



中华人民共和国国家标准

GB 13021—91

聚乙烯管材和管件炭黑含量的测定 (热失重法)

Determination for the carbon black
content of polyethylene pipes and fittings
by calcination and pyrolysis

1991-07-03 发布

1992-04-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

聚乙烯管材和管件炭黑含量的测定 (热失重法)

GB 13021—91

Determination for the carbon black
content of polyethylene pipes and fittings
by calcination and pyrolysis

本标准参照采用国际标准 ISO 6964—1986《聚烯烃管材和管件 热失重法测定炭黑含量 测定方法及规范》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚乙烯管材和管件炭黑含量的测定方法。

本标准适用于聚乙烯管材和管件,也适用于聚烯烃管材和管件及制造管材和管件所用原料的炭黑含量的测定。

2 原理

一定量的样品在氮气流中于 $550 \pm 50^\circ\text{C}$ 热解大约 45 min,并在 $900 \pm 50^\circ\text{C}$ 煅烧。根据热解和煅烧前后的质量差计算炭黑含量。

3 试剂

氮气,储存于配有减压阀和流量表的钢瓶中。

4 设备

4.1 石英样品舟:长 50~60 mm。

4.2 管式电炉。

4.3 除氧装置:串联的两根玻璃管,分别装有活性铜和乙酸锰,配有电热丝和温度控制装置。也可用其他除氧装置。除氧后氮气中氧含量小于 20 ppm。

4.4 马福炉。

4.5 能装入样品舟的玻璃干燥器。

5 试验步骤

5.1 称量条件

温度为 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.2 试样

从管材、管件或原料中任取样 3 份,每份约 1 g。粉碎后称量,准确至 0.000 1 g。

5.3 步骤

5.3.1 将管式电炉升温至 $550 \pm 50^\circ\text{C}$ 。打开氮气钢瓶,使氮气依次通过活性铜(预先加热到 180°C)和乙

酸锰及流量计,然后进入管式电炉。调节流量计,使氮气通入管式电炉的流速为 200 mL/min,大约 5 min。

5.3.2 将装有样品的样品舟推入管式电炉的中心,调节氮气流速为 100 mL/min,于 $550 \pm 50^\circ\text{C}$ 的温度下热解 45 min。

5.3.3 热解终了时,将样品舟移回至管式炉的低温部分。继续保持通入氮气 10 min。

5.3.4 取出样品舟,置于干燥器中冷却,称量,准确至 0.000 1 g。

5.3.5 将样品舟置于马福炉中煅烧,温度为 $900 \pm 50^\circ\text{C}$,直至炭黑全部消失为止。再放入干燥器中冷却,称量,准确至 0.000 1 g。

6 计算及结果表示

炭黑含量 c (%) 由式(1)计算:

$$c = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 —— 试样质量, g;

m_2 —— 样品舟和试样在 550°C 热解后的质量, g;

m_3 —— 样品舟在 900°C 煅烧后的质量, g。

取三个试验结果的算术平均值。保留两位有效数字。其中灰分含量 c_1 (%) 由式(2)计算:

$$c_1 = \frac{m_3 - m}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m —— 样品舟质量, g;

m_1, m_3 —— 同前。

取三个试验结果的算术平均值。保留两位有效数字。

7 试验报告

试验报告包括下列内容:

- a. 有关试样的全部情况。
- b. 炭黑含量,以质量百分比表示。
—— 各个测定值;
—— 平均值。
- c. 如果灰分含量大于试样质量的 1%,则要报出灰分含量,并注明测定的炭黑含量可能超过实际值。
- d. 本标准尚未列入的操作细节及可能影响测定结果的任何意外情况。
- e. 测试人员和日期。
- f. 本标准代号。

附加说明：

本标准由全国塑料制品标准化技术委员会提出。

本标准由轻工业部塑料加工应用科学研究所归口。

本标准由吉林省塑料研究所负责起草。

本标准主要起草人马云武、刘悦贤、孙晶。