

GB/T 9345.5—2010/ISO 3451-5:2002

- 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/ISO 3451-5:2002

ICS 83.080.20  
G 32



# 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)



GB/T 9345.5—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-40270

定价: 14.00 元

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

**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℃±50℃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;

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。

## 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。