



中华人民共和国国家标准

GB/T 9345.5—2010/ISO 3451-5:2002
代替 GB/T 13453.3—1992

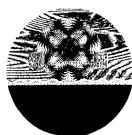
塑料 灰分的测定 第 5 部分：聚氯乙烯

Plastics—Determination of ash—Part 5: Poly (vinyl chloride)

(ISO 3451-5:2002, IDT)

2010-08-09 发布

2011-05-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

塑 料 灰 分 的 测 定

第 5 部 分 : 聚 氯 乙 烯

GB/T 9345.5—2010/ISO 3451-5:2002

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话 : 68523946 68517548

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 0.5 字 数 9 千 字

2010 年 9 月 第 一 版 2010 年 9 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-40270 定 价 14.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换

版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话 : (010)68533533

前 言

GB/T 9345《塑料 灰分的测定》分为五个部分：

- 第 1 部分：通用方法；
- 第 2 部分：聚对苯二甲酸烷撑酯；
- 第 3 部分：未增塑的乙酸纤维素；
- 第 4 部分：聚酰胺；
- 第 5 部分：聚氯乙烯。

本部分为 GB/T 9345 的第 5 部分，对应于 ISO 3451-5:2002《塑料 灰分的测定 第 5 部分：聚氯乙烯》(英文版)。本部分等同采用 ISO 3451-5:2002。

为便于使用，本部分作了下列编辑性修改：

- a) “本国际标准”一词改为“GB/T 9345”，把“ISO 3451 本部分”改成“GB/T 9345 的本部分”或“本部分”；
- b) 删除了 ISO 3451-5:2002 的前言；
- c) 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”；
- d) 规范性引用文件中引用了等同采用国际标准的我国标准。

本部分代替 GB/T 13453.3—1992《聚氯乙烯灰分和硫酸化灰分的测定》。

本部分与 GB/T 13453.3—1992 主要差异为：

- 增加了“前言”；
- 增加了“警示语”；
- 增加了“规范性引用文件”一章(本版的第 2 章)；
- 增加了一种灰分的测定方法：C 法(本版的 7.4)；
- 增加了“安全防护”(本版的第 6 章)；
- 增加了“测定次数”(本版的第 8 章)；
- 增加了“精密度和偏差”(本版的第 10 章)；
- “试验报告”一章中增加了“试验所用方法、试料质量、试验日期、混合酸比例、灼烧 3 h 质量不恒定”等内容(1992 年版的第 7 章；本版的第 11 章)；
- 对“范围”进行了补充(见第 1 章)；
- 修改了灼烧温度(1992 年版的 5.1；本版的 7.2.1)；
- 修改了用于测试的试料质量(1992 年版的 5.1；本版的 7.1)；
- 修改了坩埚规格(1992 年版的 4.1；本版的 5.1)；
- 修改了平行测定的偏差要求(1992 年版的 6.2；本版的第 8 章)。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会聚氯乙烯树脂分会(SAC/TC 15/SC 7)归口。

本部分起草单位：锦西化工研究院。

本部分起草人：孙丽娟、陈沛云、杜凤梅。

本部分代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13453.3—1992。

请注意本部分的某些内容有可能涉及专利，本部分的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

塑料 灰分的测定

第 5 部分:聚氯乙烯

警告——GB/T 9345 的本部分在使用中可能涉及到危险的化学品、材料、操作和设备。本部分并未写明与本部分的使用相关的安全问题。本部分的使用者有责任制定适当的安全与健康制度,并在使用前确定这些规章制度的适用性。

聚氯乙烯在热分解时放出氯化氢等烟气,应采取预防措施以避免吸入。

1 范围

GB/T 9345 的本部分规定了三种测定聚氯乙烯灰分的方法。采用了 GB/T 9345.1 中的通用步骤。方法 A 用于测定灰分,方法 B 和 C 用于测定硫酸化灰分。三种方法都可应用于树脂、混合物和制成品。当存在含铅化合物时应采用方法 B 和 C。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9345 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 9345.1—2008 塑料 灰分的测定 第 1 部分:通用方法(ISO 3451-1:1997, IDT)

3 原理

3.1 方法 A (直接灼烧)

试料中的有机物被燃烧掉后,残余物在 950 °C 灼烧,直至质量恒定。

3.2 方法 B (燃烧后用硫酸处理再灼烧)

试料中的有机物被燃烧掉后,用浓硫酸使残余物转化为硫酸盐,最后,残余物在 950 °C 下灼烧,直至质量恒定。

3.3 方法 C (燃烧前用硫酸处理再灼烧)

试料中的有机物在加入浓硫酸后被燃烧掉,残余物在 950 °C 下灼烧,直到质量恒定。由于本方法结果的重复性优于方法 B,因而两者之中推荐本法。

如果存在含铅化合物,应使用方法 B 或方法 C。

4 试剂(仅对方法 B 和方法 C)

4.1 硫酸,密度 1.84 g/mL,分析纯。

4.2 乙酸,100%,分析纯。

警告——应小心使用硫酸和乙酸。

5 仪器

仪器按 GB/T 9345.1—2008 中的规定,详细如下:

5.1 具盖的石英坩埚、铂坩埚或瓷坩埚,上口直径 45 mm~75 mm,高度与直径相等,容积应使试料装

填不超过坩埚容积的一半。

5.2 本生灯,具有石英三角架;或其他合适的加热装置。

5.3 马弗炉或微波炉,能控制温度 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 吸管,适合的体积(仅用于方法 B 和 C)。

警告——在 7.3.4 和 7.4.3 需要使用吸管加入硫酸,必须用适宜的装置将酸吸入到吸管中(如橡胶吸球),绝对不能用口吸取。

5.5 干燥器,内盛不与灰分组分起化学反应的有效干燥剂。

注:在某种情况下,灰分的吸水性可能大于普通使用的干燥剂的吸水性。

5.6 分析天平,精确至 0.1 mg。

5.7 称量瓶。

6 安全防护

6.1 在实验室工作时应始终佩戴防护镜。

6.2 应采取在明火或高温条件下工作时所有通用的安全防护措施,当向马弗炉中送入或取出试料时,应使用绝缘手套和长坩埚钳。

6.3 加热试料应在通风橱内进行,试料灼烧应使用具有适宜排气孔的马弗炉。

6.4 仔细阅读并严格按照在正文开始部分的警告和第 4 章及 5.4 和 7.4.3 的操作要求执行。

7 步骤

7.1 试料

表 1 中给出了推荐的试料量。

表 1 试料质量

样 品	试料质量/g
树脂	5
干混料或粒料,产品所含填充物 >10%	2
干混料或粒料,产品无填充物或所含填充物 ≤10%	5

7.2 方法 A (非硫酸化灰分的测定)

7.2.1 将清洁的坩埚(见 5.1)及盖于马弗炉(5.3)内在 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 10 min,然后在干燥器内冷却至室温,称量坩埚及盖,精确至 0.1 mg。

7.2.2 将适量的试料放入坩埚内(见表 1)(制成品试料应切成小块)。称量坩埚、盖和试料,精确至 0.1 mg,并计算试料质量(m_0)。

7.2.3 在加热装置(见 5.2)上直接加热坩埚,使试样慢慢燃烧以防止灰分损失,继续加热直至不再冒烟为止。

在剧烈燃烧的情况下,试料应该逐次加入。

7.2.4 部分盖上坩埚盖,以使挥发性物质可以逸出且不会带出灰分。将坩埚放在 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温的马弗炉入口处(入口处的温度大约为 $300\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$),然后将坩埚慢慢推入炉内,在 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 30 min。

建议将盖子设计为如下形式:当将其放在坩埚上时,盖子与坩埚配合良好,但又不完全封闭坩埚。

7.2.5 将坩埚和盖从炉内移出,放入干燥器内,使其冷却至室温并称量,精确至 0.1 mg(m_1)。

7.2.6 在同样条件下再次灼烧,直至质量恒定。即直至两次连续称量结果之差不大于 0.5 mg。但在炉内的加热时间累计不应超过 3 h,如果累计时间达 3 h 仍不能达到质量恒定,则 3 h 时称量的量用于测试结果的计算。

7.3 方法 B (硫酸化灰分的测定)

7.3.1 按 7.2.1 进行。

7.3.2 按 7.2.2 进行。

7.3.3 按 7.2.3 进行。

7.3.4 在坩埚及内容物冷却后,用吸管(5.4)滴加硫酸(4.1)至残余物完全浸湿,在适当的加热装置上小心加热至不再冒烟为止,注意防止坩埚内容物溅出。

7.3.5 如果坩埚冷却后还有明显的碳存在,加(1~5)滴硫酸并再加热至不冒白烟为止。

7.3.6 将坩埚放在 950 °C ± 50 °C 恒温的马弗炉的入口处,然后按照 7.2.4、7.2.5 和 7.2.6 进行,灼烧后的残余物应是灰色或白色,但不应是黑色。

7.4 方法 C (硫酸化灰分的测定)

7.4.1 按 7.2.1 进行。

7.4.2 按 7.2.2 进行。

7.4.3 使用吸管,逐滴加入尽可能少量的浓硫酸(4.1)但应使试料均匀润湿,盖上坩埚盖并在加热装置上加热,重复这一操作直至完全分解和炭化。

当硫酸有浸上坩埚边缘的倾向,或尽管已采取预防措施,某些试料由于剧烈的反应仍有从坩埚损失的倾向时,可以用乙酸和硫酸的混合物代替硫酸。使用混合酸应取得有关方面的同意,并且应在试验报告中注明。

警告——在燃烧之前进行炭化是必须的,因为如果在加入硫酸后马上将坩埚放入马弗炉内,将发生剧烈的燃烧。应小心地制备和处理乙酸和硫酸的混合物。

7.4.4 按 7.2.4 进行。

7.4.5 按 7.2.5 进行。

7.4.6 按 7.2.6 进行。

8 测定次数

进行两次测定,计算结果的算术平均值,如果两个试验结果之差的绝对值大于平均值的 5%,则重复操作直至两个连续结果彼此之差的绝对值不大于平均值的 5%。

9 结果表示

非硫酸化灰分(方法 A)或硫酸化灰分含量(方法 B 和 C),以%表示,由下式给出:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中:

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——得到的灰分质量的数值,单位为克(g)。

10 精密度和偏差

由于没有得到实验室间数据,本方法的精密度和偏差尚未能确定。由于聚氯乙烯产品配方范围较广,因此无法给出覆盖所有聚氯乙烯配方的精密度和偏差的详细规定。

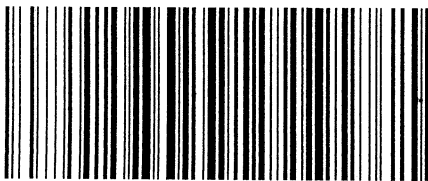
11 试验报告

试验报告应包括以下部分:

a) 引用 GB/T 9345 的本部分;

b) 所有完整描述样品所必需的说明,包括型号、生产商代码号、来源、商品名等;

- c) 所用方法(方法 A、B 或 C);
 - d) 两次测定中每个试料质量;
 - e) 两次测定灰分含量的单独结果和平均值;
 - f) 如果累计 3 h 仍不能达到质量恒定,需要在报告中注明(见 7.2.6);
 - g) 如果在方法 C 中使用乙酸和硫酸的混合物,需注明混合酸的比例(见 7.4.3);
 - h) 试验日期。
-



GB/T 9345.5-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40270

定价: 14.00 元