

中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.6—2016
代替 GB/T 3780.6—2007

炭黑 第6部分:着色强度的测定

Carbon black—Part 6: Determination of tinting strength

(ISO 5435:2008, Rubber compounding ingredients—
Carbon black—Determination of tinting strength, MOD)

2016-12-13 发布

2017-07-01 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





中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.6—2016

炭黑 第6部分：着色强度的测定

Black ink—Part 6: Determination of staining strength

炭黑的着色强度测定 第6部分

Black ink—Part 6: Determination of staining strength

Black ink—Part 6: Determination of staining strength

Black ink—Part 6: Determination of staining strength

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—2016

*

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

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

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
2016年12月第一版 2016年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-55112 定价 16.00 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)68510107

前 言

GB/T 3780《炭黑》分为以下几个部分：

- 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：压缩试样吸油值的测定；
- 第 5 部分：比表面积测定 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；
- 第 22 部分：用工艺控制数据计算过程能力指数；
- 第 23 部分：逸散炭黑或其他环境颗粒的采样和鉴定。

本部分为 GB/T 3780 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 3780.6—2007《炭黑 第 6 部分：着色强度的测定》，与 GB/T 3780.6—2007 相比，主要技术变化如下：

- 将“反射仪”修改为“反射式黑度仪”(见 5.4, 2007 版的 5.6)；
- 删除了对玻璃板尺寸的具体规定(2007 版的 5.8.1、5.8.2)；
- 将“用 FHD-1 型反射仪测试、用埃里克森着色试验仪(Erichsen Tint Tester)527 测量”的内容加以合并为“黑度仪的定位和试样的测试”(见 8.4.1、8.4.2)；
- 增加了“试样测试过程中,应保持黑度仪‘定位’旋钮位置不变”(见 8.4.2)；
- 将物料称样量文字描述修改为表格形式(见 8.1.2 表 1)；
- 增加了“调和混合物以无明显黑白痕迹为宜”以及“若不立即制备墨浆薄膜,亦可用硫酸纸包好墨浆,适时取用”(见 8.2.3、8.2.7 的注)；
- 增加了“墨浆薄膜保存不宜超过 24 h”(见 8.3.2 注)；
- 修改“黑度仪定位 80 以及四个读数符合(79.5~80.5)的规定”为“如果四个读数之间的最大差值不超过其平均值的±1.0%”(见 8.4, 2006 版的 8.3)；
- 修改了“精密度”(见第 10 章, 2007 版的第 10 章)；
- 用“标准参比炭黑 SRB 8”替代“标准参比炭黑 SRB 6”(见附录 A)。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 5435:2008《橡胶配合剂 炭黑 着色强度的测定》。

本部分与 ISO 5435:2008 相比,在结构上有较多调整,附录 C 中列出了本部分与 ISO 5435:2008 条款编号对照一览表。

本部分与 ISO 5435:2008 的技术性差异及其原因如下：

- 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 GB/T 3780.8,增加了 GB 3778、GB/T 7044、GB/T 8170,用 GB/T 15338 代替了国际标准引用的 ASTM D4821(见第 2 章);
- 增加了“精制 4 号亚麻仁油”和“标准参比炭黑 3 号(SRB3 号)”,用于测试色素炭黑着色力(见 4.1.2、4.2.2);
- 增加了对试剂氧化锌的要求,因其对测试结果的影响较大(见 4.3);
- 增加了用于清理研磨机平板的“溶剂”(见 4.5);
- 修改了“墨浆涂敷器规格”为“槽深为 0.07 mm~0.10 mm,能制备出厚度均匀的薄膜”,以增加可操作性(见 5.7,ISO 5435:2008 的 7.2.2.1.2、7.2.3.1.2);
- 增加了“采样”(见第 6 章);
- 试验条件仅规定温度,因为湿度条件对测试结果的影响不明显(见第 7 章,ISO 5435:2008 的第 6 章);
- 修改了称样量精度为 0.1 mg,以提高测试精度(见 8.1.2,ISO 5435:2008 的 7.1.2、7.1.11);
- 修改物料称样量文字描述为表格形式,更直观明确(见 8.1.2 表 1,ISO 5435:2008 的 7.1.2);
- 删除了对玻璃板具体尺寸的规定,扩大适用性(ISO 5435:2008 的 7.2.2.1.3);
- 删除了米柯比色计测量法、便携式色差仪测量法、照相计时仪测量法,因为该方法中的玻璃载片的光学性能可能会影响测试结果(ISO 5435:2008 的 7.2.4~7.2.6);
- 将“埃里克森(Erichsen)着色试验仪、登什克隆(Densichron)反射仪”测试的内容合并为“黑度仪的定位与试样的测试”,该两种黑度仪的测试原理几乎一致,因此加以合并,使标准结构更加清晰明了(见 8.4.1~8.4.2,ISO 5435:2008 的 7.2.2、7.2.3);
- 修改了“调节反射率读数 3.0 ± 0.03 、 80 ± 0.5 ”为“测定墨浆的四个不同部位反射率;如果四个读数之间的最大差值不超过其平均值的 $\pm 1.0\%$ ”,此描述具有普遍适用性,易于操作(见 8.4.1.2~8.4.1.3,ISO 5435:2008 的 7.2.2.2.2~7.2.2.2.3,7.2.3.2.1.2~7.2.3.2.1.3);
- 增加了 ITRB 标准着色强度的实测值范围,增加可操作性,便于标准的执行(见 8.5.2 表 2);
- 修改了精密度的描述(见第 10 章,ISO 5435:2008 的附录 A);
- 增加校准用附录 A、附录 B;
- 增加对结果的数值修约(见 9.3);
- 增加资料性附录 C“本部分章条编号与 ISO 5435:2008 章条编号对照”。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

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、宁波德泰化学有限公司、江西黑猫股份炭黑有限公司、杭州中策清泉实业有限公司、山东玲珑轮胎股份有限公司、四川理工学院。

本部分主要起草人:聂素青、马伟伟、段力辉、应昌良、栾德文、杨秦欢、刘健。

本部分所代替标准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 3780.6—2003。

炭黑 第6部分:着色强度的测定

警示——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

GB/T 3780 的本部分规定了以工业着色参比炭黑(ITRB)为基准相比较,用反射式黑度仪(下列简称黑度仪)测定橡胶用炭黑着色强度的方法,以及以标准参比炭黑3#(SRB3#)为基准相比较,用黑度仪测定色素炭黑着色力的方法。

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 3780.8 炭黑 第8部分:加热减量的测定(GB/T 3780.8—2008,ISO 1126:2006,MOD)

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

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,然后涂敷成一层厚度均匀的薄膜,用对不同灰色梯度反应灵敏的黑度仪,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,两个光的反射率之比值,即为试样的着色强度或着色力。

4 试剂或材料

4.1 增塑剂。

4.1.1 环氧化大豆油:橡胶用炭黑用,20℃时密度为(0.995±0.005)g/mL。

4.1.2 精制4#亚麻仁油:色素炭黑用,运动粘度4.0 Pa·s~5.0 Pa·s(20℃)。

4.2 标准参比炭黑(以下简称标样)。

4.2.1 工业着色参比炭黑(ITRB)。

4.2.2 标准参比炭黑3#(SRB3#)。

4.3 氧化锌(ZnO):分析纯,在使用时所测数据应符合表 2 的规定。

4.4 标准参比炭黑 SRB 8:参见附录 A。

4.5 溶剂:低毒。如:乙醇等。

5 仪器设备

5.1 分析天平:分度值为 0.1 mg。

5.2 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。

5.3 烘箱:重力对流型,可控温度为 $(125 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.4 反射式黑度仪:标准参比炭黑测试结果在 GB/T 15338 给出的控制线内的黑度仪均可使用。

5.5 调墨刀:具韧性,不锈钢质,锥形,长 100 mm~150 mm。

5.6 注射器:分度值为 0.02 mL。

5.7 墨浆涂敷器:槽深为 0.07 mm~0.10 mm,能制备出厚度均匀的薄膜。

5.8 玻璃板:尺寸规格应与所使用的黑度仪相匹配。

6 样品

按 GB 3778 或 GB/T 7044 规定进行。

7 试验条件

室温应控制在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 或 $(27 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

8 试验步骤

8.1 称样

8.1.1 按 GB/T 3780.8 规定,干燥适量的氧化锌和炭黑试样,另外干燥恰好够用量的标样(不宜反复干燥),置于干燥器中冷却至室温。

8.1.2 测试试样着色强度或着色力时,按表 1 的要求称取双份物料,精确到 0.1 mg。

表 1 物料称样量

物料名称	物料质量/g
ZnO	3.750
ITRB(橡胶用炭黑着色强度定位用)	0.100
SRB3#(色素炭黑着色力定位用)	0.100
N100~N400 系列炭黑、着色力 $\geq 90\%$ 的色素炭黑	0.100
N500~N700 系列炭黑、着色力 $< 90\%$ 的色素炭黑	0.200

8.2 墨浆的制备

8.2.1 将氧化锌和炭黑置于研磨仪下平板的中心位置。

8.2.2 用注射器吸取 2.2 mL 增塑剂,注入到氧化锌和炭黑中心位置上。

注:吸取 2.2 mL 增塑剂时,墨浆的流动性若不易控制,则可吸取 2.0 mL。

8.2.3 用调墨刀的尖部将 3 种物质充分地混和在一起(以无明显的黑白痕迹为宜),然后将墨浆收集在下平板中心位置,涂抹成扁平的圆饼状,同时将粘附在调墨刀上的墨浆尽量清理至研磨仪的上平板,以墨浆损失最少为宜。

8.2.4 调节研磨仪压力,使两平板间压力为 0.017 MPa。合上平板研磨 25 r。

8.2.5 打开平板,用调墨刀尽可能将上平板所有墨浆刮下,并转移到下平板上。然后随着下平板的转动,将全部墨浆收集到下平板的中心位置,并用调墨刀在平板上将墨浆涂布成扁平的圆饼状。

8.2.6 重复步骤 8.2.3~8.2.5 三次,共计(4×25)r。

8.2.7 收集已研磨好的墨浆于光滑洁净的玻璃板一侧顶端,待测。擦净研磨仪平板。

注:若不立即制备墨浆薄膜,可用硫酸纸包好墨浆,适时取用。

8.3 墨浆薄膜载片的制备

8.3.1 用墨浆涂敷器将玻璃板上的墨浆(8.2.7)从顶端缓慢平稳地刮涂到底端,制成墨浆薄膜载片。

8.3.2 制成的墨浆薄膜表面应均匀、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 8.3.1 步骤,直至得到表面均匀、平整的墨浆薄膜。

注:制成的墨浆薄膜载片宜停放 30 min 后再测试。墨浆薄膜保存不宜超过 24 h。

8.4 墨浆反射率的测定

8.4.1 黑度仪的定位

8.4.1.1 将任一标样墨浆薄膜载片置于黑度仪反射头下方,使墨浆面对着黑度仪的光孔。

8.4.1.2 按黑度仪使用说明书的要求对黑度仪进行定位。距墨浆膜顶端 20 mm 内的墨浆不予考虑。然后测定墨浆的 4 个不同部位反射率。如果 4 个读数之间的最大差值不超过其平均值的±1.0%,则墨浆是可接受的。保持“定位”旋钮位置不变。

8.4.1.3 测定另一块标样墨浆薄膜载片的 4 个不同部位读数。如果 4 个读数之间的最大差值仍不超过其平均值的±1.0%,且两个标样的平均反射率值不超过较大值的±0.5%,则可用调墨刀将两份墨浆混合均匀,并再次对黑度仪进行定位,读取 4 个读数,取其平均值 R 。

8.4.1.4 如果上述双份墨浆中有一份平均反射率值超过较大值的±0.5%,则按相同步骤制备并测试另一份标样墨浆,在 3 份标样墨浆中挑选出两份符合要求的墨浆,按 8.4.1.3 规定方法对黑度仪进行定位。

8.4.2 试样的测试

将试样墨浆薄膜载片的墨浆面对着黑度仪的光孔,离墨浆薄膜顶端 20 mm 内的墨浆不予考虑。待稳定 15 s~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 S 。试样测试过程中,应保持黑度仪“定位”旋钮位置不变。

8.5 黑度仪的校准

8.5.1 按表 2 规定的 ITRB 称样量,制备双份墨浆。

表 2 ITRB 称样量及对应着色强度值

ITRB 称样量/g	着色强度值/%	
	标准值	实测值
0.090	90	89.3~90.7
0.100	100	99.2~100.8
0.110	110	109.1~110.9
0.120	120	119.0~121.0
0.130	130	129.0~131.0
0.140	140	136.5~141.9

8.5.2 按 8.1~8.4 的步骤测试各标样的反射率值,并计算其着色强度。

8.5.3 任一 ITRB 称样量的着色强度实测值不符合表 2 规定的要求,则确定一个回归方程。

8.5.4 根据需要,用标准参比炭黑 SRB 8 按 GB/T 15338 定期地对黑度仪、试剂、材料、方法进行核查,参见附录 A、附录 B。

9 试验数据处理

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

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

式中:

R ——0.100 g 标样的反射率值;

S ——试样反射率值。

N500、N600 和 N700 系列炭黑,其称样量为 0.200 g,式中结果 T 应除以 2。

9.2 若黑度仪需要校准,则用该黑度仪测试的着色强度或着色力值代入 8.5.4 确定的曲线或方程加以校准。N500、N600 和 N700 系列炭黑着色强度值,结果 T 应先除以 2 再进行校准。

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,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:在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于其平均值的 1.07%。

10.2 再现性:在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于其平均值的 3.41%。

11 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面内容:

- a) 试样名称及标识;
- b) 本试验依据的标准;

- c) 本试验所使用的测试仪器;
- 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。

试验日期	所用标样	所用仪器	试验结果 (均值/中位数)	测试次数	与基本分析步骤的差异	异常现象
2016-01-01	ITRB	XXX	10.5	5		
2016-01-05	SRB3 #	XXX	11.2	5		
2016-01-10	ITRB	XXX	10.8	5		
2016-01-15	SRB3 #	XXX	11.0	5		
2016-01-20	ITRB	XXX	10.6	5		
2016-01-25	SRB3 #	XXX	11.1	5		
2016-01-30	ITRB	XXX	10.7	5		
2016-02-05	SRB3 #	XXX	11.3	5		

附录 A
(资料性附录)

标准参比炭黑 SRB 8 着色强度标准值

表 A.1 列出了标准参比炭黑 SRB 8 着色强度值。

表 A.1 标准参比炭黑 SRB 8 着色强度值

SRB 8	炭黑品种	着色强度值/%
A	N326	110.9±1.55
A2	N326	111.0±1.47
B	N134	131.9±3.00
C	HS-Tread	112.1±2.18
D	LS-Carass	42.6±3.05
E	N660	36.7±1.48
F	N683	9.1±2.43

附录 B
(资料性附录)
黑度仪校准计算实例

B.1 黑度仪校准数据见表 B.1。

表 B.1 黑度仪校准数据(标样为 ITRB)

序号	称样量 m_i/g	着色强度/%		y_i^2	$x_i y_i$	着色强度 校准值 y_c
		标准值 y_i	实测值 x_i			
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
$n=6$	$\sum m_i=0.690 0$	$T_y=690$	$T_x=687$	$\sum y_i^2=81 100$	$\sum x_i y_i=80 687$	—

B.2 用最小二乘法计算回归方程见式(B.1)~式(B.5)。

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

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

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

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

则计算样品的校准值 y_c 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 ——截距；
- a ——系数。



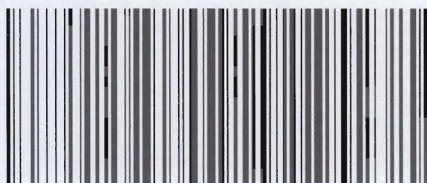
附录 C
(资料性附录)

本部分与 ISO 5434:2008 章条对照一览表

表 C.1 给出了本部分与 ISO 5434:2008 的章条编号情况。

表 C.1 本部分与 ISO 5434:2008 的章条编号情况

本部分编号	ISO 5434:2008 章条编号
1~4	1~4
4.1.2、4.2.2、4.5	—
5	5
6	—
7	6
8	7.1、7.2.2、7.2.3
—	7.2.4~7.2.6
9	8
10	A.2.1
11	9



GB/T 3780.6-2016

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-55112

定价: 16.00 元