

# 利用岛津DTG-60测定橡胶制品中炭黑的含量

No.TA-004

**摘要：**本文介绍一种测定橡胶、塑料制品中炭黑含量简便准确的方法——热重测定法。利用岛津DTG-60，通过测定样品的热失重量得到炭黑含量，还可以得到高分子、易挥发物成分等的含量。

**关键词：**炭黑 塑料 橡胶 热重

塑料制品中的加入炭黑，主要起着色的作用；而在橡胶工业，炭黑是不可缺少的原料，其用量仅次于生胶，是一种最有效的、被广泛应用的补强剂。炭黑能改进硫化胶的性能，提高胶料的硬度、模量、断裂能量、抗张强度、抗撕裂、耐疲劳和耐磨耗性能。炭黑的另外一大作用是有效降低橡胶制品的成本，特别是用在硅橡胶、氟橡胶和丙烯酸酯橡胶等特种橡胶制品中。对后者来说，炭黑用量越多越好，但过量的炭黑无助于增强、补强效果，反而影响制品的光洁度和拉伸性能，增加制品的加工难度，因此合理的炭黑用量是橡胶工业的研究课题。如何准确测定制品中炭黑的含量呢？本文主要介绍用热分析手段测定橡胶、塑料制品中炭黑含量的方法。

## ■ 原理

塑料和橡胶制品，大致由几部分组成：高分子部分和炭黑部分，有的还含少量无机添加物和易挥发有机物。用氮气做载气，控制氮气流速和升温速率，使仪器升温加热样品，样品中的易挥发物质和高分子物质在高温氮气的环境下会发生热分解。升到一定高温后（该温度的设定与橡胶种类有关），恒温直至高分子组分不再失重为止，这时残余物为炭黑和无机化合物。再把载气切换到空气，继续升温，使炭黑发生氧化而挥发，直至样品不再失重为止，这时残留物仅有无机化合物。在热重曲线上可以计算出炭黑挥发的失重量。

该方法最大的优点是失重的同时，由仪器自动记录并绘出热失重曲线，根据热失重曲线即可算出高分子化合物、炭黑和无机化合物的含量。因此该方法具有样品量少（仅需几毫克~几十毫克）、省时和精确的优点。

## ■ 仪器测量条件

仪器型号：DTG-60H，配备氛围气控制装置FC-60A

升温程序：以10 °C/min速率，从常温升温至500 °C，保持5 min（氮气氛围），再以10 °C/min 速率升温至700 °C（空气氛围）

选用坩锅：铂金大坩锅（Platinum Macro Cell）

## ■ 测定数据

以下是塑料原料样品（样品1，含炭黑量3.0 %左右），和添加炭黑后样品（样品2，含炭黑量4.0 %左右）的DTG测定数据。

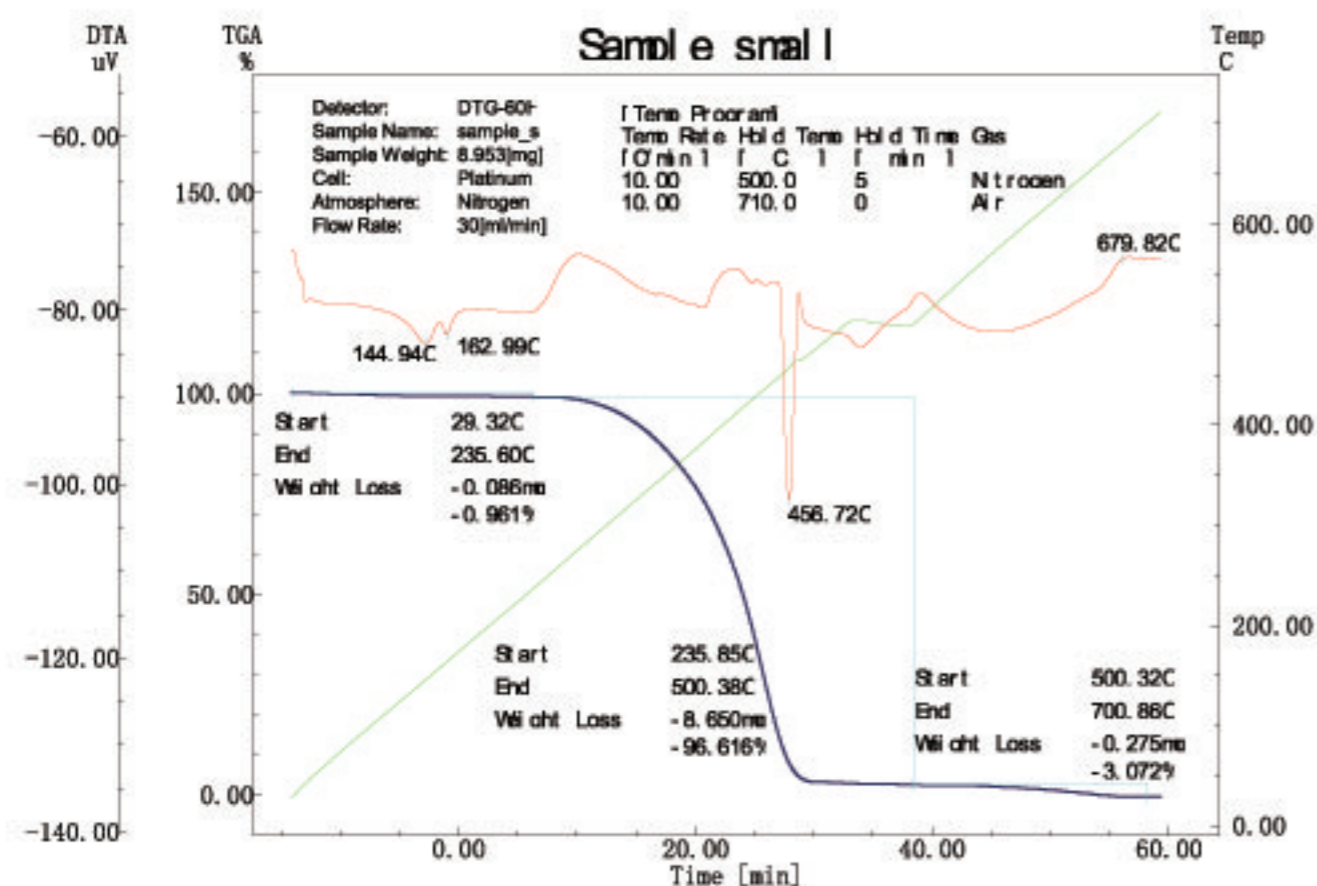


图1 样品1测定数据

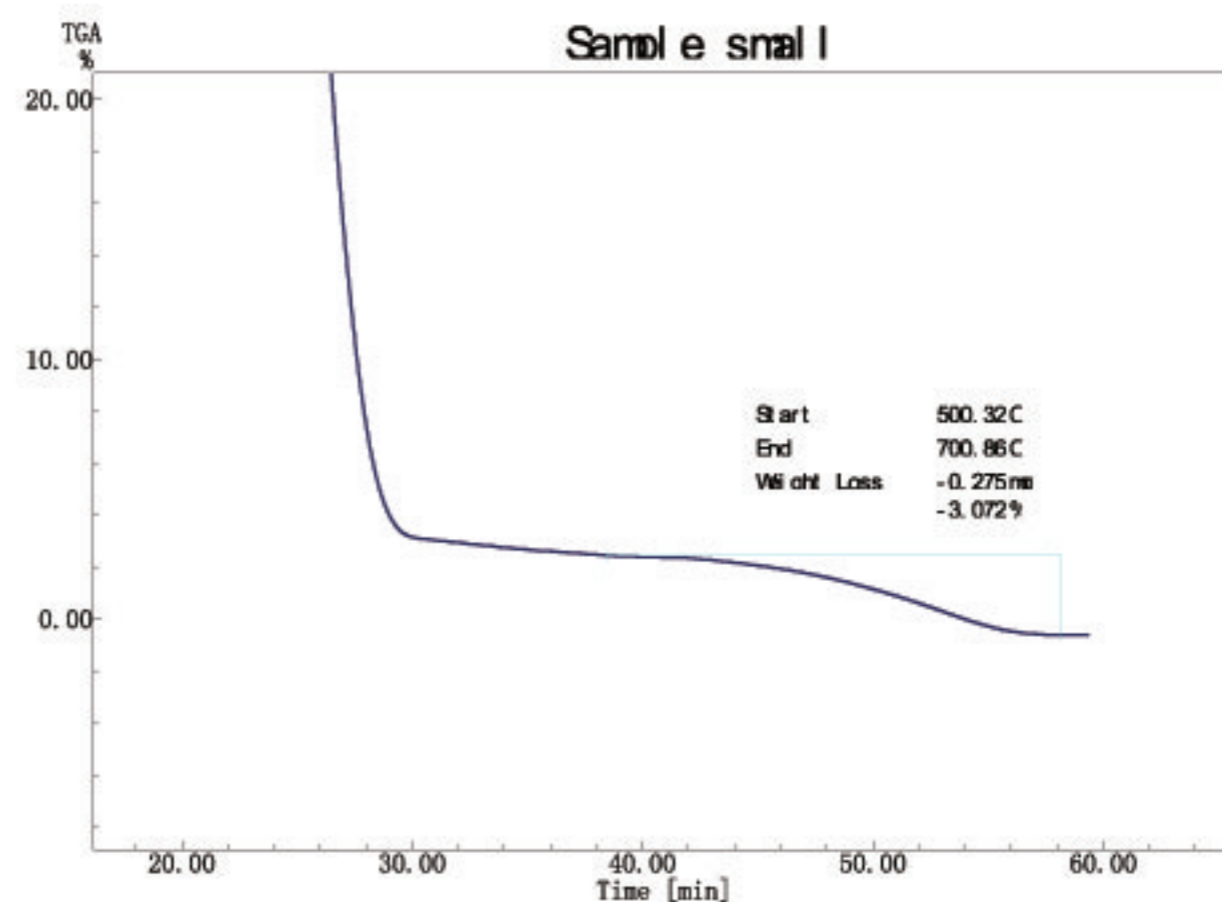


图2 样品1测定数据 (500°C以后)

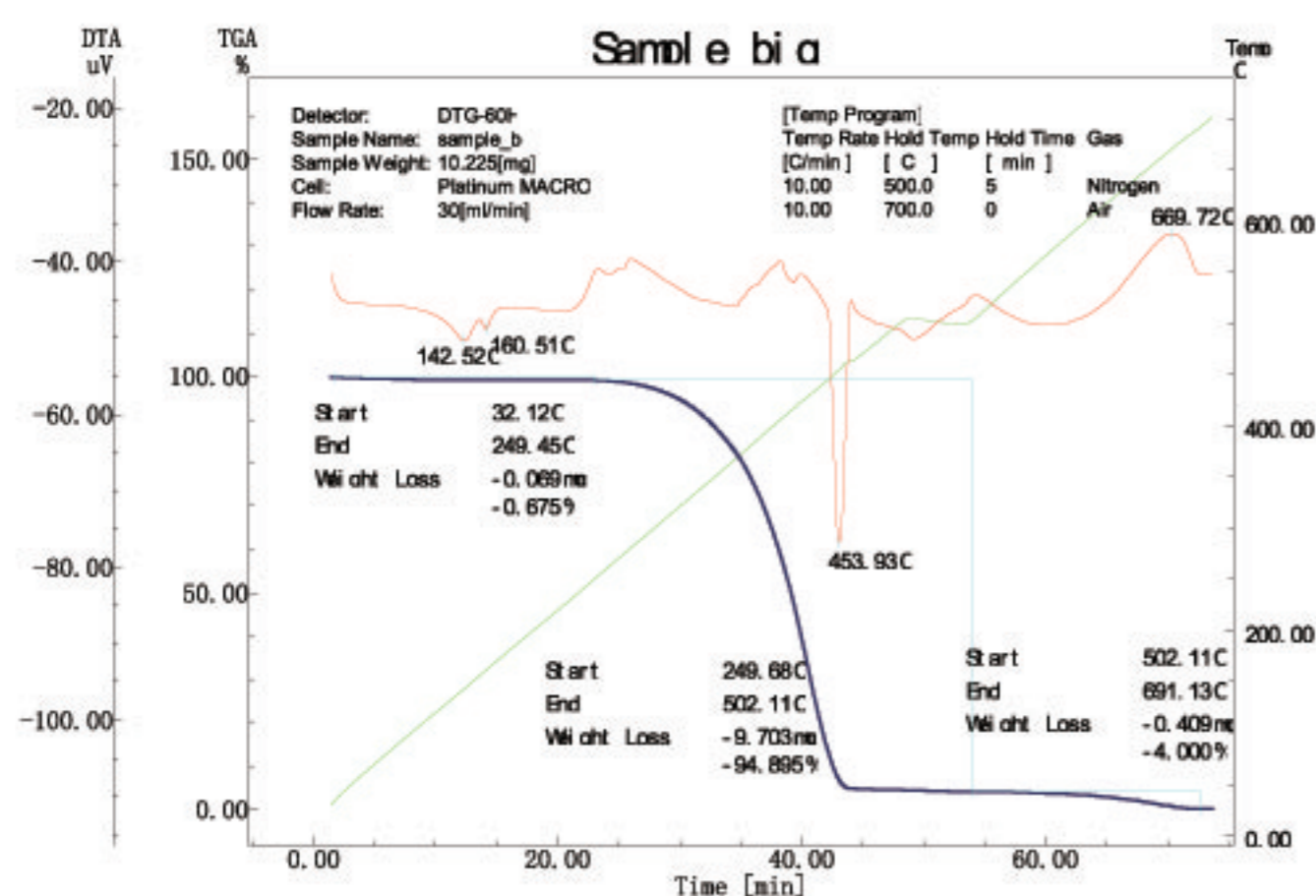


图3 样品2测定数据

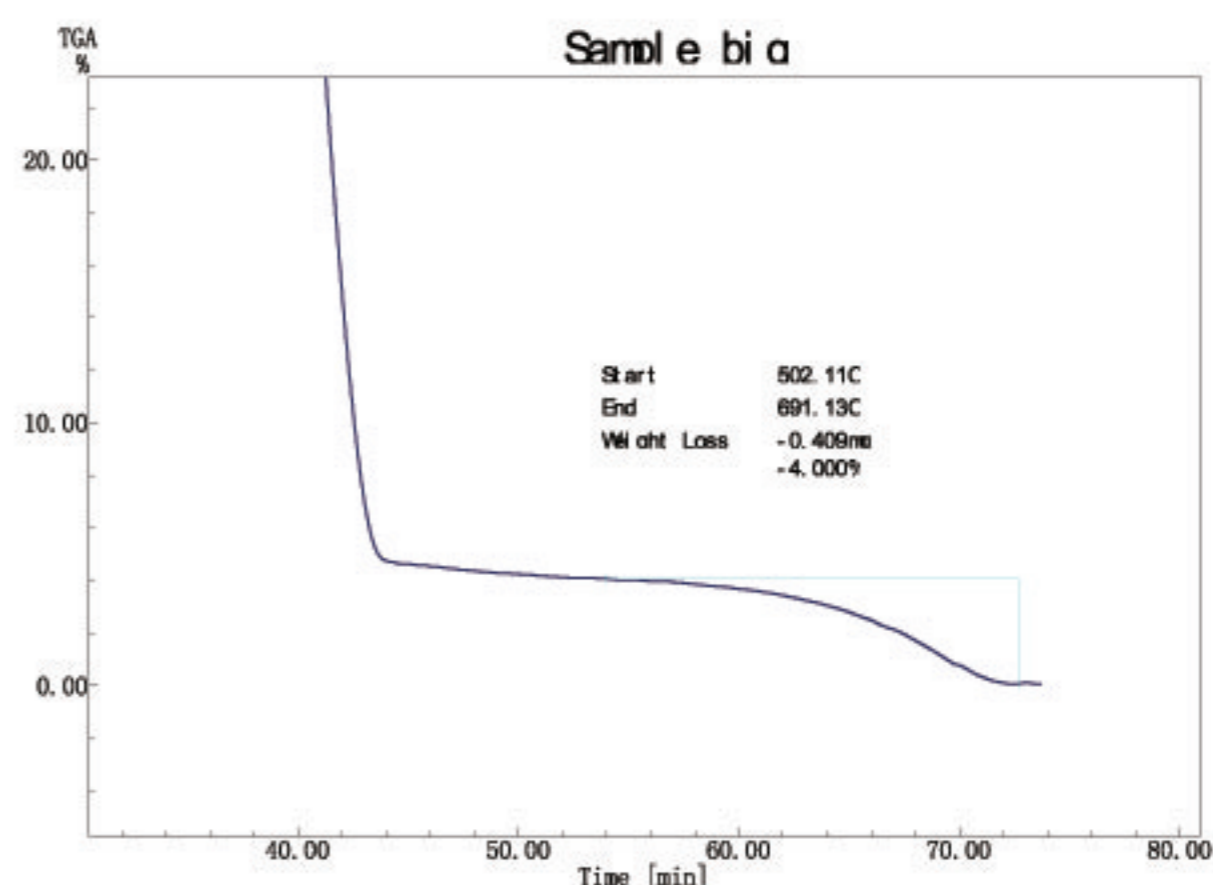


图4 样品2测定数据 (500°C以后)

## 结果和讨论

利用差热热重同时分析仪器DTG-60，可以同时得到热重（TGA）和差热（DTA）两条曲线。在氮气氛围下，200℃之前，小于1%的热失重来自样品中小分子有机物的挥发。将样品加热到足够高的温度，并保持一段时间，在热重曲线上，可以看到259–500℃左右超过95%的失重现象了，在DTA曲线上相同的位置，可以观察到吸热峰，由此判断所有的高分子部分全部热分解。在500℃以下，样品中炭黑部分在氮气环境下不会发生分解。所以此时样品中所剩部分就只有炭黑和无机物。此时把氛围气由氮气切换到空气，继续加热，在热重曲线上可以观察到500–700℃左右的热失重（约3–4%），同时在DTA曲线上可以观察到放热峰，由此判断样品中的炭黑成分在氧气的作用下会发生氧化分解。测定结果和实际添加的炭黑量一致。

在测定过程中如果温度加热温度小于600℃，可以选用铝制坩埚。在本文例子中，样品加热到700℃（高于铝的熔点），这种情况就可以选用熔点较高的白金坩埚或氧化铝坩埚。通过本文试验可以看出，使用岛津差热热重同时分析仪DTG-60可以方便准确地测定塑料制品中炭黑的含量。