



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3780.27—2020

## 炭黑 第27部分：用圆盘式离心光学 沉积测量法测定聚集体尺寸分布

Carbon black—Part 27: Determination of aggregate size distribution by disc  
centrifuge photosedimentometry

(ISO 15825:2017, Rubber compounding ingredients—Carbon black—  
Determination of aggregate size distribution by disc centrifuge  
photosedimentometry, MOD)

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 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；
- 第27部分：用圆盘式离心光学沉积测量法测定聚集体尺寸分布；
- 第28部分：多环芳烃含量的测定。

本部分为GB/T 3780的第27部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分使用重新起草法修改采用ISO 15825:2017《橡胶配合材料 炭黑 用盘式离心沉淀仪测定炭黑聚集体粒径的分布》。

本部分与ISO 15825:2017相比，在结构上有较多调整，附录A中列出了本部分与ISO 15825:2017章条编号对照一览表。

本部分与ISO 15825:2017的技术性差异及其原因如下：

- 范围中增加了“本部分适用于炭黑。”，以符合我国标准的编写和使用习惯(见第1章，ISO 15825:2017的第1章)；
- 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：
  - 用修改采用国际标准的GB/T 6682代替了ISO 3696(见5.1)；
  - 删除了ISO 1124而代之以GB/T 3778(见第6章)；
- 删除了ISO 15825:2017中的“意义和用途”，以符合我国国家标准的结构和编写要求(见ISO 15825:2017的第4章)；
- 增加了“试验数据处理”，以符合我国国家标准的结构和编写要求(见第11章)；

——删除了 ISO 15825:2017 附录 B 中的 B.1、B.2,仅保留了精密度的规定,“精密度”单列为一章,以便于应用(见第 12 章,ISO 15825:2017 的附录 B);

——增加了“本部分与 ISO 15825:2017 相比的结构变化情况”(见附录 A)。

本部分做了下列编辑性修改:

——修改了标准名称;

——删除了参考文献。

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(SAC/TC 35)归口。

本部分起草单位:山东耐斯特炭黑有限公司、东营贝斯特化工科技有限公司、安徽黑钰颜料新材料有限公司、四川轻化工大学、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、龙星化工股份有限公司、金能科技股份有限公司、山东华东橡胶材料有限公司。

本部分主要起草人:张建民、王山山、吴葆松、张敬雨、邓毅、吕俊英、侯贺钢、张慧、郭灵芝。

## 炭黑 第 27 部分:用圆盘式离心光学 沉积测量法测定聚集体尺寸分布

**警告**——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 的本部分规定了一种基于炭黑在离心场中的流体力学特性,用圆盘式离心沉降仪测试炭黑聚集体尺寸分布的方法。

本部分适用于炭黑。

### 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 3778 橡胶用炭黑

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**炭黑聚集体 carbon black aggregate**

多个炭黑粒子聚集或延伸而成的离散的、刚性的胶体物质,是炭黑的最小可分散单元。

注:由此组成了宏大的粒子群。

#### 3.2

**旋转液 spin fluid**

由旋转圆盘中注入的缓冲溶液构成,用于当样品加入时聚集体在其中形成沉降。

注:大多数条件下,碱性条件能使聚集体的附聚最小。

#### 3.3

**分散液 dispersion fluid**

聚集体在其中分散的液体。

#### 3.4

**斯托克斯方程 Stokes equation**

用于描述球形粒子沉降的数学方程:

$$D_{st} = \sqrt{\frac{1.8 \times 10^{16} \eta \ln\left(\frac{R}{S}\right)}{(\rho_1 - \rho_2) \omega^2 t}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$D_{st}$ ——斯托克斯直径,单位为纳米(nm);

$\eta$ ——旋转液的黏度,单位为帕秒(Pa·s);

$R$ ——从旋转中心测得的光电直径,单位为厘米(cm);

$S$ ——液体与空气界面至旋转中心的距离,单位为厘米(cm);

$\rho_1$ ——炭黑的粒子密度,单位为  $10^3$  千克每立方米( $10^3$  kg/m<sup>3</sup>);

$\rho_2$ ——旋转液的密度,单位为  $10^3$  千克每立方米( $10^3$  kg/m<sup>3</sup>);

$\omega$ ——旋转速度,单位为转每秒(r/s);

$t$ ——离心分离的时间,单位为秒(s)。

### 3.5

**粒子密度 particle density**

聚集体的密度。

注:炭黑密度的典型值为  $1.86 \times 10^3$  kg/m<sup>3</sup>。

### 3.6

**斯托克斯直径 Stokes diameter**

$D_{st}$

根据斯托克斯方程得出的,在离心或重力场中于黏性介质中沉降的球体的直径。

注1:炭黑聚集类非球体,如果可确认为光滑、由同种密度构成的硬质球并有相同的沉降速度,也可认为有等效的斯托克斯直径。

注2:炭黑的斯托克斯直径,单位为纳米(nm)。

### 3.7

**平均直径 mean diameter; average diameter**

$D_{mean}$

平均直径由不同的质量分布曲线计算得出,参见附录 B。

注1:它表示不同分布曲线的主要区别。

注2:在 Brookhaven 盘式离心机的软件中,质量分布叫“Volume(Mass)”,平均直径叫“mean”。

注3: $D_{mean}$  仅用于报告中。

### 3.8

**中位粒径 median**

$D_{50}$

在质量分布曲线上某点的  $x$  值,其分布累计百分数为大于或小于该直径的体积(质量)各占颗粒总体积(质量)的 50%。

注1: $D_{50}$  代表分布的中位值。

注2:在 Brookhaven 盘式离心机的软件中,中位斯托克斯直径为“ $D_{50}$ ”。

注3: $D_{50}$  仅用于报告中。

### 3.9

**频率最高的数值(峰值) mode**

$D_{mode}$

为测量的出现频率最高的直径,它是分布曲线的峰值。

注1:某些时候会出现多个峰值。

注2: $D_{mode}$  仅用于报告中。

## 3.10

**下四分位数 lower quartile**

质量分布曲线上的某点,其 75% 的样品为大粒子,25% 为小粒子。

## 3.11

**上四分位数 upper quartile**

质量分布曲线上的某点,其 75% 的样品为小粒子,25% 为大粒子。

## 3.12

**四分位数比值 quartile ratio**

上、下四分位数之比值。

注:在 Brookhaven 盘式离心机的软件中,四分位数之比值为“ $D_{75}/D_{25}$ ”。

## 3.13

**半最大全宽 full width at half maximum**

$\Delta D-50$

质量分布曲线得出的宽度,为质量分布曲线中出现频率最高点的半最大点,是测得的聚集体粒径分布的宽度。

注:在 Brookhaven 盘式离心机的软件中, $\Delta D-50$  为“FWHM”(半最大全宽)。

## 4 仪器设备

4.1 光电离心沉降仪(DCP),旋转速度为 1 000 r/min~11 000 r/min 或更高,具有完整的旋转反馈控制系统(旋转速度的精度和稳定性优于 $\pm 0.05\%$ ),旋转液的体积为 10 cm<sup>3</sup>~20 cm<sup>3</sup>,旋转液温度稳定,用频闪仪监控旋转液的稳定性和液流体的异常,及光学浊度测量仪。

4.2 能量仪,具有超声波探针的能耗测量仪。将能量仪连接在实验室电源和超声波的能量供给插孔上,数显显示真实的能耗。

4.3 探针型超声波器,功率在 200 W 以上,该超声波的功耗测量应在 60 W 以上。能将炭黑分散成离散的聚集体态。见第 7 章。

注:直径 12.7 mm 的探针较为合适。

## 5 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 水,GB/T 6682,三级。

5.2 乙醇,分析纯。

5.3 表面活性剂,非离子型,0.02%~0.05%(质量分数)。

5.4 十二烷, $\geq 98\%$ (色谱级)。

5.5 旋转液,水(5.1)和表面活性剂(5.3)构成,用 0.1 mol/L 的 NaOH 调节 pH 值为 9.0~10.0。

5.6 分散液,由 20 cm<sup>3</sup> 乙醇(5.2)和 80 cm<sup>3</sup> 含表面活性剂(5.3)的水(5.1)构成。需用 0.1 mol/L 的 NaOH 调节 pH 值为 9.0~10.0。

## 6 样品

按 GB/T 3778 的规定进行采样。

## 7 校准

7.1 下列程序可确保炭黑团块被分散成聚集体。

7.2 按第8章中的说明准备好样品 ITRB-2(标准参比炭黑)。

7.3 选择超声波能量和模式(如脉冲模式),所需能量为  $0.005 \text{ kW} \cdot \text{h}$  (18 kJ)。这样可获得 60 W 的功率,只需 5 min 超声时间。

7.4 开始超声,并按下连接超声波设备和电源的能量仪。

7.5 超声 5 min 后,切断能量仪并读下能耗值,用千瓦时( $\text{kW} \cdot \text{h}$ )表示。

7.6 如果将 ITRB-2 完全分散,将得到平均值为  $99 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$  的斯托克斯平均直径(国产标准参比炭黑 IRC5 # 的斯托克斯平均直径“平均值”为  $119 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$ )。

7.7 在进行样品测试前需用 ITRB-2 作为标准炭黑进行校准测试。如果标准炭黑的测试值太高,增加超声时间,和/或功率,或更换超声探头。超声波探头会随时间损耗。

## 8 试验样品的准备

8.1 在称量容器中称取 20 mg 炭黑。如果设备不能处理高浊度溶液,降低样品质量。

8.2 加入  $20 \text{ cm}^3$  分散液(5.6)。

8.3 按照第7章进行样品处理,超声时将分散容器浸入冷却介质中,如冰水,降低超声时产生的热量。试验样品的温度需与测试环境的温度一致,降低圆盘的热梯度。如果超声过程样品损失量大,或者超声时间超过 1 h,需要对样品进行重新处理。

## 9 计算机和软件安装

输入下列参数:

- a) 文件名;
- b) 样品名称;
- c) 液体温度,输入设备的实际温度,即进行校准试验后设备上的数显温度;
- d) 液体密度和液体黏度,不要输入数字,而应选择功能键“旋转液=水”;
- e) 圆盘转速;
- f) 选择光散射修正(米氏修正,炭黑)。

## 10 试验步骤

10.1 选择旋转速度,硬质炭黑在  $8\,000 \text{ r/min} \sim 11\,000 \text{ r/min}$ ,软质炭黑在  $4\,000 \text{ r/min} \sim 6\,500 \text{ r/min}$ 。试验前,宜在选定转速下运转 30 min 热机。在室温下配制用于(10.3)的旋转液。在整个测试阶段,保持空气过滤网清洁,避免测试时旋转盘的电机温度升高。

注:打开设备的通风设备可提高通风效果。

10.2 注入  $1.0 \text{ cm}^3$  乙醇(5.2)并开始离心转动。

10.3 小心注入  $15 \text{ cm}^3$  旋转液(5.5)作乙醇的衬垫。

10.4 注入  $0.1 \text{ cm}^3$  十二烷(5.4)作为旋转液梯度的顶层降低蒸发冷却。

10.5 使旋转液稳定,通常旋转 3 min。

10.6 在 DCP 的光电探测仪上将浊度值调零,或可根据设备的程序进行选择。不推荐使用“降低”

(cut)和“助推”(boost)键,这可能会降低数据的再现性。

10.7 注入  $0.25\text{ cm}^3$  按第 8 章准备的测试样品进旋转盘中,计算机立即进行数据采集。推荐使用针头内径为  $1.19\text{ mm}$  的注射器注入试验样品。

10.8 读出用热电偶测出的旋转室的温度。

10.9 检查圆盘中的流体不稳定性或流动状态,可以看见开始时由炭黑分层的黑带形成的样品涡流,在旋转液的外边界打转,正常转动将产生一条光滑、扩散状、炭黑环带向圆盘的外边界移动。

10.10 继续运转设备直到浊度接近基线,停止转动。如果在  $1\text{ h}$  内未能达到基线,增加转速重复测试。如果在最高转速( $11\ 000\text{ r/min}$ )下  $1\text{ h}$  内未能达到基线,继续测试直到浊度接近基线。

10.11 读出旋转室的温度。如果与初值有差异,当起始和结束温度差值超过  $4\text{ }^{\circ}\text{C}$  时,用起始和结束的温度计算平均值。

10.12 数据自动贮存。用光散射修正计算结果。按用户手册找出如何操作获得特征值。

10.13 移出圆盘中的流体,用水彻底清洁圆盘,并用干净的纸巾或软布擦干圆盘。

## 11 试验数据处理

平均直径、峰值、 $\Delta D-50$  以仪器所显示的值计,用纳米(nm)表示,结果保留整数。

## 12 精密度

12.1 重复性——在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值,平均直径不大于其平均值的  $5.0\%$ ,峰值不大于其平均值的  $5.6\%$ , $\Delta D-50$  不大于其平均值的  $6.8\%$ ,参见附录 C。

12.2 再现性——在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值,平均直径不大于其平均值的  $9.9\%$ ,峰值不大于其平均值的  $16.8\%$ , $\Delta D-50$  不大于其平均值的  $18.0\%$ ,参见附录 C。

## 13 试验报告

试验报告至少应给出以下几方面的内容:

- a) 鉴别试验样品的所有信息;
- b) 采用的标准,GB/T 3780.27;
- c) 试验参数(样品质量、超声时间和能量、圆盘旋转速度);
- d) 设备型号和所有软件;
- e) 基于质量分布的试验结果;
- f) 与规定程序的任何差异;
- g) 试验过程中发生的任何非正常特征(观察得出);
- h) 试验数据。



附 录 A  
(资料性附录)

本部分与 ISO 15825:2017 相比的结构变化情况

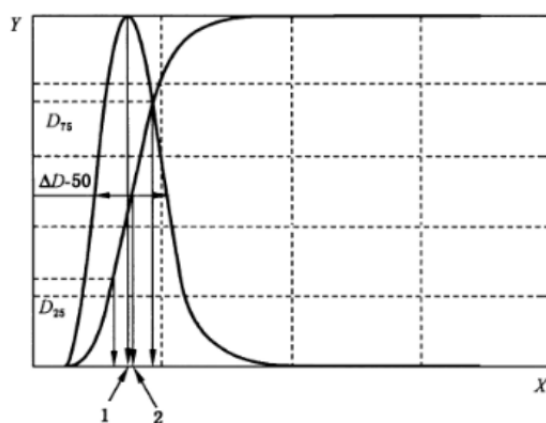
本部分与 ISO 15825:2017 相比,章条编号发生了变化,具体对照情况见表 A.1。

表 A.1 本部分与 ISO 15825:2017 的章条编号对照情况

本部分章条编号	对应的 ISO 15825:2017 章条编号
3	3.1、3.2
—	4
4	5
5	6
6	7
7	8
8	9
9	10
10	11
11	—
12	—
13	12
附录 A	—
附录 B	附录 A
附录 C	附录 B

附录 B  
(资料性附录)  
质量分布曲线实例

质量分布曲线实例见图 B.1。



说明：

1 —— 峰值；

2 —— 平均值；

X —— 直径；

Y —— 累积/差异分布。

注： $D_{75}/D_{25}$  = 四分位比值。

图 B.1 质量分布曲线实例

附 录 C  
(资料性附录)  
精 密 度

1 型精密度包含了实验室之间的试验程序。无论是重复性还是再现性都决定了当前的短期试验条件。13 家实验室对 4 个炭黑样品在 2 天内进行重复试验。而且并非所有实验室都完成了所有样品的测试,故  $p \leq 13, q = 4, n = 4$ 。试验结果是从单一试验中测得的。可接受的不同值未测出。

表 C.1、表 C.2 和表 C.3 给出了对精密度值的计算。离群数据已剔除。删除离群数据后的数据见表 C.1~表 C.3。

表 C.1 平均值,  $D_{\text{mean}}$

材料	实验室数量	平均值 nm	实验室内部			实验室间		
			$s_r$	$r$	( $r$ )	$s_R$	$R$	( $R$ )
SRB-B8(N134)	11	69.6	1.41	3.94	5.66	2.29	6.40	9.20
ITRB(N330)	11	103.4	1.65	4.61	4.46	3.33	9.32	9.01
ITRB-2(N330)	10	101.4	1.46	4.09	4.04	2.63	7.37	7.27
N772	11	233.5	3.68	10.3	4.42	7.49	21.0	8.98
合并值或平均值		126.9	2.26	6.39	5.03	4.45	12.6	9.93
$s_r$ ——实验室内部标准偏差,单位为纳米(nm); $r$ ——重复性,单位为纳米(nm); ( $r$ ) ——重复性,%; $s_R$ ——实验室间标准偏差,单位为纳米(nm); $R$ ——再现性,单位为纳米(nm); ( $R$ ) ——再现性,%。								

表 C.2 峰值,  $D_{\text{mode}}$

材料	实验室数量	平均值 nm	实验室内部			实验室间		
			$s_r$	$r$	( $r$ )	$s_R$	$R$	( $R$ )
SRB-B8(N134)	10	59.2	0.84	2.36	3.98	1.34	3.75	6.33
ITRB(N330)	12	86.9	1.57	4.38	50.4	2.93	8.19	9.42
ITRB-2(N330)	13	94.2	1.32	3.69	3.92	3.13	8.76	9.30
N772	12	181.9	3.54	9.92	5.46	11.7	32.8	18.0
合并值或平均值		105.6	20.9	5.91	5.60	6.27	17.7	16.8
$s_r$ ——实验室内部标准偏差,单位为纳米(nm); $r$ ——重复性,单位为纳米(nm); ( $r$ ) ——重复性,%; $s_R$ ——实验室间标准偏差,单位为纳米(nm); $R$ ——再现性,单位为纳米(nm); ( $R$ ) ——再现性,%。								

表 C.3 半最大全宽,  $\Delta D-50$ 

材料	实验室数量	平均值 nm	实验室内部			实验室间		
			$s_r$	$r$	( $r$ )	$s_R$	$R$	( $R$ )
SRB-B8(N134)	10	48.4	0.97	2.72	5.61	1.72	4.82	9.94
ITRB(N330)	11	76.5	1.29	3.60	4.70	3.14	8.80	11.5
ITRB-2(N330)	12	73.5	1.62	4.54	6.18	3.73	10.4	14.2
N772	11	223.6	4.04	11.3	5.05	10.3	28.9	12.9
合并值或平均值		105.5	2.32	6.56	6.22	5.77	16.3	15.5
$s_r$ —— 实验室内部标准偏差,单位为纳米(nm); $r$ —— 重复性,单位为纳米(nm); ( $r$ ) —— 重复性,%; $s_R$ —— 实验室间标准偏差,单位为纳米(nm); $R$ —— 再现性,单位为纳米(nm); ( $R$ ) —— 再现性,%。								

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
炭黑 第 27 部分：用圆盘式离心光学  
沉积测量法测定聚集体尺寸分布  
GB/T 3780.27—2020

\*

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.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室：(010)68533533 发行中心：(010)51780238  
读者服务部：(010)68523946

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 字数 22 千字  
2020 年 11 月第一版 2020 年 11 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-65801 定价 18.00 元



GB/T 3780.27-2020

打印日期：2020年12月15日

