



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.18—2017
代替 GB/T 3780.18—2007

炭黑 第 18 部分：在天然橡胶(NR) 中的鉴定方法

Carbon black—Part 18: Standard test methods for evaluation
in Natural Rubber(NR)

2017-11-01 发布

2018-05-01 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：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；
- 第24部分：空隙体积的测定。

本部分是GB/T 3780的第18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 3780.18—2007《炭黑 第18部分：在天然橡胶(NR)中的鉴定方法》，与GB/T 3780.18—2007版本相比主要变化如下：

- “相对湿度控制在 $(50 \pm 5)\%$ ”修改为“相对湿度控制在 $(50 \pm 10)\%$ ”[见5.2.5、5.3.4、表4中8)、5.4.7,2007年版的5.2.11、5.3.13、5.4.8、5.4.21]；
- “在 $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ 条件下”修改为“在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下”[见5.2.5、5.3.4、表4中8)、5.4.7,2007年版的5.2.11、5.3.13、5.4.8、5.4.21]；
- “按GB/T 2941在 $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ 下停放”修改为“在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下停放”(见6.1f,2007年版的6.1.6)；
- “样品与参比炭黑(如国产SRB3#)”修改为“样品与参比炭黑(如国产IRC4#)”[见6.1g),2007年版的6.1.7]；
- “试验方法B—密炼机”中,“如果胶料的质量超出了480.9 g~485.7 g,”修改为“如果混炼胶的质量与理论质量之差超出了该胶料理论质量的 $\pm 0.5\%$,”(见5.3.2,2007年版的5.3.11)；
- 增加“参考文献”。

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)归口。

本部分起草单位：中昊黑元化工研究设计院有限公司、江西黑猫炭黑股份有限公司、杭州中策清泉实业有限公司、金能科技股份有限公司、龙星化工股份有限公司、云南云维飞虎化工有限公司、四川理工学院。

本部分主要起草人：邓毅、周俊、徐俊、张慧、侯贺钢、邓碧云、张敬雨、王成。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3780.18—1983、GB/T 3780.18—1998、GB/T 3780.18—2007。

炭黑 第 18 部分：在天然橡胶(NR)
中的鉴定方法

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 的本部分规定了用于鉴定炭黑在天然橡胶中的物理机械性能的橡胶配合剂、试验配方、胶料混炼程序和试验方法。
本部分适用于鉴定各种类型的橡胶用炭黑。

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/T 528 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定
GB/T 3778 橡胶用炭黑
GB/T 6038 橡胶试验胶料 配料、混炼和硫化 设备及操作程序
GB/T 9869 橡胶胶料 硫化特性的测定圆盘振荡硫化仪法
HG/T 2725 散装炭黑采样标准方法

3 标准试验配方

标准试验配方见表 1。

表 1 标准试验配方

材 料 ^a	技术规格	质量份数
天然橡胶(NR)	No.1 RSS(GB/T 8089)	100.00
硬脂酸	200 型(GB/T 9103)	3.00
氧化锌	I 型(GB/T 3185)	5.00
促进剂 DM	优等品(GB/T 11408)	0.60
硫磺	优等品(GB/T 2449.1)	2.50
炭黑 ^b		50.00
总计		161.10
批次因子:		
试验方法 A—开炼机		3.00
试验方法 B—密炼机		6.00 ^c
试验方法 C—微型密炼机		0.40
^a 橡胶和炭黑的称量准确至 1 g,促进剂和硫磺的称量准确至 0.02 g,硬脂酸和氧化锌称量准确至 0.1 g。		
^b 鉴定 N800 系列和 N900 系列炭黑时,炭黑质量份数为 75.00。		
^c 经相关方协商,允许实验室根据设备调整批次因子,不同设备之间的数据可能存在差异。		

4 样品

- 4.1 按 GB/T 3778 或 HG/T 2725 规定进行。
- 4.2 炭黑置于(125±2)℃烘箱中干燥 1 h。加热时盛装炭黑试样的敞口器皿尺寸应保证炭黑层厚度不大于 10 mm。烘干后的炭黑试样置于一个密封的防潮容器中冷却至室温待用。

5 混炼程序

5.1 混炼设备

- 5.1.1 混炼设备应符合 GB/T 6038 规定。
- 5.1.2 下列混炼程序都适用于炭黑检验：
- a) 开炼机法—试验方法 A；
 - b) 密炼机法—试验方法 B；
 - c) 微型密炼机法—试验方法 C。

5.2 开炼机法—试验方法 A

- 5.2.1 开炼机法操作程序见表 2。

表 2 开炼机法操作程序

操作步骤	操作时间 min	累积时间 min
1) 混炼时两挡板间操作距离为(200±10)mm,辊筒温度控制在(70±5)℃。混炼时,将开炼机辊距调至 0.8 mm,生胶不包辊破料 1 次	0	0
2) 将开炼机辊距调至 1.4 mm,加入天然胶包于前辊,割刀 2 次。割刀宽度为辊筒的 3/4,从两端交替割刀 1 次为 1 刀,每刀间隔时间约 20 s	2.0	2.0
3) 调辊距至 1.65 mm,加入硬脂酸,割刀 1 次	2.5	4.5
4) 加入硫磺、促进剂和氧化锌,割刀 2 次	2.0	6.5
5) 加入全部炭黑,自由散落到料盘中。胶料表面无明显粉剂后割刀两次。再将辊距调至 1.9 mm,把散落在接料盘中的炭黑全部混入后,割刀 3 次 注:混炼胶料上有明显粉剂时不宜割刀,落到料盘中的物料宜保证全部被混入到胶料中。	7.5	14.0
6) 调辊距为 0.8 mm,将打卷胶料不包辊竖立通过辊隙 6 次	2.0	16.0
7) 调辊距使胶料片厚度不小于 6 mm,将折叠的胶料片在辊隙间通过 4 次	1.0	17.0

- 5.2.2 表 2 中的 1)~7)操作时间为(17.0±0.5)min。
- 5.2.3 复核胶料重量并记录。混炼后的胶料质量如果超出 480.9 g~485.7 g 范围,则此辊胶料作废。如果需要按试验方法 GB/T 9869 进行硫化特性测量,从混炼后的胶料中切出足够的胶料。
- 5.2.4 调辊距按胶料片厚度约 2.2 mm 下片。
- 5.2.5 将胶片放在平整、干燥、洁净的金属板上,在(23±2)℃条件下放置 1 h~24 h,相对湿度控制在(50±10)%,否则应将胶片存放在阴凉的密封容器中保存,以防吸潮。

5.3 密炼机法—试验方法 B

5.3.1 密炼机法操作程序见表 3。

表 3 密炼机法操作程序

操作步骤	操作时间 min	累积时间 min
1) 调整密炼机温度,使 8)出料时的温度在 110 ℃~125 ℃。关闭出料口,启动电机,提起上顶栓,加入所需的材料,在完成每次操作后放下上顶栓	0	0
2) 加入橡胶	0.5	0.5
3) 加入促进剂 DM	0.5	1.0
4) 加入硬脂酸	1.0	2.0
5) 加入氧化锌和一半炭黑	1.5	3.5
6) 加入余下的炭黑	1.5	5.0
7) 加入硫磺,清理密炼机进料口和上顶栓顶部	1.0	6.0
8) 在第 7 min 时出料	1.0	7.0
小计	7.0	
9) 启动开炼机,将开炼机辊距调整至 0.8 mm,并维持温度为(70±5)℃,将密炼后胶料不包辊薄通 6 次	2.0	9.0
10) 调整开炼机辊距为 6 mm 以上,将折叠的胶料片在辊隙间通过 4 次	1.0	10.0
合计	10.0	

5.3.2 复核混炼胶的质量并记录,如果混炼胶的质量与理论质量之差超出了该胶料理论质量的±0.5%,废弃该胶料重新混炼。如果需要,从保留的胶料中切出足够的胶料,并根据试验方法 GB/T 9869 进行硫化特性测量。

5.3.3 若需进行应力-应变试验,胶料下片厚度控制在约 2.2 mm。

5.3.4 将胶片放在平整、干燥的金属板上,在(23±2)℃条件下放置 1 h~24 h,相对湿度控制在(50±10)%,否则应将胶片储存在阴凉的密封容器中保存,以防吸收潮。

5.4 微型密炼机法—试验方法 C

5.4.1 微型密炼机法操作程序见表 4。

表 4 微型密炼机法操作程序

操作步骤	操作时间 min	累积时间 min
1) 母胶准备(开炼机混合):(批次因子 4.00)将开炼机辊距调整为 1.4 mm,并将辊温调整、保持在(70±5)℃	0.0	0.0
2) 加入橡胶并包在前辊上,每边作 2 次 3/4 割刀	2.0	2.0
3) 调整辊距为 1.65 mm,加入硬脂酸,每边作 1 次 3/4 割刀	2.5	4.5
4) 加入硫磺,促进剂和氧化锌,每边作 2 次 3/4 割刀	2.0	6.5

表 4 (续)

操作步骤	操作时间 min	累积时间 min
5) 将辊距调至 0.8 mm, 母胶打卷后竖直通过辊筒 6 次	2.0	8.5
6) 复核母胶质量并记录, 如果母胶质量超出 442.2 g~446.6 g, 废弃该母胶重新混炼	0.5	9.0
7) 把开炼机辊距调整为 1.5 mm, 将母胶压成片状出片	1.0	10.0
合计	10.0	
8) 在(23±2)℃条件下将母胶放置在平整、干燥、洁净的金属板上冷却, 相对湿度控制在(50±10)%, 否则要将冷却后的母胶储存在阴凉的密封容器中保存, 以防吸潮 注: 这部分母胶宜在 6 周内使用, 否则要废弃重新准备。		
9) 加炭黑(微型密炼机): 混和时, 微型密炼机起始温度控制在(60±3)℃, 空转时的电机转速为 60 r/min~63 r/min		
10) 从 1) 准备的母胶中割下质量为 44.44 g, 宽约 20 mm 的胶条		
11) 称取出 20.00 g 炭黑样品		
12) 将母胶胶条填充到密炼室中, 并开始计时	0.0	0.0
13) 密炼母胶胶条	0.5	0.5
14) 加入炭黑, 用上顶栓将所有样品加入密炼室中, 清理加料口, 放下上顶栓	1.0	1.5
15) 密炼	1.5	3.0
合计	3.0	

5.4.2 关闭电机, 提起上顶栓, 从密炼室卸料。如果需要, 记录胶料温度。

5.4.3 在室温下启动开炼机, 辊距调整为 0.8 mm, 将胶料折叠通过开炼机 5 次以上, 并保持每次的压延方向一致。

5.4.4 复核胶料质量并记录, 如果胶料质量超出 64.12 g~64.76 g, 舍弃该胶料。

5.4.5 若需进行应力-应变试验, 胶料下片厚度控制在约 2.2 mm。

5.4.6 若需按 GB/T 9869 试验方法进行硫化特性试验, 胶料下片厚度至少控制在约 6 mm。

5.4.7 将胶片放在平整、干燥的金属板上, 在(23±2)℃条件下放置 1 h~24 h, 相对湿度控制在(50±10)%, 否则应将胶片冷却后储存在阴凉的密封容器中保存, 以防吸潮。

6 硫化试片的制备及试验

6.1 应力-应变试验硫化片的准备和硫化按下列步骤进行(见 GB/T 6038):

- 硫化模具按试片尺寸为 150 mm×150 mm×2 mm 设计, 将胶料片(5.2.5、5.3.4、5.4.7)剪成长宽小于硫化模具各 3 mm 的胶料试片, 标识试样名称、试样编号、压延方向。每块胶料片称量应为(54±1)g。
- 将硫化机(GB/T 6038)平板温度调至(145±1)℃。
- 置模具(6.1.1)于硫化平板(GB/T 6038)的适当位置, 预热 20 min 后迅速装模硫化。
- 装模后, 当施加于模具的压强达到要求(GB/T 6038)时, 立即计时, 硫化时间允许误差为 20 s。
- 硫化时间: S 系列炭黑为 50 min, 其余炭黑为 30 min。
- 硫化胶试片在(23±2)℃下停放 1 h~96 h。

- g) 300%定伸应力、拉伸强度、拉断伸长率的测定按 GB/T 528 规定进行,裁刀型号采用 GB/T 528 中规定的 1 型哑铃状裁刀。试验时,样品与参比炭黑(如国产 IRC4#)同时试验,报告的数据用样品测试值与参比炭黑(如国产 IRC4#)测试值的差值来表示。

6.2 测量硫化参数时,用硫化仪按下列步骤对已准备的 6 mm 厚样品进行测量(见 GB/T 9869):

- a) 推荐的标准试验条件为振荡频率 1.7 Hz(100 cpm),振幅为 $(1 \pm 0.03)^\circ$,微型模腔系统的模腔温度为 $(160 \pm 0.3)^\circ\text{C}$ 。
- b) 推荐的标准试验参数为 $M_L, M_H, t_{st}, t'_c(50), t'_c(90)$ 。

7 精密度

7.1 开炼机混炼法——试验方法 A

7.1.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果之差 300%定伸应力不超过 1.01 MPa;拉伸强度不超过 1.70 MPa;拉断伸长率不超过 28.2%。

7.1.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果之差 300%定伸应力不超过 1.09 MPa;拉伸强度不超过 2.07 MPa;拉断伸长率不超过 42.4%。

7.2 密炼机法——试验方法 B

7.2.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果之差 300%定伸应力不超过 0.68 MPa;拉伸强度不超过 0.88 MPa;拉断伸长率不超过 34.1%。

7.2.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果之差 300%定伸应力不超过 1.37 MPa;拉伸强度不超过 1.67 MPa;拉断伸长率不超过 45.9%。

7.3 微型密炼机法——试验方法 C

7.3.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果之差 300%定伸应力不超过 0.64 MPa;拉伸强度不超过 0.62 MPa;拉断伸长率不超过 28.7%。

7.3.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果之差 300%定伸应力不超过 1.07 MPa;拉伸强度不超过 3.02 MPa;拉断伸长率不超过 86.4%。

8 试验报告

试验报告包括下列内容:

- a) 试样名称及标识;

- b) 本试验依据的标准；
- c) 实验室温度、湿度；
- d) 采用的参比炭黑名称；
- e) 胶料混炼的方法；
- f) 试验结果；
- g) 所用试验步骤与基本分析步骤的差异；
- h) 试验中出现的异常现象；
- i) 试验日期。

参 考 文 献

- [1] GB/T 2449.1—2014 工业硫磺 第1部分:固体产品
 - [2] GB/T 3185—2016 氧化锌(间接法)
 - [3] GB/T 8089—2007 天然生胶 烟胶片、白绉胶片和浅色绉胶片
 - [4] GB/T 9103—2013 工业硬脂酸
 - [5] GB/T 11408—2013 硫化促进剂 二硫化二苯骈噻唑(MBTS)
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
炭黑 第 18 部分：在天然橡胶(NR)
中的鉴定方法

GB/T 3780.18—2017

*

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.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017 年 11 月第一版

*

书号: 155066 · 1-57347

版权专有 侵权必究



GB/T 3780.18—2017