

DB34

安 徽 省 地 方 标 准

DB 34/T 2700—2016

色素炭黑分散性测定方法

2016 - 08 - 30 发布

2016 - 09 - 30 实施

安徽省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由安徽黑钨颜料新材料有限公司提出。

本标准由安徽省化学工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：安徽黑钨颜料新材料有限公司、河津市龙门黑钨颜料新材料有限公司、安徽建筑大学。

本标准主要起草人：周锋锐、吴葆松、朱紫阳、李真。

色素炭黑分散性测定方法

1 范围

本标准规定了用 45/0 光学结构的分光测色仪测定炭黑黑度分布曲线并用该曲线的图形特征定量表示炭黑分散性的方法。

本标准适用于色素炭黑。

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，仅所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 679 化学试剂 乙醇(95%)

GB/T 7044-2013 色素炭黑

GB/T 7048 色素炭黑 黑度的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

黑度 Blackness

使用适合 CIE 标准并采用 45/0 光学结构的分光测色仪测出的 CIE 1976 $L^*a^*b^*$ 色度空间里的 L^* 值。

3.2

黑度分布曲线 Blackness distribution curve

测定分散在亚麻仁油中的不同浓度色素炭黑墨浆的 L^* 值并绘出 L^* 值相对于炭黑浓度变化的曲线。

3.3

分散性 Dispersity

色素炭黑样品在亚麻仁油中的抗絮聚能力。

4 方法原理

随着分散在亚麻仁油中色素炭黑浓度、粒子间距离及絮聚粒径的变化, L^* 值随之变化, 因此 L^* 值的变化反映了该色素炭黑的分散性水平。

5 试剂

5.1 乙醇(95%): GB/T 679, 化学纯。

5.2 精制4号亚麻仁油, 动力粘度 $4.0 \text{ Pa} \cdot \text{s} \sim 5.0 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (20°C), 酸价(以KOH计) $< 10 \text{ mg/g}$, 色泽(铁钴法) < 10 号。

5.3 硫酸纸或玻璃纸(包墨浆用)。

6 仪器

6.1 分析天平: 分辨率 0.1 mg 。

6.2 自动平板研磨机: 可调整压力为 0.017 Mpa , 磨砂玻璃面, 带自动记数计。

6.3 分光测色仪: 适合CIE标准, 采用45/0光学结构。

6.4 烘箱: 重力对流型, 可控温度为 $(125 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

6.5 注射器: 2 mL , 精度 0.1 mL 。

6.6 调墨刀: 不锈钢制成, 长 $100 \text{ mm} \sim 150 \text{ mm}$ 。

6.7 玻璃板: $250 \text{ mm} \times 60 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ 。

6.8 脱脂棉或薄软纸: 吸湿, 不起毛。

6.9 涂层制膜器: 槽深 0.1 mm 。

7 采样

7.1 按GB/T 7044-2013中5.3的规定进行。

7.2 取适量的试样于 $(125 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱中干燥 1 h , 移至干燥器中冷却至室温。

8 试验条件

室温 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$, 相对湿度 $(50 \pm 5)\%$; 或室温 $(27 \pm 2)^\circ\text{C}$, 相对湿度 $(65 \pm 5)\%$ 。

9 试验步骤

9.1 确定色素黑度测定的浓度点

色素炭黑在亚麻仁油中的浓度, 最小点和最大点分别取 0.01 g/mL 和 0.2 g/mL , 再在最小点和最大点之间均匀地选取 9 个浓度点, 见表1:

表1 色素炭黑测定浓度表

序号	浓度 (g/mL)	称样量 (g)
1	0.01	0.02
2	0.03	0.06

表 1 (续)

序号	浓度 (g/mL)	称样量 (g)
3	0.055	0.10
4	0.07	0.14
5	0.09	0.18
6	0.11	0.22
7	0.13	0.26
8	0.15	0.30
9	0.17	0.34
10	0.19	0.38
11	0.20	0.40

9.2 制墨浆

9.2.1 分别称取浓度点干燥后的试样，精确至 0.1 mg。

9.2.2 将称好的色素炭黑放在研磨机下平板的中央。

9.2.3 用注射器吸取 2.0 mL 精制 4 号亚麻仁油，将亚麻仁油加入下平板炭黑中，用调墨刀将炭黑和精制 4 号亚麻仁油充分混合，在中央涂成一个圆饼，将粘附在调墨刀上的墨浆清理到研磨机的上平板上，并使墨浆损失为最少。

9.2.4 合上研磨机的上平板，在压力为 0.017 MPa 条件下开机研磨 50 转。

9.2.5 停机，打开上平板，用调墨刀将粘附于上平板上的墨浆移至下平板的中心部位，收集全部墨浆于下平板中心，并随着下平板的转动使墨浆扩展成平的圆环，继续研磨 50 转。如此重复三遍共 200 转。

9.2.6 将墨浆收集在玻璃纸或硫酸纸上备用。墨浆保留应不超过 24 h。

9.2.7 用 95%乙醇 (5.1) 和脱脂棉或薄软纸擦净研磨机平板。

9.3 制墨膜

9.3.1 用脱脂棉或薄软纸擦净玻璃板 (6.7)。

9.3.2 用调墨刀将部分墨浆放在玻璃板一端，给涂层制膜器 (6.9) 以适当、稳定的压力在 2s~3s 内将墨浆从一端刮涂到另一端，形成墨浆薄膜。

9.3.3 如果墨浆薄膜平整度不符合要求，可用调墨刀再取少量墨浆放在墨浆的起始端，清除粘附在制膜器迎墨面背面上的墨浆，把制膜器放回墨浆薄膜的起始端，重复 9.3.2 一次。

9.3.4 制成的墨浆薄膜宽度约为 45 mm，表面均匀、平整。否则，应用调墨刀将墨浆收集起来，按 9.3.1~9.3.3 的规定重新制备。

9.4 L* 黑度值的测定

9.4.1 打开分光测色仪 (6.3) 的电源。

9.4.2 选择测量条件：10° 视角；D65 光源；CIE 1976 L*a*b* 色度空间。

9.4.3 校零，再进行白色校正。

9.4.4 分别将墨膜载片 (9.3.5) 置于分光测色仪测色口的下方，使墨膜面对着测色口的光孔，离墨膜两端 20 mm 内的墨膜不予采用。

9.4.5 测定载片中部四个不同部位的 L* 值，一般稳定 15s~20s 后读数，记录每个读数，取其平均值。

10 结果和计算

10.1 试样的黑度 L^* 值表示，结果比 GB/T 7048 中规定的有效位数增加一位，然后按 GB/T 8170 中“修约值比较法”进行修约。

10.2 绘制黑度分布曲线图

——针对所有实验数据，以浓度为横坐标轴、 L^* 黑度为纵坐标轴，制作黑度分布曲线图。

10.3 分散度的定量表示

10.3.1 从色素黑度分布曲线图找到随着 x (浓度) 的增大， y (黑度) 的连续递增或递减的变化区间，设其分别为 ΔX_1 、 ΔX_2 、 ΔX_3 、……、 ΔX_i ……、 ΔX_n (ΔX_i 既表示依次的区间，也表示区间的长度)，对应的， y 的变化区间为 ΔY_1 、 ΔY_2 、 ΔY_3 、……、 ΔY_i ……、 ΔY_n (ΔY_i 既表示依次的区间，也表示区间的长度)。

10.3.2 对向上的方向取负值，向下的方向取正值。

10.3.3 用代数和：

$$100 \sum_{i=1}^n \Delta X_i \Delta Y_i$$

表示该炭黑的分散性指标，数值越大，炭黑的分散度越好。

11 精密度

重复性：两次测定结果之差不超过 1.0。

12 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- a) 试样品种和编号；
 - b) 本试验依据的标准编号；
 - c) 试验结果； L^* 黑度的测量统计表；黑度分布曲线；分散度值。
 - d) 与规定分析步骤的差异；
 - e) 在试验中观察到的异常现象；
 - f) 试验日期。
-