



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.1—2015
代替 GB/T 3780.1—2006

炭黑 第1部分：吸碘值试验方法

Carbon black—Part 1: Test method for iodine adsorption number

2015-05-15 发布

2015-10-01 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：橡胶配合剂筛余物的测定 水冲洗法。

本部分为 GB/T 3780 的第 1 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 3780.1—2006《炭黑 第 1 部分：吸碘值试验方法》，与 GB/T 3780.1—2006 相比，主要技术变化如下：

- 修改了“炭黑试样称样量”(见表 1, 2006 年版表 1)；
- 增加了“碘溶液, $c(1/2 I_2) = 0.473 0 \text{ mol/L}$, 配制见 A.1.1”(见 4.1)；
- 删除了碘化汞(2006 年版 4.1)；
- 增加了“注 1”(见 4.2)；
- 增加了“注 2”(见 4.2)；
- 删除了上版“分析步骤”中的“B 法”(2006 年版 8.3)；
- 修改了“分析步骤”中对“空白测试”的描述[见 8.5 c), 2006 年版 8.2.4.1.5]；
- 删除了上版“B 法”对应的“计算结果”中的计算公式(见 2006 年版 9.2)；
- 增加了“硫代硫酸钠标准溶液浓度的调节”和“碘溶液浓度的调节”(见 A.2.1.1.3、A.2.2.1.3)；
- 增加了“用标准参比炭黑进行校正”和“标准参比炭黑 INR 吸碘值控制限”(见 A.3、A.4、表 A.1)；
- 删除了“SRB6 系列标准参比炭黑吸碘文献值”(2006 年版附录 C)；
- 增加了“碘化钾含量的测定”(见附录 B)。

本部分使用重新起草法参考 ASTM D 1510-11《炭黑标准测试方法 吸碘值》编制。

本部分与 ASTM D 1510-11 相比在结构上有较多调整，附录 C 中列出了本部分与 ASTM D 1510-11 的章条对照一览表。

本部分与 ASTM D 1510-11 的技术性差异及其原因如下：

- 引用了与 ASTM D 1510-11 中引用的 D 4483、D 1799、D 1900、D 4821 对应的我国国家标准 GB/T 3778、GB/T 3782、GB/T 15338，增加了 GB/T 8170、GB/T 12805、GB/T 12806、

- GB/T 12808,以方便我国标准使用者(见第2章);
- 删除了“意义和用途”,不宜写在标准正文中(见 ASTM D 1510-11 的第4章);
 - 删除了“重铬酸钾试剂”和“用重铬酸钾溶液标定硫代硫酸钠溶液”的方法,国内几乎不使用(ASTM D 1510-11 的 6.5、7.1.1);
 - 修改“碘溶液: $c(1/2 I_2) = (0.047\ 3 \pm 0.000\ 03) \text{ mol/L}$ ”为“碘溶液: $c(1/2 I_2) = (0.047\ 3 \pm 0.000\ 1) \text{ mol/L}$ ”,在保证方法精密度水平基础上,增加可操作性(见 A.2.2, ASTM D 1510-11 的 7.2);
 - 增加了“试验条件”,以防温度变化过大导致试验溶液浓度的变化(见第7章);
 - 修改了“炭黑试样称样量”,为解决传统的吸碘值称量方法所引起的试验技术上的缺陷,同时增加了乙炔炭黑称样量(见表1, ASTM D 1510-11 的 10.2);
 - 删除了“自动滴定仪的相关仪器”以及“用自动滴定仪测试吸碘值的方法”,目前该方法不适用(见第11章, ASTM D 1510-11 的 5.16~5.20);
 - 修改了“计算式”,用硫代硫酸钠标准溶液的浓度代替碘溶液的浓度,这样的公式更科学(见 9.1);
 - 修改了“碘酸钾基准溶液的配制方法”,以防止碘酸钾基准溶液变黄(见 A.1.6, ASTM D 1510-11 的 A.1.6);
 - 将“标准参比炭黑 INR”替代“SRB HT”,目前 ASTM 标准物质 INR 已替代 SRB HT(见 A.3, ASTM D 1510-11 的第8章);
 - 修改“炭黑吸碘值会随着放置时间的延长而降低。标准参比炭黑 INR 随时间的放置,其吸碘值稳定”为“普通炭黑吸碘值会随着放置时间的延长而降低。经特殊处理的标准参比炭黑(如 INR)随时间的放置,其吸碘值稳定,可通过测试标准参比炭黑确定吸碘值的准确性”,描述更加确切(见 A.3.1, ASTM D 1510-11 的 8.1);
 - 修改“当更换设备或新购大量的碘或硫代硫酸钠时,或者两种情况均发生时,回归方程应重新确定”为“当更换设备或使用不同批次的碘或硫代硫酸钠或硫代硫酸钠溶液贮存达到 30 d 时,应重新测试标准参比炭黑确认回归方程”,规定更全面和明确(见 A.3.6, ASTM D 1510-11 的 8.6);
 - 增加了“试验室可以选用有相同作用的其他标准参比炭黑”,以增加可操作性(见 A.3.2 注);
 - 增加了“标准参比炭黑 INR 吸碘值控制限”,以方便标准使用者(见 A.4、表 A.1);
 - 增加了“本部分与 ASTM D 1510-11 的相比的结构变化情况”(见附录 C)。

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、金能科技股份有限公司、曲靖众一精细化工股份有限公司、龙星化工股份有限公司、山东联科新材料有限公司、四川理工学院。

本部分主要起草人:聂素青、刘健、代传银、马伟伟、冯洁、蒋良强、侯贺钢、张友伟、金永中。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3780.1—1983、GB/T 3780.1—1991、GB/T 3780.1—1998、GB/T 3780.1—2006;
- GB/T 3781.7—1983、GB/T 3781.7—1993。

炭黑 第 1 部分:吸碘值试验方法

警告:使用本标准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 的本部分规定了测定橡胶用炭黑及乙炔炭黑吸碘值的方法。

本部分适用于各类橡胶用炭黑(不包括 S 系列、混气和天然气槽法炭黑)及乙炔炭黑。不适用于有表面多孔性、挥发性和抽出物存在的炭黑。

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 3782 乙炔炭黑

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12805—2011 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12806—2011 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808—1991 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 15338 炭黑 试验方法精密度和偏差的确认

3 原理

用规定浓度的碘溶液浸润定量的炭黑试样,并使其充分混合,达到吸附平衡后,用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量的碘,吸附的碘量与炭黑试样量的比值为吸碘值。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 碘溶液, $c(1/2 I_2)=0.473 0 \text{ mol/L}$,配制见 A.1.1。

4.2 碘溶液, $c(1/2 I_2)=0.047 3 \text{ mol/L}$,配制见 A.1.2,标定见 A.2.2。

注 1: 吸碘值测试用碘溶液的浓度是 $0.047 3 \text{ mol/L}$,可用固体直接配制或用较浓的碘溶液(见 4.1)稀释 10 倍来制备。

注 2: 溶液中碘化钾的含量会影响吸碘值的准确性,所配制的溶液宜按附录 B 测试碘化钾的含量,含量达到 $(57 \pm 0.5) \text{ g/L}$,溶液方可使用。

4.3 硫代硫酸钠标准溶液, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.039 4 \text{ mol/L}$,配制见 A.1.3,标定见 A.2.1。

4.4 硫酸溶液,体积分数为 10%,配制见 A.1.4。

4.5 可溶性淀粉溶液,质量分数为 1%,配制见 A.1.5。

4.6 碘酸钾基准溶液, $c(1/6 \text{ KIO}_3)=0.039 4 \text{ mol/L}$,配制见 A.1.6。