

团 体 标 准

T/CCASC XXXX-2024

聚氯乙烯树脂热稳定性的测试 热重分析仪法 (征求意见稿)

Testing of thermal stability of polyvinyl chloride resin-

Thermogravimetric analyzer method

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国氯碱工业协会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 仪器及试剂	1
6 试验方法	2
7 结果表示及分析	2
8 试验报告	2

前 言

本文件为按照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。

本文件由中国氯碱工业协会标准化工作委员会提出并归口。

本文件主要起草单位：内蒙古鄂尔多斯电力冶金集团股份有限公司

本文件参与起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX。

聚氯乙烯树脂热稳定性的测试 热重分析法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了聚氯乙烯（PVC）树脂于热重分析仪中在规定的升温程序下，通过测定热分解温度和残留质量，表征其热稳定性的测试方法。

本文件适用于悬浮法、乳液法、本体法生产的通用型聚氯乙烯树脂粉末的热稳定性测试。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

聚氯乙烯树脂在高温下发生分解反应时，逐渐释放氯化氢气体，树脂质量随之下降。不同样品在相同升温程序下，发生分解反应的温度不同，分解后的残留质量不同，表现为热稳定性的不同。本文件根据这一特性，采用热重分析仪，将试样在规定的升温程序下测定分解温度和残留质量。所测结果作为样品间在规定条件下热稳定性的相对比较值。

5 仪器及试剂

5.1 热重分析仪，应符合下列条件：

- a) 内置天平，天平及支架为耐腐蚀材料，不受氯化氢腐蚀；
- b) 最高测试温度不低于600 °C，温度精度精确至0.00001 °C，天平灵敏度精确至0.00001 mg。

5.2 电热鼓风干燥箱，温度范围10 °C-100 °C，温度分辨率0.1 °C。

5.3 氧化铝坩埚，规格根据各厂家所使用热重分析仪型号而定。

5.4 玻璃称量瓶，40 mm×25 mm。

5.5 高纯氮气，纯度99.999 %。

6 试验方法

6.1 试样的制备

6.1.1 将多于测定用试样的待测PVC树脂试样均匀地铺在称量瓶底部，称量瓶盖斜盖，留有适当缝隙，在 $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 鼓风干燥箱中干燥1 h以上。

6.1.2 打开热重分析仪炉体，将两个空氧化铝坩埚置于传感器上，去皮清零后，取出坩埚，将3 mg~5 mg经6.1.1干燥后的PVC试样置于坩埚内，均匀铺平，放回支架上，关闭炉体，待质量读数稳定后记录读数。

6.2 热稳定性的测定

6.2.1 按照热重分析仪规定的使用条件，将仪器调整到待工作状态。

6.2.2 设置仪器升温程序为从 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 升至 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，升温速率为 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，吹扫气氮气流量设为 $30\text{ mL}/\text{min}\sim 50\text{ mL}/\text{min}$ ，保护气氮气流量设为 $10\text{ mL}/\text{min}\sim 20\text{ mL}/\text{min}$ 。

6.2.3 按照6.2.2的步骤将热重分析仪设置到测试参数后，开始测量。

6.2.4 在对同一试样进行测试时，保证坩埚内吹扫气和保护气流量一致，样品质量偏差不大于0.5 mg。

7 结果表示及分析

7.1 结果表示

同一试样以相同条件进行两次测试，取两次测定值的算术平均值为测试结果，如果两次测试结果偏差超过 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，残留质量百分比偏差不超过 $\pm 0.5\%$ ，需重新测试。

7.2 结果分析

热重（TG）曲线表示PVC试样在程序升温过程中随温度/时间的质量变化，纵轴为质量百分比，表示当前温度/时间的样品质量与初始质量之比。热重微分（DTG）曲线（即 dm/dT 曲线，将TG曲线上的各点相对于时间坐标进行了一次微分的曲线）表示质量变化速度随温度/时间的变化，其峰值点为PVC试样失重速度最快的温度/时间点。

- a) 初始分解温度：失重曲线开始下降时，曲线切线交点所对应的温度（起始点）；
- b) 临界分解温度：失重曲线的一阶导数DTG的峰值所对应的温度（峰值）；
- c) 终止分解温度：失重曲线后水平处作切线与曲线拐点处作切线的相交点（终止点）；
- d) 残留质量：测量结束时样品的残留质量（%）。

8 试验报告

试验报告包含但不限于以下内容：

- a) 试样厂家及树脂批次；
 - b) 试验时间及检测人；
 - c) 试样测试初始温度、终止温度及升温速率；
 - d) 试样测试的失重曲线；
 - e) 测定结果说明。
-