



中华人民共和国国家标准

GB/T 23653—2009

塑料 通用型聚氯乙烯树脂 热增塑剂吸收量的测定

Plastics—PVC resins for general use—
Determination of hot plasticizer absorption

(ISO 4574:1978, MOD)

2009-04-24 发布

2009-12-01 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

数码防伪

前 言

本标准修改采用 ISO 4574:1978《塑料——通用型聚氯乙烯树脂——热增塑剂吸收量的测定》(英文版)(2004 年 10 月 20 日确认)。

本标准根据 ISO 4574:1978 重新起草,与其主要技术性差异如下:

- 按照 GB/T 1.1—2000 的规定,对一些编排格式及表述进行了修改;
- 按照 GB/T 1.1—2000 的规定,规范性引用文件一章中增加了两项引用标准(第 2 章);
- 增塑剂使用试剂级过于严格,修改为工业品的一等品(ISO 4574:1978 中第 4 章;本标准第 4 章);
- ISO 4574:1978 发布时,被引用的 ISO 1060-1《塑料——氯乙烯均聚和共聚树脂——第 1 部分:命名》标准还处于草案阶段,因此用脚注的形式给予了说明。本标准直接引用等同采用该国际标准的国家标准 GB/T 3402.1,因此删除了脚注(ISO 4574:1978 中脚注 1);
- 由于在规范性引用文件一章中引用的标准未注明年代号,因此删除了标准正文中引用标准的章条(ISO 4574:1978 中 6.2)。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除了国际标准的前言。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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会(SAC/TC 15/SC 7)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、宜昌宜化太平洋热电有限公司、新疆中泰化学股份有限公司。

本标准主要起草人:陈沛云、孙丽娟、谭琛、卞平官、冯斌。

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

塑料 通用型聚氯乙烯树脂 热增塑剂吸收量的测定

1 范围

本标准规定了通用型聚氯乙烯树脂(GB/T 3402.1 中被命名为“G”)通过行星混合器热混合测定热增塑剂吸收量的方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 3402.1 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂 第1部分:命名体系和规范基础(GB/T 3402.1—2005,ISO 1060-1:1998,MOD)

GB/T 11406 工业邻苯二甲酸二辛酯

ISO 4608 塑料 通用型氯乙烯均聚和共聚树脂 室温下增塑剂吸收量的测定

3 原理

将 200 份增塑剂于行星混合器的碗形容器内调节在 $(75 \pm 0.2)^\circ\text{C}$,加入 100 份待测的树脂并与增塑剂混合。在不同时期取得此混合物的试料(有计划地在 1 min 至 30 min 内取得),离心除去过量的增塑剂,测定树脂所吸收的增塑剂的质量。以吸收的增塑剂质量对时间作图,由图可以求出待测树脂以下参数:

- 增塑剂吸收的平均速度(RPA);
- 75°C 、30 min 时的热增塑剂吸收量(HPA)(参见附录 A)。

4 材料

邻苯二甲酸二辛酯(DOP),符合 GB/T 11406 一等品技术指标要求。

5 仪器

5.1 行星混合器,形状和主要尺寸如图 1 和图 2 所示,包含以下部分:

注:在混合物制备过程中,记录扭矩阻抗是有意义的。适于此用途的混合器可在市场购得,详细情况可由 ISO/TC 61 秘书处或 ISO 中心秘书处获得。

5.1.1 有夹套的不锈钢碗形容器。

5.1.2 恒温器和泵,用于循环夹套内的软化水,以调节碗形容器内温度为 $(75 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ 。

注:若试验在与规定温度不同的温度下进行,特别是在高于 85°C 时,夹套内宜使用油来代替软化水。

5.1.3 搅拌器。

5.1.4 电机,功率足够保证整个混合过程中所需的转动频率。

5.1.5 转动擦具或刮板,用于清洁碗形容器的内壁。

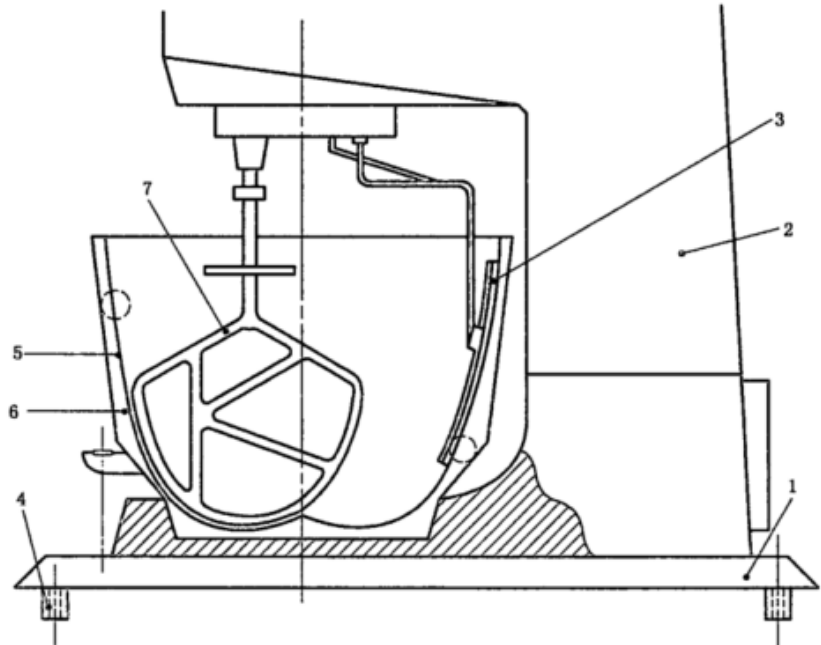
5.2 离心机,其转子在水平面上转动,试验条件下于试管底部水平处测得的加速度为 $(2.5 \times 10^4 \sim 3.0 \times 10^4)\text{m/s}^2$ 。如有必要,装配一个冷却系统以防止在离心后期混合物的温度超过 30°C 。

注:为缩短离心时间,允许使用更高的加速度,例如 $3.5 \times 10^4 \text{ m/s}^2$,30 min。已证明二者所获得的结果是一致的。

5.3 离心管,合适的尺寸与所使用的离心机相适合,通常由玻璃制成的管和圆锥底部构成,穿一个直径约 0.8 mm 的孔。

5.4 塑料护套(如酰胺、聚乙烯),底部有一个管形材料(如聚氯乙烯),用于支撑离心管。

注:离心管及塑料护套形状与尺寸见图 3。



- 1——基座;
- 2——行星混合器;
- 3——擦具或刮片(旋转以清洁碗壁);
- 4——座脚;
- 5——不锈钢混合碗;
- 6——夹套(用于控温);
- 7——专用搅拌器。

图 1 改进的行星混合器

单位为毫米

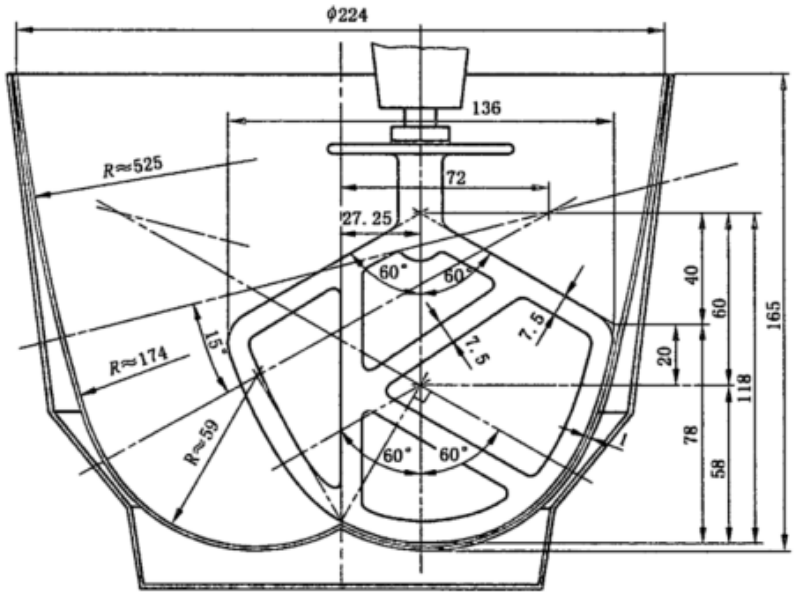


图 2 碗形容器和搅拌器的主要尺寸

单位为毫米

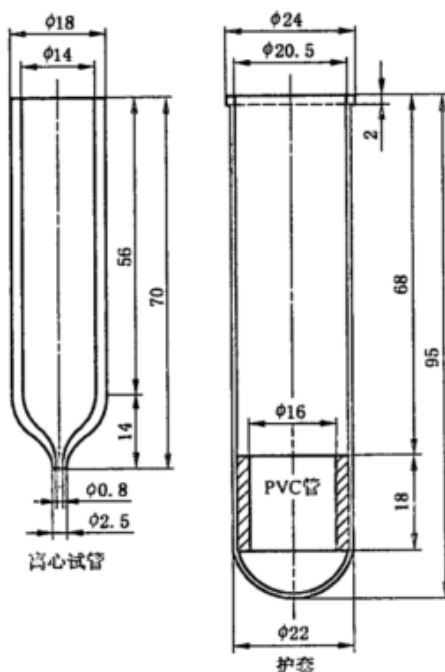


图3 离心管和护套的样例

- 5.5 医用级脱脂棉,在 ISO 4608 的试验条件下测得的 DOP 吸收量约为 10%。
- 5.6 天平,精确至 0.1 g(用于称量材料);精确至 0.01 g(用于称量离心管)。
- 5.7 容器,容积约 1 L,2 个。一个用于称量增塑剂,另一个用于待测树脂的称量和调节。
- 5.8 温度计,刻度为 0.1 °C。
- 5.9 测温仪器,用于测量碗形容器内增塑剂及混合物的温度,精确至 0.1 °C,如热电偶和毫伏计。
- 5.10 铝箔,厚度约 0.05 mm,用于制作一个较轻的可变形的铲,在不停止搅拌器和损害搅拌器叶片的情况下移出一些混合物试料。
- 5.11 计时器。
- 必要时可用:
- 5.12 固态二氧化碳,用于快速冷却所取混合物试料。

6 操作步骤

6.1 恒温器的预调节

称量 600 g DOP,精确至 0.1 g,置于混合器的碗形容器内(5.1.1)。安装混合器,以 60 r/min 的转速运行。调节恒温器(5.1.2),使 DOP 的温度稳定在 $(75 \pm 0.2)^\circ\text{C}$,并用温度计(5.8)检验。

将 DOP 从碗形容器内倒出,清洁碗形容器和搅拌器(5.1.3)并干燥之。

6.2 测量脱脂棉吸收的 DOP 质量

在 ISO 4608 中规定的试验条件下,用一片质量为 $(0.100 \pm 0.002)\text{g}$ 的脱脂棉进行试验,但不加树脂。测定脱脂棉吸收 DOP 质量,以克表示。

6.3 测定

向 12 个离心管中各轻轻推入一片质量为 $(0.100 \pm 0.002)\text{g}$ 的脱脂棉,称量每一个具脱脂棉的试

管,精确至 0.01 g。

称量 600 g DOP,精确至 0.1 g,置于混合器的碗形容器内。以 60 r/min 的转速运行至少 15 min,停止混合器并验证 DOP 的温度为 $(75 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ 。

在调节 DOP 的同时,于容器(5.7)之一内称取 300 g 待测树脂,精确至 0.1 g。当 DOP 温度达到 $(75 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ 时,同时进行以下三项操作:

- 将树脂置于混合器内;
- 重新启动混合器,转速为 60 r/min¹⁾;
- 启动计时器(5.11)。

注 1: 当使用 5.1 的注中提及的混合器时,同时开始测量扭矩。

混合 1 min 后,无需停止混合器,用铝箔(5.10)移出约 5 g 混合物试料并将其放入一只已准备好的离心管中,将离心管置于护套(5.4)内并冷却,必要时将离心管放入固态二氧化碳(5.12)中快速冷却。

在混合物由糊状变成湿性预混合物的过程中以相同方法取出其余试料,间隔时间以混合物在视觉上的变化为基准。但任何一次实验,在混合 30 min 时应取样,然后关停混合器。

注 2: 当使用 5.1 的注中提及的混合器时,允许依据由扭矩测量所观察到的在合适的时间取得试料。当扭矩开始增大时,宜以与扭矩增大速度相称的频率取样,直至扭矩达到稳定为止。

称量装有试料的离心管,精确至 0.01 g。

将离心管重新放入护套,并置于离心机的支架内,在 $(2.5 \times 10^4 \sim 3.0 \times 10^4) \text{ m/s}^2$ 的加速度下离心 60 min。也可采用其他已经证明能取得相同结果的条件。离心机可被冷却。离心操作应在自混合物中移出试料后的(60~90)min 内完成。

将离心管从护套中取出,小心擦拭离心管以除去外壁上可能存在的 DOP,然后称量,精确至 0.01 g。

7 计算和结果表示

计算每个离心管所吸收的 DOP 量,单位以每 100 份树脂中的份数(p. h. r)表示如下式:

$$100 \left[2 - 3 \frac{m_2 - (m_3 - m_0)}{(m_2 - m_1)} \right]$$

式中:

m_0 ——脱脂棉吸收 DOP 的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——离心管和脱脂棉的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——离心前离心管、脱脂棉和混合物试料的质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——离心后离心管、脱脂棉(和脱脂棉吸收的 DOP)、树脂和树脂所吸收的 DOP 的质量的数值,单位为克(g)。

注 1: 由于部分树脂溶解于未被吸收的 DOP 中并被离心除去,因此由此式计算出的增塑剂吸收量小于实际量。

绘制一个以每 100 份树脂中的份数表示的 DOP 吸收量与时间的函数关系图。样例示于图 4。导出增塑剂吸收速度(RPA)作为通过原点并在最终离开曲线前与曲线相切的直线的斜率。读取热增塑剂吸收量作为每 100 份树脂的增塑剂吸收量的近似值。

由对应于 30 min 的点的纵坐标确定 75°C 、30 min 的热增塑剂吸收量(HPA),以 p. h. r 表示。

注 2: 国际实验室对三个树脂样品进行的试验表明,增塑剂平均吸收速度(RPA)的变异系数为 1.8~3.9,热增塑剂吸收量(HPA),即 75°C 、30 min 内 DOP 的吸收量的变异系数为 8.8~14.1。

1) 此转速是指搅拌器环绕碗形容器中心轴线的转速(非搅拌器的自转转速,其自转转速约为 140 r/min)。

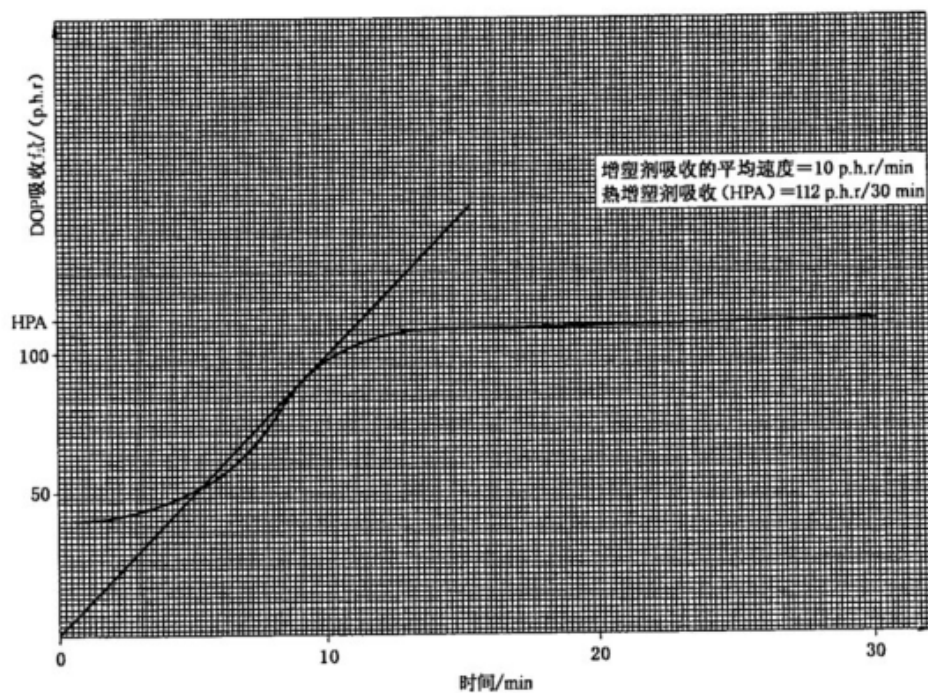


图 4 DOP 吸收量与时间的曲线图

8 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

- 采用本标准；
- 试验材料的完整标识；
- 热增塑剂吸收量(HPA)，每 100 份树脂中的份数(p. h. r)；
- 增塑剂平均吸收速度(RPA)。

附录 A

(资料性附录)

选择温度和时间的原因

(75 ± 0.2)℃的温度是经讨论和国际间实验室试验后确定的。最初的文件提议试验在 88℃进行,与 ASTM D 2396:1969 相同。但考虑到在这一温度时低黏数树脂可能发生凝胶而不能进行试验,因此提议温度采用 70℃。

为了规范该方法具备国际标准要求,探索了以下过程:a)再现性;b)快速;c)充分的选择性。

- a) 再现性能被获得,尤其在整個试验过程中选择恒定温度,所得结果实际上与设备的热力学性能(恒温器功率、循环泵、导管的绝缘和尺寸、混合碗形容器的厚度和结构等)无关,这种再现性已被国际间实验室试验所证明。
- b) 试验时间的长短由所选择的温度控制。88℃时,快速获得干的混合物(有时非常快)但某些低黏数树脂有发生凝胶的危险。温度为 70℃时,在试验末期不会发生凝胶,但高黏数树脂有试验时间很长的危险,在某些时候得不到干的混合物。

考虑到这些因素,最终确定温度为 75℃。本方法已为不同增塑剂吸收性能的树脂实践证明,且于 75℃时加入树脂,温度在混合物状态改变前或改变瞬间实际上已恢复到 75℃。通过这一变化能够测定增塑剂平均吸收速度。

- c) 75℃的恒定温度下,浸润依树脂而定可超过 30 min。而 30 min 末的测量值已显示了充分的代表性和选择性。对于实验室试验,本标准方法所确定的试验周期是合理的。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑料 通用型聚氯乙烯树脂
热增塑剂吸收量的测定
GB/T 23653—2009

*

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

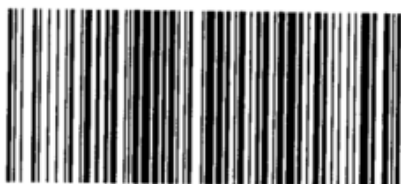
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-38227 定价 16.00 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



GB/T 23653-2009

打印日期: 2009年8月21日