

悬浮法通用型聚氯乙烯树脂

Suspension polyvinyl Chloride resins of general purpose

GB/T 5761-2006 代替 GB/T 5761-1993

2006-09-14 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前言

本标准对应于 ASTM D 1755:1992 (2001 年确认) 《聚氯乙烯树脂规范》，与 ASTM D 1755 一致性程度为非等效。

本标准代替 GB 5761-1993 《悬浮法通用型聚氯乙烯树脂》。

本标准与 GB 5761-1993 的技术差异为：

- 对范围进行了调整 (1993 年版的第 1 章；本版的第 1 章)；
- 修改了部分物化性能指标 (1993 年版的 4.2；本版的 4.2)；
- 修改了型式检验项目中抽检项目的检验周期 (1993 年版的 6.3.2；本版的 6.3.2)；
- 取消了样品保存期限
- 删除了附录 B “白度 (160℃, 10min) 试验方法”；
- 增加了附录 B “聚氯乙烯树脂干筛试验方法”。

本标准的附录 A 和附录 B 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/TC 15/SC 7) 归口。

本标准委托全国塑料标准化技术委员会聚氯乙烯树脂产品分会解释。

本标准起草单位：锦西化工研究院、上海氯碱化工股份有限公司、天津乐金大沽化学有限公司、青岛海晶化工集团有限公司、天津大沽化工有限公司、福建省东南电化股份有限公司、河北沧州化工实业集团有限公司。

本标准主要起草人：陈沛云、孙丽娟、赵阳、姜军、张英民、谌绍铜、方向阳、孙文育。

本标准于 1986 年首次发布，1993 年第一次修改。

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。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了悬浮法通用型聚氯乙烯树脂的产品分类、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于以悬浮法生产的通用型聚氯乙烯树脂。本体法生产的通用型聚氯乙烯树脂亦可参照采用。

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）或修改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 2915 聚氯乙烯树脂水萃取物电导率的测定方法

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 4610:1997)

GB/T 2917.1 以氯乙烯均聚和共聚为主的共混物及制品在高温时发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数的测定 (GB/T 3401-1997, eqv ISO 1628-2:1988)

GB/T 3402 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂 第1部分: 命名体系和规范基础 (GB/T 3402.1-2005, ISO 1062-1:1998, MOD)

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 6003.1 金属丝编织网试验筛

GB/T 6679-2003 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)

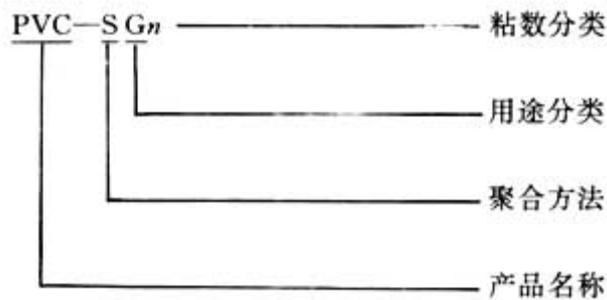
GB/T 9349 聚乙烯、相关含氯均聚物和共聚物树脂及其混合物热稳定性的测定 变色法 (GB/T 9349-2002,eqv ISO 305:1990)

GB/T 15595 聚氯乙烯树脂热稳定性试验方法 白度法

GB/T20022 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂表观密度的测定 (GB/T 20022-2005,ISO 60:1997, MOD)

3 产品分类

悬浮法通用型聚氯乙烯树脂产品由 GB 3402.1 中规定的产品名称、聚合方法和用途的表示符号及粘数分类号(见表 1)等四项组成的代码分类。聚合方法和用途及粘度的表示符号组合称为型号。



粘数分类号 n	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
粘数, ml/g	> 156	156 ~ 144	143 ~ 136	135 ~ 127	126 ~ 119	118 ~ 107	106 ~ 96	95 ~ 87	86 ~ 73	< 73

4 要求

4.1 外观: 白色粉末。

4.2 物化性能应符合表 2 要求。

表二 物化性能要求

序号	项目	型号														
		SG0			SG1			SG2			SG3			SG4		
		等级														
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品			
1	粘数, mL/g (或 K 值) (或平均聚合度)	>156 > (77) >[1785]	156~144 (77~75) [1785-1536]			143~136 (74~73) [1535-1371]			135~127 (72~71) [1350~1250]			126~119 (70~69) [1250~1150]				
2	杂质粒子数, 个, ≤		16	30	80	16	30	80	16	30	80	16	30	80		
3	挥发 (包括水) 含量, %, ≤		0.30	0.40	0.50	0.30	0.40	0.50	0.30	0.40	0.50	0.30	0.40	0.50		
4	表观密度, g/mL, ≥		0.45	0.42	0.40	0.45	0.42	0.40	0.45	0.42	0.40	0.47	0.45	0.42		
5	筛余物质	0.25mm 筛孔, ≤	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0		
	量分数/%	0.063mm 筛孔, ≥	95	90	85	95	90	85	95	90	85	95	90	85		
6	“鱼眼”数, 个/400 cm ² , ≤		20	40	90	20	40	90	20	40	90	20	40	90		
7	100g 树脂的增塑剂吸收量, g, ≥		27	25	23	27	25	23	26	25	23	23	22	20		
8	白度 (160℃, 10min), %≥		78	75	70	78	75	70	78	75	70	78	75	70		
9	水萃取液电导率, S/m, ≤		5×10 ⁻³			—	5×10 ⁻³			—	5×10 ⁻³			—		
10	残留氯乙烯含量, Ppm, ≤	30	5	10	30	5	10	30	5	10	30	5	10	30		

表 2 (续)

序号	项目	型号												
		SG5			SG6			SG7			SG8			SG9
		等级												
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	
1	粘数, mL/g (或 K 值) (或平均聚合度)	118~107 (68~66) [1135-981]			106~96 (65~63) [980-846]			95~87 (62~60) [845~741]			86~73 (59~55) [740~650]			<73 <(55) <[650]
2	杂质粒子数, 个, ≤	16	30	80	16	30	80	20	40	80	20	40	80	
3	挥发(包括水)含量, %, ≤	0.40	0.40	0.50	0.40	0.40	0.50	0.40	0.40	0.50	0.40	0.40	0.50	
4	表观密度, g/mL, ≥	0.48	0.45	0.42	0.48	0.45	0.42	0.50	0.45	0.42	0.50	0.45	0.42	
5	筛余物质	0.25mm 筛孔, ≤												
	量分数/%	0.063mm 筛孔, ≥												
6	“鱼眼”数, 个/400 cm ² , ≤	20	40	90	20	40	90	30	50	90	30	50	90	
7	100g 树脂的增塑剂吸收量, g, ≥	19	17	—	15	15	—	12	—	—	12	—	—	
8	白度(160℃, 10min), %≥	78	75	70	78	75	70	75	70	70	75	70	70	
9	水萃取液电导率, S/m, ≤	—			—			—			—			
10	残留氯乙烯含量, Ppm, ≤	5	10	30	5	10	30	5	10	30	5	10	30	30

5 试验方法

5.1 外观

目视观察或依据供需双方协议按 GB/T 2913 执行。

5.2 粘数(或 K 值及平均聚合度)的测定

粘数、K 值和平均聚合度的测定方法可任选其一。若有争议,以 GB/T 3401 为仲裁方法。

5.2.1 粘数的测定

按 GB/T 3401 进行。

5.2.2 K 值的测定

按 GB/T 3401 进行。其中 K 值按下式计算:

$$K = \frac{10^3 \times [(1.5 \lg t_s / t_0 - 1) + \sqrt{1 + (3 + 3/c + 2.25 \lg t_s / t_0) \cdot \lg t_s / t_0}]}{150 + 3c}$$

式中:

t_s ——溶液三次流经时间的算术平均值,单位为秒(s);

t_0 ——溶剂三次流经时间的算术平均值,单位为秒(s);

c ——溶液的质量浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL)。

平行测定的相对偏差应不大于 0.7%。

试验结果取平行测定的两个结果的算术平均值,修约至整数。

5.2.3 平均聚合度的测定

按附录 A 进行。

5.3 表观密度的测定

按 GB/T 20022 附录 A 进行。

5.4 增塑剂吸收量的测定

按 GB/T 3400 进行。

5.5 挥发物(包括水)含量的测定,

按 GB/T 2914 进行。其中试样受热温度为 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$, 时间为 1h, 并按 1h 的失重量计算结果。

5.6 筛余物的测定

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

5.7 “鱼眼”数的测定

按 GB/T 4611 进行。

5.8 水萃取液电导率的测定

按 GB/T 2915 进行。

5.9 杂质粒子数的测定

按 GB/T 9348 进行。

5.10 残留氯乙烯单体含量的测定

按 GB/T 4615 进行。

5.11 白度(160°C , 10min)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 检验规则

6.1 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。

6.2 采样

6.2.1 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 $n = 3 \times \sqrt{N}$ (N 为总袋数) 确定, 如遇小数进为整数。

表 3 选取采样袋数的规定

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		

6.2.2 采样时,用采样探子(GB/T 6679-2003 附录 A 或和附录 C 或相似探子)自袋的中心垂直插入深度的 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。

6.2.3 采样量不少于 2kg,混均后分装于洁净干燥的容器(或塑料袋)中封严,(用于残留氯乙烯单体含量测定的样品,应贮存存储在密封良好的样品瓶中并压实充满),并标明产品批号和采样日期。

6.3 出厂检验

6.3.1 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。未满足标准要求的产品不得声明符合本标准。

6.3.2 物化性能要求中出厂检验项目为粘数(或 K 值或平均聚合度)、表观密度、挥发物含量、0.25mm 筛余物、杂质粒子数、“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经行检验,直至连续五批检验结果都符合标准规定后,方可按正常抽检。

6.3.3 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技术要求,即为不合格品。

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

6.4 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,三个月内向生产厂提出处理意见。

因贮运管理不当影响产品质量,则应由贮运单位负责。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

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

7.2 包装

本产品用内衬塑料薄膜袋的四层牛皮纸袋、聚丙烯编织袋或牛皮纸与聚丙烯编织物复合袋包装。每袋净重 $25.0 \pm 0.2 \text{kg}$ ，亦可采用适宜的其他包装方式和包装质量。应保证产品在正常贮存中包装不破损，产品不被污染、不泄漏。

7.3 运输

运输时必须用洁净的运输工具，并防止雨淋。
本产品为非危险品，可按一般货物运输。

7.4 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)

平均聚合度的测定

A.1 溶剂

硝基苯, 分析纯。

A.2 仪器

A.2.1 乌氏粘度计, 如图 A1 所示。

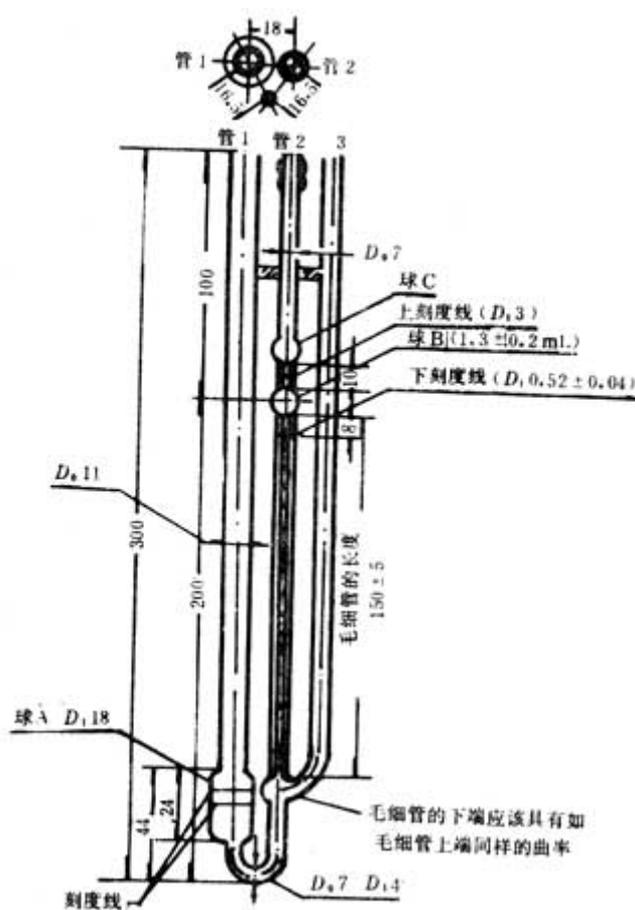


图 A1 乌氏粘度计

A.2.2 甘油(丙三醇)浴, 可控制 $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。A.2.3 恒温水浴, 可控制 $(30 \pm 0.05)^\circ\text{C}$ 。A.2.4 玻璃砂芯漏斗, 孔径 $(10 \sim 15 \mu\text{m})$ 。

A.2.5 分析天平, 分度值 0.1mg。

A.2.6 秒表，分度值 0.1s。

A.3 操作步骤

A.3.1 测试溶液的制备

称取(200±0.1)mg 聚氯乙烯树脂试样，于 50mL 带玻璃塞的容量瓶中，加入约 40mL 硝基苯，在保持(100±2)℃的甘油浴中加热，间断摇动容量瓶使试样完全溶解后，取出容量瓶冷却至室温，再置于(30±0.05)℃恒温水浴中 20min，用同样温度的硝基苯稀释至刻度，摇均待用。

A.3.2 溶剂流经时间的测试

在粘度计管 2、管 3 分别接上乳胶管，把粘度计垂直置入(30±0.05)℃的恒温水浴中，使水面超过粘度计球 C。

用玻璃砂芯漏斗将溶剂经管 1 滤入粘度计球 A，直至溶剂的液面处于刻在球 A 上的两条刻度线之间，恒温 10min。

紧闭管 3 上的乳胶管，用吸球经管 2 上的乳胶管慢慢地将溶剂吸入球 B，使溶剂升至球 C 一半时，停止吸气。

取下吸球再放开管 3 上的乳胶管，使得溶剂自由下落，用秒表测量液面从球 B 上刻度线降至下刻度线所需要的时间，准确至 0.1s。重复进行测试并取平均值。

A.3.3 溶液流经时间的测定

将上述溶剂从粘度计中吸出。

将约 15m 的溶液 (A.3.1) 经过玻璃砂芯漏斗滤入粘度计中，使溶液通过球 B 吸上放下三次，再从粘度计中吸出。

将剩余的溶液经过玻璃砂芯漏斗滤入粘度计中，再按 A.3.2 步骤测定溶液的流经时间。

A.4 计算

A.4.1 增比粘度 η_{sp}

按式 (A.1) 计算:

$$\eta_{sp} = \frac{t_2}{t_1} - 1 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

t_1 ——溶剂硝基苯流出时间的数值，单位为秒，s；

t_2 ——测试溶液流出时间的数值，单位为秒，s。

A.4.2 特性粘度 $[\eta]$

按式 (A.2) 计算：

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2}}{c} \cdot \sqrt{\eta_{sp} - \ln \eta_r} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

η_r ——相对粘度的数值 (t_2/t_1)；

η_{sp} ——增比粘度的数值；

c ——溶液的质量浓度的数值，单位为克每升，g/L。

A.4.3 平均聚合度 \bar{P}

按式 (A.3) 计算：

$$\bar{P} = 500 \left[\text{antilog} \frac{[\eta]}{0.168} - 1 \right] \dots\dots\dots(3)$$

式中： $[\eta]$ ——特性粘度的数值。

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，以质量分数表示。

B.4 仪器

B.4.1 标准筛振机，主要技术参数为：振动次数 230 次/min，振动偏心距 12mm，振动次数 175 次/min，振幅高度 (2~3) mm 可调，电机转数 2800 转/min。

B.4.2 筛子，筛面直径 200mm，高度 25mm，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) d，取出晾干即可使用。

B.4.3 天平，分度值 0.01g。

B.4.4 分析天平，分度值 0.0001g。

B.4.5 定时器 (秒表)。

B.5 试验方法

称取试样 25g，精确至 0.01g (若有静电，可加入抗静电剂 γ -氧化铝 0.025g，混均)。将混均后的树脂轻轻倒入筛中，牢固地装在振筛机上，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：

a) 将每只筛子和筛余物一起称量再减去筛子的质量，精确至 0.01g；

b) 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 0.0001g。

B.6 结果表示

B.6.1 结果计算

筛余物的质量分数 R 按式 (B.1) 计算:

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

式中:

m_0 ——试样的质量的数值, 单位为克, g;

m_1 ——筛余物的质量的数值, 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) 筛余物的质量分数大于或等于 5% 时, 两次测定值之差小于或等于 3%;
- b) 筛余物的质量分数小于 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分数总和在 $(100\pm 2)\%$ 范围内。