



中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.14—2019
代替 GB/T 3780.14—2010

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)

2019-08-30 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
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；
- 第 25 部分：碳含量的测定；
- 第 26 部分：炭黑原料油中碳含量的测定。

本部分为 GB/T 3780 的第 14 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 3780.14—2010《炭黑 第 14 部分：硫含量的测定》，与 GB/T 3780.14—2010 相比，主要技术变化如下：

- 增加了“其中 C 法为首选和仲裁方法”(见第 1 章)；
 - 增加了“滤纸”(见 3.3.8)；
 - 删除了“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”，仪器类型不同，其结构图亦不同(见 2010 年版的图 1、图 2、图 3)；
 - 增加了 C 法的数据记录方法，即“也可按照仪器操作要求，记录拟合曲线后的数值”(见 5.6.2)。
- 本部分使用重新起草法修改采用 ISO 1138:2007《橡胶配合剂 炭黑 硫含量的测定》。

本部分与 ISO 1138:2007 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本部分与 ISO 1138:2007 章节编号对照一览表。

本部分与 ISO 1138:2007 的技术性差异及其原因如下：

- 关于规范性引用文件，本部分做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：
 - 增加了 GB/T 3780.8、GB/T 8170(见第 2 章)；
 - 删除了 ISO 15671:2000，将其主要内容转化为本部分的第 5 章(C 法——自动分析仪法)，以方便使用(见第 5 章，ISO 1138:2007 的第 2 章、第 5 章)；

- 增加了硝酸银溶液,方便标准使用者(见 3.2.4);
- 增加了“耐压至少 3 MPa”,增加可操作性(见 3.3.1);
- 增加了“样品”,提高本部分可操作性(见 3.4、4.4、5.4);
- 将烘箱的可控温度由 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 修改为 $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$,统一操作(见 3.3.4、4.3.9,ISO 1138:2007 的 4.3.9);
- 增加了“干燥器、滤纸”,提高本部分可操作性(见 3.3.7、3.3.8);
- 增加“尺寸应与燃烧管匹配”,增加可操作性(见 4.3.3,ISO 1138:2007 的 4.3.3);
- 修改“精确至 1 mg”为“精确至 0.1 mg”,提高测试精度(见 4.5.1,ISO 1138:2007 的 4.4.1);
- 将 ISO 1138:2007 的第 6 章分解为本部分的 5.5.1 仪器准备和 5.5.2 仪器校准,并将此两部分归入本部分 5.5 的试验步骤,同时增加本部分的 5.5.3 试样测定,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(见 3.6.2、4.6.2、5.6.3);
- 增加了 C 法的数据记录方法,即“也可按照仪器操作要求,记录拟合曲线后的数值”(见 5.6.2);
- A、B 法增加了精密度的规定,提高标准的严谨性(见 6.1.1)。

本部分还做了下列编辑性修改:

- 采用国际单位制单位;
- 增加了资料性附录 A“本部分章条编号与 ISO 1138:2007 相比的结构变化情况”。

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(SAC/TC 35)归口。

本部分起草单位:山东耐斯特炭黑有限公司、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、山东联科新材料有限公司、龙星化工股份有限公司、山东华东橡胶材料有限公司。

本部分主要起草人:王敏、聂素青、吕俊英、张友伟、侯贺钢、郭灵芝。

本部分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、GB/T 3780.14—2010。

炭黑 第 14 部分:硫含量的测定

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,其中 C 法为首选和仲裁方法。

本部分适用于各类炭黑。

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 3780.8 炭黑 第 8 部分:加热减量的测定(GB/T 3780.8—2019,ISO 1126:2015,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 A 法——氧弹式量热计法

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,收集和称量洗涤物中用氯化钡沉淀的硫酸钡,计算硫含量。

3.2 试剂和材料

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, $\rho_{20} = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

3.2.3 2,4,6-三硝基苯酚(苦味酸)饱和溶液:将适量的苦味酸加入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,饱和后的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 仪器设备

3.3.1 氧弹式量热计,耐压至少 3 MPa,配有点火变压器、点火丝、带燃料容器的坩埚、椭圆形桶、量热计套、电动搅拌器以及量程为 $19 \text{ }^\circ\text{C} \sim 35 \text{ }^\circ\text{C}$,分辨力为 $0.02 \text{ }^\circ\text{C}$ 的温度计。

3.3.2 氧气瓶,配有与氧弹式量热计相连的连接器和减压阀。

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 $(125 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$ 。

3.3.5 高温炉,可控温度在 $(925 \pm 25) \text{ }^\circ\text{C}$ 。

3.3.6 长颈漏斗,锥形。

3.3.7 干燥器,装有有效干燥剂。