

炭黑含量测试仪

设备建议书

公司名称：上海和晟仪器科技有限公司

品 牌： HESON/和晟

联 系 人： 蒋和羲

公司简介

本公司属台资企业在大陆设有工厂总部位于上海，在国内设有 6 家分公司，服务更便捷。有独立的生产中心，研发中心，质检中心和售后中心全国统筹调度。已成功入选上海造币厂，上汽股份，日本三菱，韩国三星电子，美国颇尔，美国库柏，德国博士工具，富士康等知名企业优质供应商名单，我司产品全面通过 CE 认证，满足欧盟客户需求，已销往卢森堡，意大利，西班牙，新加坡，肯尼亚，日本等国家和地区

HS-TH-3500 炭黑含量测试仪



■ 产品优势：



产品优势:

类别	同行产品	上海和晟公司 HS-TH-3500
控温精度	±5℃	±1℃
炉门结构	密闭式，不易散热，装样操作不方便	开启式，较易散热，装样方便
显示方式	数码管显示	7寸液晶触摸大屏显示
温度曲线	无	可实时显示温度曲线
操作方式	每次实验需重复输入温度程序	程序可提前输入保存，只需一键启动即可
其他	主机、气氛装置、实验舱为分体式结构； 操作繁琐、占地空间大、试验效率低； 设备保温、散热性能较差。	主机、气氛装置、试验舱为一体式结构； 操作简便、占地空间小、试验效率高； 设备保温、散热性能好。

1. 应用范围:

适用于聚乙烯、聚丙烯、聚丁烯塑料中炭黑含量的测定。炭黑的测试是通过试样在氮气保护下，高温分解后的重量分析得到的。该仪器具有使用方便，操作简单，测量准确，精度高，自动化程度高等优点。

2. 符合标准: ISO 6964, GB/T 13021, IEC 60811-4-1, GB/T 2951, JTG E50 等。

GB/T13021-1991 聚乙烯管材和管件炭黑含量的测定(热失重法)

GB/T 2951.41-2008 电缆和光缆绝缘和护套材料通用试验方法

GB15065-94 电线电缆用黑色聚乙烯塑料

GB/T7766-2008 橡胶制品化学分析方法

YD/T 839.2-2014 通信光缆用填充和涂覆复合物

3. 仪器特点

- 仪器外形结构美观，操作简单；
- 炉门结构为开启式，方便放置试样和确定试样的最佳位置；
- 7寸液晶触摸屏显示，高端大气
- 自动化程度高，只需设定温度值和升温时间，仪器自动升温至设定值；在屏幕上可实时显示温度曲线。
- 控温精度高，温度范围大，炉膛温度均匀性高；



- 具有极佳的恒温功能，并可设定恒温时间，恒温精度高；
- 仪器可以设置 30 组不同加热时间段，可以有不同的加热温度、升温速率、恒温时间；
- 参数显示全面，显示设置组数、理论温度、实际温度、升温时间(或恒温时间)；
- 仪器运行过程中可查看所设定的参数及升温或恒温的时间；



温度控制器设置方法 例：要求仪器温度由室温升 350℃

接着在10 分钟内让温度由350℃升至450℃

接着在 10 分钟内让温度由 450℃ 升至 550℃ 接着在 550℃保持20 分钟；

1. 技术参数

型 号	HS-TH-3500
显示方式	7 寸液晶触摸屏显示
炉管尺寸	Φ 50×450mm



加热元件	电阻丝
加热区长度	200mm
恒温区长度	100mm
工作温度	≤1000℃
最高温度	1100℃
控温方式	智能化 30 段可编程控制
恒温精度	±1℃
炉门结构	开启式
工作电源	AC220V/50HZ/60HZ
外形尺寸	340*300*390mm

2. 标准配置

序号	描述	数量
1	主机一台	1 台
2	燃烧舟	10 只
3	管堵	2 个
4	坩埚钳	1 把
5	高温手套	1 副
6	石英管	1 根
7	橡皮管 (1米)	1 根



上海和晟仪器科技有限公司

SHANGHAI HE SHENG INSTRUMENT co., ltd

设备实验图





管式炉炭黑含量检测仪操作步骤:



1、将燃烧舟加热到灼热然后在干燥器中冷却至少 30min 称重精确到 0.0001g。将(1.0±0.1)g 的聚乙烯试样放到燃烧舟中，再一起称重，精确到 0.0001g，将该重量减去燃烧舟的重量即得到聚乙烯试样的重量 A，精确到 0.0001g。(干燥器需自配)

2、先将装有试样的燃烧舟放置到加热炉石英管的中部，然后将一根排气玻璃管的橡胶塞插在玻璃燃烧管的一端，调节气氛装置使含氧量小于 0.5% 的氮气按要求的流速通过石英管，并在以后的加热过程中保持这个流速。

3、将燃烧舟移至仪器口处，不要立刻取出；待燃烧舟在氮气中稍微冷却下来后，取出燃烧舟，然后在干燥器中冷却 20~30min 并重新称重，减去燃烧舟的重量，测定残留物的重量精确到 0.0001g(残留物重量 B)。

4、再将燃烧舟放回玻璃燃烧管，在 step4 下调节气氛装置将氧气取代氮气以适当的流速通到玻璃燃烧管中石英管内，使残留碳黑燃烧完全。取出燃烧舟冷却并称重，减去燃烧舟的重量，测定残留物的重量精确到 0.0001g(残留物重量 C)。

5、试验结果表示方法:

$$\text{碳黑含量} = \frac{B-C}{A} \times 100\%$$

$$\text{矿物质填料含量} = \frac{C}{A} \times 100\%$$

$$\text{填料含量} = \frac{B}{A} \times 100\%$$

A-试样重量;

B-高温裂解后残留物的重量;

C-燃烧后残留物的重量;



摘要 采用 GB13021《聚乙烯管材和管体炭黑含量测定（热失重法）》和热重分析仪两种方法测定聚乙烯中炭黑含量。对两种方法的测定结果进行了比较，结果表面，两种方法均有良好的重复性和准确度，测定结果基本一致，采用不同方法得到的测定结果间可以互相参考

关键词 GB13021，热重分析依法，炭黑含量

Carbon black content in polyethylene was determined by two methods of GB13021, polyethylene pipe and tube carbon black content determination (thermal gravimetric method) and thermo gravimetric analyzer. Compared with the measurement results of the two methods of the surface, the two methods have good repeatability and accuracy. The measurement results are basically the same, the determination results obtained by different methods can reference each other

Key words GB13021, thermal gravimetric analysis, carbon black content

近年来，聚乙烯管材已成为继 PVC 之后，世界消费量第二大的塑料管道品种，广泛应用于给水、农业灌溉、燃气输送、排污、油田、化工、通讯等领域。无添加剂的聚乙烯耐气候老化和日光曝晒性能很差，因而实际使用时都会添加炭黑 [1]。炭黑能使材料具有足够的抗紫外老化能力，当炭黑含量为 2.0%~3.0% 时可确保有效地防止紫外线的影响 [2]。由于炭黑含量大小对聚乙烯管材具有重要的影响，许多标准都对聚乙烯中的炭黑含量作了规定，为了研发生产和销售的目的，炭黑含量是聚乙烯管材必须进行检测的指标。目前管道用塑料中炭黑含量的测试方法主要执行 GB13021-1991 [3]。使用热重分析仪是现在常用的热分析手段，用来测量高聚物的成分极为方便，常用标准是 ASTM E1131-2008 [4]，热重分析仪也可以用于测定聚乙烯中的炭黑含量。目前这两种方法并存，不同实验室间经常采用不同的方法测试，存在炭黑含量分析结果无法直接比较的问题。笔者用以上两种方法测定同批聚乙烯粒料中的炭黑含量，对不同测试方法的优缺点、测量重复性以及两种方法测试结果的一致性进行了探讨，对炭黑含量测试方法的选择提供了参考。

1 实验部分

1.1 主要仪器与材料

炭黑含量分析仪：HS-TH-3500 型，上海和晟仪器科技有限公司；机械分析天平：精度 0.0001g，上海天平仪器厂；热重分析仪：STA449C 型；德国耐驰公司；电子天平：M2P 型，德国赛多利斯公司；聚乙烯：市售。

1.2 实验方法

1.2.1 GB13021 法

称取试样质量 m_1 (1 ± 0.05) g 置于样品舟中，将样品舟放入炭黑含量分析仪中，调氮气流量 130 mL / min，在氮气保护下升温至 600℃，恒温裂解 30 min，取出后放入干燥器冷却至室温，称量质量 m_2 ，再放入马弗炉中 950℃ 灼烧 10 min，取出放入干燥器冷却至室温，称量质量 m_3 。炭黑含量 c (%)

按式(1)计算。



$$c = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

1.2.2 热重分析仪法

称取试样质量(10±0.05)mg 放入样品架上，合上加热炉，设置升温程序，氮气气氛下室温升至 550℃，转换成氧气，在氧气气氛下升温至 750℃，计算机自动采集升温过程中样品质量变化。

2 结果与讨论

2.1 测量结果比较

按照 1.2.1 测定聚乙烯中炭黑的含量，测定结果见表 1。

测试方法	测试结果	平均值 \bar{x}	标准偏差 S	相对标准偏差 s
GB13021-1991	3.00, 2.79, 2.84, 2.92, 2.89, 2.98, 2.89, 2.92	2.90	0.069	2.38
热重分析仪法	3.02, 2.94, 2.99, 2.99, 2.86, 2.82, 2.82, 2.85	2.91	0.085	2.92

按照 1.2.2 测定聚乙烯样品的热重曲线(见图 1)。根据曲线上各步失重的百分数可以判断样品分解机理及各组分的含量。随着温度升高，聚乙烯发生裂解，持续到 550℃ 质量恒定，因为炭黑在高纯氮气中不发生反应，此时切换气体，通入氧气，使炭黑反应至完全，试样质量再次恒定。从 550℃ 切换氧气到 650℃ 质量稳定时发生的质量减少就是聚乙烯中的炭黑含量。650℃ 质量稳定后剩余物质为聚乙烯中的灰分。聚乙烯样品中碳黑含量的测定结果列于表 1。

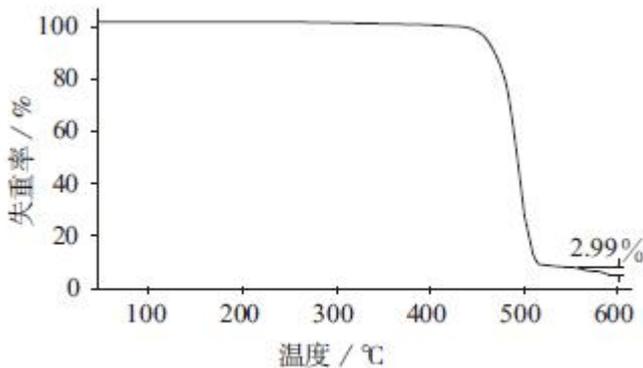


图 1 典型的热重曲线炭黑含量分析图

从测试结果看，两种测试方法的相对标准偏差均小于 3%，说明两种方法均具有较好的重复性，其中热重分析仪法的相对标准偏差比 GB13021 的相对标准偏差略大，这跟热重分析仪法样品量少、样品不均匀有关。两种方法测试结果的一致性可以采用以下方法进行 [5]：假设两种测试方法的测试结果分别为 x_{11} ，



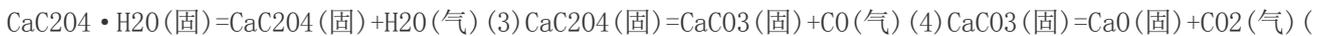
$x_{11} \dots x_{1n}$, 平均值为 \bar{x}_1 , 标准偏差为 S_1 ; $x_{21}, x_{22} \dots x_{2n}$, 平均值为 \bar{x}_2 , 标准偏差为 S_2 。若把 $x_{11} \dots x_{1n}$ 看作随机变量, 则根据方差的基本法则有:

$$S_{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)} = \sqrt{\left(\frac{S_1}{\sqrt{n_1}}\right)^2 + \left(\frac{S_2}{\sqrt{n_2}}\right)^2} \quad (2)$$

故若 $x_{11} \dots x_{1n}$ 与 $x_{21} \dots x_{2n}$ 则认为两组数据是一致的。将表 1 中的数据代入公式可以计算出: $x_{11} \dots x_{1n} - \bar{x}_1 = 0.8212$, $2S(x_{11} - x_{21}) = 0.83$, 计算结果表明两组数据一致。两种方法测试的结果具有一致性, 可以用来相互比对。

2.2 热重分析法准确度

热重分析仪在分析过程中自动记录样品实时质量, 人为因素小, 热失重量的准确度可以用标准 CaC_2O_4 来验证。 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 随着温度升高会发生以下 3 步化学反应:



在每步反应中都有气体放出, 从而固体出现失重现象, 根据化学反应方程和分子量就可以计算出每步化学反应的理论失重量。 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的每步化学反应都可以反映在热失重曲线上, 用热重分析仪得到的 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 失重量和理论值列于表 2。

表 2 一水草酸钙验证热重分析仪准确性结果

化学反应步骤	反应温度 / °C	理论值失重量 / %	热重分析仪测量值 / %	相对偏差 / %
第 1 步	100~200	12.3	11.4	7.3
第 2 步	400~530	19.2	19.4	1.0
第 3 步	550~750	30.1	30.5	1.3

从表 2 可以看出热重分析仪在 550~750°C 内的测量相对偏差为 1.3%, 测量准确度高。热重分析仪法和 GB13021 方法测量炭黑含量的结果可靠。热重分析仪法快捷方便, 但是测量相对标准偏差比 GB13021 测试方法的要大, 原因是进行热重分析时所用样品量只有 10mg, 如果样品中的炭黑分布不均匀, 用热重分析仪测聚乙烯中的炭黑含量时就会增大测试标准偏差。建议用热重分析法分析炭黑含量时尽量从多个聚乙烯颗粒上取样并且适当增加样品量。

3 结语

从实验过程及分析结果可以看出炭黑含量分析的两种不同方法具有以下特点: (1) 两种测试方法均可用来测定聚乙烯中的炭黑含量, 测定结果基本一致, 具有可比性。(2) GB13021 法测炭黑含量试验重复性好, 但是用到炭黑分析仪和马弗炉两种设备, 实验过程中需要冷却和 3 次称量, 操作较热重分析仪复杂。

(3) 热重分析法操作方便、快捷, 结果直观, 但是由于所用样品量小, 测试结果标准偏差较大, 测试中容易出现异常值, 应该从多个颗粒上取样, 尽可能增加样品量, 测试次数至少 2 次, 当出现两次偏差较大时, 增加测试次数。



CE 认证

Certification No. CPC15/041814



VERIFICATION OF MD & LVD COMPLIANCE

With EU MD 2006/42/EC As Amended By 98/37/EC
LVD 2006/95/EC As Amended By 73/23/EEC

Certificate Holder : SHANGHAI HE SHENG INSTRUMENT TECHNOLOGY CO., LTD.

Manufacturing Site : 2 f, No. 20, No. 185, Tongchuan road, Putuo district, Shanghai

Product Description : Electronic universal testing machine

Type and Model : HS-3001D-S, HS-3001C-S, HS-3001B-S, HS-3001A-S, HS-3000C-S,
HS-3000B-S, HS-3000A-S, HS-3004A, HS-3005A, HS-3002C-S,
HS-3002C-S, HS-3002A-S

Technical Construction File Referenced No./Rev : HO-14/HS141212

Applicable Standard : EN ISO 12100: 2010, EN 60204-1:2006+AC:2010

Date Of Issuance : Dec. 24, 2014

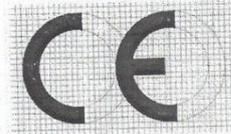
Conclusion of Assessment :

We Hereby Confirm That The Technical Construction File And Manufacturing, Inspection And Testing Processes For Above Mentioned Equipment Comply With The Essential Safety Requirements Of EU Machinery Directive 2006/42/EC & Low Voltage Directive 2006/95/EC Applied Codes And Standards.

Remarks: This Certificate Is Only Valid For The Equipment And Configuration Described, And In Conjunction With The Test Data Detailed Above.

Authorized Signatory:

Name: Dennis.Smith
Position: Operations Manager



2214089112

CARNOT PRODUCT CERTIFICATION LTD
KEMP HOUSE 162-160 CITY ROAD, LONDON, ENGLAND, EC1V 2NX
safety@ukcpct.org

上海和晟仪器科技有限公司
heshengcn163.1688.com



上海和晟仪器科技有限公司

SHANGHAI HE SHENG INSTRUMENT co., ltd

商标证书



2009741876 ZC



第 8741876 号

商标注册证



核定使用商品(第 9 类)

自动计量器; 测量器械和仪器; 测量仪器; 恒温器; 测力计; 材料检验仪器和机器; 教学仪器; 细菌培养器; 实验室试验用烘箱; 电测量仪器(截止)

注册人 上海和晟仪器科技有限公司

注册地址 上海市嘉定区黄渡镇方黄公路 7735 号 1419 室

注册有效期限 自公元 2012 年 05 月 07 日 至 2022 年 05 月 06 日

局长签发

许瑞表





十年诚信认证



版权声明：本产品图片及技术参数版权归上海和晟仪器科技有限公司（www.hesheng17.com）所有，转载注

明



我公司部分合作伙伴（排名不分先后）：

上海航空航天制造总厂	南京烽火藤仓光通信有限公司
湖北康泰塑料有限公司	浙江万马高分子材料有限公司
杭州余杭质量计量监测中心	福建恒杰塑业新材料有限公司
吉林大学化学学院	清华大学医学院
空军工程大学	解放军理工大学
上海交通大学	华东理工大学
上海船舶 704 研究所	四川电子科技大学
广东工业大学	北京工业大学
哈尔滨工业大学	中山大学
福建华侨大学	同济大学
广东石油学院	厦门大学
雷誉（上海）包装制品有限公司（日资）	上海晋飞复合材料（美资）
中科院宁波材料研究所	中科院上海应用物理研究所
库柏电气（上海）有限公司	昆山三芝（韩资）
上海上汽股份有限责任公司	3M 胶带（中国）有限公司（美资）
麦太保工具（中国）有限公司（德资）	博士工具（中国）有限公司（德资）
郑州科瑞建设工程检测中心	优尔稀聚合物（上海）有限公司
深圳喜德盛自行车（港制）	富达铝业（常熟）有限公司（台资）
YCC 拉链（港资）	新麦机械(无锡)有限公司（台资）
上海交通大学	金固牢胶粘制品（平湖）有限公司（西班牙）
上海浦成感测器（德资）	封霖节能幕墙门窗（上海）公司（加拿大）
雅柏利粘扣带（上海）有限公司	金盛紧固件（安徽）有限公司（股份制）
浙江华荣集团（股份资）	上海晋亿螺丝（港资）
上海造币厂（国企）	南京航空航天大学



常州品质检测中心	安积滤品（上海）有限公司（日资）
诸暨产品品质监督检验所	上海航天机电股份有限公司（国企）
特艺建材（苏州）（新加坡）	上海胜狮冷冻货柜有限公司（韩资）
合肥协力仪表制造有限公司（国企）	张家港国泰华荣集团（国企）
常熟通润汽车零部件（股份）	鼎御五金制品（上海）有限公司（台资）
江西 5272 化工厂(军工企业)	长春李尔汽车有限公司
上海三盛铜业有限公司（股份）	上海市消防局(机关单位)
吉林吉研高科技纤维有限公司（股份制）	亿和精密工业（苏州）有限公司（美资）
倍立达（南京）集团 有限公司（股份）	日本三菱电机（上海）有限公司（日资）
宁波博纳汽车零部件有限公司（股份）	解放军兵器集团成都工厂
赫比通讯（上海）有限公司	江西升阳光电科技有限公司（台资）
东莞泰伦碳纤维有限有限公司（股份）	麦太保工具（中国）有限公司（德资）
河南万达铝业（股份）	双叶金属制品（苏州）有限公司（日资）
上海轴承研究所	上海环讯实业有限公司（台资）
肯泰特机械（上海）有限公司（韩资）	江西景德镇龙迪汽车内饰件有限公司（股份）
科威信（无锡）洗净科技有限公司（台资）	上海延峰座椅有限公司（外资）
烟台统利饮料工业有限公司	昆山中冶宝钢焊丝厂（国企）
摩根热陶瓷（上海）有限公司（英资）	安徽昊方机电股份有限公司（股份）
浙江道明光学股份有限公司（股份）	江苏海华汽车零部件有限公司(股份)
阿托斯液压系统（上海）有限公司（意大利）	圣戈班(上海)有限公司（法资）
上海铁美金属制品有限公司（日资）	克诺尔车辆设备（苏州）有限公司（德资）
灏讯（中国）有限公司（瑞士）	广西五菱宝马汽车空调有限公司



上海和晟仪器科技有限公司

SHANGHAI HE SHENG INSTRUMENT co., ltd

上海龙磁电子科技有限公司（股份）	烟台万利医用品有限公司（股份）
四川蜀邦实业有限责任公司（股份）	SGS 通标技术（上海）有限公司
上海江森自控汽车电子有限公司（外资）	深圳华测检测股份有限公司
靖江市锐威工业紧固件制造有限公司（股份）	甘肃省农业机械鉴定站（国企）
颇尔过滤器(北京)有限公司（美资）	杭州赛恩斯能源科技有限公司（股份）
三星电子（苏州）有限公司（韩资）	比威电气系统(天津)有限公司
常熟恩杰斯电器有限公司（日资）	哈尔滨汽轮机厂
湖北东风实业有限公司	博格华纳汽车零部件（宁波）有限公司（美资）
一汽-大众汽车有限公司	四川华庆机械有限公司
大连仓敷橡胶零部件有限公司（日资）	宁波汽车检测有限公司
延康汽车零部件（上海）有限公司	上海汽车股份有限公司
江西昌河飞机制造工业有限公司	河南郑州铁路局工务机械段
合肥江淮汽车股份有限责任公司	南通大地电气有限公司
赫比通讯技术（上海）有限公司	山东天府重工有限公司
潍坊柴油机厂	哈尔滨东安汽车动力股份有限公司
西门子威迪欧汽车电子(芜湖)有限公司	沈阳航天三菱汽车发动机制造有限公司
沈阳中瑞机械有限公司	辽宁曙光汽车集团股份有限公司
柳州五菱汽车有限责任公司	浙江万向集团电动车有限公司
上海布朗汽车天窗有限公司	佛吉亚汽车排气技术（上海）有限公司（法资）
东风扬子江汽车（武汉）有限公司	江苏羽佳机械有限公司
上海阀门五厂	上海凯泉泵业有限公司
中国航空工业集团（北京）航空材料研究院