

ICS 83.080.20

G 32

备案号:16335—2005

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3791—2005

---

### 氯乙烯-纳米碳酸钙 原位聚合悬浮法聚氯乙烯树脂

Suspension poly(vinyl chloride) resins via vinyl chloride and  
nano-calcium carbonate in situ polymerization

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准根据国内生产企业的生产情况及产品质量,参考国内部分企业标准而制定。

本标准的附录为规范性附录。

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/TC15/SC7)归口。

本标准起草单位:杭州华纳化工有限公司、锦西化工研究院、浙江巨化股份有限公司电化厂、新疆中泰化学股份有限公司、云南盐化股份有限公司、河北宝硕化工集团。

本标准主要起草人:韩和良、陈沛云、黄华章、赵永禄、吴融权、张洪波、孙丽娟、苏文晓。

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/TC15/SC7)负责解释。

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。

# 氯乙烯-纳米碳酸钙 原位聚合悬浮法聚氯乙烯树脂

## 1 范围

本标准规定了氯乙烯-纳米碳酸钙原位聚合悬浮法聚氯乙烯树脂的定义、产品分类、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于在悬浮聚合过程中加入纳米碳酸钙微乳液原位聚合生成的聚氯乙烯树脂，目前只对主要用于化学建材的 NMSG5、NMSG6 型树脂指标作出规定。

## 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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2913 塑料白度试验方法

GB/T 2914 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂挥发物（包括水）的测定（GB/T 2914—1999 idt ISO 1269 : 1980）

GB/T 2916 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂用空气喷射筛装置的筛分析（GB/T 2916—1997 eqv ISO 4610 : 1977）

GB/T 2917.1 以氯乙烯均聚和共聚物为主的共混物及制品在高温时放出氯化氢和任何其他酸性产物的测定 刚果红法（GB/T 2917.1—2002 eqv ISO 182-1 : 1990）

GB/T 3400 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（GB/T 3400—2002 eqv ISO 4608 : 1998）

GB/T 3401 聚氯乙烯树脂稀溶液粘度的测定（GB/T 3401—1999 eqv ISO 1628-2 : 1988）

GB/T 3402—1994 氯乙烯均聚物和共聚物树脂命名

GB/T 4611 通用型聚氯乙烯树脂“鱼眼”测试方法

GB/T 4615 聚氯乙烯树脂中残留氯乙烯单体含量测定方法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 9348 聚氯乙烯树脂的杂质与外来粒子数的测定方法（GB/T 9348—1988 eqv ISO 1265—1979）

GB/T 9349 聚氯乙烯、相关含氯均聚物和共聚物及其共混物热稳定性的测定 变色法（GB/T 9349—2002 eqv ISO 305 : 1990）

GB/T 15595 聚氯乙烯树脂热稳定性测试方法——白度法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

**原位聚合**

即就地聚合。本标准是指纳米碳酸钙经表面分子修饰和微乳化处理后与氯乙烯单体就地聚合。

## 4 产品分类

本产品由产品名称、纳米材料代码、聚合方法和用途的表示符号及粘度分类号（见表 1）四项组成的

代码分类。纳米材料代码、聚合方法、用途及粘数的分类号组合称为型号。

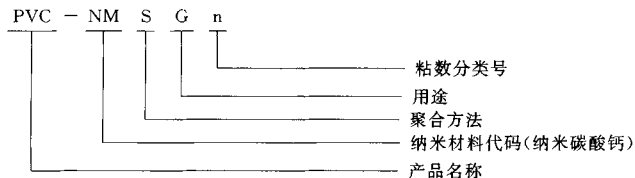


表 1 粘数分类号

粘数分类号, n	5	6
粘数, mL/g	118~107	106~96

## 5 要求

5.1 外观：白色粉末。

5.2 物化性能应符合表 2 要求。

表 2 要求

序号	项目	NMSG5			NMSG6		
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
1	粘数, mL/g	118~107			106~96		
2	杂质粒子数, 个	≤ 16	30	80	16	30	80
3	挥发物(包括水)含量, %	≤ 0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
4	表观密度, g/mL	≥ 0.50	0.48	0.45	0.50	0.48	0.45
5	筛余物, %						
	0.25 mm 筛孔	≤ 1.0	2.0	5.0	1.0	2.0	5.0
	0.063 mm 筛孔	≥ 95	95	90	95	95	90
6	“鱼眼”数, 个/400 cm <sup>2</sup>	≤ 20	40	90	20	40	90
7	100 g 树脂增塑剂吸收量, g	≥ 19	17	—	15	15	—
8	白度(160 °C, 10min 后), %	≥ 85	80	75	85	80	75
9	残留氯乙烯单体含量, μg/g	≤ 1	3	5	1	3	5
10	纳米颗粒平均粒径, nm	≤ 100	100	100	100	100	100

## 6 试验方法

### 6.1 外观评定

目视或依据供需双方协议按 GB/T 2913 执行。

### 6.2 粘数的测定

按 GB/T 3401 进行。

### 6.3 杂质粒子数的测定

按 GB/T 9348 进行。

### 6.4 挥发物(包括水)含量的测定

按 GB/T 2914 进行。其中在 (110±2) °C 烘箱中加热的时间为 1 h, 并按 1 h 的失重量计算结果。

## 6.5 表现密度的测定

按 GB/T 3402—1994 附录 A 进行。

## 6.6 筛余物的测定

按 GB/T 2916 进行或附录 B 进行。若有争议，以 GB/T 2916 为仲裁方法。

## 6.7 “鱼眼”数的测定

按 GB/T 4611 进行。

## 6.8 增塑剂吸收量的测定

按 GB/T 3400 进行。

## 6.9 白度 (160 °C, 10 min) 的测定

按 GB/T 15595 进行。其中试样受热温度为  $(160 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，时间为 10min。若用户对热稳定性还有其他要求时，可由供需双方协商，选用 GB/T 2917.1 或 GB/T 9349 进行测定。

## 6.10 残留氯乙烯含量的测定

按 GB/T 4615 进行。

## 6.11 纳米颗粒粒径的测定

按附录 A 进行。

# 7 检验规则

## 7.1 组批

以单釜所得产品或同聚合条件的数釜产品经混合均匀为一批。

## 7.2 采样

7.2.1 从批量总袋数中按下述规定的采样单元数进行随机采样。当总袋数小于 500 时，按表 3 确定；大于 500 时，以公式  $(n) = 3 \times \sqrt[3]{N}$  ( $N$  为总袋数) 确定，如遇小数进为整数。

表 3 采样袋数

总袋数	采样袋数	总袋数	采样袋数
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~123	15	395~450	23
124~151	16	451~512	24
152~181	17		

7.2.2 采样时，用采样探子 (GB/T 6679 附录 A 或附录 C 或相似探子) 自袋的中心插入深度的 3/4 处，采取均匀样品或用连续自动采样器 (或人工) 在包装线按采样单元数确定的间隔采样。

7.2.3 采样量不少于 2 kg，混匀后装于二个洁净干燥的容器 (或塑料袋) 中封严 (用于残留氯乙烯单体含量测定的样品，应贮存在密封良好的样品瓶中并压实充满)，一份供检验，一份备检。并标明产品批号和采样日期。

## 7.3 出厂检验

7.3.1 产品出厂前应由生产企业检验部门进行质量检验，并附有质量检验报告单，其内容包括生产厂名称、产品名称、型号、批号、质量指标、等级、生产日期，并有检验章。

**7.3.2** 物化性能要求中出厂检验项目为粘数、杂质粒子数、挥发物含量、表观密度、0.25 mm 筛余物、“鱼眼”数、残留氯乙烯单体含量，其余检验项目为型式检验项目中的抽检项目。如有停产后复产、原料或者工艺有重大改变、合同规定等情况，必须进行型式检验。在连续正常生产时，抽检项目应保证达到本标准规定指标，每月抽检一次，当抽检不达标时应每批都进行检验，直至连续五批检验结果都符合标准规定后，方可正常抽检。

**7.3.3** 检验结果中如有不符合本标准要求的项目时，应自同批产品中以双倍采样单元数采样对不符合本标准要求项目进行复检，以复检结果确定。如仍不符合本标准的要求，即为不合格品。

**7.3.4** 本标准产品质量指标极限数值的判定，采用 GB/T 1250 中“修约值比较法”。

#### **7.4 用户验收**

用户有权按本标准规定对收到的产品进行验收，如发现产品有不符合本标准规定时，自收到之日起，三个月内向供货方提出处理意见。

因贮运管理不当影响产品质量，则应由贮运单位负责。

### **8 标志、包装、运输和贮存**

#### **8.1 标志**

包装袋上应标明商标、产品名称、产品标准号、净质量和生产厂名称及地址，并标识产品型号及等级。

#### **8.2 包装**

本产品用内衬塑料薄膜袋的牛皮纸袋、聚丙烯编织袋或牛皮纸与聚丙烯编织物复合袋包装，每袋净质量  $(25.0 \pm 0.2)$  kg，亦可采用适宜的其他包装方式和包装量。应保证产品在正常贮运中包装不破损，产品不被污染，不泄漏。

#### **8.3 运输**

运输时应用洁净的运输工具，并防止雨淋。

本产品为非危险品，可按一般货物运输。

#### **8.4 贮存**

产品应存放在干燥通风的仓库内，以批为单位分开存放，不得露天堆放，防止日晒和受潮。

## 附录 A

## (规范性附录)

## 透射式电镜 (TEM) 方法

## A.1 材料

A.1.1 环氧树脂: 812 型。

A.1.2 电镜包埋专用复合固化剂。

A.1.3 铜网: 直径 3 mm, 孔径为 75  $\mu\text{m}$ 。

## A.2 仪器

A.2.1 带转动盘和鼓风机的烘箱。

A.2.2 天平, 感量 0.01 g。

A.2.3 量杯, 50 mL。

A.2.4 超薄切片机, 5 nm~5 000 nm。

A.2.5 透射式电子显微镜,  $7 \times 10^2 \sim 3\,000 \times 10^2$  倍。

A.2.6 包埋板, 热固性塑料。

## A.3 测试步骤

A.3.1 量取环氧树脂 13 mL、电镜包埋专用复合固化剂 17 mL 于烧杯中, 搅拌 5 min 至均匀, 制成包埋液。称取试样 0.1 g, 精确至 0.01 g, 将其均匀加入包埋板的 4 个空槽中, 再向槽中缓慢的倒满包埋液。

A.3.2 将制好的包埋板放入烘箱中进行梯度聚合固化, 在 37  $^{\circ}\text{C}$  恒温约 9 h, 在 45  $^{\circ}\text{C}$  恒温约 5 h, 在 60  $^{\circ}\text{C}$  恒温约 3 h, 至完全固化符合样品切片要求。

A.3.3 将固化好的包埋样品取出, 用超薄切片机进行切片, 切片厚度小于或等于 100 nm, 取 12~20 片中的 4 片为样本。

A.3.4 将样本粘于铜网上, 自然干燥 10 min 备用。

A.3.5 将样本插入到 TEM 样品室中, 开机观察。

A.3.6 在 8 000 倍视野下对样品机体内的目标进行寻找定位, 对具有代表性的目标进行进一步放大, 在 6 万~10 万倍下进行观察、拍照、测量。

A.3.7 测量照片颗粒的平均直径 A (cm), 根据下列公式计算实物粒径:

$$D = \frac{A \times 10^7}{B} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

D——实物粒径的数值, 单位为纳米 (nm);

A——照片颗粒平均直径的数值, 单位为厘米 (cm);

B——照片放大倍数的数值。

A.3.8 进行两次测定, 计算结果的算术平均值。若相对偏差大于 30%, 需重测。

A.3.9 判定: 高分子基体内纳米碳酸钙颗粒呈不连续分布状态, 实物粒径在 100 nm 以内, 判定为高分子纳米复合材料。

## 附 录 B

## (规范性附录)

## 聚氯乙烯树脂干筛试验方法

## B.1 范围

本试验方法适用于悬浮法聚氯乙烯树脂的筛余物和颗粒大小分布的测定。

## B.2 原理

将定量的树脂，在规定的时间内通过机械振摆进行干筛，称量筛余物。

## B.3 定义

筛余物：试验后留在筛子上的树脂，以质量百分率表示。

## B.4 仪器

**B.4.1** 标准筛振筛机，主要技术参数为：振动次数 230 次/min，振动偏心距 12 mm，振击次数 175 次/min，振幅高度 2 mm~3 mm 可调，电机转数 2 800 r/min。

**B.4.2** 筛子，筛面直径 200 mm，高度 25 mm，筛框和筛网是金属的，应符合 GB/T 6003.1 中的规定。按规定和树脂颗粒大小分布选择所需的孔径。

注：可用含有水和清洗剂的超声清洗装置清洗筛子，或使用刷子小心清理，如严重堵塞，可将筛子浸入四氢呋喃中 3~4 天，取出晾干即可使用。

**B.4.3** 天平，分度值 0.01 g。

**B.4.4** 分析天平，分度值 0.000 1 g。

**B.4.5** 定时器（或秒表）。

## B.5 试验方法

称取试样 25 g，精确至 0.01 g（若有静电，可加入抗静电剂  $\gamma$ -氧化铝 0.025 g，混匀）。将混匀后的树脂轻轻倒入筛中，牢固在装在振筛机上，启动筛机，同时开始计时，振筛 20min 停机，连同筛底取下。任选以下方式中一种进行称量：

- 将每只筛子和筛余物一起称量再减去筛子的质量，精确至 0.01 g。
- 将每只筛子筛余物仔细刷下收集在已知质量的容器中称量，精确至 0.000 1 g。

## B.6 结果表示

## B.6.1 结果计算

筛余物的质量百分率  $R$  按下式计算：

$$R = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

$m_0$ ——试样质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$ ——筛余物质量的数值，单位为克（g）。

以两次测定值的算术平均值为结果，修约至一位小数。



**B.6.2 重复性**

同一试样连续测定两次或者同台筛机二组筛一次测定，如果不满足下列条件，则结果无效。

- a) 筛余物的质量百分率大于或等于 5% 时，两次测定值之差小于或等于 3%。
  - b) 筛余物的质量百分率小于 5% 时，两次测定值之差小于或等于 2%。
  - c) 每个筛的筛余物和底盘中树脂质量百分比总和在  $(100 \pm 2)\%$  范围内。
-