

ICS 83.080.20
CCS G 31

CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF 0150—2021

T/PSTM 0004—2021

塑料 灰分的测定 程控灰化炉法

Plastics—Determination of ash—Program-controlled ashing furnace method

2021-10-20 发布

2022-01-21 实施



中国石油和化学工业联合会
成都技术创新协会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会与成都技术创新协会共同提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：杭州中旺科技有限公司、北京华塑晨光科技有限责任公司、山东道恩高分子材料有限公司、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、北京燕化高科技有限责任公司、广州质量监督检测研究院、陕西延长涇渭新材料科技产业园有限公司。

本文件主要起草人：朱安生、赵静、陈宏愿、赵磊、陈跟平、王雅玲、陈伟力、铁文安、王巧琳、邢莹、李晓增、何国山、王宏斌、王万卷、张杨、孙丽君。

塑料 灰分的测定 程控灰化炉法

1 范围

本文件规定了用程控灰化炉测定塑料灰分的方法。
本文件适用于各种树脂、塑料及改性塑料灰分的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 9345.1—2008 塑料 灰分的测定 第1部分：通用方法

3 术语和定义

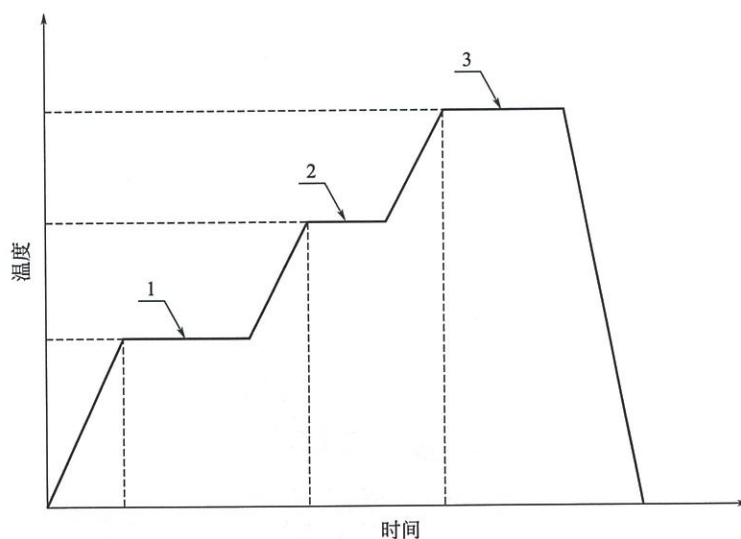
本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将装有试样的坩埚置于程控灰化炉中，根据试样材料类型和选择的试样量设置合适的熔化、炭化和灰化三个程控试验阶段的加热温度和加热时间，使试样在程控试验程序控制下自动完成熔化、炭化和高温煅烧灰化过程，直至灰化恒重，根据试验前后试样质量之差计算灰分含量。

程控灰化炉程控试验过程示意图见图1。

CPCIF



标引序号说明:

- 1——熔化;
- 2——炭化;
- 3——灰化。

图1 程控灰化炉程控试验过程示意图

5 仪器

5.1 程控灰化炉: 配有加热炉膛、炉膛盖、电控箱和程序升温系统, 电控箱应具有加热温度和加热时间设置功能。加热炉膛最高温度可达 1 000 °C, 试验设定温度下炉膛内温度波动范围不超过 ± 10 °C。

5.2 坩埚: 10 mL~200 mL, 与试验物质不起化学作用的陶瓷坩埚、石英坩埚、铂金坩埚等。

5.3 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。

5.4 分析天平: 最小分度值为 0.1 mg 或更小。

5.5 称量瓶。

5.6 通风橱。

6 试样

试样可为易于装入坩埚内的任何形状, 例如颗粒状、粉末状, 薄膜条、模塑切片或挤出碎粒等。对于体积较大的材料可先压成小块, 再破碎成尺寸合适的碎片。

如需要, 按材料标准规定对试验样品进行预干燥等前处理。

7 操作步骤

7.1 试样量选择和试样称取

所取的试样量应足够产生 5 mg~50 mg 灰分。推荐试样量按 GB/T 9345.1—2008 的规定, 见

表 1。

如果预先未知灰分的近似含量，则应进行一次预测定。当试样不能一次进行熔化时，应选取合适的称量瓶（5.5）一次称取所需的试样量，分次加入坩埚进行熔化。

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
$> 0.01 \sim 0.05$	100	10~50
$> 0.05 \sim 0.1$	50	25~50
$> 0.1 \sim 0.2$	25	25~50
> 0.2	≤ 10	20~50

7.2 试验步骤

7.2.1 将程控灰化炉（5.1）放置于通风橱（5.6）内，调至水平。

7.2.2 根据预估试样量选取材质和大小合适的坩埚（5.2）。将坩埚放入程控灰化炉（5.1）内，在试验煅烧温度下加热至恒重，即相继两次称量之差不大于 0.5 mg。将其放入干燥器（5.3）内至少 1 h，使其冷却至室温。在分析天平（5.4）上称量，精确至 0.1 mg。备用。

7.2.3 使用已恒重的坩埚（7.2.2）或大小合适的称量瓶（5.5）称取适量的试样，精确至 0.1 mg。试样不应超过坩埚容积的 1/2，试样量较大时可于熔化过程逐渐加入。

7.2.4 将装有试样的坩埚放入程控灰化炉中，不加坩埚盖，保持上炉膛盖子打开。根据试样种类和试样量选择或设置试样熔化-炭化-灰化各阶段的加热温度和加热时间，推荐的部分塑料材料程控试验条件参见附录 A。

煅烧灰化温度应按 GB/T 9345.1—2008 的规定从下列温度系列中选择：

- a) 600 °C ± 25 °C；
- b) 750 °C ± 50 °C；
- c) 850 °C ± 50 °C；
- d) 950 °C ± 50 °C。

注：熔化温度和炭化温度的选择取决于待测塑料的性质和它可能含有的添加剂。在确保待测塑料不产生明火燃烧的前提下选取较高温度，可以有效缩短试验时间。

7.2.5 启动程控灰化炉程序，加热使试样熔化，缓慢燃烧，待试样炭化完成后，盖上坩埚盖子，再盖上炉膛盖子，在设定条件下煅烧灰化。

7.2.6 取出坩埚，放入干燥器内冷却约 1 h，或使其冷却至室温。在分析天平上称量，精确至 0.1 mg。

7.2.7 如需要，将此坩埚再次放入程控灰化炉内，在相同的煅烧温度下再煅烧 30 min 后，按 7.2.6 重新称量。如此反复直至恒重，即相继两次称量结果之差不大于 0.5 mg。

7.2.8 如材料标准未做规定，按 7.2.3~7.2.7 重复一次试验，以两次测定的平均值作为试验结果。

8 结果计算和表示

塑料的灰分 w 以质量分数计，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

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

式中：

m_1 ——所得灰分的质量的数值，单位为克 (g)；

m_0 ——干燥试样的质量的数值，单位为克 (g)。

当 $w < 1\%$ 时，保留两位小数，或保留三位小数 (选用更高精度的天平，见 5.4)；

当 $w \geq 1\%$ 时，保留两位小数。

9 精密度

因未获得实验室间数据，本试验方法的精密度尚不可知。待得到实验室间数据后，将在下次修订中增加有关精密度的内容。

10 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

- a) 本文件编号；
- b) 受试材料的完整标识，包括可能进行的预处理；
- c) 试验次数和每次所用的试样量；
- d) 试验过程中熔化、炭化和灰化三个阶段的加热温度、加热时间等主要试验条件；
- e) 试验结果，保留两位小数，或保留三位小数 (仅当灰分 $< 1\%$ 的材料选用更高精度的天平时)；
- f) 试验过程中观察到的任何异常现象；
- g) 试验日期。

CPCIF

附录 A

(资料性)

推荐的部分塑料材料程控试验条件

表 A.1 列出了几种材料推荐的程控试验条件。这些程控试验条件来自一个实验室基于表中试样量的试验研究，未必具有普适性。

表 A.1 推荐的部分塑料材料程控试验条件

序号	材料	试样量 g	程控试验条件		
			熔 化	炭 化	灰 化
1	PE	10	210 ℃, 15 min	350 ℃, 40 min	850 ℃, 30 min
		50	260 ℃, 30 min	350 ℃, 90 min	850 ℃, 30 min
2	PP	10	230 ℃, 10 min	350 ℃, 30 min	850 ℃, 30 min
		50	280 ℃, 30 min	350 ℃, 90 min	850 ℃, 30 min
3	PC	5	250 ℃, 15 min	450 ℃, 20 min	850 ℃, 30 min
		10	300 ℃, 20 min	450 ℃, 40 min	850 ℃, 30 min
4	PET	5	260 ℃, 10 min	350 ℃, 20 min	850 ℃, 30 min
		10	260 ℃, 20 min	350 ℃, 40 min	850 ℃, 30 min
5	PA	5	260 ℃, 15 min	380 ℃, 20 min	850 ℃, 30 min
		10	260 ℃, 30 min	380 ℃, 40 min	850 ℃, 30 min
6	PVC	2	200 ℃, 10 min	300 ℃, 20 min	950 ℃, 30 min
		5	220 ℃, 20 min	350 ℃, 30 min	950 ℃, 30 min
7	ABS	10	230 ℃, 30 min	350 ℃, 40 min	850 ℃, 30 min
		50	330 ℃, 30 min	450 ℃, 40 min	850 ℃, 30 min

注 1: 每个阶段的程控条件与试样在坩埚中的状态和试样量有关，表 A.1 中的数据仅为参考值，实验者可根据实际情况酌情调整。

注 2: 熔化温度可在确保试样能尽快熔化且液体不飞溅的前提下，结合材料的熔点或加工熔体温度等选择。

注 3: 炭化温度可根据液体挥发情况，在控制样品不明火燃烧的前提下，结合材料的分解温度选择。PVC、PC、ABS、PA 等不易燃烧的样品炭化温度可以适当提高，以缩短炭化时间。

中国石油和化学工业联合会

团体标准

塑 料

灰分的测定

程控灰化炉法

T/CPCIF 0150—2021

T/PSTM 0004—2021

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务股份有限公司数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数15.1千字

2022年1月北京第1版第1次印刷

书号：155025·3156

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：20.00元

版权所有 违者必究