



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.15—2006
代替 GB/T 3780.15—1997, GB/T 3780.20—1997

炭黑 第15部分：甲苯抽出物 透光率的测定

Carbon black—Part 15:
Determination of light transmittance of toluene extract

(ISO 3858-1:1990 Carbon black for use in the rubber industry—
Determination of light transmittance of toluene extract—Part 1: Rapid method,
ISO 3858-2:1990 Part 2: Method for product evaluation, MOD)

2006-08-01 发布

2007-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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：邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定；
- 第4部分：邻苯二甲酸二丁酯吸收值测定方法和试样制备（压缩试样）；
- 第5部分：比表面积测定 CTAB法；
- 第6部分：着色强度试验方法；
- 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：在天然橡胶中的配方及鉴定方法；
- 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15部分。

GB/T 3780 的本部分中 A 法修改采用 ISO 3858-1:1990《橡胶用炭黑 甲苯抽出物透光率的测定 第1部分：快速法》（英文版），B 法修改采用 ISO 3858-2:1990《橡胶用炭黑 甲苯抽出物透光率的测定 第2部分：产品评价方法》（英文版）。

本部分根据 ISO 3858-1:1990 和 ISO 3858-2:1990 重新起草。在附录 A 中列出了本部分章条编号与 ISO 3858-1:1990 和 ISO 3858-2:1990 章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情，在采用 ISO 3858-1:1990 和 ISO 3858-2:1990 时，本部分做了一些修改，主要差异如下：

- 本部分中的警告用语的表达方式和出现的位置与两个国际标准不相同，本部分的用法是引用了 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》附录 A 中的警告示例；
- 本部分扩大了适用范围，适用于色素炭黑；
- 引用了 ISO 3858-1:1990 和 ISO 3858-2:1990 中引用的 ISO 1126 对应的我国国家标准 GB/T 3780.8 和相关其他国家标准 GB 3778、GB/T 7044、GB/T 8170（本部分的第2章），以适合我国国情；
- 增加了精密度；
- 将 ISO 3858-1:1990 和 ISO 3858-2:1990 中相同的部分进行了合并，只在分析步骤一章进行分别叙述，这样使整个内容结构更紧凑、更合理；
- 为了便于统一叙述，删除了 ISO 3858-1:1990 中的 5.7，因为 5.7 与 5.5 具有相同的功能；
- 将 ISO 3858-1:1990 的第6章和 ISO 3858-2:1990 的第6.2条中的“干燥约4g炭黑试样”改为“取适量炭黑试样进行干燥”，因为本部分已增加了精密度，至少应测试平行样，4g炭黑试样不够平行样测试。

本部分代替 GB/T 3780.15—1997《橡胶用炭黑 甲苯抽出物透光率的测定 快速法》和 GB/T 3780.20—1997《橡胶用炭黑 甲苯抽出物透光率的测定 产品鉴定方法》。

GB/T 3780.15—2006

本部分与 GB/T 3780.15—1997 和 GB/T 3780.20—1997 相比主要变化如下：

- 将 GB/T 3780.15—1997 和 GB/T 3780.20—1997 合成一个部分,用 A 法和 B 法来表示；
- 本部分增加了适用于色素炭黑(见第 1 章)；
- 增加了精密度(见第 10 章)；
- 取消了干燥炭黑试样的质量(见 6.3)。

本部分的附录 A 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：代传银、陈庆刚、江杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 378 15—1983、GB/T 3780.15—1988、GB/T 3780.15—1997；
- GB/T 378 20—1983、GB/T 3780.20—1988、GB/T 3780.20—1997。

炭黑 第15部分：甲苯抽出物 透光率的测定

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 的本部分规定了用分光光度计法测定炭黑甲苯抽出物透光率的原理、试剂、仪器、采样、试验条件、分析步骤、结果表示、精密度和实验报告。

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 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

3 原理

称取一定量干燥炭黑试样，在室温下与一定体积的甲苯混合，过滤混合物并将滤液移入比色槽。以纯甲苯为空白，在给定波长的分光光度计上测定滤液的透光率。

4 试剂

甲苯，分析纯。

5 仪器

5.1 分析天平，精度为 0.01 g。

5.2 烘箱，重力对流型，可控制在 105℃±2℃或 125℃±2℃。

5.3 分光光度计，波长 360 nm～600 nm，精度±3 nm，在 425 nm 波长下可直接读出透光率。供电电压变化大于 4 V 时，需配稳压器。

注：普通比色计光带的半宽度大，使用时可与波长精度为 425 nm±2 nm 的分光光度计比较作出校正曲线。

5.4 比色槽，抛光面平面度应在 10 nm 内，平行面间的内部间距（即光程）为 10.00 mm±0.05 mm。

注 1：使用内径为 10.00 mm±0.05 mm 的圆形比色槽时，必须与方形比色槽比较作出校正曲线。

注 2：使用光程不是 10 mm 比色槽时，用下式换算成光程为 10 mm 比色槽的透光率。

$$\lg r_0 = \frac{10}{L} \times \lg r - \frac{20}{L} + 2$$

式中:

τ_0 ——比色槽光程为 10 mm 的透光率百分数;

τ ——光程为 L 的比色槽测得的透光率百分数;

L ——所用比色槽的光程。

注 3: 相同光程的比色槽其透光率可能不同, 本部分建议使用同一个比色槽来调校分光光度计和进行实际测试。

5.5 锥形瓶, 容量 100 cm³ 或 125 cm³, 具有磨口塞。

5.6 量筒, 容量 50 cm³, 最小分度为 1 cm³。

5.7 滤纸, 直径 150 mm, 中速、定性滤纸。

5.8 漏斗, 直径 75 mm, 由耐化学腐蚀的玻璃制成。

5.9 光学镜薄绢, 不含棉、麻。

5.10 粉碎机, 研钵研杵或相当的粉碎设备。

注: 只适用于 B 法。

6 采样

6.1 按 GB 3778 或 GB/T 7044 的规定采取炭黑试样。

6.2 用 A 法测试时, 炭黑试样不需破碎; 用 B 法测试时, 炭黑试样须经破碎处理。

6.3 取适量炭黑, 按 GB/T 3780.8 的规定在 105℃±2℃ 或 125℃±2℃ 的烘箱中干燥 1 h, 在干燥器中冷却至室温备用。

注: 炭黑干燥温度不可高于规定的温度, 也不能用红外灯干燥, 因为有些抽出物可能在较高温度下挥发而影响结果。

7 试验条件

试验应在室温为 (23±2)℃, 相对湿度为 (50±5)% 或室温为 (27±2)℃, 相对湿度为 (65±5)% 的条件下进行。试剂和仪器在使用前应达到环境温度。

甲苯易燃、有毒, 试验应在通风橱内进行。使用的电动机必须防爆, 通风橱内不应有影响试验结果的烟雾或蒸汽。

8 分析步骤

8.1 A 法——快速法

8.1.1 校正分光光度计(5.3)之前, 至少预热 10 min。把约 50 cm³ 的甲苯(4)滤入锥形瓶(5.5)中, 盖上瓶塞, 用此甲苯清洗比色槽。

将滤出的甲苯注满比色槽, 用薄绢(5.9)擦干比色槽外壁并置入分光光度计中, 在波长 425 nm 下, 调节分光光度计使纯甲苯透光率指示为 100%。

8.1.2 称取已干燥的炭黑试样 3 g±10 mg 于锥形瓶(5.5)中。

如果比色槽的容积较大, 也可称取较多的试样, 每增加 1 g 炭黑需增加 10 cm³ 甲苯。

8.1.3 用量筒(5.6)量取滤出的甲苯(30±0.5)cm³, 注入盛有试样的锥形瓶(8.1.2)中。

8.1.4 加入甲苯后 5 s 内使炭黑全部浸润, 摇动(15±5)s。

8.1.5 摇动后, 在 30 s 内过滤混合物于锥形瓶(5.5)中。每个试样均用新滤纸过滤, 不允许滤纸重复使用。

8.1.6 用约 1 cm³ 的滤液(8.1.5)清洗比色槽。

8.1.7 滤后 1 min 内必须将滤液(8.1.5)注入比色槽(8.1.6), 用薄绢擦净表面。

8.1.8 把比色槽置于调节好的分光光度计(8.1.1)中, 在 425 nm 的波长下, 读取透光率百分数。

8.1.9 测试结束立即用清洁甲苯冲洗比色槽。

8.2 B法——产品鉴定法

8.2.1 校正分光光度计(5.3)之前,至少预热 10 min。把约 30 cm³的甲苯(4)滤入锥形瓶(5.5)中盖上瓶塞,用此甲苯清洗比色槽 3 次,每次甲苯用量为比色槽容积的 1/3。

将滤出的甲苯注满比色槽,用薄绢(5.9)擦干外部,置入分光光度计中,在波长 425 nm 下,调节分光光度计使纯甲苯透光率指示为 100%。

8.2.2 称取 2 g±10 mg 已粉碎并干燥的炭黑试样,放入锥形瓶(5.5)中。

如果比色槽的容积较大,也可称取较多的试样,每增加 1 g 炭黑需增加 10 cm³ 甲苯。

8.2.3 用量筒(5.6)量取滤出的甲苯(20±0.5) cm³,注入盛有试样的锥形瓶(8.2.2)中并盖上瓶塞。

8.2.4 加入甲苯后 5 s 内用手摇动混合物(60⁺⁵₀) s,也可用每分钟振荡 240 次的振荡器进行。

8.2.5 立即过滤混合物于另一锥形瓶(5.5)中,盖上瓶塞。如果有炭黑透滤,本次试验即作废并应重新作试验。每个试样都要用新滤纸过滤,不允许滤纸重复使用。

8.2.6 每次用 1 cm³ 的滤液(8.2.5)清洗比色槽,共清洗 3 次。

8.2.7 过滤后 1 min 内将滤液(8.2.5)注入比色槽(8.2.6),并用薄绢擦净表面。

8.2.8 把比色槽放入调节好的分光光度计(8.2.1)中,在 425 nm 的波长下读取透光率百分数。

8.2.9 测试结束后立即用清洁的甲苯冲洗比色槽。

9 结果表示

由 8.1.8 或 8.2.8 得到的读数即甲苯抽出物的透光率,以百分数表示,结果按 GB/T 8170 的规定修约到整数(1%)。

10 精密度

10.1 重复性:同一实验室两次测定结果之差不超过平均值的 1.60%。

10.2 再现性:不同实验室间两次测定结果之差不超过平均值的 3.55%。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本试验依据的标准编号;
- b) 试样的标志及编号;
- c) 试样质量;
- d) 采用的方法(A 法或 B 法);
- e) 分光光度计型号;
- f) 试验结果;
- g) 在试验中观察到的异常现象;
- h) 试验日期;
- i) 试样的干燥温度。

附录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 3858-1:1990/ISO 3858-2:1990 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分章条编号与 ISO 3858-1:1990/ISO 3858-2:1990 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ISO 3858-1:1990/ISO 3858-2:1990 章条编号对照

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号	
	ISO 3858-1:1990	ISO 3858-2:1990
警告	第 7 章的第 2 段和第 8 章的第 1、2 段	第 7 章的第 2 段和第 8 章的第 1、2 段
—	5.7	—
5.7	5.9	5.9
5.9	—	—
5.10	—	5.7
8.1.1~8.1.9	8.1~8.9	—
8.2.1~8.2.9	—	8.1~8.9
10	—	—
11	10	10
注：表中的章条以外的本部分其他章条编号与 ISO 3858-1:1990 和 ISO 3858-2:1990 其他章条编号均相同且内容相对应。		