



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.14—2010
代替 GB/T 3780.14—1995

炭黑 第 14 部分：硫含量的测定

Carbon black—Part 14: Determination of sulfur content

(ISO 1138:2007, Rubber compounding ingredients—Carbon black—Determination of sulfur content, MOD; ISO 15671:2000, Rubber and rubber additives—Determination of total sulfur content using an automatic analyser, MOD)

2010-08-09 发布

2011-05-01 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
炭 黑 第 14 部 分 : 硫 含 量 的 测 定
GB/T 3780.14—2010

*

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 0.75 字数 20 千字

2010年9月第一版 2010年9月第一次印刷

*

书号:155066·1-40288

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

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：橡胶配合剂筛余物的测定 水冲洗法。

本部分是 GB/T 3780 的第 14 部分。

本部分修改采用 ISO 1138:2007《橡胶配合剂 炭黑 硫含量的测定》(英文版),ISO 15671:2000《橡胶和橡胶添加剂 自动分析仪法测定总硫含量》(英文版)。

本部分根据 ISO 1138:2007 和 ISO 15671:2000 重新起草。在附录 A 中列出了本部分章、条与 ISO 1138:2007 和 ISO 15671:2000 章、条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ISO 1138:2007 和 ISO 15671:2000 时,本部分做了一些修改。本部分与 ISO 1138:2007 和 ISO 15671:2000 的主要差异如下：

- 将 ISO 1138:2007 与 ISO 15671:2000 的范围进行了合并(本部分的 1)；
- 增加了 GB 3778、GB/T 3780.8、GB/T 8170,以符合我国国情(本部分的 2)；
- 增加了硝酸银溶液,方便标准使用者(本部分 3.2.4)；
- 增加“耐压至少 3 MPa”,增加可操作性(ISO 1138:2007 的 3.3.1;本部分的 3.3.1)；
- 增加了“采样”,提高本部分可操作性(本部分的 3.4、4.4、5.4)；
- 将烘箱的可控温度由(105±2)℃修改为(125±1)℃,为了统一操作(ISO 1138:2007 的 4.3.9;本版的 3.3.4、4.3.9)；
- 增加了“干燥器”,提高本部分可操作性(本部分的 3.3.7)；
- 增加了“图 1 氧弹式量热计构造简图”、“图 2 氧弹剖视图”和“图 3 燃烧炉法仪器装置图”,方便标准使用者(本部分的图 1、图 2、图 3)；
- 增加“尺寸应符合燃烧管规格”,增加可操作性(ISO 1138:2007 的 4.3.3;本部分的 4.3.3)；
- 修改“精确至 1 mg”为“精确至 0.1 mg”,以提高测试精度(ISO 1138:2007 的 4.4.1;本部分的 4.5.1)；
- 将 ISO 1138:2007 的 6 分解为本部分的 5.5.1“仪器的准备”和 5.5.2“仪器的校准”,并将此两部分归入本部分 5.5 的分析步骤,同时增加本部分的 5.5.3“试样的测定”,使标准结构更清晰；

- 增加了计算测试结果的取值方法,规范结果取值(本部分的 3.6.2、4.6.2、5.6.2);
- A、B 法增加了精密度的规定,提高标准的严谨性(本部分的 6.1.1);
- 删除了 ISO 1138:2007 的 5“C 法:自动分析法”,此部分对应于 ISO 15671:2000;
- 删除了 ISO 15671:2000 的 2“术语和定义”,另有国家标准进行规定;
- 删除了 ISO 15671:2000 中第 9 章对精密度和偏差的具体描述,只保留了精密度的规定,精密
度另有国家标准进行规定(本部分的 6.1.2、6.2)。

为便于使用,本部分还做了下列编辑性修改:

- a) 删除了 ISO 前言,增加了本部分前言,符合我国国家标准格式要求;
- b) “本国际标准”一词改为“本部分”;
- c) 采用国际单位制单位;
- d) 增加了资料性附录 A“本部分章条编号与 ISO 1138:2007 和 ISO 15671:2000 章条编号对照”;
- e) 用小数点“.”代替作为小数点的符号“,”。

本部分代替 GB/T 3780.14—1995《炭黑硫含量的测定》。

本部分与 GB/T 3780.14—1995 相比主要变化如下:

- a) 修改了标准名称;
- b) 增加了硝酸银溶液(本版的 3.2.4);
- c) 将烘箱的可控温度由 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 修改为 $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$,并增加了“重力对流型”(1995 版的 5.4、13.9;本版的 3.3.4、4.3.9);
- d) 增加了“图 1 氧弹式量热计构造简图”、“图 2 氧弹剖视图”和“图 3 燃烧炉法仪器装置图”(本版的图 1、图 2、图 3);
- e) 增加了“装有有效干燥剂”(1995 版的 5.7;本版的 3.3.7);
- f) 对硫含量的计算公式进行了修改[1995 版的 8.1 式(1);本版的 3.6.1 式(1)];
- g) 将“采样”进行了重新规定(本版的 3.4.4.4);
- h) 增加了“自动分析法(C 法)”(本版的 5)。

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、青州市博奥炭黑有限责任公司。

本部分主要起草人:聂素青、贾翠萍、钟磊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3780.14—1983、GB/T 3780.14—1995。

炭黑 第 14 部分:硫含量的测定

警告:使用 GB/T 3780 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 的本部分规定了氧弹式量热计法(A法)、燃烧炉法(B法)和自动分析仪法(C法)测定炭黑总硫含量的方法。

本部分适用于橡胶用炭黑。

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 第 8 部分:加热减量的测定(GB/T 3780.8—2008,ISO 1126:2006,Rubber compounding ingredients—Carbon black—Determination of loss on heating,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 氧弹式量热计法(A法)

3.1 原理

称取适量经干燥的炭黑试样于氧弹式量热计内点燃。燃烧后将氧弹打开,用水冲洗其内表面,用烧杯收集洗涤物,收集和称量在洗涤物中以硫酸钡形式沉淀的硫,计算出硫的百分含量。

3.2 试剂与材料

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。

3.2.1 氯化钡溶液:100 g/L,溶解 100 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于水中并稀释至 1 000 mL。

3.2.2 盐酸, $\rho_{20} = 1.19$ g/mL。

3.2.3 2,4,6-三硝基苯酚(苦味酸)饱和溶液:将适量的苦味酸加到装有水的具塞玻璃瓶中。充分摇动瓶子,溶解苦味酸使溶液达到饱和。饱和后,溶液中应留有少许苦味酸晶体。

3.2.4 硝酸银溶液:17 g/L,溶解 17 g 硝酸银(AgNO_3)于水中并稀释至 1 000 mL。

3.2.5 氧气,工业用钢瓶贮装的足够纯度(不含硫化物)的氧气。

3.3 仪器

3.3.1 氧弹式量热计(见图 1、图 2),耐压至少 3 MPa,带有点火变压器,点火丝,带燃料容器的坩埚,椭圆形桶,量热计套,氧弹式量热计周围水循环用的电动搅拌器,以及量程为(19~35)℃,精度 0.02℃的量热温度计。

3.3.2 氧气瓶,带有与氧弹式量热计相连的连接器和调节器。

3.3.3 瓷坩埚,容积 30 mL。

3.3.4 烘箱,重力对流型,温度可调节在(125±1)℃。

3.3.5 高温炉,可控温度在(925±25)℃。

3.3.6 过滤漏斗,本生(Bunsen)式长管过滤漏斗,有 60°的角槽。