



中华人民共和国国家标准

GB/T 39506—2020

硬聚氯乙烯(PVC-U)管材及 管件中聚氯乙烯(PVC)含量的测定 基于总氯含量的方法

Determination of the poly vinyl chloride (PVC) content of
unplasticized poly vinyl chloride (PVC-U) pipes and fittings—
Method based on total chlorine content

2020-11-19 发布

2021-06-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国塑料制品标准化技术委员会(SCA/TC 48)归口。

本标准起草单位:中钢集团郑州金属制品研究院有限公司、广东联塑科技实业有限公司、永高股份有限公司、浙江中财管道科技股份有限公司、福建集友塑料有限公司、福建亚通新材料科技股份有限公司。

本标准主要起草人:刘哲、李统一、黄剑、王百提、林漳鸿、彭伏弟、王炜。



硬聚氯乙烯(PVC-U)管材及 管件中聚氯乙烯(PVC)含量的测定 基于总氯含量的方法

1 范围

本标准规定了基于总氯含量测定硬聚氯乙烯(PVC-U)管材及管件中聚氯乙烯(PVC)含量的方法。
本标准适用于硬聚氯乙烯管材、管件。

注：对于含有氯化聚氯乙烯(PVC-C)或氯化聚乙烯(CPE)等其他含氯组分的管材及管件，本方法测得的聚氯乙烯含量可能偏离实际值。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601—2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 9345.5—2010 塑料 灰分的测定 第5部分：聚氯乙烯

3 原理

试样在氧气中充分燃烧，聚氯乙烯的分解产物氯化氢与碱液发生中和反应后，用电位滴定法测定氯含量。同时测定试样的灰分。根据总氯含量及灰分计算试样中的聚氯乙烯含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 硝酸溶液， $c(\text{HNO}_3)=2\text{ mol/L}$ 。

4.2 硝酸银标准滴定溶液， $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

硝酸银标准滴定溶液的配制和标定，按 GB/T 601—2016 中 4.21 规定进行配制和标定。

4.3 硝酸钠。

4.4 氢氧化钾溶液， 10 g/L 。

4.5 过氧化氢溶液， 300 g/L 。

4.6 硫酸， $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.7 乙酸，纯度 $\geq 99.5\%$ 。

4.8 氧气。

5 仪器设备

5.1 塑料粉碎机，出料粒径 $1\text{ mm}\sim 3\text{ mm}$ 。

5.2 电位滴定仪，配有银电极和甘汞电极。

- 5.3 天平,称量精度为 0.01 mg。
- 5.4 烘箱,温度可控制在 $(50\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 或 $(75\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.5 马弗炉,温度可控制在 $(950\pm 50)^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.6 氧燃烧瓶,容积 500 mL 或 1 000 mL 的圆底或平底石英燃烧瓶,在瓶塞上连接一个直径 1.0 mm,长 120 mm~150 mm 的螺旋形铂丝,为安全起见,建议用金属网将燃烧瓶罩起来。
- 5.7 具盖石英坩埚、铂坩埚或瓷坩埚,上口直径 45 mm~75 mm,高度与直径相等。
- 5.8 烧杯,容量 250 mL。
- 5.9 干燥器,内盛不与灰分发生反应的有效干燥剂。
- 5.10 定量滤纸,大约 3 cm×3.5 cm,无卤素和灰分。

6 样品

从管材或管件上 3 处不同部位各截取 20 g 左右大致等重的一段,取样部位应在管材或管件上分布均匀。将截取下的管材或管件粉碎或切成 1 mm~3 mm 粒径的颗粒,将粉碎或切好的试样混合均匀,在 75 °C 的烘箱中干燥 2 h 或 50 °C 的烘箱中干燥 16 h,取出放在干燥器中待测。

7 试验步骤

7.1 总氯含量的测定

7.1.1 称取 25 mg~35 mg 已干燥的待测试样在裁好的定量滤纸上,记录试样质量(m),精确至 0.01 mg。将待测试样用滤纸包裹严实,用氧燃烧瓶的螺旋形铂丝将滤纸包裹的试样缠绕紧密,避免燃烧时试样脱落。

7.1.2 向氧燃烧瓶中加入大约 10 mL 水、10 mL 氢氧化钾溶液(4.4)和 0.15 mL 过氧化氢(4.5)溶液,以 250 mL/min~350 mL/min 的速度通氧气 5 min 以排除空气。

7.1.3 关闭氧气,点燃滤纸并迅速将带有铂丝和滤纸的瓶塞插入到燃烧瓶中。燃烧期间,用力压紧瓶塞,并用水对燃烧瓶口进行液封,防止瓶内气体因泄露而溢出。燃烧结束后,摇动燃烧瓶以迅速吸收试样燃烧产生的氯化氢。

7.1.4 吸收 30 min 后,打开燃烧瓶,冲洗并转移吸收液至 250 mL 烧杯中,使液体体积约为 60 mL,加入 1 g 硝酸钠(4.3)和 2.5 mL 硝酸溶液(4.1),煮沸 5 min。

7.1.5 冷却后,加入电磁搅拌子,将烧杯放在电位滴定仪的电磁搅拌位上,开动搅拌并将银电极和甘汞电极浸入待测溶液中,用硝酸银标准滴定溶液(4.2)进行滴定,记录到达滴定终点时消耗的硝酸银标准滴定溶液体积 V_1 。

7.1.6 不加试样,重复 7.1.1~7.1.5 所述步骤,做一空白试验,记录空白试验消耗的硝酸银标准滴定溶液体积 V_0 。

7.1.7 以质量分数表示的试样中的总氯含量 w_{Cl} ,按式(1)计算:

$$w_{\text{Cl}} = \frac{0.035\ 453 \times c(V_1 - V_0)}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试样所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

0.035 453 ——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000\ \text{mol/L}$] 相当的以克表示的氯

的质量。

计算结果表示到小数点后一位。

7.1.8 平行测定两次,取两次测定结果的算术平均值为总氯含量结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.2%。

7.2 灰分的测定

警示——对含铅管材或管件,在燃烧之前进行碳化是必须的,因为如果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。

7.2.1 取约 2 g 已干燥的试样进行灰分的测定。对无铅管材或管件,以质量分数表示的试样中的灰分 w_f 按 GB/T 9345.5—2010 中直接灼烧法进行测定,对含铅管材或管件,按 GB/T 9345.5—2010 中燃烧前硫酸处理再灼烧法进行灰分的测定。

7.2.2 平行测定两次,取两次测定结果的算术平均值为灰分的结果,两次平行测定结果之差的绝对值不大于平行测定结果算术平均值的 5%。

8 试验数据处理

8.1 表观 PVC 含量的计算

以质量分数 w_v 表示的样品的表观 PVC 含量,按式(2)计算:

$$w_v = \frac{w_{Cl}}{56.8} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_v ——以质量分数表示的表观 PVC 含量;
- w_{Cl} ——以质量分数表示的总氯含量;
- 56.8 ——氯含量换算成表观 PVC 含量的系数。

注:若被测样品中含有氯化聚氯乙烯(PVC-C)或氯化聚乙烯(CPE)等含氯组分添加剂,表观 PVC 含量会偏离实际 PVC 含量。

8.2 PVC 含量的计算

8.2.1 以质量分数表示的表观 PVC 含量、灰分及添加剂的质量分数之和 W 的计算

按式(3)计算表观 PVC 含量、灰分及添加剂的质量分数之和 W。

$$W = w_v + w_f + w_a \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- W ——以质量分数表示的表观 PVC 含量、灰分及添加剂质量分数之和;
- w_v ——以质量分数表示的表观 PVC 含量;
- w_f ——以质量分数表示的灰分含量;
- w_a ——以质量分数表示的添加剂含量(包含颜料、稳定剂、润滑剂等)。

注:当添加剂含量未知时,可假定添加剂的含量为 2%。

8.2.2 管材或管件 PVC 含量的计算

当 $W \geq 97\%$ 时,由式(4)计算管材或管件的 PVC 含量。

$$w_{PVC} = 100\% - (w_f + w_a) \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- w_{PVC} ——以质量分数表示的管材或管件的 PVC 含量;

w_f ——以质量分数表示的灰分含量；

w_a ——以质量分数表示的添加剂含量(包含颜料、稳定剂、润滑剂等)。

注 1: 该情况下,可能存在氯化聚氯乙烯(PVC-C)组分被计算为样品的 PVC 含量。

当 $W < 97\%$ 时,按式(5)计算管材或管件的 PVC 含量。

$$w_{PVC} = w_v \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_{PVC} ——以质量分数表示的管材或管件的 PVC 含量；

w_v ——以质量分数表示的表观 PVC 含量。

注 2: 该情况下,可能存在氯化聚乙烯(CPE)等含氯组分被计算为样品的 PVC 含量。

9 试验报告

试验报告应包括以下部分:

- a) 本标准编号；
- b) 被测试样品的完整信息描述；
- c) 所用制样方法；
- d) 所用试验分析方法；
- e) 以质量分数表示的实测值；
- f) 本标准未提及的可能对试验结果造成影响的因素；
- g) 试验日期。

参 考 文 献

- [1] EN 1905:1998 Plastic pipe systems—Unplasticized poly(vinyl chloride) pipes and fittings—
Method for assessment of the PVC content based on total chlorine content
-

