

ICS 83.080.01
G 32



中华人民共和国国家标准

GB/T 9345.4—2008/ISO 3451-4:1998
代替 GB/T 12006.3—1989

塑料 灰分的测定 第4部分：聚酰胺

Plastics—Determination of ash—Part 4: Polyamides

(ISO 3451-4:1998, 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

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

塑料 灰分的测定

第 4 部分:聚酰胺

GB/T 9345.4—2008/ISO 3451-4:1998

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 0.5 字数 9 千字

2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

书号:155065·1-34661 定价 10.00 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

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：聚对苯二甲酸烧焊酯；
- 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4部分，对应于ISO 3451-4:1998《塑料——灰分的测定——第4部分：聚酰胺》(1998年英文版)。本部分等同采用ISO 3451-4:1998。

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 3451-4:1998的前言；
- c) 增加了国家标准本部分的前言；
- d) 把“规范性引用文件”一章所列的国际标准用对应的等同采用该文件的我国国家标准代替；
- e) 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”；
- f) 把该国际标准中的“(m/m)”改为“质量分数”，把结果表示中的“质量百分数”改为“质量分数，以%为单位”，并对其计算公式进行了相应调整。

本部分代替GB/T 12006.3—1989《聚酰胺灰分测定方法》。

本部分与GB/T 12006.3—1989相比主要变化如下：

- 增加了警示语；
- 增加了原理；
- 试剂中增加了十溴代联苯(DBB)，去掉了盐酸；
- 马弗炉温度中的750℃±50℃改为850℃±50℃或至少能达到850℃；
- 填充和玻璃纤维增强材料的煅烧温度由750℃±50℃改为850℃±50℃；
- 增加了精密度数据；
- 试验报告中增加了所用煅烧方法及试验前样品的处理等。

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。

本部分参加起草单位：北京燕化石油化工股份有限公司树脂应用研究所、国家塑料制品质量监督检验中心(北京)、南通星辰合成材料有限公司、中昊晨光化工研究院、广州金发科技股份有限公司、仪化集团公司工程塑料厂等。

本部分主要起草人：王瑛。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12006.3—1989。

塑料 灰分的测定

第4部分:聚酰胺

警告:GB/T 9345的本部分可能涉及到有危险的化学品、材料和操作。本部分未说明与使用有关的安全问题。本部分的使用者有责任在使用前制定适当的保证人身安全的措施,并确定这些规章制度的适用性。

1 范围

GB/T 9345的本部分规定了填充和未填充聚酰胺灰分的测定方法。

遵循 GB/T 9345.1—2008 中给出的通用操作步骤,未填充材料使用 GB/T 9345.1—2008 中的方法 A 或方法 C;填充材料用玻璃纤维增强材料使用 GB/T 9345.1—2008 中的方法 A。

对于含有阻燃剂三氧化二锑和/或其他易挥发添加剂(例如颜料硫化锑)的玻璃纤维填充材料,应使其与易挥发的含卤化合物结合在一起除去这些添加剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9345 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 9345.1—2008 塑料 灰分的测定 第1部分:通用方法(ISO 3451-1:1997, IDT)

3 原理

3.1 未填充的材料

直接燃烧,即燃烧有机物质,再在高温下燃烧处理残留物直至恒重(见 GB/T 9345.1—2008 中的方法 A)。

如果材料含有金属卤化物和在燃烧有机物质时易挥发的金属(特别是在含卤代物的情况下),可在硫酸化后再燃烧(见 GB/T 9345.1—2008 中的方法 C)。该方法即通过把有机物质与浓硫酸一起加热,直到冒烟、随后有机物燃烧,最后高温燃烧处理残留物直至恒重。

3.2 填充和玻璃纤维增强材料

直接燃烧,即燃烧有机物质,再在高温下燃烧处理残留物直至恒重(见 GB/T 9345.1—2008 中的方法 A)(见 3.3 中的注 1)。

3.3 玻璃纤维增强阻燃材料

在加有十溴代联苯(DBB)情况下燃烧,即燃烧有机物质,最后在高温下燃烧处理残留物直至恒重(见 GB/T 9345.1—2008 中的方法 A)。

注 1:某些添加剂,如硫化锑,与十溴代联苯(DBB)接触,在燃烧有机物时,也能像溴化物一样完全挥发。应要求供应商提供或通过对纯化学品试验来获得有关材料中存在的添加剂资料以及它们与 DBB 接触燃烧时挥发潜能的资料。

注 2:也可使用其他高含溴量的阻燃剂,如 1,2-双(四溴邻苯二甲酰亚胺)乙烷或溴代聚苯乙烯。所用化学品的适用性及用量可通过下述方法确定:逐渐增加阻燃剂的量,按照 6.4 进行一系列灰分测定,直到取得恒定结果。所用的化学品应为粉末状。

4 试剂(在有 DBB 的情况下使用方法 C 或方法 A)

在分析中,仅可使用分析纯或规定纯度的试剂及蒸馏水或同等纯度的水。

- 4.1 碳酸铵,无水。
- 4.2 硝酸铵,质量分数约为 10% 的溶液。
- 4.3 硫酸,密度为 1.84 g/mL。
- 4.4 十溴代联苯(DBB),粉末,工业级或更高纯度。

警告:使用十溴代联苯可能会产生二噁类化合物,通常认为 600℃~850℃ 为生成二噁类化合物的较佳温度。

5 仪器

GB/T 9345.1—2008 第 4 章中规定的仪器,以及:

- 5.1 同试验物质不起化学作用的石英坩埚、瓷坩埚或铂坩埚。直径(上部)为 50 mm~60 mm,高度与直径相等(见 3.3 中注 2)。
- 5.2 马弗炉,能恒定在 600℃±25℃、850℃±50℃或至少能达到 850℃。
- 5.3 通风橱。

6 操作步骤

材料形状应为 1 cm×0.5 cm×0.2 cm 或更小的小片、颗粒或粉末。填充或增强材料应在煅烧前烘干,即在 100℃ 下加热直至恒重。

6.1 试样

所取的试样量要足够产生 5 mg~200 mg 的灰分(见表 1)。对于增强材料称取 2 g 或更多。若不知道灰分的近似含量,则应进行一次测定。根据灰分近似含量,从表 1 中选择所用的试样量。

表 1 试样用量

灰分近似含量/%	试样量/g	所得的灰分量/mg
≤0.01	≥200	5~10
>0.01~0.05	100	10~50
>0.05~0.1	50	25~50
>0.1~0.2	25	25~50
>0.2~1	10	20~100
>1~10	5	50~500
>10	2	200

6.2 未填充材料

按照 GB/T 9345.1—2008 中的方法 A 所述步骤进行,使用煅烧温度为 850℃±50℃。

若材料含有金属卤化物或在煅烧过程中易挥发的卤代物中存在金属时,或对那些要求“硫酸化灰分”的情况,则应使用方法 C(GB/T 9345.1—2008 中的方法 C)。

6.3 填充和玻璃纤维增强材料

按照 GB/T 9345.1—2008 中的方法 A 所述步骤进行,使用煅烧温度为 850℃±50℃。若在此温度下玻璃纤维开始熔化,影响聚合物进一步煅烧,则应将煅烧温度降低至 650℃±25℃,并用新的试样重复此试验步骤。

6.4 含有阻燃剂三氧化二锑和/或其他易挥发添加剂的玻璃纤维增强材料

应将样品磨成或切成 1 cm×0.5 cm×0.2 cm 或更小的碎片。接着按 GB/T 9345.1—2008 的规

定,从方法 A 中的 5.3.1 和 5.3.2 进行操作。

将相当于样品量一半的 DBB(4.4)加到试样中,在坩埚中混合均匀。把坩埚放入马弗炉中煅烧,使用的煅烧温度至少为 850℃。马弗炉应放在通风橱中,接着按 GB/T 9345.1—2008 的规定,从方法 A 的 5.3.4 继续往下操作。

最好将坩埚直接放入马弗炉中。若直接煅烧会导致重复试验之间有较大的差异,例如含有灰分材料的损失,则应将坩埚放在平稳的火焰上慢慢加热直到停止冒烟,确保易挥发组分在通风橱内彻底排出。然后将坩埚放在马弗炉内煅烧,使用的煅烧温度至少为 850℃,接着按 GB/T 9345.1—2008 的规定,从方法 A 的 5.3.4 继续往下操作。也可用带有两个玻璃纤维圆盘的玻纤坩埚。应把上述坩埚放在马弗炉中,在试验温度下预加热,并在干燥器中冷却直至恒重。将样品放进该坩埚中的两个玻璃纤维圆盘之间,放在马弗炉中煅烧 30min。取出坩埚使其在干燥器中冷却 20 min。

对于未研磨的材料,应按照 5.4 所述步骤对坩埚中的残留物进行第二次煅烧。加到残留物中的 DBB 量应为 1 g。

7 结果的表示

灰分或硫酸化灰分以质量分数计,数值以%表示,由式(1)计算:

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

式中:

m_0 ——试样质量,单位为克(g);

m_1 ——所得到的灰分质量,单位为克(g);

计算两次结果的平均值,并修约至 0.1%。

8 精密度

除在 6.4 中所述的加 DBB 的方法外,其他灰分测定的精密度数据见 GB/T 9345.1—2008 中的第 8 章。该精密度数据已由 8 个实验室用 8 种材料测定得出。

表 2 中列出了对玻璃纤维增强聚酰胺(PA/玻纤)所测得的精密度数据。

表 2 PA/玻纤的精密度数据

材料/填料	平均灰分/%	S_r	S_R	r	R
PA/玻纤	33.16	0.272	0.282	0.760	0.790

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,在重复性试验条件下(同一操作者、同一仪器、同一实验室和在短时间间隔内)获得的置信水平为 95%的两个单个试验结果绝对差值应低于的值;

R ——再现性限,在再现性试验条件下(不同操作者、不同仪器、不同实验室)获得的置信水平为 95%的两个单个试验结果绝对差值应低于的值。

因为尚未得到实验室间试验的数据,所以未知直接煅烧含有玻纤的材料和加入 DBB 方法的精密度,但这些方法的精密度估计不会明显偏离已知数据。目前正收集实验室间数据并在下次修订时列入。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 注明引用 GB/T 9345 的本部分;
- 受试材料的详细标识,包括型号、制造厂代号、来源、商品名称等;

GB/T 9345.4—2008/ISO 3451-4:1998

- c) 所用煅烧方法；
 - d) 所用煅烧温度；
 - e) 如果有，试验前对样品的处理；
 - f) 两次测定的单个结果和所得的灰分或硫酸化灰分的平均值；
 - g) 所用试样量。
-

GB/T 9345.4—2008/ISO 3451-4:1998



GB/T 9345.4—2008

版权专有 侵权必究

书号：155066 · 1-34661

定价：10.00 元