



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.8—2008
代替 GB/T 3780.8—2002

炭黑 第8部分：加热减量的测定

Carbon black—Part 8: Determination of heating loss

(ISO 1126:2006, Rubber compounding ingredients—Carbon black—Determination of loss on heating, MOD)

2008-05-14 发布

2008-10-01 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：压缩试样吸油值的测定；
- 第 5 部分：比表面积的测定 CTAB 法；
- 第 6 部分：着色强度实验方法；
- 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(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 8 部分。

本部分修改采用国际标准 ISO 1126:2006《橡胶配合剂 炭黑 加热减量的测定》(英文版)。

本部分根据 ISO 1126:2006 重新起草。在资料性附录 A 中列出了本部分章条款与 ISO 1126:2006 章条款的对照一览表。

考虑到我国国情,为便于使用,在采用 ISO 1126:2006 时,本部分做了一些修改。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为了方便使用,本部分还做了下列编辑性的修改：

- a) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；
- b) 用“本部分”代替“本国际标准”；
- c) 增加了资料性附录 A“本部分章条编号与 ISO 1126:2006 章条编号对照”；
- d) 增加了资料性附录 B“本部分与 ISO 1126:2006 技术性差异及其原因”。

本部分代替 GB/T 3780.8—2002《炭黑 加热减量的测定》。

本部分与 GB/T 3780.8—2002 相比的主要变化如下：

- a) 增加了系列标准目录；
- b) 增加了 B 法和 C 法(本版的 9~13、14~19)；
- c) 按 ISO 1126:2006 的规定,规定 A 法为仲裁方法；
- d) 为了进一步加强对炭黑加热减量的质量控制,满足顾客对炭黑加热减量的更高要求,根据 ISO 1126:2006 标准,取消了恒温干燥箱温度控制(105±2)℃的规定(2002 年版的 4.1;本版的 4.1)；
- e) 称量瓶的直径,根据 ISO 标准的要求,修改为直径 60 mm,同时增加“当试验需要较多样品时,可以使用敞口容器,并保证在加热过程中样品厚度不超过 10 mm”(2002 年版的 4.2;本版的 4.2 注)；
- f) 将步骤中的“采集的样品需置于密闭的样品容器中,并使样品在试验之前达到室温”,编辑到

“采样”中(2002年版的6.4注1;本版的5.2);

- g) “将约2 g(精确至0.1 mg)的炭黑平铺在称量瓶底部”,替代“称取约2 g(精确至0.1 mg)的炭黑于称量瓶内”(2002年版的6.2;本版的6.3);
- h) 根据ISO 1126:2006中方法A精密度要求,本部分A法的精密度较上一版有了更加严密的规定(见第8章);
- i) 增加了附录A“本部分章条编号与ISO 1126:2006章条编号对照”一览表(本版的附录A);
- j) 增加了附录B“本部分与ISO 1126:2006技术性差异及其原因”一览表(本版的附录B);
- k) 增加了附录C“B法与C法的比较”(本版的附录C)。

本部分的附录A、附录B、附录C均为资料性附录。

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、中橡(马鞍山)化学工业有限公司、河北龙星化工集团有限公司。

本部分主要起草人:聂素青、冯洁、侯贺钢、钟磊。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 3780.8—1983、GB/T 3780.8—1992、GB/T 3780.8—2002。

炭黑 第8部分：加热减量的测定

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

GB/T 3780的本部分规定了A法（重力对流干燥箱法）、B法（水分天平法）、C法（红外线照射法）测定炭黑加热减量的方法，其中A法为仲裁法，B法、C法为中控分析法。

本部分适用于橡胶用炭黑、乙炔炭黑和色素炭黑。^{1]}

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	3782	乙炔炭黑
GB/T	7044	色素炭黑
GB/T	8170	数值修约规则

3 原理（A法——重力对流干燥箱法）

称量在125℃干燥箱中加热前后的试样质量，质量差与加热前试样质量的比值，即为该试样的加热减量。

4 仪器

4.1 恒温干燥箱，重力对流型，温度可以控制在 (125 ± 1) ℃。

4.2 称量瓶，矮型，高30 mm，直径60 mm，配有磨口玻璃盖。

注：当试验需要较多样品时，可以使用敞口容器，并保证在加热过程中样品厚度不超过10 mm。

4.3 分析天平，精度为0.1 mg。

4.4 干燥器，装有有效干燥剂。

5 采样^{2]}

5.1 不同类型炭黑分别按GB 3778、GB/T 3782、或GB/T 7044的规定进行采样。

5.2 采集的样品需置于密闭的样品容器中，并使样品在试验之前达到室温。

6 分析步骤

6.1 用双份试样进行测试。

6.2 把称量瓶（4.2）和盖放在125℃干燥箱（4.1）中，打开瓶盖干燥30 min。然后将称量瓶和盖移入干燥器（4.4）中，冷却至室温。称取瓶和盖的质量（ m_0 ），精确至0.1 mg。

1] ISO 1126 无乙炔炭黑和色素炭黑

2] ISO 1126 无此规定。

6.3 将约 2 g 的炭黑试样平铺在称量瓶底部，加盖称量 (m_1)，精确至 0.1 mg。

注：乙炔炭黑或粉状炭黑称取约 1 g 试样。

6.4 将称量瓶、试样和盖放入干燥箱，打开盖，于 125℃ 干燥 1 h。

6.5 盖好称量瓶盖转移至干燥器内，移开盖冷却至室温，盖好盖子重新称量 (m_2)，精确至 0.1 mg。

注：称量瓶从恒温箱或干燥器中放入和取出时应盖好瓶盖，以免由于空气流动使炭黑损失。

7 结果计算

7.1 加热减量以质量分数 (H) 计，数值以 % 表示，按下列公式 (1) 计算：

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_0 —— 称量瓶和盖的质量的数值，单位为克 (g)；

m_1 —— 加热前称量瓶、盖和试样质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 —— 加热后称量瓶、盖和试样质量的数值，单位为克 (g)。

7.2 计算结果保留两位小数，取其平均值，然后按报告要求或根据 GB 3778、GB/T 3872、GB/T 7044 中的规定，用 GB/T 8170 进行数值修约。

8 精密度

8.1 重复性——两次测试结果之差不超过其平均值的 12.85%；

8.2 再现性——两次测试结果之差不超过其平均值的 13.37%。

9 原理 (B 法 —— 水分天平法)

将一定量试样置于水分天平内，于 125℃ 下加热，试样质量的变化通过水分天平显示器显示，然后通过计算得到加热减量。

10 仪器

10.1 水分天平，精度为 1 mg，并有一个间接加热源。

11 采样^{1]}

11.1 不同类型炭黑分别按 GB 3778、GB/T 3782 和 GB/T 7044 的规定进行采样。

11.2 采集的样品需置于一个密闭的样品容器中，并使样品在试验前达到室温。

12 分析步骤

12.1 按仪器说明书安装水分天平，设置温度为 125℃。

注：在设定所需温度之后，应将空称量盘加热 30 min 并冷却到室温后，方可进行试样测定。

12.2 放置约 10 g 的炭黑样品均匀地平铺在水分天平的称盘上，并称质量 (m_3)，精确至 1 mg。

注：乙炔炭黑或粉状炭黑称取约 2 g 试样。

12.3 轻轻地闭合水分天平上盖，并启动仪器开始加热样品。

12.4 在这样的干燥条件下，持续干燥一段时间后，如 30 s 内水分天平显示器所显示的质量变化小于 1 mg，则认为试样已经干燥了，停止加热并记录显示器上质量的数值 (m_4)。

1] ISO 1126 无此规定

13 结果计算

13.1 炭黑加热减量以质量分数 (H) 计, 数值以 % 表示, 按下列公式 (2) 计算:

$$H = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_3 —— 加热前试样质量的数值, 单位为克 (g);

m_4 —— 加热后试样质量的数值, 单位为克 (g)。

13.2 计算结果保留两位小数, 然后按报告要求或根据 GB 3778、GB/T 3782、GB/T 7044 中的规定, 用 GB/T 8170 进行数值修约。

14 原理 (C 法 —— 红外线照射法)

用红外线水分仪中的红外线灯照射炭黑样品, 使样品加热, 加热过程中损失的量即为加热减量。

15 采样¹⁾

15.1 不同类型炭黑分别按 GB 3778、GB/T 3782 和 GB/T 7044 的规定进行采样。

15.2 采集的样品需置于一个密闭的样品容器中, 并使样品在试验前达到室温。

16 仪器

16.1 红外线水分仪, 精度 1 mg。图 1 为红外线水分仪的示意图。

注: 红外线水分仪分为: 调节距离型 (具有 185 W 红外线灯) 和调节电压型 (具有 250 W 红外线灯)。这两种类型仪器都要配有一台分析天平。原则上, 所使用的仪器应可容纳 10 g 的容量, 但只要能达到要求准确度的其它容量的仪器也可以使用。当使用新购买的仪器时, 应检查仪器的校准刻度, 并详细标明有效使用期限。

17 分析步骤

17.1 用双份试样进行测试。

17.2 按照仪器说明书安装红外线水分仪, 设置温度为 125 °C。

17.3 取约 10 g 试样, 均匀地平铺在红外线水分仪的样品盘上, 精准至 1 mg。

注: 乙炔炭黑或粉状炭黑称取约 2 g 试样。

17.4 将样品盘放置在红外线水分仪 185 W 红外线灯下, 使样品盘的上部边缘距灯表面中心的距离为 75 mm ± 2 mm。

17.5 启动仪器。用红外线照射样品。

17.6 照射一段时间后, 当数字显示器所显示的读数每分钟下降 ≤ 0.05 %, 则再过 2 min 记录数字显示器上的读数, 这个数就是加热减量, 以百分数表示。

18 结果计算

18.1 炭黑加热减量以数字显示器所显示的数值表示。

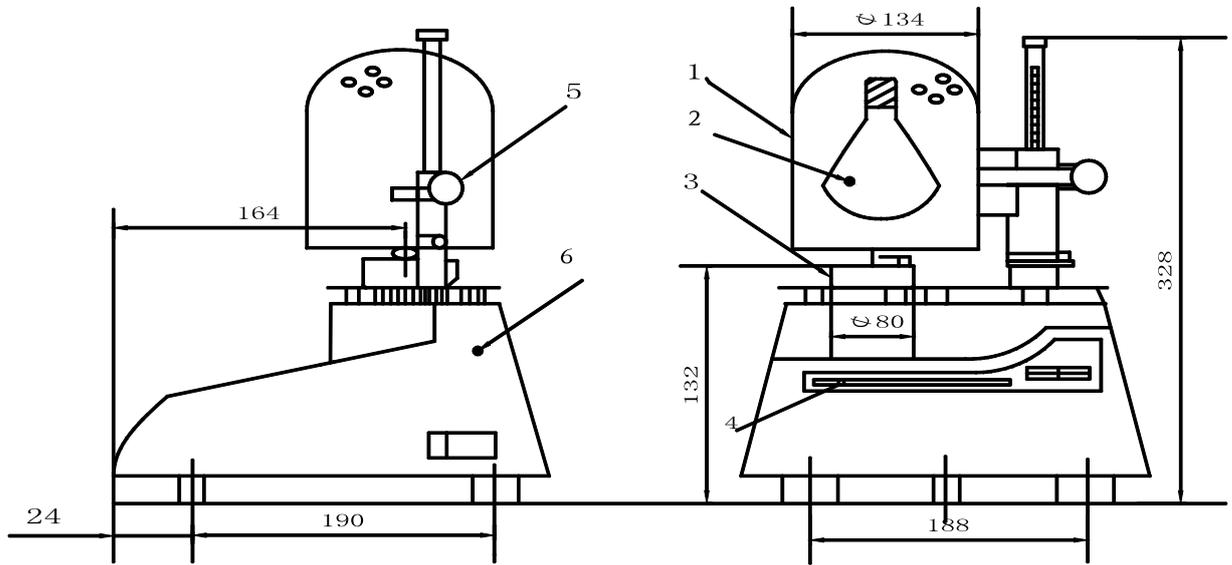
18.2 取平均值, 然后按报告要求或根据 GB 3778、GB/T 3782、GB/T 7044 中的规定, 用 GB/T 8170 进行数值修约。

19 精密度

两次测定结果之差不超过平均值的 11.71 %。

1] ISO 1126 无此规定

单位为毫米



图中:

- 1——红外线灯罩;
- 2——红外线灯 ($\varnothing 100 \text{ mm} \times 137 \text{ mm}$ 高);
- 3——样品盘;
- 4——数字显示器;
- 5——把手;
- 6——红外线水分仪。

图1 红外线水分仪示意图

20 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 试样的标识和编号;
- b) 本试验依据的标准编号;
- c) 试样的质量;
- d) 使用的方法 (A 法、B 法或 C 法);
- e) 试验结果 (均值或中位数、测试次数);
- f) 所有试样步骤与基本步骤的差异;
- g) 在试验中观察到的异常现象;
- h) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 1126: 2006 章条编号对照

表A.1 给出了本部分章条编号与ISO 1126: 2006 章条编号一览表。

表 A.1 本部分章条编号与 ISO 1126: 2006 章条对照

本部分章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
---	1 的第 2 段
2	---
3	2、2.1
4	2.2
4.1	2.2.1 的部分内容
4.2	2.2.2
4.3	2.2.3
4.4	2.2.4
5	---
5.1	---
5.2	2.3.1.1
6	2.3
---	2.3.1
6.1	---
6.2	2.3.2.1
6.3	2.3.2.2
6.3 注	---
6.4	2.3.2.3
6.5	2.3.2.4
6.5 注	2.3.1.2
7.1	2.4
7.2	---
8	6.2 部分内容
9	3、3.1
10	3.2
10.1	3.2.1
11	---
12	3.3
12.1	3.3.1
12.1 注	---
12.2	3.3.2
12.2 注	---
12.3	3.3.3
12.4	3.3.4

表 A.1 (续)

13、13.1	3.4
13.2	---
14	4、4.1
15	---
16	4.2
16.1	4.2.1
17	4.3
17.1	---
17.2	4.3.1
17.3	4.3.2
17.3 注	---
17.4	4.3.4
17.5	4.3.3
17.6	4.3.5
18	---
19	6.3 部分内容
20	7
附录 A	5
附录 B	---
附录 C	---

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 1126: 2006 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 1126: 2006 技术性差异及其原因的一览表

表 B.1 本标准与 ISO 1126: 2006 技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原因
封面	对标准名称进行了修改。	根据统一标准名称的要求。
前言	删除ISO前言，增加本标准前言。	因国际标准前言不适合我国国家标准格式要求。
警告	增加	标准的统一格式。
1	扩大了适用范围，适用于乙炔炭黑、色素炭黑，同时删除了ISO 1126: 2006中1的第2段	按标准要求。
-	将ISO 1126: 2006中方法1、方法2、方法3，分别更名为本部分的A法、B法、C法。	习惯表述。
2	增加“规范性引用文件”	标准的格式要求。
4.1	删除ISO 1126: 2006的2.2.1对烘箱的要求“温度均匀性为±5℃”。	以适合我国国情。
-	删除ISO 1126: 2006的3.2.1	因所包含的内容已编辑到其他条款中。
5、11、15	增加“采样”。	增加可操作性。。
6.3注、12.2注、17.3注	增加“乙炔炭黑或粉状炭黑称取约2g左右”。	本部分扩大了标准的适用范围。
7.2、13.2、18	增加计算测试结果的取值方法。	为了结果取值的规范化。
9~13、14~19	B法与C法作为中控分析用，不作为炭黑质量的鉴定。	经试验验证，B法与C法的测定结果均偏高于A法，但B法与C法操作快捷、简便，有利于炭黑生产的中间控制。
10.1	将ISO 1126: 2006的3.2.1水分天平的精度由0.1 mg修改为1 mg，测定时的称量精度修改为精确到1 mg。	适合我国国情。
12.1	将ISO 1126: 2006的3.3.1规定的温度“不高于125℃”，修改为“设置温度为125℃”。	为了标准的严谨性。
12.1注	B法步骤中增加了注内容。	增加可操作性。
12.2	将ISO 1126: 2006的3.3.2所规定的“称取大约2g的量”修改为“约10g”。	为了提高测试结果的准确性。
13.1	将ISO 1126: 2006中3.4公式的A、B分别修改为 m_3 、 m_4 。	质量一般以 m 表示。
17.1	增加“用双份试样进行测试”。	提高测试结果的准确性。
17.3	将ISO 1126: 2006中4.3.2所规定的“称取大约5g的量”修改为“约10g”。	提高测试结果的准确性。

表 B.1 (续)

17.3	将ISO 1126: 2006中C法4.3.2称样量精确至0.01 g, 修改为1 mg。	提高测试结果的准确性。
-	删除了ISO 1126: 2006中第6章对精密度和偏差的具体描述, 只保留了精密度的规定, 同时增加了数值修约的规定。	使标准更加简洁、明了、适用。

附录 C
(资料性附录)

表 C.1 B 法与 C 法的比较

	B 法	C 法
仪器	水分天平	红外线水分仪
称量精度	1 mg	1 mg
测量方法	间接加热	直接加热 调节距离型 调节电压型
测量温度	125 ℃	—
样品质量	大约 10 g	大约 10 g
样品干燥的判定	在干燥的条件下,干燥超过 30 s,样品质量减少不超过 1 mg,则认为样品干燥了,加热减量以质量的百分数表示,精确至 0.1 %。	照红外线射一段时间后,当数字显示器所显示的读数每分钟下降 $\leq 0.05\%$,则再过 2 min 记录数字显示器上的读数,这个数就是加热减量。以百分数表示。
计算结果	$H = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100$	自动报出