

ICS 83.040.30
G 49



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.2—2007
代替 GB/T 3780.2—2003, GB/T 7046—2003

炭黑 第2部分:吸油值的测定

Carbon black—Part 2: Determination of oil absorption number

2007-12-13 发布

2008-07-01 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

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：比表面积的测定 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：筛余物的测定 水冲洗法。

本部分是 GB/T 3780 的第 2 部分。

本部分修改采用 ASTM D 2414:2005a《炭黑吸油值(OAN)标准测试方法》。

本部分根据 ASTM D 2414:2005a 重新起草。为了方便比较,在资料性附录 E 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 2414:2005a 时做了一些修改。本部分与 ASTM D 2414:2005a 的主要差异如下：

- 修改了标准名称；
- 增加了“手工法(B 法)测定炭黑吸油值的方法”(本部分第 1 章),适应我国国情；
- 引用文件中采用了与 ASTM D 1765、ASTM D 1799、ASTM D 1900、ASTM D 4483、ASTM D 482 无对应关系的我国标准(本部分第 2 章)；
- 删除了采用 SI 制的说明,因标准中采用的均为 SI 制(ASTM 2414:2005a 中 1.2)；
- 删除造粒炭黑使用“邻苯二甲酸二丁酯”和“石蜡”的叙述(ASTM 2414:2005a 中 3.2)；
- 将“A 法用试剂和材料”中“邻苯二甲酸二丁酯”和“液体石蜡”的性能要求修改为“其性能应满足对标准参比炭黑(如 ASTM SRB 系列)进行测试时,测试结果符合附录 C 中表 C.1 的要求”,同时将“邻苯二甲酸二丁酯”定为仲裁试验用试剂(本部分 4.2、4.3, ASTM 2414:2005a 中 6.2、6.3),因不同批次邻苯二甲酸二丁酯和石蜡的性能可能存在较显著差异；
- 删除 ASTM SRB6 系列标准参比炭黑(本部分 4.4), ASTM SRB 系列标准参比炭黑均可采用；
- 为了提高测试结果的准确度,增加了“试剂和仪器使用前应在实验室温度下保持至少 24 h。”(本部分的 7.2)；
- 增加“测试样品与测试标准参比炭黑应用同一批次的试剂”的要求,这是由于试剂对测试结果有较明显的影响(本部分 8.1)；
- 增加测试软质炭黑时,样品处理的方法(本部分 8.4 注 2, ASTM 2414:2005a 中 9.2)；

- 增加对密度大的试样的称量要求(本部分 8.4 注 3, ASTM 2414:2005a 中 9.2);
- 以“按仪器使用说明书的要求做好测试前仪器的准备工作”, 替代 ASTM 2414:2005a 中 9.5~9.7 的描述,(本部分 8.6.1);
- 增加使用干炭黑辅佐清理混合槽的规定(本部分 8.6.5);
- 增加数据处理的要求(本部分的 15.2), 规范数据的修约方法;
- 增加 B 法(手工法), 并要求用 SRB6 系列炭黑校正测试结果, 提高手工法的准确度(本部分 B 法), 适应我国国情;
- 删除精密度的说明和精密度数据表, 精密度另有国家标准进行规定(ASTM 2414:2005a 中 12.1~12.4);
- 修改消耗的油体积及炭黑质量符号为 V 和 m (本部分的 15.1, ASTM 2414:2005a 中第 10 章);
- 增加了多次测试结果的取值方法(本部分 15.2), 方便标准使用者;
- A 法的精密度改为相对误差。这是由于相对误差更科学, 且该规定严于 ASTM D 2414:2005a 并在我国已实行多年(本部分 16.1, ASTM 2414:2005a 中 12.5、12.6);
- 删除偏差的说明(ASTM 2414:2005a 中 12.7), 我国标准目前暂无此要求;
- 删除第 13 章“主题词”, 符合我国标准内容格式。

为了方便标准使用, 对于 ASTM D 2414:2005a, 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) 增加资料性附录 E“本部分章条编号与 ASTM D 2414:2005a 章条编号对照”。

本部分是将 GB/T 3780.2—2003《炭黑 第 2 部分: 邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定》和 GB/T 7046—2003《色素炭黑 邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定》进行整合。本部分同时代替 GB/T 3780.2—2003《炭黑 第 2 部分: 邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定》、GB/T 7046—2003《色素炭黑 邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定》。

本部分与 GB/T 3780.2—2003 和 GB/T 7046—2003 相比主要变化如下:

- a) 修改了标准名称;
- b) 范围中增加色素炭黑(本版第 1 章);
- c) 规定 A 法为仲裁方法(GB/T 3780.2—2003 的第 1 章, 本版第 1 章);
- d) 增加 GB/T 7044—2003(本版第 2 章);
- e) 试剂未规定具体技术条件, 改为要求其测试结果应符合附录 C 中表 C.1(GB/T 3780.2—2003 的 4.1, GB/T 7046—2003 的第 4 章, 本版 4.1、4.2、10.1、10.2);
- f) 增加规定邻苯二甲酸二丁酯为仲裁试验用试剂(本版 4.1);
- g) 增加液体石蜡(本版的 4.2、10.2);
- h) 增加“测试样品与测试标准参比炭黑应用同一批次的试剂”的要求(本版 8.1、14.1);
- i) 试验条件改为 $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ (GB/T 3780.2—2003 的 7.1、18.1, GB/T 7046—2003 的第 7 章, 本版 7.1、13.1);
- j) 删除 SRB5、SRB6 系列标准参比炭黑(GB/T 3780.2—2003 的 4.2, 本版的 4.3、10.3);
- k) 增加混合槽温度对测试结果重要性的提示(本版 8.5 注 1、注 2);
- l) 将“微量滴定管, 最小分度值为 0.02 cm^3 ”, 修改为“微量滴定管, 最小分度值为 0.01 cm^3 ” (GB/T 3780.2—2003 的 6.1、GB/T 7046—2003 的 5.1, 本版的 11.1);
- m) 增加对试验结果的报出形式的要求[第 17 章 e)];
- n) 增加对 N100 系列炭黑手工法终点判断的注意事项及完成时间的规定(本版 14.7 注, 14.9 注);
- o) 增加规范性附录 C“吸油计及其校准与标准化”。

本部分的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 均为规范性附录,附录 E 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、天津海豚炭黑有限公司。

本部分主要起草人:余艳、王彦文、聂素青。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 3780.2—1983、GB/T 3780.3—1983、GB/T 3780.2—1994、GB/T 3780.2—2003;

——GB/T 7046—1986、GB/T 7046—1995、GB/T 7046—2003。

炭黑 第2部分:吸油值的测定

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

本部分规定了仪器法(A法)和手工法(B法)测定炭黑吸油值的方法,A法为仲裁方法。

本部分适用于橡胶用炭黑和色素炭黑。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 3780 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,Rubber compounding ingredients—Carbon black—Determination of loss on heating)

GB/T 7044 色素炭黑

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 10723 用 ASTM 参比炭黑改善炭黑试验 再现性的标准方法

3 A 法原理

3.1 炭黑粒子的聚集程度影响炭黑混炼胶的工艺流程、硫化胶的使用性能。炭黑聚集体的空隙容积取决于炭黑粒子的聚集程度,这种空隙容积可以从炭黑吸收的油的体积来得到。因而炭黑吸油值可作为炭黑粒子聚集程度的度量。

3.2 用恒速滴定器将油加入到吸油计混合槽内的炭黑试样上,随着试样吸油量的增加,混合物料从自由流动状态变成一种半塑性的团聚物,且混合物的黏度不断增加。该黏度被传送到吸油计的扭矩传感系统,当混合物的黏度达到预定的扭矩值时,吸油计和滴定器同时自动关闭。从读数滴定管中直接读出加入的油的体积,每单位质量炭黑吸收油的体积数即为炭黑吸油值。

4 A 法用试剂和材料

4.1 除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.2 邻苯二甲酸二丁酯(DBP),其性能应满足对标准参比炭黑(如 ASTM SRB 系列)进行测试时,测试结果符合附录 C 中表 C.1 的要求。本试剂为仲裁试验用试剂。

4.3 液体石蜡,其性能应满足对标准参比炭黑(如 ASTM SRB 系列)进行测试时,测试结果符合附录 C 中表 C.1 的要求。

4.4 ASTM D24 系列标准参比炭黑。

5 A 法用仪器和设备

5.1 天平,精度 0.01 g。

5.2 烘箱,重力对流型,可控温度为(125±5)℃。

5.3 刮刀,橡胶质,长度 100 mm。

5.4 炭黑吸油计,装备一台滴定速度为 $(4 \pm 0.024) \text{cm}^3/\text{min}$ 的恒速滴定仪。

5.5 干燥器。

6 A法采样

按 GB 3778 或 GB/T 7044 中的规定进行。

7 A法试验条件

7.1 试验在下列条件下进行:温度 $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

7.2 试剂和仪器使用前应在实验室温度下保持至少 24 h。

8 A法分析步骤

8.1 测试样品与测试标准参比炭黑应用同一批次的试剂。

8.2 按 GB/T 3780.8 的规定,用合适的容器将足够量的炭黑试样在 $(125 \pm 5)^\circ\text{C}$ 烘箱(5.2)中进行干燥,取出放在干燥器中冷却至室温备用。

8.3 炭黑吸油计的物理校准及标准化按附录 C 进行,不锈钢试样槽抛光程序按附录 D 进行,恒速滴定仪的校准、检查应按附录 A 进行。

8.4 试样量

按表 1 所列的炭黑类型及其试样量,称取炭黑试样(8.1)(精确至 0.01 g)。

表 1 炭黑类型及试样量

炭黑类型	试样量/g
N630, N642 和 N700 系列(N765 除外)	25
N800 和 N900 系列	40
其他类型炭黑	20

注 1: 粒状炭黑在测试前应破碎(可用家用粉碎机破碎几秒或用研钵将炭黑颗粒破碎,但不允许采用高速率的超微粉碎机和空气射流粉碎机,因为这样可能会降低炭黑的结构)。

注 2: N550、N650、N660、N683 和 N765 在接近终点时产生不稳定扭矩,甚至有时始终得不到终点,建议在干燥或试验前将这些炭黑进行粉碎,或按附录 B 重新设定扭矩。

注 3: 密度大的炭黑试样不能填满混合槽(C.2),可适当增大称样量,以产生足够大的扭矩来驱动扭矩限位开关。

8.5 测试时推荐用有热电偶的混合槽。

注 1: 混合槽保持起始温度一致是非常重要的,如果吸油计没有使用温度可控的混合槽,两个试样测试之间宜间隔 5 min 以上。

注 2: 混合槽的温度增高会导致吸油值测定结果偏大,而且混合槽的温度频繁变化将导致测试结果不稳定。混合槽的温度应与仪器校正时的温度保持一致。

8.6 测定

8.6.1 按仪器使用说明书的要求,做好测试前仪器的准备工作。

8.6.2 将称好的试样移入吸油计的混合槽中,盖好盖子。

8.6.3 把滴定仪输油管口定位在混合槽盖孔口上方,并设置滴定仪数字计数器为零。

8.6.4 启动炭黑吸油计,仪器开始运转并滴加油(4.1 或 4.2)。当滴加的油使半塑体的炭黑试样达到预调扭矩水平时,则吸油计和滴定仪自动关闭。记录所消耗油的体积数。

8.6.5 向混合槽内加入额外适量的干炭黑来辅助混合槽的清理。

8.6.6 卸下混合槽,用刮刀(5.3)小心清理转子叶片和混合槽。

注:不能用水清洗混合槽,也不需用溶剂清洗或擦拭混合叶片或混合腔。

8.6.7 重新装上混合槽,以便进行下一个试样的测定。

9 B 法原理

把油以一定的速度滴加到一定量的炭黑试样上,用玻璃棒在玻璃板上调和、搅拌、滚压,使混合物由自由流动的粉末变为半塑性的物体。以炭黑全部成为规定的形状、并可全部滚卷至玻璃棒上,且在玻璃板上不出现油迹为终点。

10 B 法用试剂

10.1 除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

10.2 邻苯二甲酸二丁酯(DBP),其性能应满足对标准参比炭黑(如 ASTM SRB 系列)进行测试时,测试结果符合附录 C 中表 C.1 的要求。

10.3 液体石蜡,其性能应满足对标准参比炭黑(如 ASTM SRB 系列)进行测试时,测试结果符合附录 C 中表 C.1 的要求。

10.4 ASTM D24 系列标准参比炭黑。

11 B 法用仪器和设备

11.1 微量滴定管,最小分度值为 0.01 cm³。

11.2 分析天平,精度 1 mg。

11.3 玻璃板,170 mm×140 mm×4 mm。

11.4 玻璃棒,φ(7~8)mm,长约 300 mm。

11.5 烘箱,重力对流型,可控温度为(125±5)℃。

11.6 干燥器。

12 B 法采样

按 GB 3778 或 GB/T 7044 中的规定进行。

13 B 法试验条件

13.1 试验在下列条件下进行:温度(23±5)℃。

13.2 试剂和设备使用前应在实验室温度下保持至少 24 h。

14 B 法分析步骤

14.1 测试样品与测试标准参比炭黑应用同一批次的试剂。

14.2 按 GB/T 3780.8 的规定,用合适的容器将适量的炭黑试样在(125±5)℃的烘箱(11.5)中进行干燥,然后在干燥器中冷却备用。

14.3 定期用标准参比炭黑(10.3)对测试条件进行校正。如果仅测定硬质炭黑或仅测定软质炭黑,可选取相应的 3 种硬质炭黑(如 A6、B6、C6)或 3 种软质炭黑(如 D6、E6、F6)进行校正。每一种标准参比炭黑应进行 4 次以上的测定,以得到稳定的测量值,若从 4 次测定结果的标准偏差的 2 倍值计算得到相对偏差不超过 2.7%,则 4 次测定结果均为有效值,若所测数值在表 C.1 规定的范围之外,可按 GB/T 10723 的规定用最小二乘法进行回归计算,将测定值回归为标准值。

14.4 准确称取(1.0±0.001)g 干燥炭黑试样(14.2),盛于合适的器皿中。

14.5 把称好的试样(14.4)置于玻璃板(11.3)上,粒状炭黑应先破碎。以每秒 2~4 滴的较快速度滴加油于炭黑试样上,边滴加边用玻璃棒(11.4)搅拌。

14.6 当滴加到相当于炭黑吸油值约三分之二量(依据所测炭黑品种的吸油值预计)时,用玻璃棒轻轻调和,使油与炭黑浸润均匀。

14.7 再以较慢速度滴加油,并不断搅拌、滚压。当炭黑与油的混合物出现特征形状(硬质炭黑、色素炭黑出现细条状,软质炭黑出现小块状,且无细粉和颗粒炭黑)后,即将炭黑全部滚卷至玻璃棒上,同时玻璃板上不出现油迹,即为终点。

注: N100 系列炭黑在出现细小条状,且无炭黑细粉时,应加大力量并延长时间进行搅拌、滚压。

14.8 记录滴定管读数,读至 0.001 cm³。

14.9 14.5~14.8 的操作应在(4~6)min 内完成。

注: N100 系列炭黑应在(8~10)min 内完成。

15 A、B 法结果表示

15.1 炭黑的吸油值 D 以单位质量试样的吸油体积计,数值以 10⁻⁵ m³/kg(橡胶用炭黑)或 mL/100 g(色素炭黑)表示,用式(1)计算:

$$D = \frac{V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——消耗的油体积的数值,单位为立方厘米(cm³);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

15.2 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。

16 精密度

16.1 A 法:

重复性——两次测试结果之差不超过其平均值的 1.2%;

再现性——两次测试结果之差不超过其平均值的 3.5%。

16.2 B 法:

两次测试结果之差不超过其平均值的 2.7%。

17 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 试样名称及标识;
- b) 本试验依据的标准;
- c) 试样质量;
- d) 滴加的试剂种类;
- e) A 法终点判定的方法(在附录 C 中的方法 A、方法 B 或方法 C);B 法试验结果(均值或中位数、测试次数);
- f) 所用试验步骤与基本分析步骤的差异;
- g) 试验中的异常现象;
- h) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
恒速滴定管的校准

A.1 概述

恒速滴定仪是吸油值测量系统不可缺少的一部分。本附录规定了检查恒速滴定仪输送速率的一种方法。滴定仪管道内及其接口处有空气将导致测试结果出现错误。因此在测试前就首先检查并排除这些空气。

A.2 设备

- A.2.1 秒表。
A.2.2 烧杯,容量 150 cm³。
A.2.3 分析天平,精度为 0.1 mg。
A.2.4 密度计。

A.3 步骤

- A.3.1 在实验室温度下用密度计测量油的密度。
A.3.2 保证所有密封垫和管道状态良好。
A.3.3 用油充满滴定仪和输送管线,并保证全部空气从系统中被排除。
A.3.4 在滴定仪完全充满油的情况下,置旋塞阀于“开”的位置,滴定仪在“开”的状态下运转直到油匀速流出为止。
A.3.5 滴定仪停止运转并调置数字计数器为零。
A.3.6 将一只已称量过的 150 cm³ 的烧杯置于滴定仪的出口处。
A.3.7 同时启动滴定仪和秒表。
A.3.8 2 min 之后滴定仪停止并记录数字计数器的读数。
A.3.9 称量并记录已流出的油的质量,精确至 0.1 mg。
A.3.10 再次将油注满滴定仪。
A.3.11 重复 A.3.4~A.3.10 的步骤,改变 A.3.8 中放出的时间为 4 min 和 8 min。

A.4 检查结果的评定

- A.4.1 用式(A.1)计算放出的油的体积 V_c ,以 cm³ 表示。

$$V_c = \frac{m_c}{\rho} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- m_c ——输出油的质量的数值,单位为克(g);
 ρ ——油的实测密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

- A.4.2 恒速滴定管放出油的实际体积与计数器读数之差应满足表 A.1 的要求。

表 A.1 恒速滴定管的技术条件

时间 min	排出的油的体积与计数器读数允许差 cm ³
2	±0.05
4	±0.10
8	±0.20

附 录 B
(规范性附录)
最大扭矩的确定

B.1 适用范围

B.1.1 对某些仪器,测定 ASTM DSRB F5(N683)或 ASTM DSRB F6(N683)有可能不能产生足够大的扭矩,不能达到满意的测试精密度。这说明测试同类炭黑时也有可能使测定的精密度降低。

B.1.2 此时若要得到满意的精密度就需对吸油计进行机械方法或电子方法调整,直至 SRB F5 或 SRB F6 至少能在全标尺的 70%处产生最大扭矩。本操作程序提供了确定最大扭矩的方法。

B.2 步骤

B.2.1 将扭矩指针调至扭矩标尺(Set Scale)10 位置上,对于 E 型吸油计调整报警设置点到最大处,这使得整个扭矩测量范围都可以使用。

注:扭矩范围开关的调整必须是在仪器停机和混合腔空置的情况下。

B.2.2 按 8.6 的操作步骤对 SRB F5 或 SRB F6 进行测定。

B.2.3 当试样开始产生黏度,扭矩增加时,指针会向标尺的零方向移动。样品产生的最大扭矩百分数 T_{\max} 按式(B.1)计算:

$$T_{\max} = (10 - N_{\min}) \times 10 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

N_{\min} ——指针的最低读数。

附 录 C
(规范性附录)
吸油计及其校准与标准化

C.1 类型

现在主要有两大类吸油计:一种是以弹簧和机械式扭矩指示器为基础的(A型和B型),另一种是装备有载荷传感器和数字式扭矩显示器的(E型和H型)。影响吸油计校准的组件有:测力计的扭矩弹簧或载荷传感器、扭矩范围转换开关或显示器的设定端、制动器(油制动器或电子制动器),及包括二个相反旋转的叶片和一个混合槽的混合装置。所有这些组件必须处于良好状态,并经调试达到测量标准的要求。

C.2 混合槽

混合槽为光滑不锈钢材质。类似于铝的经不同程度的阳极(氧)化处理的其他腔体材料,使用前经校准,用SRB F6做试验可得到正确的读数,也是可以使用的。混合槽的表面光洁度是保持正确校准的关键,且不应通过修正来达到标准值。

注:若不锈钢腔体的加工粗糙度值(R_a)是 $(2.5 \pm 0.4) \mu\text{m}$,且没有单次的测量结果比 $3.6 \mu\text{m}$ 更大或比 $1.5 \mu\text{m}$ 更小时,即满足本试验要求。与吸油计一同购买的不锈钢槽已经预先经过16 h的抛光。新调换的不锈钢槽建议也应该用同样的方法预抛光(见附录D)。

C.3 校准**C.3.1 旋转叶片**

带动旋转叶片的马达速度,A型和B型是固定的,E型和H型是被设置到125 r/min,由于齿轮带动,一个叶片转速为125 r/min,另一个叶片为250 r/min。

C.3.2 弹簧应力(A型和B型)

弹簧扭矩调节到用SRB F6测定时的最大扭矩在70%和满刻度之间。可按照仪器说明书通过选用适当的弹簧强度和调节弹簧的弹力得到。

注:E型和H型吸油计由制造厂校正并给定了一个扭矩的直接读数,单位为 $\text{mN} \cdot \text{m}$ (毫牛米),本校准不应当进行修正。若制造商仅给出了建议,则仪器必须进行校准。这里测试仪扭矩校准不应当与C.3.4中叙述的扭矩范围转换开关相混淆。

C.3.3 制动器

A型吸油计制动器是完全密闭的,B型吸油计阀门被调整到可提供一个满刻度回复 $(3 \pm 0.5) \text{s}$ 处,E型吸油计是一个电子制动方案,H型有一个合适的软件制动方案,应确保这些制动器灵活。

C.3.4 扭矩范围转换开关或显示设定端

如果试验的终点是在一个固定的扭矩范围测定时,扭矩范围转换开关(也称为显示器设定端)确定,可选择使用下列三种方法中的一种:

C.3.4.1 方法A:在固定扭矩值下的终点

适用于硬质炭黑,用该方法调节扭矩范围转换开关至SRB F6的结果为 $(133.6 \pm 3.3) \text{cm}^3/100 \text{g}$ 的位置。

C.3.4.2 方法B:在最大扭矩70%下的终点

某些软质炭黑和热裂炭黑,可能由于扭矩水平不恰当而无法得到终点。因此对于软质炭黑试验,优先选用的方法是使用一台图形记录仪记录扭矩曲线,或用数据采集系统来读取达到最大扭矩70%时的

终点值。为了不使吸油计自动关闭,设置扭矩范围转换开关或显示器设置端到满刻度值。

C.3.4.3 方法 C:减小扭矩值的固定终点

SRB F6 减小的扭矩值仍然需要确定,如采用 C 法,应使用 SRBs 系列标准样品。

C.3.5 恒速滴定仪

滴定仪的输出速率是 4 cm³/min,恒速滴定仪的校准检验方法见附录 A。

C.4 标准化

C.4.1 吸油计各部件的校准,按 C.3 的规定进行。

C.4.2 用 6 个标准参比炭黑(SRBs)对吸油计进行校准。每一种标准参比炭黑应至少测定 4 次,以便得到稳定的测量值,如果两两测定结果之差不超过其平均值的 1.2%,这 4 次结果便作为有效测量值。取其平均值。

C.4.3 如果仪器按 C.3 的规定进行调整后,所测数值仍在表 C.1 的规定范围之外,可按 GB/T 10723 的规定,用最小二乘法进行回归计算,将测定值回归为标准值。另一方法是把测定值对标准值作一曲线,被测试样的测定值应该用上述回归方程或曲线进行校准。

注:当只测试胎面炭黑或胎体炭黑时,校准仅可使用 A-6、B-6、C-6 三个硬质炭黑标准样品,或 D-6、E-6、F-6 三个软质炭黑标准样品。但即使只进行硬质炭黑测试,必须使用 F-6 来设置扭矩范围转换开关。

C.4.4 试样的校准值按下式计算:

$$\text{校准值} = \text{测定值} \times \text{斜率} + \text{截距}$$

C.4.5 若 SRBs 的测定值始终超过表 C.1 的规定范围,吸油计应按 C.3 重新校准。

C.4.6 当吸油计校准值发生变化时,则需按 C.3 和 C.4 的要求重新校准。

C.4.7 需不定期地用标准参比炭黑校准吸油计,建议每月至少校准一次。并重新计算回归方程或绘制新曲线。

C.4.8 在大多数情况下,如果用 C.3 或 C.4.2~C.4.5 步骤不能达到正确的校准,则应更换一个表面重新抛光的混合槽。

表 C.1 标准参比炭黑吸油值

标准参比炭黑	吸油值 10 ⁻⁵ m ³ /kg	标准参比炭黑	吸油值 10 ⁻⁵ m ³ /kg	标准参比炭黑	吸油值 10 ⁻⁵ m ³ /kg
A-5 N135	136.7±1.32	A-6 N134	123.7±1.83	A-7 N326	72.6±1.05
B-5 N330	99.6±1.08	B-6 N220	114.3±1.11	B-7 N134	124.2±1.26
C-5 N220	113.5±1.17	C-6 N326	70.3±1.05	C-7(HS-Tread)	172.0±1.89
D-5 N762	64.1±1.59	D-6 N762	67.4±1.50	D-7(LS-Carcass)	39.3±0.99
E-5 N660	89.5±1.35	E-6 N660	88.2±1.80	E-7 N660	88.1±1.47
F-5 N683	129.5±1.53	F-6 N683	133.6±3.33	F-7 N683	129.4±1.74
G-5 N990	36.2±0.75	G-6 N990	36.2±0.75	G-7 N990	36.2±0.75

附录 D
(规范性附录)
不锈钢试样槽抛光程序

D.1 适用范围

D.1.1 建议对新更换的粗糙度为 $(2.5 \pm 0.04) \mu\text{m}$ 的不锈钢槽在进行吸油值测定前先抛光 16 h, 这样可以尽量减少吸油计的校准值的变化。

D.2 试剂

D.2.1 炭黑, ASTM DSRB F5 或 ASTM DSRB F6。

D.2.2 邻苯二甲酸二丁酯或石蜡油(4.1 或 4.2)。

D.3 步骤

D.3.1 称取 25 g SRB F5 或 SRB F6 炭黑, 并将试样倒入吸油计的混合槽。

D.3.2 启动吸油计并加入 35 mL 邻苯二甲酸二丁酯或石蜡油。

注: 放松扭矩限位开关以免运转中止, 这将会增加弹簧的张力。

D.3.3 使吸油计连续运转 16 h。

注: 其间吸油计试样槽必须保证盖上盖子以防止试样损失而达不到预抛光的作用。

D.3.4 吸油计运转 16 h 后, 停止运转, 清除样品并清理混合槽及叶片。可使混合槽冷却至室温。

D.3.5 用标准试验方法进行校正之前检查并调整扭矩开关位置及弹簧张力。

附 录 E
(资料性附录)

本部分章条编号与 ASTM D 2414:2005a 章条编号对照

表 E.1 给出了本部分章条编号与 ASTM D 2414:2005a 章条编号对照一览表。

表 E.1 本部分章条编号与 ASTM D 2414:2005a 章条编号对照

本部分章条编号	对应的 ASTM 标准章条编号
警示语	1.3
1	1.1
—	1.2
3.1	4.1
3.2	3.1
—	3.2
4.1	6.1
4.2	6.2
4.3	6.3
4.4	6.4
6	7
7.1	9.3
7.2	—
8	9
8.1	—
8.2	9.1
8.3	8
8.4	9.2
8.4 注 1	9.3 注 8
8.4 注 2	—
8.4 注 3	—
8.5	9.3
8.5 注 1	9.3 注 6
8.5 注 2	9.3 注 7
8.6.1	9.5~9.7
8.6.2	9.4
8.6.3	9.8
8.6.4	9.9、9.10
8.6.5	—
8.6.6、8.6.7	9.11

表 E.1 (续)

本部分章条编号	对应的 ASTM 标准章条编号
8.6.6 注	9.11 注 9
9~14	—
15.1	10
15.2	—
—	12.1~12.4
16.1	12.5、12.6
16.2	—
—	12.7
—	13
附录 A	附录 A.1
附录 B	附录 A.2
附录 C	8
附录 D	附录 A.3
附录 E	—

注：表中的章条以外的本部分其他章条编号与 ASTM D 2414:2005a 其他章条编号均相同且内容相对应。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
炭 黑 第 2 部 分：吸 油 值 的 测 定
GB/T 3780.2—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

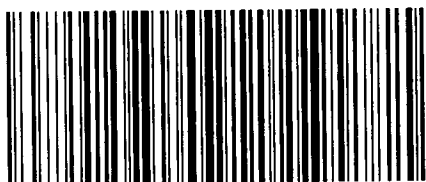
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 26 千字
2008年4月第一版 2008年4月第一次印刷

*

书号：155066·1-31001 定价 18.00 元



GB/T 3780.2-2007

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