



中华人民共和国国家标准

GB/T 9345.1—2008/ISO 3451-1:1997
代替 GB/T 9345—1988

塑料 灰分的测定 第 1 部分:通用方法

Plastics—Determination of ash—
Part 1:General methods

(ISO 3451-1:1997, IDT)

2008-08-14 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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1部分，对应于 ISO 3451-1:1997《塑料——灰分的测定——第1部分：通用方法》(1997 年英文版)。本部分等同采用 ISO 3451-1:1997。

为便于使用，本部分作了下列编辑性修改：

- a) 把“本国际标准”一词改为“本标准”或“GB/T 9345”，把“ISO 3451 的本部分”改成“GB/T 9345 的本部分”或“本部分”；
- b) 删除了 ISO 3451-1:1997 的前言；
- c) 增加了国家标准本部分的前言；
- d) 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”；
- e) 把该稿中的“ $\%(m/m)$ ”、“ $\%(v/v)$ ”、“质量百分数”及第7章公式中的不当之处进行了调整。

本部分代替 GB/T 9345—1988《塑料灰分通用测定方法》。

本部分与 GB/T 9345—1988 相比，主要变化如下：

- 增加了精密度数据；
- 设备上增加了通风橱；
- 在涉及人身安全的试剂后增加了警示语。

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塑料树脂通用方法和产品分会(TC 15/SC 4)归口。

本部分负责起草单位：国家合成树脂质量监督检验中心、北京燕化石油化工股份有限公司树脂应用研究所。

本部分参加起草单位：国家石化有机原料合成树脂质量监督检验中心、国家化学建筑材料测试中心、国家塑料制品质量监督检验中心(北京)、国家塑料制品质量监督检验中心(福州)、中昊晨光化工研究院、广州金发科技股份有限公司等。

本部分主要起草人：郑宁、王建东、陈宏愿、刘玉春、刘山生、何芑。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9345—1988。

塑料 灰分的测定

第 1 部分:通用方法

1 范围

GB/T 9345 的本部分规定了测定各种塑料(树脂及混合物)中灰分的通用方法及合适的试验条件。某种材料所选择的具体条件,可在该塑料的材料规范中规定。

含有增强材料玻璃纤维、填料和/或某些添加剂的塑料的具体试验条件将在 GB/T 9345 的有关特定类型塑料的其他部分中规定(见前言)。

2 原理

测定有机物的灰分,有以下三种基本方法:

a) 直接煅烧法(方法 A),即燃烧有机物并在高温下煅烧处理残留物直至恒重。

b) 硫酸化后再煅烧。可使用两种不同的操作步骤:

——燃烧后硫酸处理法,即燃烧有机物后,用浓硫酸处理无机残留物,使其转变成硫酸盐,再在高温下煅烧处理残留物直至恒重。此方法即为“硫酸化灰分”的一般方法(方法 B)。

——燃烧前硫酸处理法,即把有机物与浓硫酸一起加热至冒烟,接着有机物燃烧,最后在高温下煅烧处理残留物直至恒重(方法 C)。本方法适用于含有挥发性金属卤化物的有机物,因这些卤化物在燃烧时易于挥发,但不适用于含硅或含氟聚合物。

每种方法的最后一步,都是在 600 °C、750 °C、850 °C 或 950 °C 下煅烧直到恒重(见 5.2)。

3 试剂(仅用于方法 B 和方法 C)

在分析过程中,仅可使用分析纯的试剂及蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 碳酸铵,无水。

3.2 硝酸铵,质量分数约 10% 的溶液。

3.3 硫酸,密度为 1.84 g/cm³。

警告:操作时要小心。

3.4 硫酸,体积分数 50% 的溶液。

警告:操作时要小心。

4 仪器

4.1 坩埚,与试验物质不起化学作用的石英坩埚、陶瓷坩埚或铂坩埚。

4.2 本生灯或其他合适的加热源。

4.3 马弗炉或微波炉,能控制在 600 °C±25 °C,750 °C±50 °C,850 °C±50 °C 或 950 °C±50 °C 范围内。

4.4 分析天平,分度值为 0.1 mg。

4.5 移液管,容量合适,仅用于方法 B 和方法 C。

4.6 干燥器,盛有与灰分不起反应的高效干燥剂。

注:如果灰分对水的亲和力大于所选的干燥剂对水的亲和力,则要另选更有效的干燥剂。

4.7 称量瓶。

4.8 通风橱。

5 操作步骤

5.1 试样量

所取的试样量要足够产生 5 mg~50 mg 的灰分。如预先未知灰分的近似含量,则要进行一次预测定。

表 1 给出推荐试样量。

表 1 推荐试样量

灰分近似含量(如已知道)/%	试样量/g	所得的灰分量/mg
≤0.01	≥200	5~50
>0.01~0.05	100	10~50
>0.05~0.1	50	25~50
>0.1~0.2	25	25~50
>0.2	≤10	20~50

对灰分量很少的塑料,必须增大试样量。当试样不能一次燃烧完时,就在一个合适的称量瓶中一次称取所需的量,然后分次把适量试样加入坩埚(4.1)进行连续燃烧,直到全部试样烧完为止。

5.2 试验条件

应按 5.3.6 规定连续煅烧至恒重,但在马弗炉(4.3)内于规定温度下煅烧的累计时间不应超过 3 h。

煅烧温度的选择和硫酸化处理法的选用,取决于该塑料的性质和它可能含有的添加剂。如果在各种符合要求的条件间进行选择,则宜选少于 3 h 便可达到恒重的条件。用较高的温度或硫酸化处理,通常能缩短煅烧的持续时间。

不论使用方法 A、方法 B 或方法 C,除非有特殊技术上或商业上的理由要求采用其他温度,通常最后煅烧温度应从下列温度系列中选择一种:

600 °C±25 °C,750 °C±50 °C,850 °C±50 °C,950 °C±50 °C。

灰化操作应在通风橱中进行。

5.3 方法 A——直接煅烧

5.3.1 把坩埚(4.1)放在马弗炉(4.3)内,在试验温度下加热至恒重。将其放入干燥器(4.6)内至少 1 h,使其冷却至室温,并在分析天平(4.4)上称量,精确到 0.1 mg。

5.3.2 将按相关材料规范规定进行预干燥的或已知其挥发物含量的试样放入已知质量的称量瓶(4.7)中。称量,精确至 0.1 mg 或试样量的 0.1%,试样量的多少以能产生 5 mg~50 mg 灰分为准。如果坩埚足够大,能容纳相当于 5 mg~50 mg 灰分的试样,则可直接把试样放在坩埚内称量。对体积较大的材料可先压成小块,然后再破碎成尺寸合适的碎片。

5.3.3 把试样放入坩埚中,不能超过坩埚高度的一半,然后直接在本生灯或其他合适的加热源(4.2)上加热,使其缓慢地燃烧。燃烧不可太剧烈,以免灰分粒子损失。冷却后再加其余的试样。重复上述操作直至烧完全部试样。

5.3.4 把坩埚放入已预热至规定温度的马弗炉中,煅烧 30 min。

5.3.5 把坩埚放入干燥器内冷却 1 h,或使其冷却至室温,并在分析天平(4.4)上称量,精确至 0.1 mg。

5.3.6 在相同条件下,再煅烧 30 min,直至恒重,即相继两次称量结果之差不大于 0.5 mg。

5.4 方法 B——燃烧后用硫酸处理再煅烧

5.4.1 按 5.3.1~5.3.3 的规定进行操作。

5.4.2 冷却后,用容量合适的移液管(4.5)逐滴加入硫酸溶液(3.4),使残留物完全润湿,并加热至不冒烟为止,应避免过于剧烈的沸腾。

5.4.3 如冷却后还有微量含碳物质,则加入一至五滴硝酸铵溶液(3.2),再加热到不冒白烟为止。

5.4.4 为使上述步骤所生成的金属氧化物再变成硫酸盐,应在冷却后加约五滴浓硫酸(3.3),并加热到不冒白烟为止。避免剧烈沸腾或由于大量冒烟而使灰分损失。

5.4.5 冷却后,加入1 g~2 g无水碳酸铵(3.1),并加热到不再冒烟为止,在加热过程中要避免灰分损失。然后把坩埚放入预热至规定温度的马弗炉中,按5.3.4~5.3.6规定进行操作。

5.5 方法C——燃烧前用硫酸处理后再煅烧

5.5.1 本方法不适用于含硅或含氟聚合物。

5.5.2 按5.3.1和5.3.2规定进行操作。

5.5.3 把试样放入坩埚中,不要超过坩埚高度的一半。用移液管(4.5)加入足量浓硫酸(3.3)使之完全润湿材料。用表面皿盖住坩埚,在本生灯上用小火直接加热,直到有机物开始分解。

继续小心加热,调节表面皿以便让酸烟逸出,并确保不损失含灰分的物质。对于有失去含灰分物质趋势的塑料,建议把盛有试样的坩埚搁在一个由耐热材料(如陶瓷纤维)制成的孔板上,只用小火加热,使有机物只冒烟而不燃烧。如果最初放进坩埚的试样不足以产生所需的灰分量,则待坩埚冷却后,再加入另一部分试样,重复上述操作,直到在坩埚中烧尽全部试样。移去表面皿,并确保没有固体颗粒粘附在表面皿上。

当硫酸有蔓延到坩埚口的倾向,或尽管非常小心仍有一些试样由于反应剧烈而有损失的趋势时(聚氯乙烯经常如此),则可用浓乙酸与浓硫酸的混酸来代替浓硫酸。使用混酸应征得有关方面同意,并在试验报告中注明。

5.5.4 按5.4.3~5.4.5规定进行操作。

6 试验次数

应在每种材料的相关标准中规定试验次数和试验结果所允许的分散性,若相关标准中没有规定,则进行二次测定,必要时还需要重复试验,直到相继二次测定结果之差不大于其平均值的10%为止。

7 结果表示

灰分或硫酸化灰分以质量分数计,数值以%表示,由式(1)给出:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——干燥试样质量,单位为克(g);

m_1 ——所得灰分质量,单位为克(g)。

8 精密度

精密度的数据已由八个实验室用八种不同材料测试而得。结果汇总在表2中。

表2 精密度数据汇总

材料/填料	平均灰分/%	S_r	S_R	r	R
HDPE/防粘连剂	0.015	0.003 8	0.005 2	0.010 7	0.014 6
LDPE/防粘连剂	0.149	0.004 7	0.005 4	0.013 2	0.015 1
LDPE/防粘连剂	0.437	0.004 7	0.005 9	0.013 1	0.016 5
LDPE/防粘连剂	1.00	0.009 0	0.009 0	0.025 3	0.025 3
PET/SiO ₂	3.18	0.044 8	0.044 8	0.125 3	0.125 3

表 2 (续)

材料/填料	平均灰分/%	S_r	S_R	r	R
PET/TiO ₂	12.46	0.046 1	0.051 5	0.129 2	0.144 1
PA/玻璃	33.16	0.271 5	0.282 2	0.760 2	0.790 2
PET/TiO ₂	44.81	0.370 7	0.400 0	1.037 9	1.120 1
其中： S_r——重复性标准偏差； S_R——再现性标准偏差； r——重复性限，即在重复性试验条件下(同一操作者、同一仪器、同一实验室、在短时间间隔内)所获得的置信水平为 95%的两个单个测试结果绝对差值应低于的值； R——再现性限，即在再现性试验条件下(不同操作者、不同仪器、不同实验室)所获得的置信水平为 95%的两个单个测试结果的绝对差值应低于的值。					

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 注明引用 GB/T 9345 的本部分；
- b) 受试材料的完整标识；
- c) 注明所用的试验方法(方法 A、方法 B 或方法 C)；如使用乙酸和硫酸的混酸(见 5.5.3 最后一段)则应注明；
- d) 所用的煅烧温度；
- e) 试验次数和每次所用的试样量；
- f) 结果及其分散性。