



中华人民共和国国家标准

GB/T 6030—2006
代替 GB/T 6030—1985

橡胶中炭黑和炭黑/二氧化硅 分散的评估 快速比较法

Rubber—Assessment of carbon black and carbon black /silica dispersion—
Rapid comparative methods

2006-09-01 发布

2007-02-01 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

目 次

前言 Ⅲ

引言 Ⅳ

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试验数量 2

6 方法 A:目视显微镜或摄影显微镜观察法(30×放大倍率) 2

7 方法 B:分区对比显微镜观察法(30×放大倍率) 2

8 方法 C:目视显微镜或摄影显微镜观察法(100×放大倍率) 4

9 方法 D:分区对比显微镜观察法(100×放大倍率) 5

10 方法 E:大团块计算法(100×放大倍率) 6

11 试验报告 8

附录 A (规范性附录) 目视分散分级与分散度等级(30×放大倍率) 9

附录 B (规范性附录) 目视分散分级与分散度等级(100×放大倍率)—炭黑(CB) 10

附录 C (规范性附录) 目视分散分级与分散度等级(100×放大倍率)—补强炭黑(RCB) 13

附录 D (规范性附录) 目视分散分级与分散度等级(100×放大倍率)—补强炭黑和二氧化硅(RCB/ Silica) 16

附录 E (规范性附录) 目视分散分级与分散度等级(100×放大倍率)—半补强炭黑(SRCB) 19

前 言

本标准代替 GB/T 6030—1985《硫化橡胶中炭黑分散度的测定 显微照相法》。

本标准等同翻译 ISO/FDIS 11345:2005《橡胶中炭黑和炭黑/二氧化硅分散的评估 快速比较法》。

本标准的规范性引用文件,采用了等效采用 ISO 1382:1996 的 GB/T 6039—1997,本标准所引用的部分与 ISO 1382:1996 完全相同,没有技术性差异。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”改为“本标准”;
- b) 删除了国际标准前言;
- c) 在引言中增加了关于试验方法选择的指引。

本标准与 GB/T 6030—1985 相比,主要技术内容变化如下:

- 增加了炭黑/二氧化硅分散的评估方法,扩大了评价填料分散程度的适用范围(本版第 1 章);
- 增加了显微放大倍数分别为 30 倍和 100 倍的 5 种试验方法(本版第 4 章);
- 增加了显微放大倍数 30 倍和 100 倍的 10 级标准图片(本版的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E);
- 细化了不同补强填料在橡胶中的分散(本版的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E);
- 删除了方法概要和意义(1985 年版的第 2 章和第 3 章)。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会橡胶物理和化学试验方法分技术委员会负责解释。

本标准负责起草单位:北京橡胶工业研究设计院、北京万汇一方科技发展有限公司。

本标准参加起草单位:厦门正新橡胶工业有限公司。

本标准主要起草人:陈毅敏、伍江涛、聂兰民、蔡尚脉、邓海燕、颜晋钧、黄辉文。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6030—1985。

引 言

橡胶胶料中填料的分散程度非常重要。因为一些物理性能,如拉伸强度、滞后和耐磨性等都受分散程度的影响。

本标准的方法运用了一个众所周知的原理:当一个胶料中的各种填料分散良好时,光线从胶料的新鲜切割表面上反射会显现出一个平整、光滑、无瑕疵的表面。如果胶料中的填料分散不好,表面就会呈现环形、凸形的“包块”或凹陷的痘痕。这些瑕疵的大小和数量可以用来表征胶料的实际分散与最适宜分散之间的差距。确立一套包含 10 幅具有大小和数量不同瑕疵的标准图片,依据这些标准图片可评定填料的分散程度。此法提供了在橡胶胶料中评价填料的分散程度并对分散程度进行分级的方法。

本标准描述了评价橡胶中炭黑和炭黑/二氧化硅宏观分散程度的试验步骤。本标准方法主要用于工厂在混炼和后加工过程中的快速检测,以帮助保证炭黑得到适当的分散。本标准方法的放大倍率规定在 30 倍~100 倍之间。较低的放大倍率可以保证所观察到的样品的面积具有足够的代表性,较高的放大倍率则更有利于表现样品更细微一些的表面特征。

本标准共介绍了 5 种可供选择的方法。其中:方法 A 和方法 B 及其配套的标准图片为推荐使用的通用方法;方法 C 和方法 D 及其配套的标准图片是为适应轮胎制造及填料生产企业的需求增加的可供选用的方法;方法 E 是为适应汽车工业中挤出型材制造企业的特殊要求而增加的可供选用的方法。

橡胶中炭黑和炭黑/二氧化硅 分散的评估 快速比较法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了评估橡胶中炭黑和炭黑/二氧化硅的宏观分散程度的定性、快速比较目测试验方法。依据一套分为1~10级的标准图片来定级,结果用数字表示。

此外,本标准还规定了用数字等级(1~10级)来说明大团块状况的方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6039 橡胶物理试验和化学试验术语(GB/T 6039—1997, eqv ISO 1382:1996)

3 术语和定义

GB/T 6039 确立的术语和定义适用于本标准。

4 原理

切割填充有炭黑或炭黑/二氧化硅的橡胶胶料,观测放大的新鲜暴露面。

本标准规定了5种可选择的方法:

方法 A 目视显微镜或摄影显微镜观察法(30×放大倍率,适用于炭黑);

方法 B 分区对比显微镜观察法(30×放大倍率,适用于炭黑);

方法 C 目视显微镜或摄影显微镜观察法(100×放大倍率,适用于炭黑或炭黑/二氧化硅);

方法 D 分区对比显微镜观察法(100×放大倍率,适用于炭黑或炭黑/二氧化硅);

方法 E 大团块算法(100×放大倍率,适用于炭黑)。

方法 A~方法 D 的炭黑分散等级是通过与一组10张标准图片或电子版存储的标准图片对比而确定的,采用30°斜照光源,有效放大倍率30×(方法 A 和方法 B 见附录 A)和100×(方法 C 和方法 D 见附录 B~附录 E),并以数字10(很好)到1(很差)表示。

10级表示最佳的分散状态,而1级则表示最劣的分散状态。表1中给出了目测分散等级和相应的分散质量水平。

表1 目测分散等级和相应的分散质量水平

目测分散等级	分散质量水平
9~10	很好
8	好
7	可接受
5~6	不确定
3~4	差
1~2	很差

在方法 E 中,利用图像处理系统分析采用 30°斜照光源、100 倍有效放大倍率时团块的状态。分级以数字 10(很好)到 1(很差)表示。10 级指没有直径 $\geq 23\ \mu\text{m}$ 的团块,说明所有的团块的尺寸均 $< 23\ \mu\text{m}$;1 级指对应于现实中出现的最大量的大尺寸团块的情况。

5 试验数量

每一个试样至少取 5 个不同部位试验。

6 方法 A:目视显微镜或摄影显微镜观察法(30×放大倍率)

6.1 概述

方法 A 通过目视显微镜或摄影显微镜观察试样,与幻灯片或电子版存储的标准图片进行对比分级,以确定橡胶胶料中炭黑分散程度的试验方法。

6.2 设备

6.2.1 剃刀刀片

单刃,安装在切样台使用。

6.2.2 切样台

由机械手柄(可保证垂直切割)、刀片夹具组成。

6.2.3 双目目视显微镜

30×或符合 6.2.4 的规定。

6.2.4 双目摄像显微镜

30×且装有标准立拍立现照相机或至少 2 兆像素分辨率的数码照相机。

6.2.5 光源

显微镜用高亮度光源,光线照射试样的角度(入射角)为 30°。

6.3 试样

6.3.1 硫化胶

用切样台切取试样。不要接触用于观测、分级的表面。当刀片磨损而产生刀痕时应更换刀片。

6.3.2 未硫化胶

压缩胶料除去气孔,即使有很少一点气孔都会使胶料呈现炭黑分散较差的特征而影响分级。为此可将胶料夹在两片薄塑料片之间放入模具,在 1 kPa、105℃下压制 5 min 制成厚片。在此过程中应小心避免使胶料有过分的流动。应尽可能避免被测试样的表面被扭曲变形和弄脏。因此,切割具的刃口不应有缺损和污物。将剃刀刀片加热到约 100℃,并注意均匀、缓慢地切割,尽可能减少样品的扭曲变形。然而,即便如此,观测同一个胶料的硫化试样也仍然会有可能得到不同的分级结果。

6.4 程序

在双目显微镜下观察准备好的试样,以斜射的光线(30°入射角度)突出试样表面的细节。光源应置于与切割方向平行的方位,以尽量减少刀痕的出现。

将试样中炭黑团块(表现为凸起的包块或凹陷的痘痕)的大小和出现频率与标准图片(见附录 A)进行比较。

注:如果显微镜使用立拍立现照相机或数码照相机,可把照片与标准图片放在一起对比,确定分级。这可在数分钟内提出一份试样分散形态的永久记录。

被评定的胶料的分散级别一般用整数 1~10 级表示。为了更加准确地表达也可以使用分数,如 5½ 级表示级别在 5 级与 6 级之间。

10 级表示最佳的分散状态,而 1 级则表示最劣的分散状态。

7 方法 B:分区对比显微镜观察法(30×放大倍率)

7.1 概述

方法 B 利用分区观察技术,将试样与一组幻灯片或电子版存储的标准图片进行对比分级。即应用

分区光学显微技术,将由黑白摄像机或 CCD 摄像头采集的试样的图像和标准图片同时显示在显示器上,评估炭黑的分散程度。

本方法使用与方法 A 相同的标准图片。

7.2 设备

7.2.1 剃刀刀片

单刃,安装在切样台使用。

7.2.2 切样台

由机械手柄(可保证垂直切割)、刀片夹具组成。

7.2.3 分区成像装置

基于分区光学显微技术,10 张标准图片中的每一张都可以与试样的表面图像并排投影。如果是幻灯片标准图片放置在一个可旋转的圆盘上或如果是数字图像以电子版储存,并且能够被依次调出与试样表面进行对照,找出与试样表面最相近的标准图片。

使用摄像机或 CCD 摄像头,以及一台显示器,以提供试片与标准图片并排比较的画面(见图 1 和图 2)。

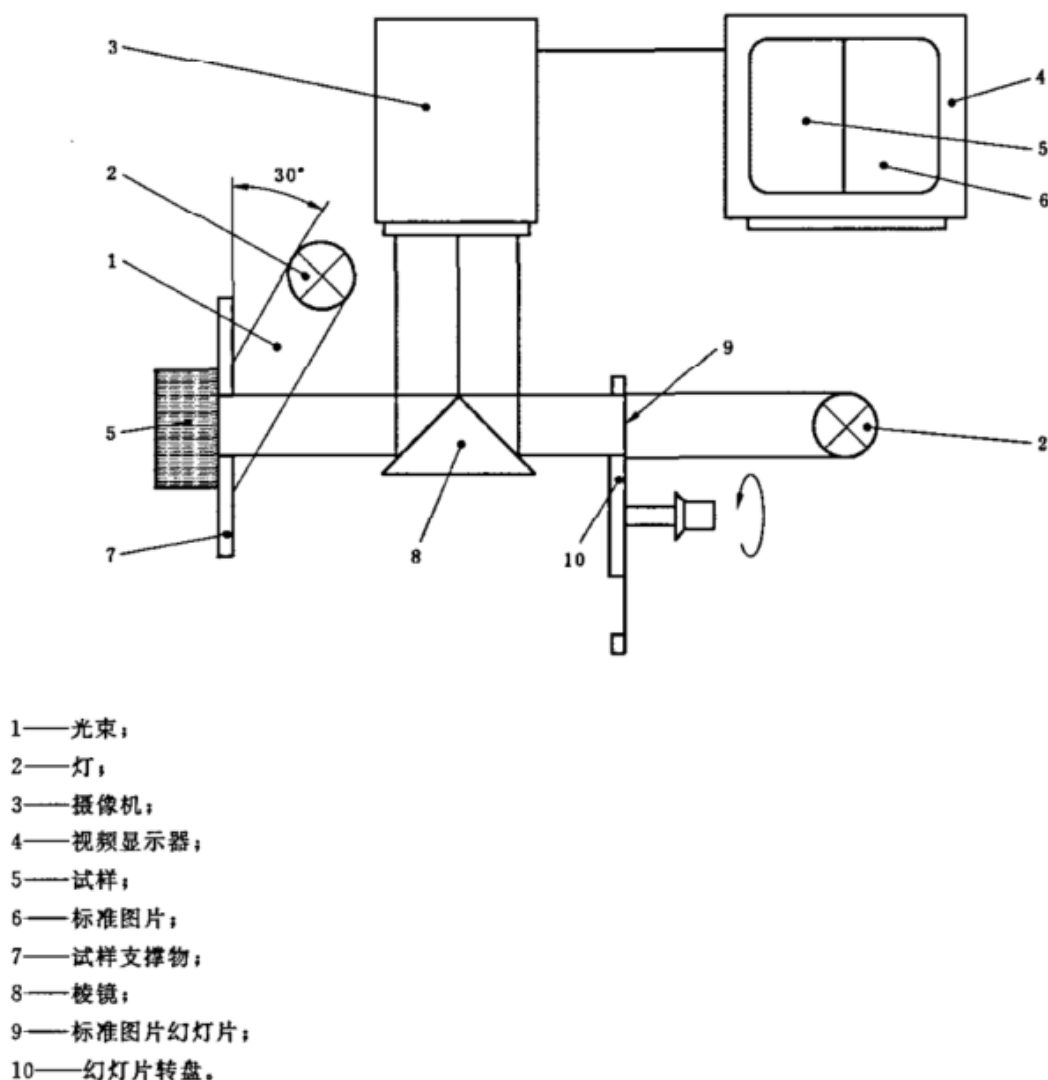
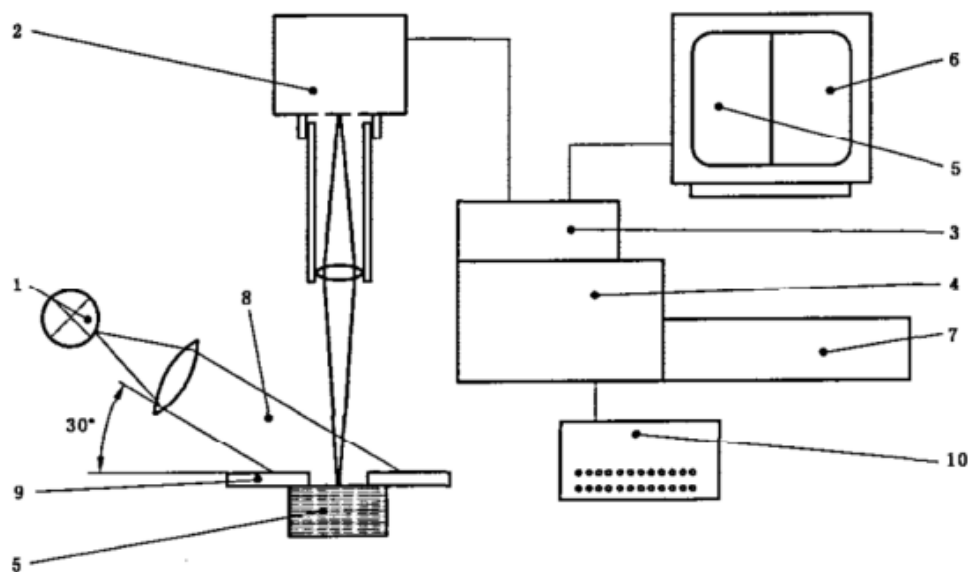


图 1 带摄像机的方法 B 和方法 D 使用的设备



- 1——灯；
 2——CCD 摄像机；
 3——电子版组件；
 4——微机；
 5——试样；
 6——标准图片；
 7——数字存储器；
 8——光束；
 9——试样支撑物；
 10——键盘。

图 2 带 CCD 摄像机的方法 B 和方法 D 使用的设备

7.3 试样

按照 6.3 规定的方法制取方法 B 所需的试样。

7.4 程序

启动仪器并按仪器的要求进行预热。

放置试样使试样的新鲜切割面正对着试样支撑物，并应当注意使试样切割的方向与仪器中光束照射的方向平行。

仔细观察仪器中在斜照光线(30°入射角度)照射下的准备好的试样。通过并排的对照，比较试样中炭黑团块(表现为凸起或凹陷)的大小和出现频率与标准图片中团块的大小和出现频率。不断调入标准图片，选择一张与被观察的试样的图像最为相像的标准图片，评定该试样的分散程度。

被评定的胶料的分散级别一般用整数 1~10 级表示。为了更加准确地表达也可以使用分数，如 5½ 级表示级别在 5 级与 6 级之间。

10 级表示最佳的分散状态，而 1 级则表示最劣的分散状态。

8 方法 C: 目视显微镜或摄影显微镜观察法(100×放大倍率)

8.1 概述

方法 C 通过目视显微镜或摄影显微镜观察试样，与一组以幻灯片或电子版存储的标准图片进行对比分级，确定橡胶胶料中炭黑或炭黑/二氧化硅的分散程度的方法。

8.2 设备

8.2.1 剃刀刀片

单刃,安装在切样台使用。

8.2.2 切样台

由机械手柄(可保证垂直切割)、刀片夹具组成。

8.2.3 双目目视显微镜

100×或符合 8.2.4 的规定。

8.2.4 双目摄像显微镜

100×且装有标准立拍立现照相机或至少 2 兆像素分辨率的数码照相机。

8.2.5 光源

显微镜用高照度光源,光线照射试样的角度(入射角)为 30°。

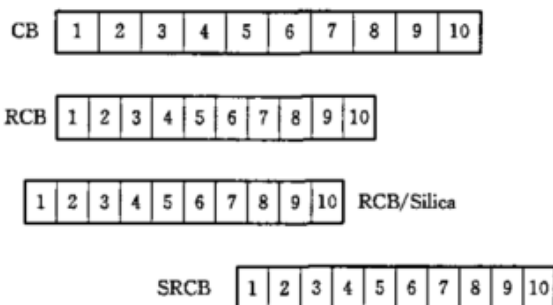
8.3 试样

按照 6.3 规定的方法制取方法 C 所需的试样。

8.4 程序

在双目显微镜下观察准备好的试样,以斜射的光线(30°入射角度)突出试样表面的细节。光源应置于与切割方向平行的方位,以尽量减少刀痕的出现。

选用一套最接近试样胶料中的主要填料类型的标准图片(各组标准图片之间的关系见图 3)。将试样中炭黑或炭黑/二氧化硅团块(表现为凸起或凹陷)的大小和出现频率与标准图片进行比较。



CB——炭黑;通用方法,适用于填充任何类型炭黑的胶料;

RCB——补强炭黑;提高分辨率方案,适用于填充补强炭黑的胶料;

RCB/Silica——补强炭黑与二氧化硅并用;提高分辨率方案,适用于填充了补强炭黑和大量二氧化硅的胶料;

SRCB——半补强炭黑;提高分辨率方案,适用于填充半补强炭黑的胶料。

图 3 用于方法 C 和方法 D 的标准图片原理图

标准图片按实际尺寸附于附录 B~附录 E。

注:如果显微镜使用立拍立现照相机或数码照相机,可把照片与标准图片放在一起对比,确定分级。这可在数分钟内提出一份试样分散形态的永久记录。

被评定的胶料的分散级别一般用整数 1~10 级表示。为了更加准确地表达也可以使用分数,如 5½ 级表示级别在 5 级与 6 级之间。

10 级表示最佳的分散状态,而 1 级则表示最劣的分散状态。

9 方法 D:分区对比显微镜观察法(100×放大倍率)

9.1 概述

方法 D 是一种确定橡胶胶料中炭黑或炭黑/二氧化硅分散程度的试验方法,它利用分区观察技术,将试样与一组幻灯片或电子版文本存储的标准图片进行对比分级。使用分区光学显微技术,将由黑白

摄像机或 CCD 摄像头采集的试样的图像和标准图片同时显示在监视器(显示器)上,评估炭黑或炭黑/二氧化硅的分散程度。

本方法使用与方法 C 相同的标准图片(见图 3)。

9.2 设备

9.2.1 剃刀刀片

单刃,安装在切样台使用。

9.2.2 切样台

由机械手柄(可保证垂直切割)、刀片夹具组成。

9.2.3 分区成像设备

这一装置是基于“分区光学显微技术”,10 张标准图片中的每一张都可以与试样的表面反射图像并排投影。标准图片放置在一个可旋转的圆盘上(如果是幻灯片)或以电子版储存(如果是数字图像),并且能够被依次调出与试样表面进行对照,直至找到与试样表面的形貌最相近的标准图片。

使用摄像机或 CCD 摄像头,以及一台监视器,以提供试片与标准图片并排比较的画面(见图 1 和图 2)。

9.3 试样

按照 6.3 规定的方法制取方法 D 所需的试样。

9.4 程序

启动仪器并按仪器的要求进行预热。

放置试样使试样的新鲜切割面正对着试样支撑物,并应当注意使试样切割的方向与仪器中光束照射的方向平行。

仔细观察仪器中在斜照光线(30°入射角度)照耀下的准备好的试样。通过并排的对照,比较试样中炭黑或炭黑/二氧化硅团块(表现为凸起的包块或凹陷的痘痕)的大小和出现频率与标准图片中团块的大小和出现频率。选用一套最接近试样胶料中的主要填料类型的标准图片。(各组标准图片之间的关系见图 3,标准图片按实际尺寸附于附录 B~附录 E。)不断调入标准图片,选择一张与被观察的试样的图像最为相像的标准图片,评定该试样的分散程度。

被评定的胶料的分散级别一般用整数 1~10 级表示。为了更加准确地表达也可以使用分数,如 5½ 级表示级别在 5 级与 6 级之间。

10 级表示最佳的分散状态,而 1 级则表示最劣的分散状态。

10 方法 E:大团块计算法(100×放大倍率)

10.1 概述

方法 E 根据试样的测试区域被不规则团块覆盖的面积百分比来对试样进行分级。团块的数目由图像处理系统计算。图像处理系统由 CCD 摄像头以及用来分析橡胶切割表面上的团块的帧抓取器构成。

等级,亦即 y 值,以 1~10 的数字表示(见表 2)。10 级代表没有直径 $\geq 23 \mu\text{m}$ 的团块存在;1 级代表有大量直径 $\geq 23 \mu\text{m}$ 的团块存在(相当于覆盖了 19%的测试区域)。 y 值由下列公式计算:

$$y = 10 - 9 \times \frac{N_w}{0.19 \times N_{\text{tot}}}$$

式中:

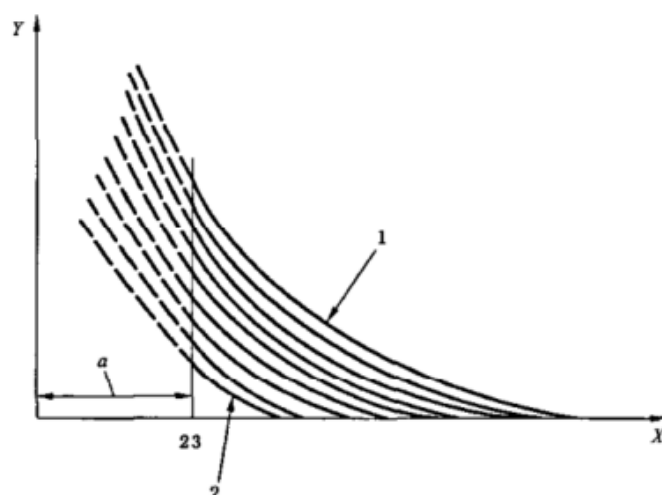
N_w ——白色像素点的数量,这些点被认为是测试区域内平均直径 $\geq 23 \mu\text{m}$ 的团块,这些是由测试区域的下层团块引起;

N_{tot} ——测试区域所有像素点总数。

表 2 白色区域所占比例和 y 值

白色区域所占比例/%	y 值
19	1
	2
	3
	4
	5
	6
	7
	8
	9
0	10

图 4 为原理图。所有直径 $< 23\ \mu\text{m}$ 的团块被忽略, 因为通常认为这些团块对最终产品的特性是无害的。将有其他团块的白色区域相加, 所得到的总数再利用上述公式换算成 1~10 的值 (y 值等于 10 的曲线代表没有直径 $\geq 23\ \mu\text{m}$ 的团块存在; 等级为 1 意味着接近表面处存在大量的大团块)。



- X ——团块尺寸, μm ;
 Y ——团块数量;
 1——胶料中存在大量团块 (y 值低);
 2——胶料中只有少量团块 (y 值高);
 a ——可忽略的团块尺寸。

图 4 团块统计 (y 值)

10.2 设备

10.2.1 剃刀刀片

单刃, 安装在切样台使用。

10.2.2 切样台

由机械手柄 (可保证垂直切割)、刀片夹具组成。

10.2.3 分区成像设备

本方法除需使用 7.2.3 所规定的设备外, 还应有检测表面的团块的图像处理软件。设备应能够被

校准,以保证光线的均匀性以及光强度维持在一个固定的水平。校准系统应能消除设备中的光学和电子版器件的偏差,能够补偿设备中光学部件逐渐受到的灰尘沉积的影响。

10.3 试样

按照 6.3 规定的方法制取方法 E 所需的试样。

10.4 程序

启动仪器并按仪器的要求进行预热。

放置试样使试样的新鲜切割面正对着试样支撑物,并应当注意使试样切割的方向与仪器中光束照射的方向平行。

观察斜照光线(30° 入射角度)照耀下的准备好的试样,使用图像处理软件扫描试样表面,获得试样表面团块出现的频率和大小的柱状图。忽略所有直径 $<23\ \mu\text{m}$ 的团块,将所有直径 $\geq 23\ \mu\text{m}$ 的团块的面积相加,得到团块的面积总数。该面积总数除以被测试区域面积,得到被团块所覆盖的区域百分比。利用表 2 将该百分比换算成以数字表示的等级。

对每一个被分级的胶样指定最为接近的分级数,为了更加准确地表达也可以使用分数,如 $5\frac{1}{2}$ 级表示级别在 5 级与 6 级之间。

10 级表示不存在任何直径 $\geq 23\ \mu\text{m}$ 的团块,1 级表示有大量的团块存在。

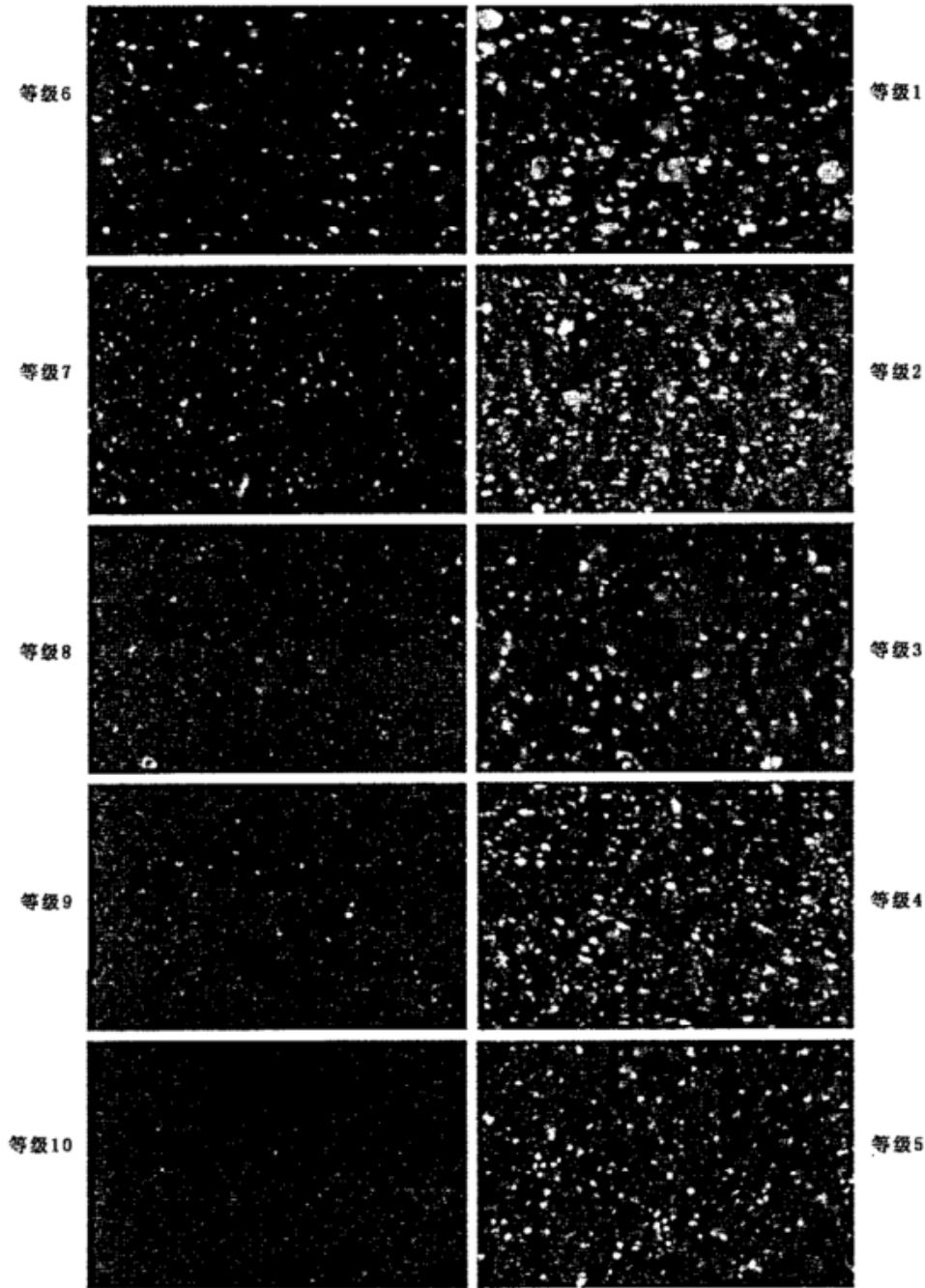
11 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 说明引用本标准;
- b) 完整的被测胶样的有关资料,包括类型即:是硫化胶或未硫化胶、来源、制造商编号等;
- c) 说明使用方法 A、方法 B、方法 C、方法 D、方法 E 中的哪一种方法;
- d) 列出以数字 1~10 表示的等级,必要时可以用分数来表示(如果不止一位操作人员参加分级,应报告试验次数和平均等级);
- e) 试验日期。

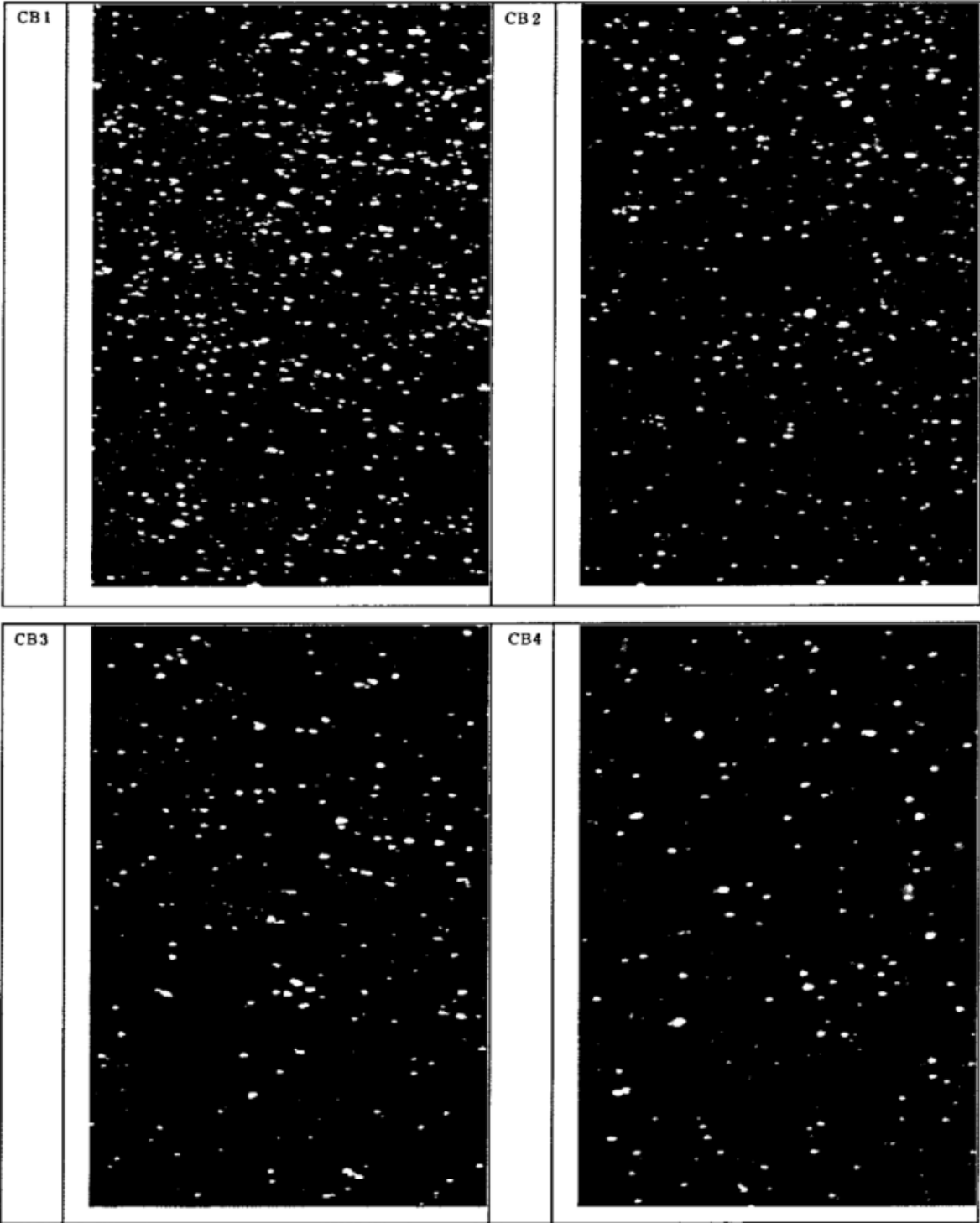
附 录 A
(规范性附录)
目视分散分级与分散度等级
(30×放大倍率)

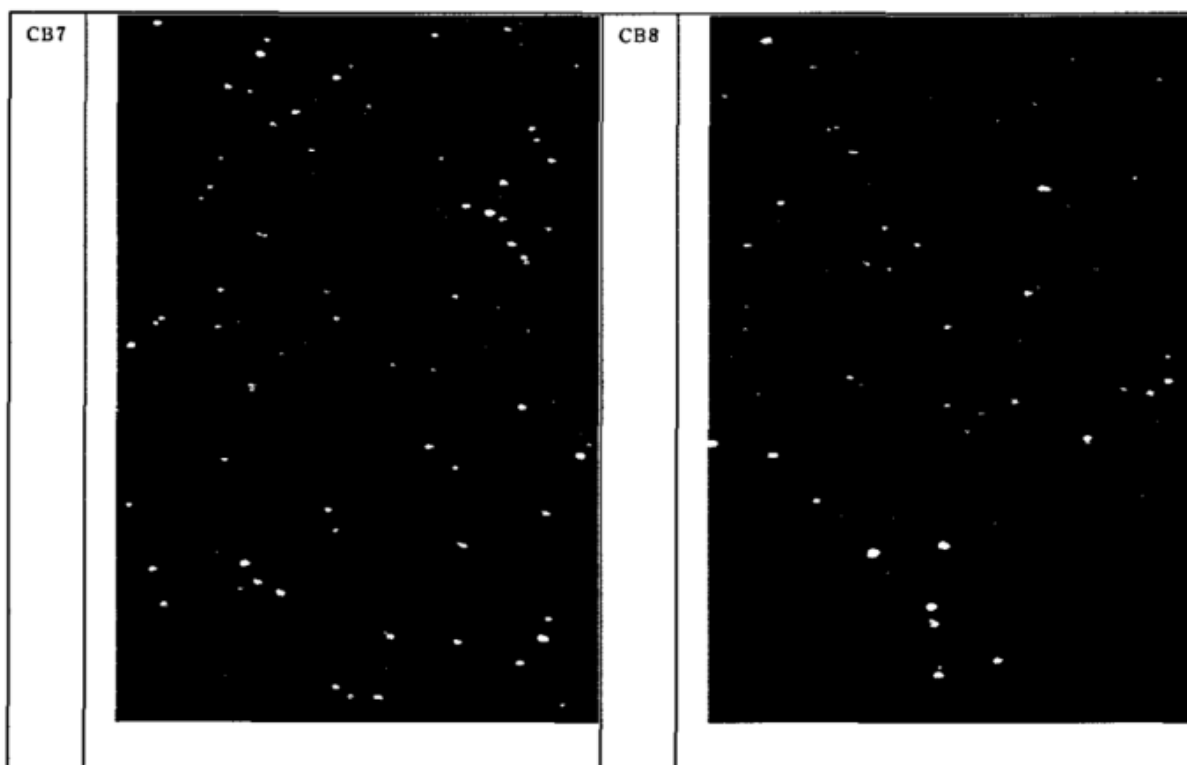
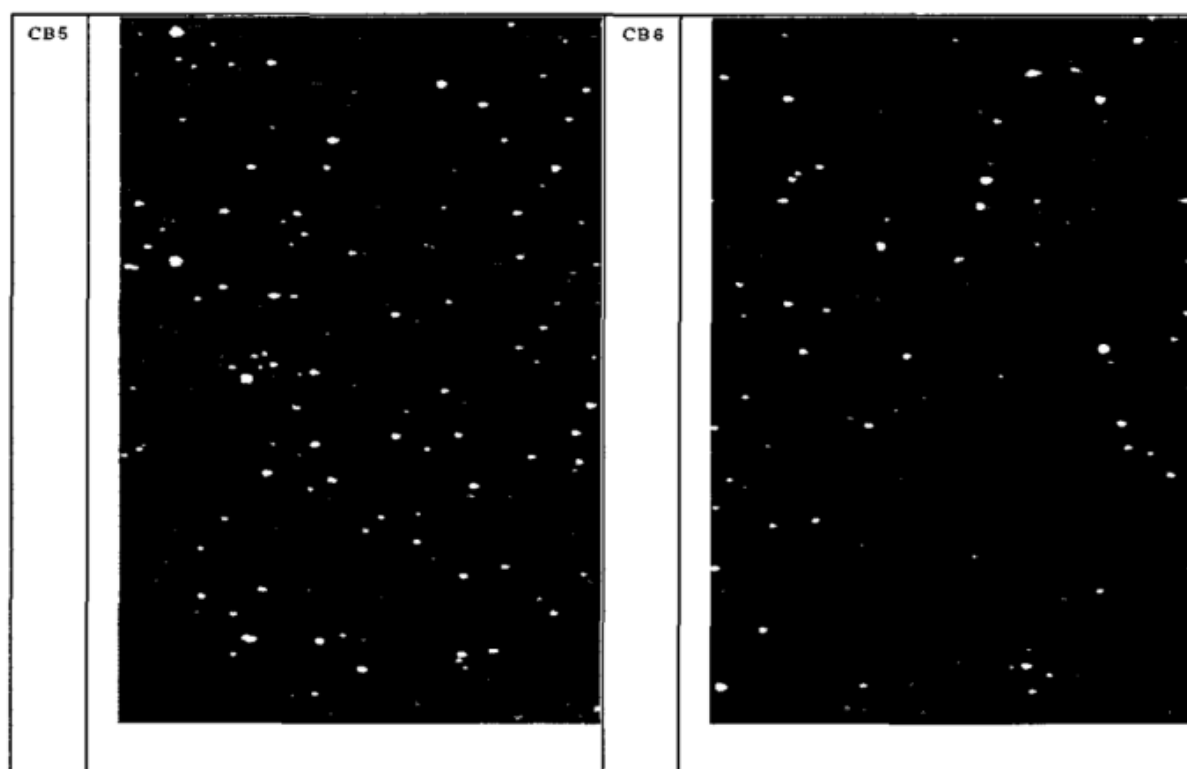
一般方法,适用于填充任何类型炭黑的胶料。

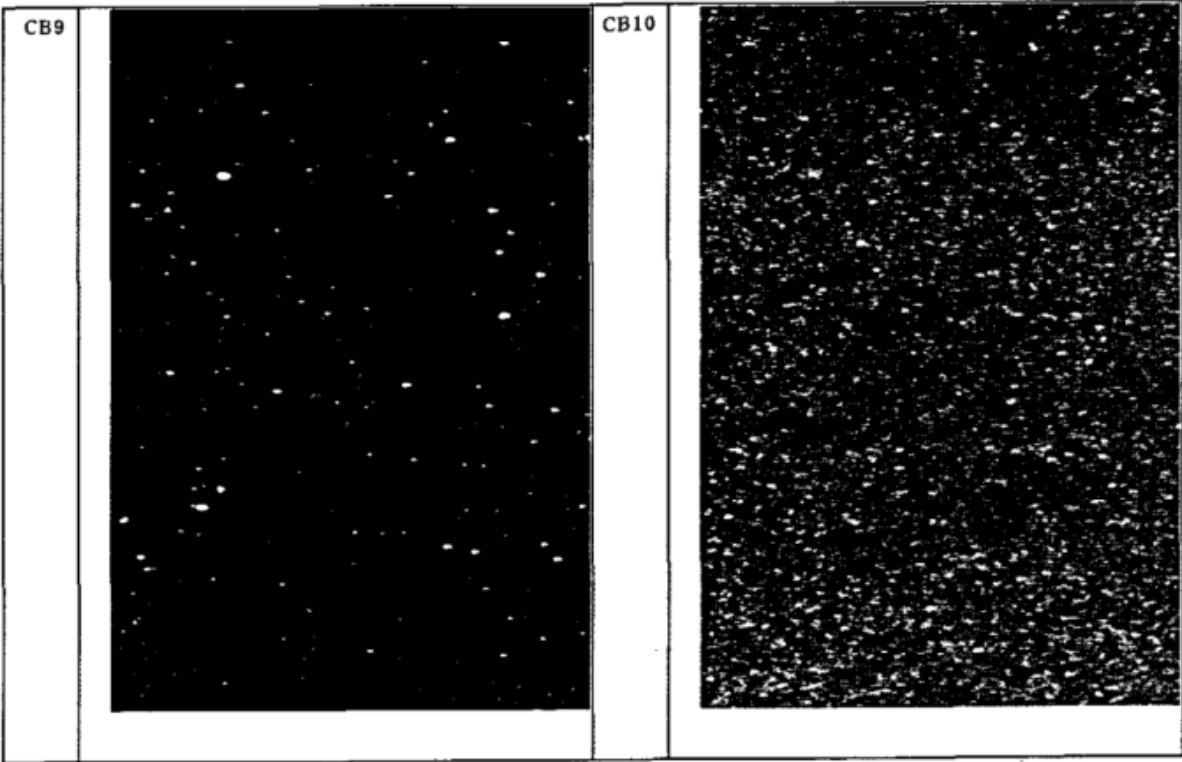


附 录 B
(规范性附录)
目视分散分级与分散度等级
(100×放大倍率)—炭黑(CB)

一般方法,适用于填充任何类型炭黑的胶料。



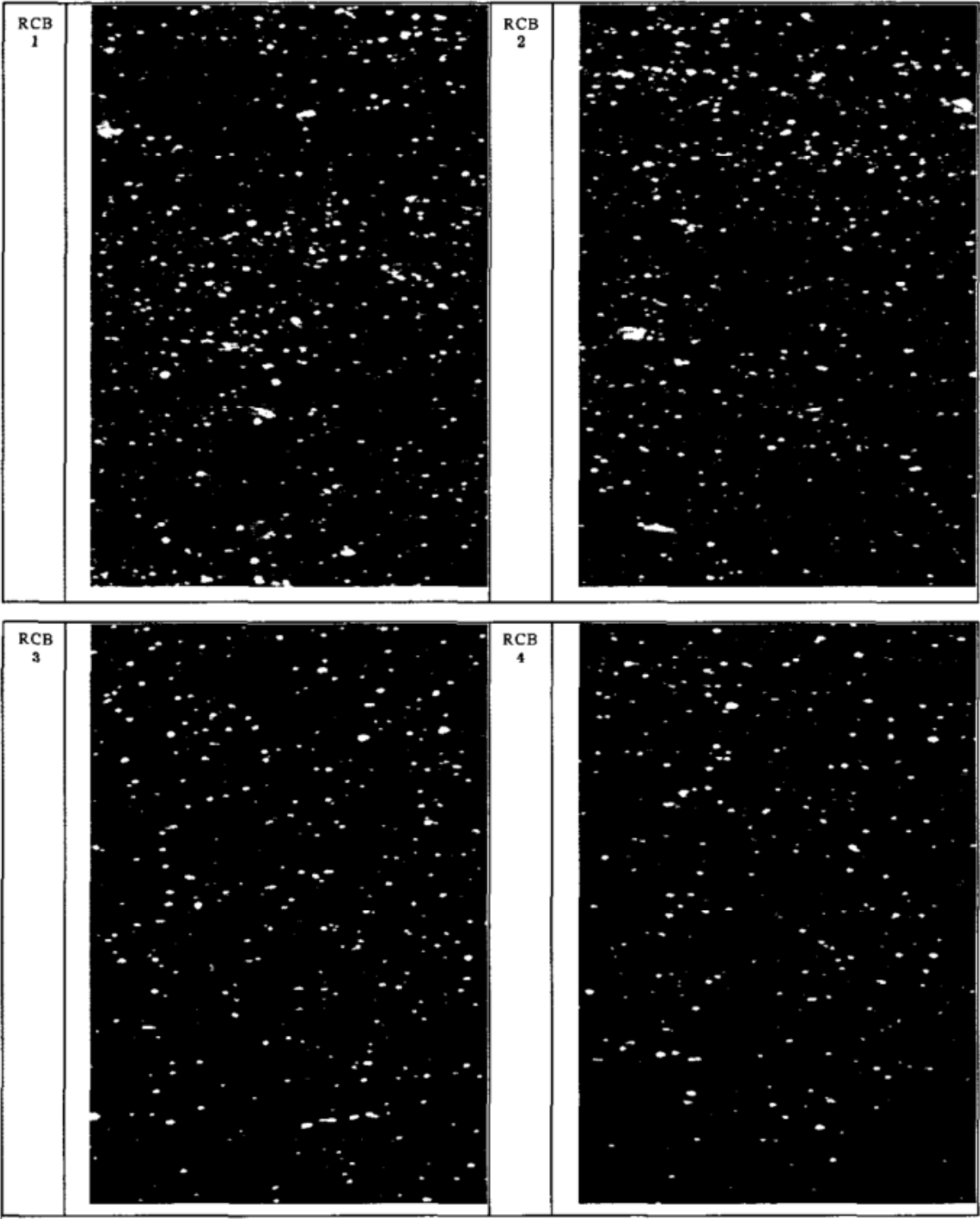


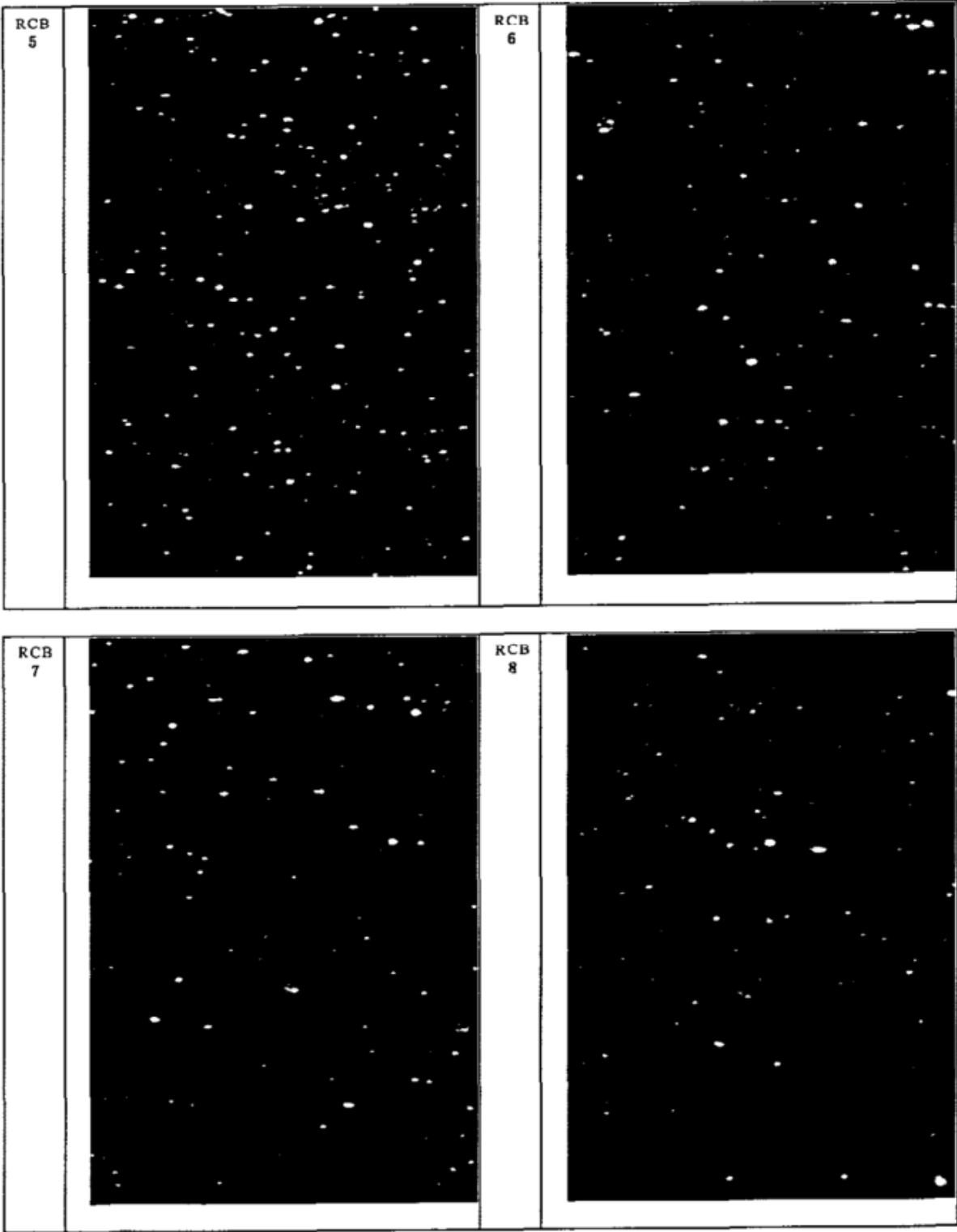


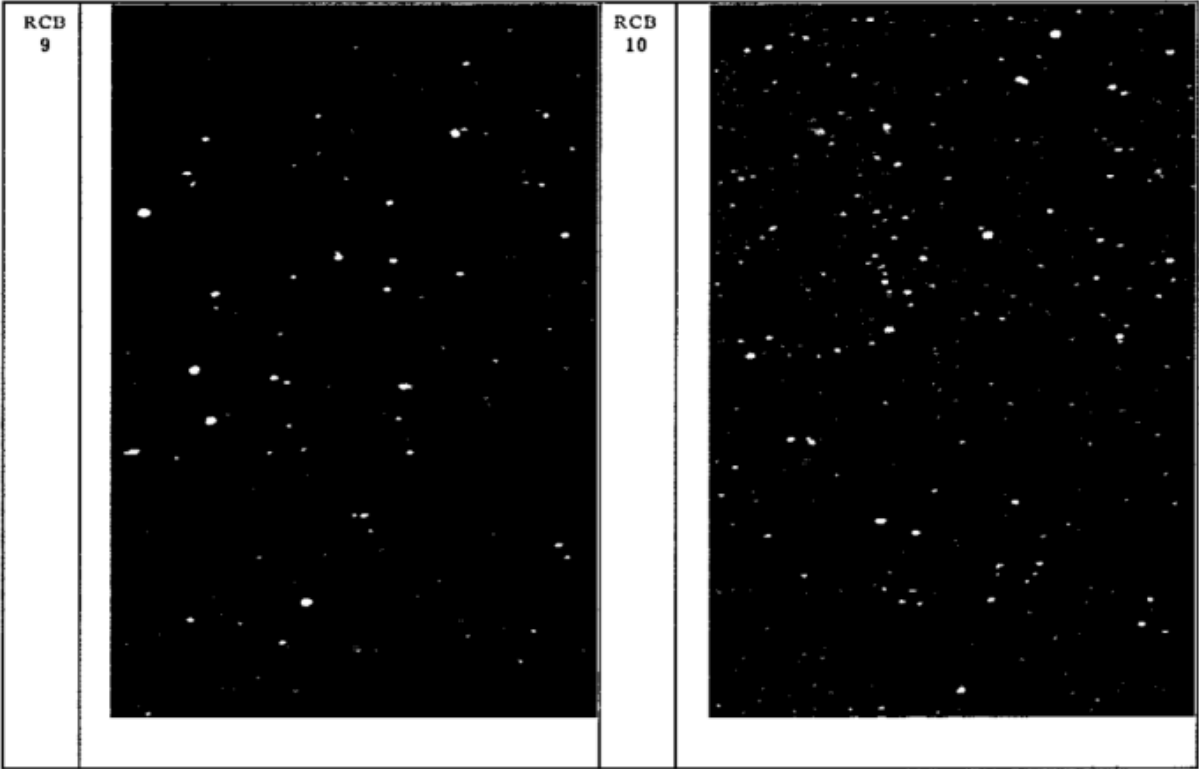
附 录 C
(规范性附录)

目视分散分级与分散度等级
(100×放大倍率)—补强炭黑(RCB)

提高分辨率方案,适用于填充补强炭黑的胶料。



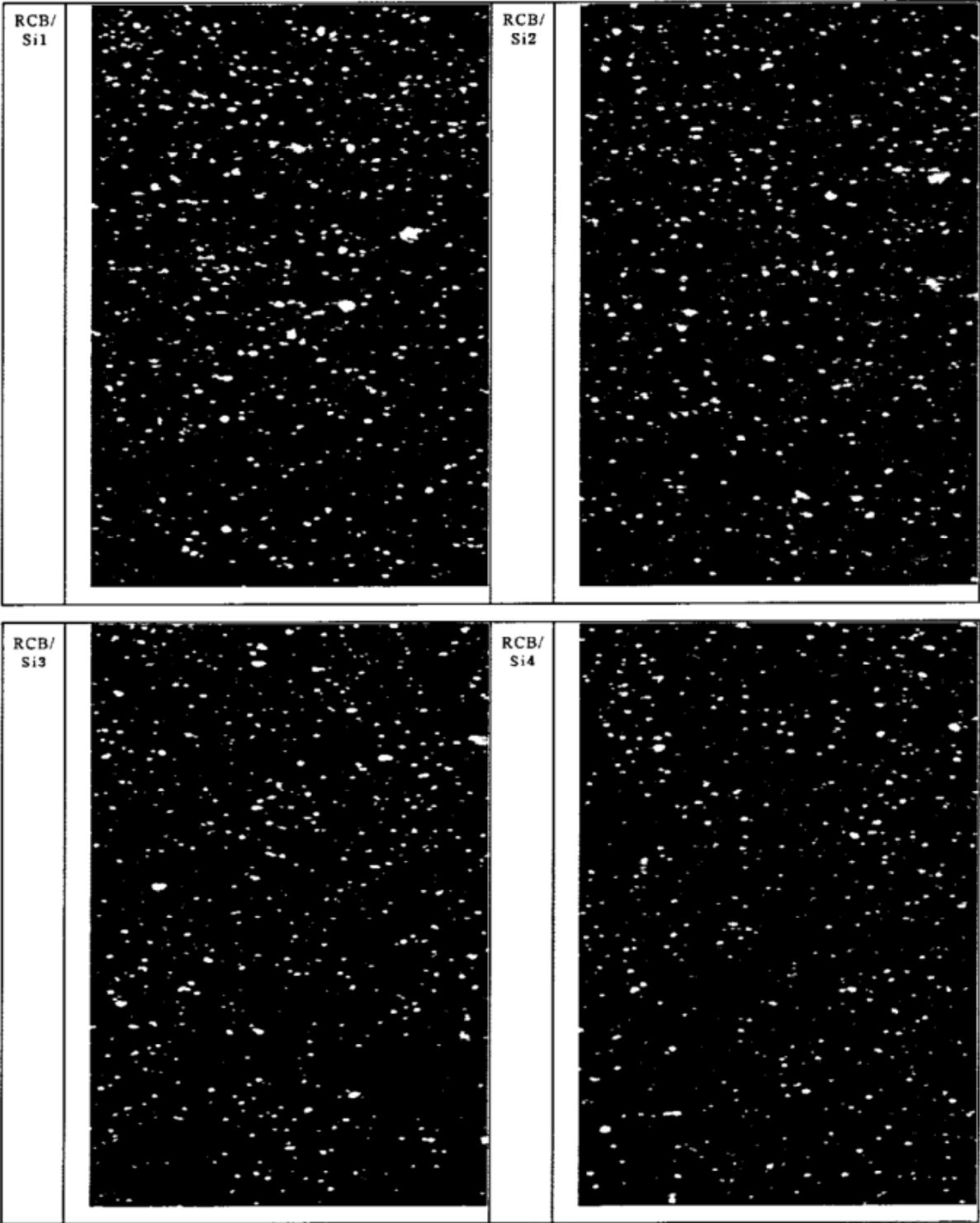


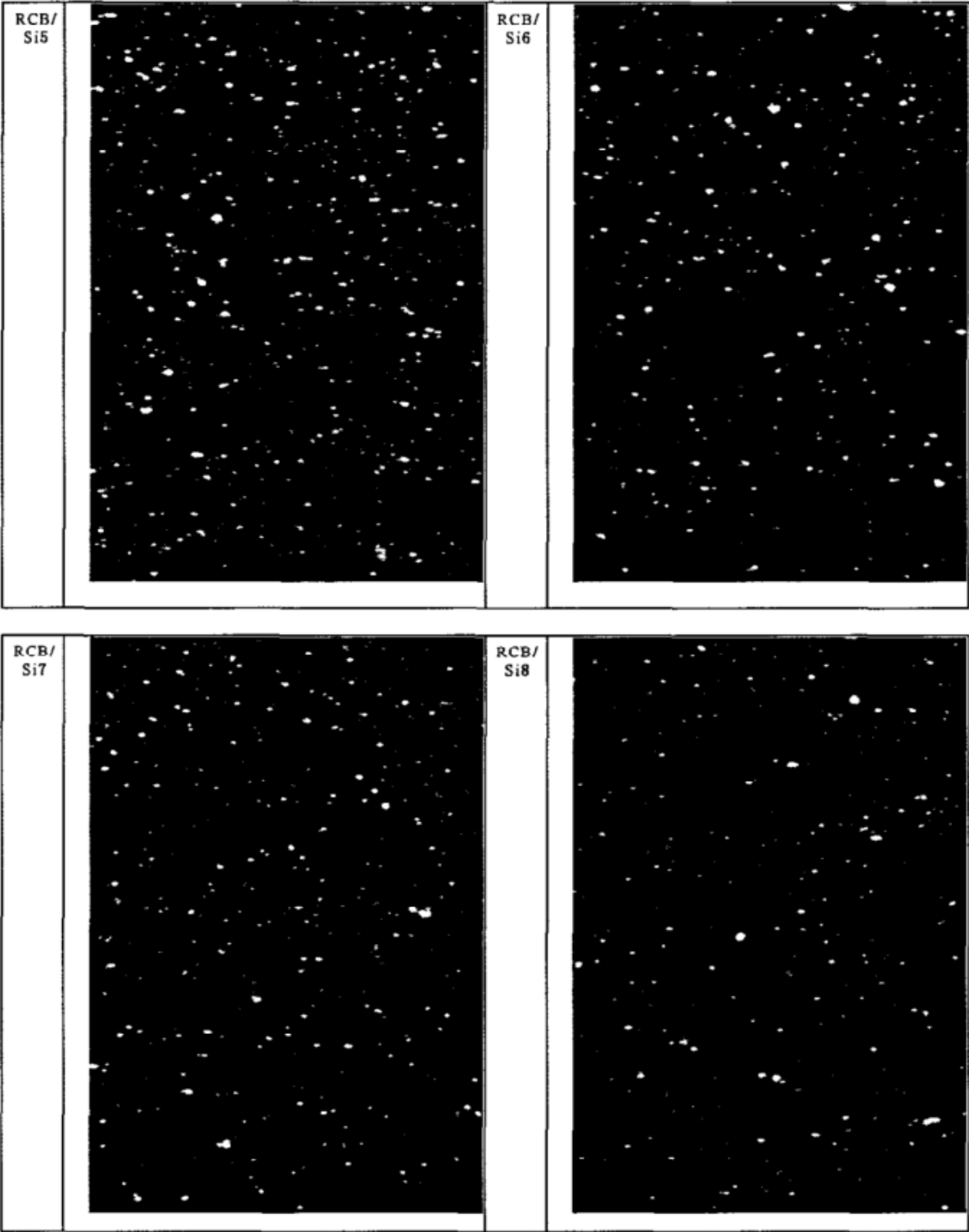


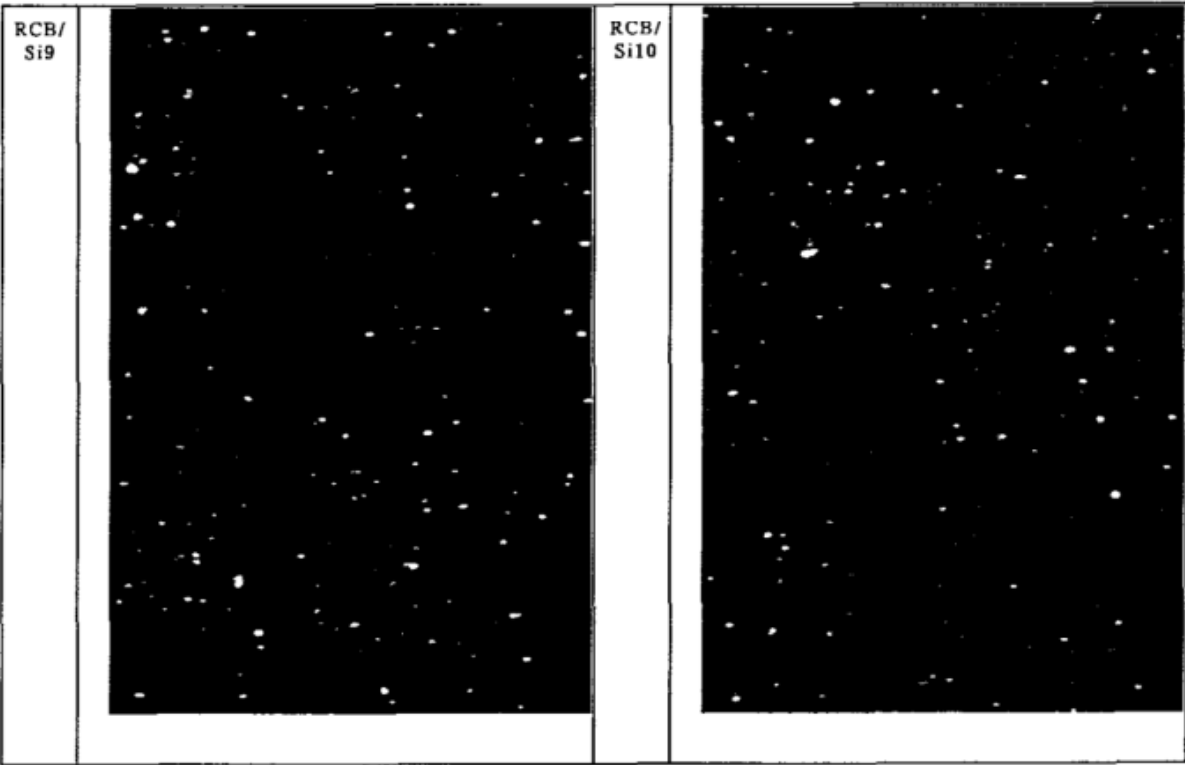
附 录 D
(规范性附录)

目视分散分级与分散度等级
(100×放大倍率)——补强炭黑和二氧化硅(RCB/ Silica)

提高分辨率方案,适用于填充补强炭黑和大量二氧化硅的胶料。



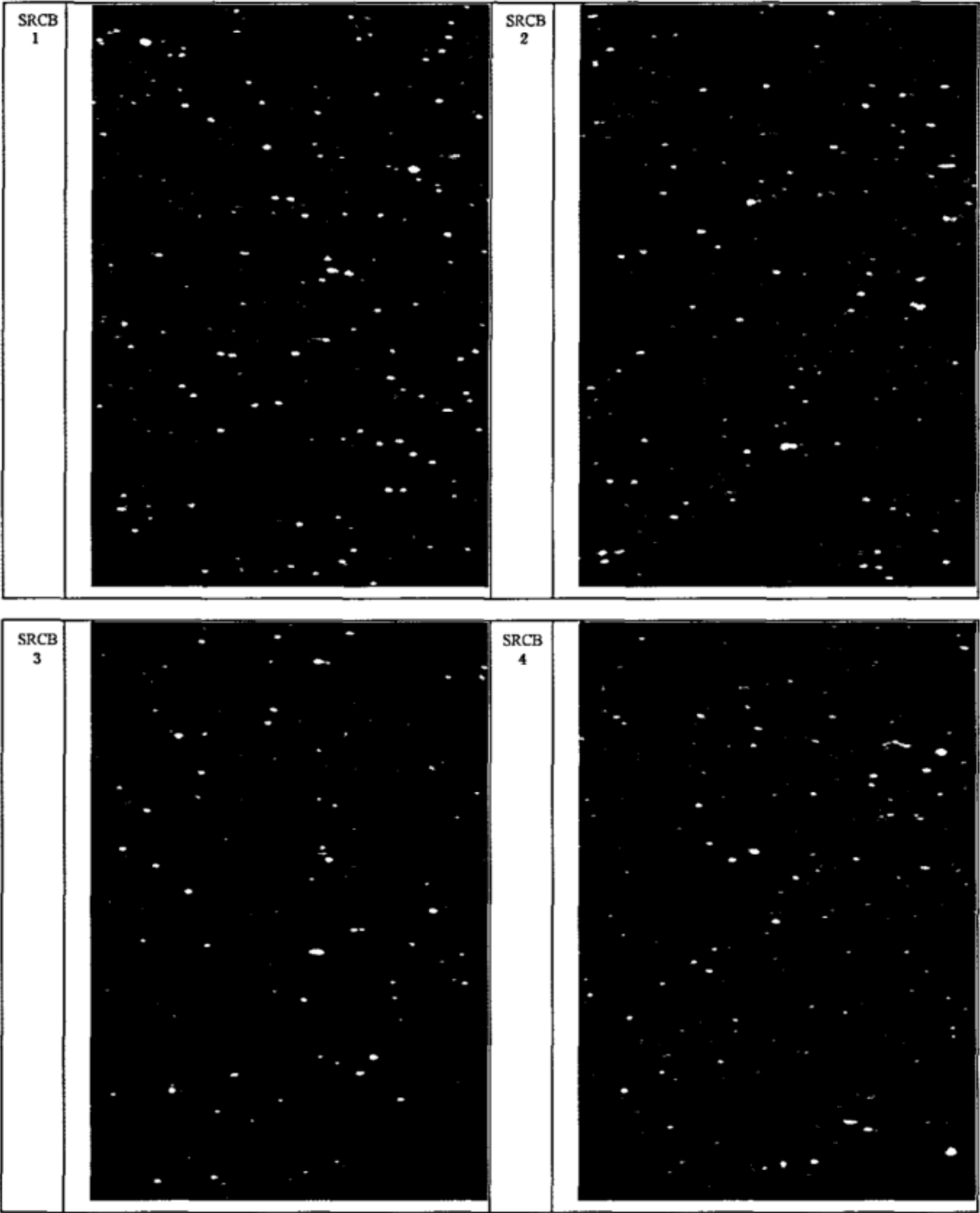


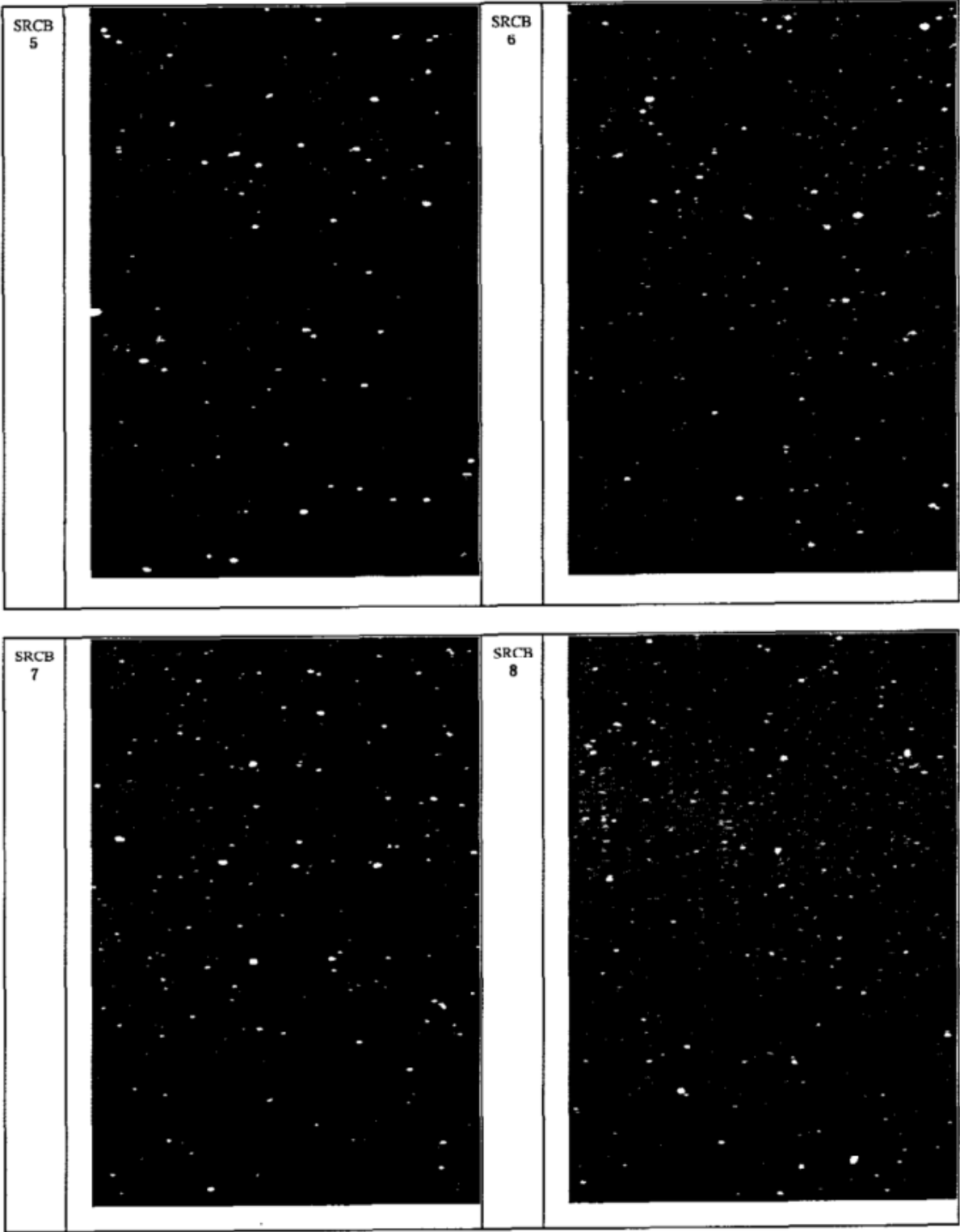


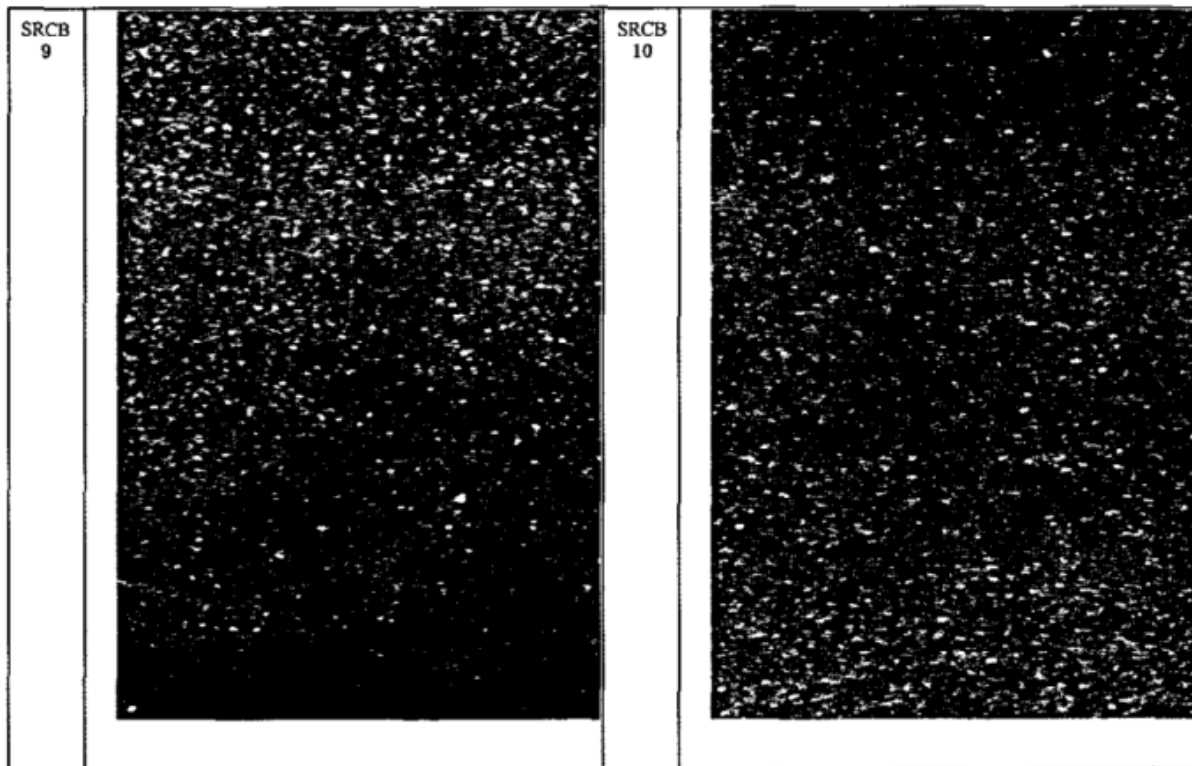
附 录 E
(规范性附录)

目视分散分级与分散度等级
(100×放大倍率)一半补强炭黑(SRCB)

提高分辨率方案,适用于填充半补强炭黑的胶料。







中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶中炭黑和炭黑/二氧化硅
分散的评估 快速比较法
GB/T 6030—2006

*

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 1.75 字数 44 千字
2007 年 2 月第一版 2007 年 2 月第一次印刷

*



GB/T 6030-2006

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