3#(SRB3#)与氧化锌和液体增塑剂相混合,将得到的糊状物研磨均匀。然后涂敷成厚度均匀的薄膜,用对不同灰色梯度灵敏的反射仪,测量其光的反射率。

按相同方法混合试样,并测量其光的反射率,由两个光的反射率之比值,可得到试样的着色强度。

4 试剂与材料

4.1 增塑剂。

4.1.1 环氧大豆油,橡胶用炭黑用。浅黄色油状透明液体,20℃时密度为 $(0.995 \pm 0.005) \text{g/cm}^3$ 。为防止因浑浊导致测试结果不正确,环氧化大豆油应保存在20℃以上的环境中。

4.1.2 精制4#亚麻仁油,色素炭黑用。运动黏度 $(4.0 \sim 5.0) \text{Pa} \cdot \text{s}$ (20℃)。

4.2 氧化锌(ZnO),分析纯。在使用时所测数据应符合本标准8.4.1表1及附录A的规定。

4.3 溶剂,低毒。如:乙醇等。

4.4 工业着色参比炭黑(ITRB)或国产标准参比炭黑3#(SRB3#)(以下简称标样)。

4.5 标准参比炭黑,见附录A。

5 仪器

5.1 分析天平,精度0.1 mg。

- 5.2 烘箱,重力对流型,可控温度为 $(125 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。
- 5.3 自动平板研磨仪,可调整压力为 0.017 MPa,磨砂玻璃面,带自动记数计。
- 5.4 反射仪,测量范围 0~199.9,分辨率 0.1。本方法使用两种不同品牌的仪器为基础,其他仪器亦可使用,但应具有相同性能。
- 5.5 调墨刀,具韧性,不锈钢质,锥形,长(100~150)mm。
- 5.6 注射器,精度 0.02 cm³。
- 5.7 墨浆涂敷器,槽深为(0.07~0.10)mm,能制备出厚度均匀的薄膜。
- 5.8 玻璃板。
 - 5.8.1 用 FHD-1 反射式黑度仪测试时,玻璃板的尺寸为:约 250 mm×80 mm×(3~5)mm。
 - 5.8.2 用埃里克森(Erichsen)着色试验仪 527 型时,玻璃板的尺寸为:约 750 mm×500 mm×10 mm。

6 采样

按 GB 3778 或 GB/T 7044 规定进行。

7 试验条件

室温宜控制在 $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

8 分析步骤

8.1 墨浆的制备。

8.1.1 按 GB/T 3780.8 规定,干燥适量的氧化锌(4.2)、试样炭黑及足够量的标样(4.4),并置于干燥器中冷却至室温。

注:炭黑不宜重复干燥。

8.1.2 测定试样的着色强度或着色力,用下列量的炭黑制备双份墨浆:

N100~N400 系列炭黑和着色力不低于 90 的色素炭黑称取 0.100 0 g \pm 0.1 mg;

N500~N700 系列炭黑和着色力低于 90 的色素炭黑称取 0.200 0 g \pm 0.1 mg。

8.1.3 称取氧化锌 3.750 0 g \pm 0.1 mg,再分别称取 0.100 0 g 标样,及 8.1.2 中规定量的试样炭黑(粒状炭黑应压碎),准至 0.1 mg。

8.1.4 用注射器(5.6)吸取 (2.20 ± 0.02) cm³增塑剂(4.1)注至自动研磨仪(5.3)下玻璃板的中心位置。

注:如用 2.20 cm³增塑剂,其墨浆的流动性不易控制,允许取 2.00 cm³。

8.1.5 将氧化锌和炭黑置于增塑剂(8.1.4)中。

8.1.6 用调墨刀(5.5)将三种物质充分地混合在一起,将粘附在调墨刀上的墨浆清理至研磨仪的上平板,使墨浆损失为最少。

8.1.7 合上研磨仪的上平板,调节研磨仪压力,使两平板间压力为 0.017 MPa(当使用平板直径为 18.4 cm 的研磨仪时,受力为 445 N)。研磨 25 转。

8.1.8 打开平板,用调墨刀刮上平板,将所有的墨浆尽可能转移到下平板上,然后随着下平板的转动,用调墨刀在平板上将墨浆涂布成扁平的圆饼状,再将全部墨浆收集到平板的中心位置。

8.1.9 重复步骤 8.1.6~8.1.8 三次,共计 4×25 转。

8.1.10 置绝大部分墨浆于光滑洁净的玻璃板一侧顶端,待用。并用溶剂和软纸擦净研磨仪平板。

8.2 墨浆薄膜的制备。

8.2.1 用墨浆涂敷器(5.7)以适当、稳定的压力在约(2~3)s 内将墨浆(8.1.10)从顶端刮涂到底端,形成墨浆薄膜。

8.2.2 制成的墨浆薄膜宽度约 50 mm,表面均匀、平整。否则用调墨刀将墨浆收集后(不必清除粘附

在制膜器上的墨浆),重复 8.2.1 步骤,直至得到表面均匀、平整的墨浆薄膜。

注:制成的墨浆薄膜宜停放 30 min 再测试。

8.3 墨浆反射率的测定。

8.3.1 用 FHD-1 型反射仪测试:

8.3.1.1 将标样墨浆置于仪器反射头下方,使墨浆面对着反射仪的光孔,距墨浆膜顶端 20 mm 内的墨浆不予考虑。

8.3.1.2 按仪器使用说明书的要求对仪器进行定位。然后测定四个不同部位的反射率,记录每个读数。如果四个读数均在 79.5~80.5 之间,认为符合要求,否则应按 8.1~8.2 的步骤重新制备标样墨浆。同时测定另一份标样墨浆的反射率。

注:测定橡胶用炭黑着色强度定位用 ITRB,测定色素炭黑着色力定位用 SRB3#。

8.3.1.3 如果两份标样墨浆的反射率均在 79.5~80.5 之间,可用调墨刀将两份墨浆混合均匀,并再次对反射仪进行定位。

8.3.1.4 如果两份墨浆的反射率不在 79.5~80.5 之间,须重新制备一份含 0.100 0 g 标样的墨浆,按相同步骤操作。然后从三份墨浆中选出反射率在 79.5~80.5 之间的两份,按 8.3.1.3 的要求重新操作一次。

8.3.1.5 将试样墨浆置于反射头下方,使墨浆面对着反射仪的光孔,离墨浆膜顶端 20 mm 内的墨浆不予考虑。待稳定(15~20)s 后,测定 4 个不同部位的反射率,记录每个读数。并取其平均值。

8.3.2 用埃里克森着色试验仪(Erichsen Tint Tester)527 测量。

8.3.2.1 用标样墨浆薄膜按仪器使用说明书对仪器进行定位。

8.3.2.2 将试样墨浆置于反射头下方,使墨浆面对着反射仪的光孔,离墨浆膜顶端 20 mm 内的墨浆不予考虑。待稳定(15~20)s 后,测定 4 个不同部位的反射率,记录每个读数。并取其平均值。

8.4 仪器的校准。

8.4.1 按表 1 规定的炭黑量制备双份墨浆。

表 1 ITRB 称样量及其反射率

ITRB/ g	标准着色强度值/ %	允许范围/ %
0.090 0	90	89.3~90.7
0.100 0	100	99.2~100.8
0.110 0	110	109.1~110.9
0.120 0	120	119.0~121.0
0.130 0	130	129.0~131.0
0.140 0	140	136.5~141.9

8.4.2 按 8.1~8.3 的步骤测试各标样的反射率值。

8.4.3 若表 1 中各标样的实测着色强度值不符合标准着色强度值及其允许范围的要求,则以标准着色强度值对测定着色强度值作图,或确定一个最佳方程。

8.4.4 根据需要,用标准参比炭黑(4.5)按 GB/T 15338 定期地对仪器、试剂、材料、方法进行检查、校准,参见附录 A、附录 B。

9 结果计算

9.1 着色强度 T 以标样对试样的光反射率之比计,如式(1)所示,数值以%表示:

$$T = \frac{R}{S} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

R——0.100 0 g 标样的反射率值；

S——试样反射率值。

9.2 若仪器需要校准,则用该仪器测试的着色强度或着色力值应带入 8.4.3 确定的曲线或方程加以校准。

注: N500、N600 和 N700 系列炭黑,其称样量为 0.200 0 g,着色强度值应除以 2 后再使用 8.4.3 确定的曲线或方程加以校准。

9.3 计算结果比 GB 3778 或 GB/T 7044 中规定的有效位数增加一位,如有多次测量结果,取其平均值,然后按 GB/T 8170 进行数值修约。

10 精密度

10.1 重复性:两次测定结果之差不大于其平均值的 2.79%;

10.2 再现性:两个测定结果之差不大于其平均值的 5.73%。

11 试验报告

试验报告包括下列项目:

- a) 试样名称及标识;
- b) 本试验依据的标准;
- c) 本试验所使用的反射仪;
- d) 所用的标样: ITRB 或 SRB3 #;
- e) 试验结果(均值或中位数、测试次数);
- f) 与基本分析步骤的差异;
- g) 试验中出现的异常现象;
- h) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

标准参比炭黑着色强度标准值

标准参比炭黑着色强度值见表 A.1。

表 A.1 标准参比炭黑着色强度值

标准参比炭黑	着色强度值/%	标准参比炭黑	着色强度值/%
A-6 N134	129.8±4.11	A-7 N326	109.6±1.95
B-6 N220	117.8±3.36	B-7 N134	129.2±2.13
C-6 N326	113.1±1.68	C-7(HS-Tread)	111.4±2.04
D-6 N762	56.8±2.01	D-7(LS-Carcass)	41.7±0.78
E-6 N660	60.0±1.92	E-7 N660	59.9±1.35
F-6 N683	51.7±1.47	F-7 N683	52.7±1.41
SRB3 (N330)	104.8±1.96		

附录 B
(资料性附录)
反射仪校准计算实例

B.1 反射仪校准原始数据 (见表 B.1)

表 B.1 反射仪校准原始数据

序号	ITRB量 m_i/g	ITRB着色强度标准值 $y_i/\%$	ITRB着色强度实测值 $x_i/\%$	y_i^2	$x_i y_i$	ITRB着色强度校准值 y_c
1	0.090 0	90	90.4	8 100	8 136	89.9
2	0.100 0	100	100.2	10 000	10 020	100.1
3	0.110 0	110	110.0	12 100	12 100	110.3
4	0.120 0	120	119.0	14 400	14 280	119.7
5	0.130 0	130	128.5	16 900	16 705	129.6
6	0.140 0	140	138.9	19 600	19 446	140.4
$n=6$	0.690 0	$T_y=690$	$T_x=687$	$\sum y_i^2=81\ 100$	$\sum x_i y_i=80\ 687$	—

B.2 用最小二乘法计算回归方程 [见式(B.1)~式(B.5)]

$$L_{xy} = \sum x_i y_i - \frac{T_x T_y}{n} = 1\ 682 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

$$L_{yy} = \sum y_i^2 - \frac{T_y^2}{n} = 1\ 750 \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

$$a = \frac{L_{xy}}{L_{yy}} = 0.961\ 1 \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

$$b = \frac{T_x - a T_y}{n} = 3.969 \quad \dots\dots\dots (B.4)$$

则计算校准值的回归方程为:

$$y_c = \frac{x_T - b}{a} \quad \dots\dots\dots (B.5)$$

式中:

y_c ——着色强度校准值;

x_T ——着色强度实测值。

B.3 结果表示

试样的着色强度值 y_c 按式(B.5) 计算。

附 录 C
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 5434:1994 章条编号对照

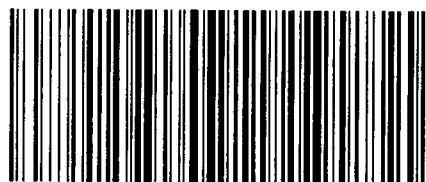
表 C.1 给出了本部分章条编号与 ISO 5434:1994 章条编号一览表。

表 C.1 本部分章条编号与 ISO 5434:1994 章条编号对照

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
4.1.1	4.1
4.1.2	—
4.2	4.3
4.3	—
4.4	4.2
4.5	4.4
5.2	5.3
5.3	5.2
5.4	5.6
5.5	5.4
5.6	5.5
5.7	7.2.1.1.2
5.8.1	—
5.8.2	7.2.1.1.3
6	—
7	6
8.1.1	7.1.1
8.1.2	7.1.11
8.1.3	7.1.2
8.1.4	7.1.3
8.1.5	7.1.4
8.1.6	7.1.5
8.1.7	7.1.6
8.1.8	7.1.7
8.1.9	7.1.8
8.1.10	—
8.2	7.2.1.2.1
8.3.1	—
8.3.2	7.2.1.2.2~7.2.1.3.4
8.4	7.1.10、7.2.1.3.5

表 C.1 (续)

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
9.1、9.2	8
9.3	—
10	—
11	9
附录 A、附录 B、附录 C	—
注：表中的章条以外的本部分其他章条编号与 ISO 5434:1994 其他章条编号均相同且内容相对应。	



GB/T 3780.6-2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31002

定价: 14.00 元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
炭 黑 第 6 部 分：着 色 强 度 的 测 定
GB/T 3780.6—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

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
2008年4月第一版 2008年4月第一次印刷

*

书号：155066·1-31002 定价 14.00 元

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)68533533