

# 中华人民共和国国家标准

## 聚氯乙烯灰分和硫酸化灰分的测定

GB/T 13453.3—92

### Determination of ash and sulphated ash of PVC

本标准等效采用国际标准 ISO 3451.5—1989《塑料——灰分测定——第5部分：聚氯乙烯》。

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚氯乙烯灰分测定的两个方法：A 法测灰分，B 法测硫酸化灰分。  
本标准适用于聚氯乙烯树脂、组合物及制品。

#### 2 方法提要

A 法：试样经燃烧后，残留物在 850℃ 下灼烧至恒重。  
B 法：试样经燃烧后，加硫酸把残留物转变成硫酸盐，再在 850℃ 下灼烧至恒重。

#### 3 试剂(仅用 B 法)

硫酸(GB 625)。

#### 4 仪器

- 4.1 坩埚：60~100 mL 的瓷或铂高型坩埚。
- 4.2 本生灯或合适的加热器。如：附调压器和保温罩(上面带孔，能放入坩埚并使坩埚露出 1/4)的电炉。
- 4.3 坩埚钳。
- 4.4 箱式电阻炉：恒温 850±50℃。
- 4.5 分析天平：感量 0.000 1 g。
- 4.6 滴液管。
- 4.7 干燥器：装与灰分不发生反应的干燥剂，如变色硅胶等。

#### 5 测试步骤

##### 5.1 A 法

- 5.1.1 坩埚在 850±50℃ 电阻炉(4.4)中灼烧 30 min，取出后于空气中冷却 2 min，放干燥器中冷至室温，至少 1 h，并称重(准至 0.000 1 g)。
- 5.1.2 在坩埚中加入约 5 g<sup>1)</sup>试样(准至 0.001 g)，放在加热器(4.2)上加热，使试样缓慢燃烧，防止溅出，并持续至坩埚中剩有少量残留物，无烟放出。
- 5.1.3 坩埚置于 850±50℃ 的电阻炉入口处，然后逐渐地推入炉中，在 850±50℃ 下灼烧至灰化完全，约 30 min。

采用说明：

1) ISO 3451.5 为 2~5 g。

- 5.1.4 取出坩埚置于空气中冷却 2 min,再放在干燥器中冷至室温,至少 1 h,并称重(准至 0.000 1 g)。
- 5.1.5 在相同条件下再灼烧 30 min,直至恒重(相继两次之差不大于 0.000 5 g),但在炉中累计加热不应超过 3 h,如 3 h 内仍没恒重,3 h 时称重的量用于计算试验结果。

## 5.2 B 法

- 5.2.1 同 5.1.1 和 5.1.2。
- 5.2.2 坩埚冷却后,滴加硫酸浸没残留物,放在加热器(4.2)上小心地加热,防止溅出,至无烟放出。
- 5.2.3 如果坩埚冷却后还有明显的炭存在,再加 1~5 滴硫酸并加热至无白烟放出。
- 5.2.4 坩埚置于 850±50℃ 的电阻炉入口处,并按 5.1.3、5.1.4 和 5.1.5 规定进行。

## 6 结果的计算与表示

- 6.1 灰分或硫酸化灰分含量(以每 100 g 试样中灰分的质量计)按下式计算:

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

式中:  $m_0$ ——试样的质量, g;

$m_1$ ——灰分的质量, g。

- 6.2 试验结果以平行测定的两个结果算术平均值表示,修约至两位小数。如果两个测定值间的差大于平均值的 10%,需重测,直至符合要求。如果两个测定值都小于 0.10 g,它们间的差无论多少都不重测<sup>1)</sup>。

## 7 试验报告

试验报告应包括如下内容:

- a. 注明采用本标准并说明使用方法;
- b. 试样的完整标志;
- c. 按第 6 章表示的结果(平均值及测定值)。

采用说明:

1) ISO 3451.5 中没有两个测定值都小于 0.10 g 不重测的规定。

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会聚氯乙烯树脂产品分技术委员会归口。

本标准由化学工业部锦西化工研究院负责起草。

本标准主要起草人安少华、潘桂荣。