

ICS 83.060
G 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 3515—2005
代替 GB/T 3515—1983

橡胶 炭黑含量的测定 热解法

Rubber—Determination of carbon black content—Pyrolytic method

(ISO 1408:1995, Rubber—Determination of carbon black content—
Pyrolytic and chemical degradation methods, MOD)

2005-09-15 发布

2006-05-01 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

前 言

本标准修改采用 ISO 1408:1995《橡胶 炭黑含量的测定 热解法和降解法》(英文版)。

本标准代替 GB/T 3515—1983《硫化橡胶中炭黑含量的测定 热解法》。

本标准根据 ISO 1408:1995 重新起草,其技术性差异如下:

——本标准采用 ISO 1408:1995 中的方法 A 热解法,方法 B、C 属于降解法没有采用。

——在第 2 条引用文件中,GB/T 3516 非等效采用 ISO 1407,两者技术上的主要不同如下:

ISO 1407 未规定顺丁橡胶及乙丙橡胶的溶剂抽出,但根据我国国情这种胶在国内已普遍应用,因此列入我国标准 GB/T 3516—1994。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性的修改:

——“本国际标准”一词改为“本标准”;

——删除了国际标准的前言;

——用小数点“.”代替作为小数点的“,”。

本标准与 GB/T 3515—1983 相比主要的差别如下:

——本标准增加了警告词(见第 4 章);

——本标准增加了适用范围中的胶种(见第 1 章);

——本标准增加了规范性引用文件(见第 2 章);

——本标准对含有沥青的胶料,抽提液由三氯甲烷改为二氯甲烷(1983 年版的 2.4;本版的 7.2);

——本标准增加了未硫化胶的胶料抽提液 ETA(见 7.2)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶标委橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC2)归口。

本标准起草单位:北京橡胶工业研究设计院。

本标准起草人:苍飞飞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 3515—1983。

橡胶 炭黑含量的测定 热解法

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

本标准规定了用热解法测定橡胶中炭黑含量的方法。

本标准适用于以下几种聚合物的硫化橡胶和混炼橡胶:

- 天然橡胶或异戊橡胶;
- 顺丁橡胶;
- 丁苯橡胶;
- 丁基橡胶;
- 丙烯酸酯橡胶;
- 乙丙橡胶;
- 聚醚;
- 衍生的聚乙烯化合物;
- 硅橡胶;
- 氟硅橡胶;
- 氯磺化聚乙烯(氯的质量分数小于 30%)。

但不能加有在热解过程中有含炭的残余物形成的物质如:铅盐、钴盐、石墨、酚醛树脂和其他树脂,沥青或纤维素等。

如果含有氧化铝或碳酸钙之类的无机配合剂,在热解温度下将引起分解、脱水或由于卤化聚合物存在而形成易挥发的卤化物,因此本方法的准确度将受到影响。

本方法既不适用于氯丁橡胶,也不适用于丙烯腈质量分数高于 30%的丁腈橡胶。

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 3516 橡胶中溶剂抽出物的测定(GB/T 3516—1994, neq ISO 1407:1988)

3 原理

试样用合适的溶剂抽提并干燥,于 850℃氮气流中热解有机组分,然后于 850℃氧气或空气流中燃尽炭黑,根据两次质量之差计算炭黑含量。

4 试剂

警告:在执行此方法时,所有公认的有关健康和安全的防范措施都应有效,所有试验都应在通风橱中进行。

分析时,除非另有说明,只能使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 氮气:干燥且不含有氧。

注:使用工业用“不含氧的氮气”需进一步纯化。

4.2 氧气或空气:干燥气体。

4.3 二甲苯:化学纯。

4.4 丙酮。

4.5 乙醇-甲苯共沸物(ETA):

混合 7 体积无水乙醇和 3 体积甲苯或混合 7 体积工业乙醇和 3 体积甲苯,然后与无水氧化钙(或生石灰)煮沸回流 4 h,蒸馏共沸物,同时收集共沸物沸点和不超过共沸物沸点 1℃ 的馏分,用于试验。

5 仪器

一般实验室仪器和以下装置:

5.1 石英舟:长 50 mm~60 mm,一端带柄。

5.2 管式炉装置(见图 1)由以下部件构成:

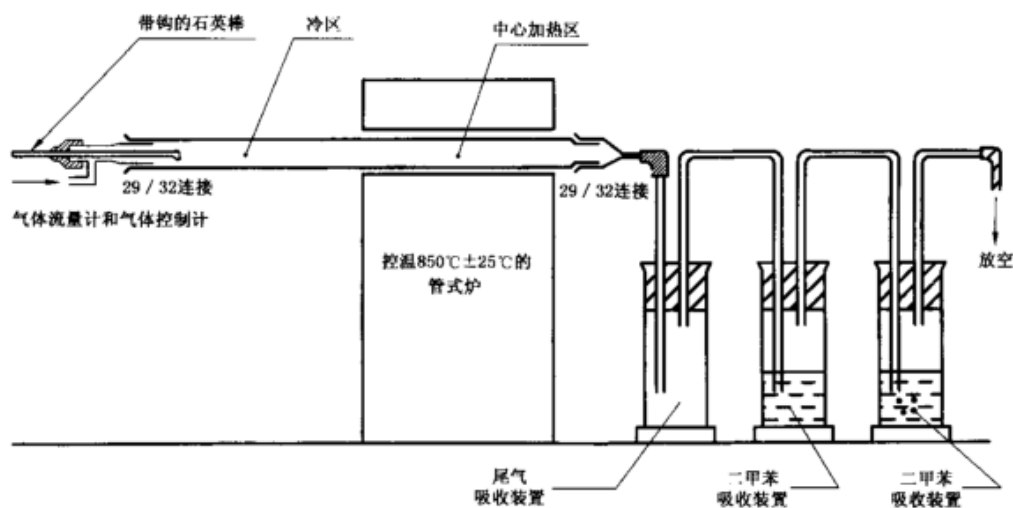


图 1 管式炉装置

5.2.1 燃烧管,由石英制得,其内径应足以令石英舟容易推入或取出。燃烧管至少要比管式炉(5.2.2)长 30 cm,管子的一端应备有氮气导入系统,另一端应备有热解过程中产生的气体的导出装置。

5.2.2 水平管式炉,其内径应足以令燃烧管(5.2.1)伸入到管式炉的加热部分。管式炉由电加热,可控温在 $850^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 并配备有温度指示装置。

5.2.3 带钩的石英棒,应有足够的长度可以整个穿过燃烧管(5.2.1)和进气管(5.2.4),石英棒应与进气管中的橡胶管紧密接触。

5.2.4 进气管,进气侧管供氮气另配有短橡胶管可以紧紧插入石英棒(5.2.3),但仍可以推入和拉出燃烧管(5.2.1),进气系统所用管材应由增塑 PVC 或其他对氧和水蒸气低渗透的材料制成。

5.2.5 气体吸收装置,包括与燃烧管(5.2.1)出口相连接的橡胶管,橡胶管另一端与易凝聚的气体吸收器[2 个加二甲苯(4.3)的气体洗涤瓶]相连。

- 5.3 抽出装置,应符合 GB/T 3516 的规定。
 5.4 干燥器。
 5.5 马福炉,电加热,可控温在 $850^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

6 采样

从实验室样品中取至少 1.5 g 样品,最好从多个部位取样,以能代表整个样品。

7 试验步骤

- 7.1 把橡胶通过辊矩不超过 0.5 mm 的开炼机 6 次,从压出胶片上剪下约 0.1 g~0.5 g 试样,如果样品不能均匀通过开炼机,那么将样品切成每边不超过 1 mm 的小块。
 7.2 称取试样精确至 0.1 mg,并记录这个质量 m_0 ,用滤纸包好试样,用丙酮(4.4)抽提 4 h 或直到与试样接触的抽提液无色为止。如果胶料中含有沥青,则用二氯甲烷抽提 4 h 或直到与试样接触的抽提液无色为止。

未硫化的胶料不能用二氯甲烷抽提,可以采用 ETA(4.5)代替丙酮和二氯甲烷。

注:如果胶料含有丙酮中不能完全溶解的材料如沥青,才需要用二氯甲烷抽提。

称样前将试样剪碎有利于抽提,为此可以让试样在最小辊矩下通过开炼机。

- 7.3 从滤纸中取出已抽提过的试样放在 $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干,至溶剂挥发尽。
 7.4 定量地将干燥后的试样放入石英舟(5.1)内,再放入燃烧管(5.2.1)靠近氮气入口处。
 7.5 用入口连接器关上燃烧管,并与氮气源连接,将燃烧管插入已加热至 $850^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 的管式炉(5.2.2)中,但让石英舟处在燃烧管冷端,管子的另一端与气体吸收装置(5.2.5)相连。
 7.6 将氮气以 $200\text{ cm}^3/\text{min}$ 流量通入燃烧管,通氮 5 min 以上,以便清除燃烧管内的空气。
 7.7 降低氮气流至约 $100\text{ cm}^3/\text{min}$,在 5 min 之内慢慢将石英舟移到燃烧管加热区。
 7.8 让石英舟放在加热区保持 5 min,使试样完全裂解。
 7.9 石英舟移到燃烧管(5.2.1)的冷端冷却 10 min,并保持燃烧管继续通氮气。
 7.10 将石英舟放入干燥器(5.4)内,待完全冷却后,称量(精确至 0.1 mg),记录此数据 m_1 。
 7.11 再将石英舟放到燃烧管(5.2.1)内用入口连接器关上燃烧管,并将进气系统侧管与氧气或空气源相连,让通过的气体流量达到 $100\text{ cm}^3/\text{min}$,将石英舟移至加热区,直到所有炭黑被完全燃尽。
 7.12 7.11 的操作亦可改为,把石英舟移入马福炉(5.5)内,在 $850^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 条件下,直到炭黑燃尽。
 7.13 把石英舟移入干燥器内,冷却至室温。
 7.14 称石英舟精确至 0.1 mg,记录此数据 m_2 。
 7.15 进行平行试验。

8 分析结果的表述

炭黑含量以炭黑的质量分数 X 计,数值以百分数表示,按下式计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

式中:

m_0 ——试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——氮气中加热后石英舟和内容物的质量,单位为克(g);

m_2 ——在氧或空气中炭黑燃烧后石英舟和残留物的质量,单位为克(g)。

注 1: 试样可以从预先已抽提过的胶料中得到,此时由溶剂抽出量的修正可以获得试样质量 m_0 。

注 2: 若市场购买炭黑中含有任何在 850°C 下可挥发物质,它在氮气中裂解时亦会失去。因此,所求炭黑含量最终结果亦会少于这个量,此时若炭黑类型和厂家是已知的,则可以进行适当修正。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 所采用的标准；
- b) 鉴别样品所需的全部细节；
- c) 2 个结果的平均值和表述结果的单位；
- d) 测定中任何不正常的现象；
- e) 任何所采用的标准和所参照标准中不包括的任何操作，以及任何任选的操作；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 1408:1995 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 1408:1995 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 1408:1995 章条编号对照一览表

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1.2
—	1.3
—	1.4
2	2
3	3.1
—	3.2
—	3.3
4	4
—	4.1
4.1~4.5	4.1.1~4.1.5
5	4.2
5.1	4.2.1
5.2	4.2.2
5.2.1	4.2.2.1
5.2.2	4.2.2.2
5.2.3	4.2.2.3
5.2.4	4.2.2.4
5.2.5	4.2.2.5
5.3	4.2.3
5.4	4.2.4
5.5	4.2.5
6	4.3
7	4.4
7.1	4.4.1
7.2	4.4.2
7.3	4.4.3
7.4	4.4.4
7.5	4.4.5
7.6	4.4.6
7.7	4.4.7

表 A.1 (续)

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
7.8	4.4.8
7.9	4.4.9
7.10	4.4.10
7.11	4.4.11
7.12	4.4.12
7.13	4.4.13
7.14	4.4.14
7.15	4.4.15
8	4.5
	5
—	6
9	7