ICS

CCS

中国工程建设标准化协会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

排水用硬聚氯乙烯（PVC-U）管材中PVC含量的测定方法

## Test Methods for the PVC content of Rigid PVC pipe

（征求意见稿）

T/CECS 10XXX-202X

团体标准

发布

目 次

[前 言 I](#_Toc77664077)

[1 范围 1](#_Toc77664078)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc77664079)

[3 术语和定义 1](#_Toc77664080)

[4 设备与试剂 1](#_Toc77664081)

[5 试验方法 2](#_Toc77664082)

[6 数据处理 4](#_Toc77664083)

[7 测试报告 4](#_Toc77664084)

**Contents**

[Foreword Ⅲ](#_Toc77664077)

[1 Scope 1](#_Toc77664078)

[2 Normative references 1](#_Toc77664079)

[3 Terms and definitions 1](#_Toc77664080)

[4 Terms and definitions 2](#_Toc77664081)

[5 Test method 3](#_Toc77664082)

[6 Data processing 4](#_Toc77664083)

[7 Precision and accuracy 5](#_Toc77664084)

[8 Limit of detection and limit of quantitation 6](#_Toc77664085)

前 言

根据中国工程建设标准化协会建筑材料分会文件《关于启动2018年度第二批协会标准编制工作的通知》（建材标协字[2018]041号）要求，经广泛调查研究，认真总结实践经验，参考相关国际标准和国外先进标准，并在广泛征求意见的基础上，编制组对具体内容进行了讨论、协商和修改，最后经审查定稿。

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》和GB/T 20001.10-2014《标准编写规则 第10部分：产品标准》给出的规则起草。文件内容共分6个部分，主要技术内容包括范围、规范性引用文件、术语和定义、设备和试剂、试验方法、数据处理。

本文件由中国工程建设标准化协会提出。

本文件由中国工程建设标准化协会建筑材料分会专业委员会归口。

中冶建筑研究总院有限公司负责具体技术内容的解释。执行过程中如有意见或建议，请寄送中冶建筑研究总院有限公司（地址：北京市海淀区西土城路33号，邮政编码：100088，邮箱：mcctest@126.com）。

本文件负责起草单位：中冶建筑研究总院有限公司、中冶检测认证有限公司

本文件参加起草单位：青岛科技大学、中国合格评定国家认可中心、深圳市宝安区住房和建设事务中心、中铁四局集团工程质量检测检测中心、江苏瑞利山河建设工程质量检测有限公司、北京化工大学、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：

本文件主要审查人：

排水用硬聚氯乙烯（PVC-U）管材中PVC含量的测定方法

# 范围

本标准规定了硬质聚氯乙烯（PVC-U）管材及管件中 PVC 含量的测定方法。本方法适用于以聚氯乙烯（PVC-U）树脂为主要原料，经挤出成型的管材。

# 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 7139—2002 塑料 氯乙烯均聚物和共聚物氯含量的测定

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9725—2007 化学试剂 电位滴定法通则

GB 34694—2017 塑料 氯化聚氯乙烯树脂中残余氯含量的测定 电位滴定法

GB/T 39506-2020 硬聚氯乙烯（PVC-U）管材及管件中聚氯乙烯（PVC）含量的测定 基于总氯含量的方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

# 术语和定义

## 3.1 术语

3.1.1 聚氯乙烯 Polyvinyl Chloride

氯乙烯单体在过氧化物、偶氮化合物等引发剂，或在光、热作用下按自由基聚合反应机理聚合而成的聚合物。

3.1.2 红外光谱法 Infrared Spectrometry

红外光谱法是根据不同官能团会有选择性的吸收红外光区的能量来进行定性定量分析的一种方法。

3.1.3 滴定法 Titration

滴定法是将一种已知其准确浓度的试剂溶液滴加到被测物质的溶液中，直到化学反应完全时为止，然后根据所用试剂溶液的浓度和体积可以求得被测组分含量的方法。

# 设备与试剂

## 4.1 设备

4.1.1 电子天平，精度 0.1 mg。

4.1.2 电位滴定仪，具有±2 mV 或以上的精度。

电极，216 型指示银电极，217 型双桥银饱和甘汞参比电极：或其他合适的复合电极。

4.1.3 磁力搅拌器。

4.1.4 GB/T 7139—2002规定的燃烧瓶。

4.1.5 锥形瓶，250ml。

## 4.2 试剂

4.2.1 除非另有说明，所用试剂均为分析纯，试验用水符合GB/T 6682—2008中的三级水或者相当纯度的水。

4.2.2 硝酸银标准滴定溶液：c=0.1 mol/L或0.05mol/L，按 GB/T 34694—2017 附录 A 进行标定。

4.2.3 氢氧化钾溶液，100 g/L。

4.2.4 过氧化氢溶液，300 g/L。

4.2.5 氧气，纯度大于 99.9%。

4.2.6 硝酸，c=2.0mol/L

4.2.7 氯离子标准储备液，100 mg/L。 硝酸钠，分析纯。

4.2.8 定量滤纸。

4.2.9 硫氰化钾，色谱纯。

4.2.10 四氢呋喃，色谱纯。

4.2.11 丙酮，色谱纯。

4.2.12 溴化钾，色谱纯。

# 试验方法

5.1 试样的取样及制备

按照GB/T 39506-2020中6样品的相关规定取样和处理。

5.2 试样的测定-电位滴定法

5.2.1 样品的前处理

从管材上裁取 30mg 的试样m，将试样放在滤纸（4.2.8）中间，折叠整齐，将其夹在铂螺旋中，将纸尾部伸出，操作过程中不得使用含氯物品接触样品，如 PVC 手套等。在按照 GB/T 7139—2002 中 5.8 要求的燃烧瓶中加入约 20 mL 水，1 mL 氢氧化钾（4.2.3）和0.2mL过氧化氢（4.2.4）溶液。用玻璃管通氧气 （4.2.5）5 min 以排除空气，点燃滤纸尾部并迅速将带有铂丝和燃烧的滤纸的瓶塞插入到燃烧瓶（4.1.4）中。燃烧期间烧瓶倒置以使液体封住底部，防止撒漏。燃烧结束后，转动烧瓶直立并在冷水流下轻轻摇动以迅速吸收所产生的氯化氢。吸收时间不少于20 min 后，打开燃烧瓶将吸收液转移至锥形瓶(4.1.5)中，冲洗燃烧瓶内壁3到5次，洗液并入锥形瓶中，加水至60ml左右。向锥形瓶中加入 1 g 硝酸钠（4.2.7）和 2.5 mL 硝酸（4.2.6）溶液。煮沸溶液 5 min，冷却。

5.2.2 测试步骤

在锥形瓶内放入磁力搅拌棒，放在磁力搅拌器（4.1.3）上。用电位滴定仪（4.1.2）实时测量溶液的电位，在溶液中插入电极，开始搅拌。用硝酸银标准滴定溶液（4.2.2）滴定，滴定至毫伏变化不大时为止。用电位滴定仪计算出消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积V。

空白试验，重复5.2.1和5.2.2步骤（不加试样），做空白燃烧试验。消耗的硝酸银滴定溶液体积记为V0。

5.3 试样的测定-红外光谱法

5.3.1 标准曲线

将PVC树脂和内标物（硫氰化钾）按照表1所列的质量（精确至0.0001g）分别加入到5个具塞玻璃瓶中，分别加入5mL四氢呋喃，迅速晃动片刻，然后放入超声震荡仪中超声处理，至少15min。

表1 PVC标准溶液的配制

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| PVC树脂质量/g | 0.25 | 0.3 | 0.35 | 0.4 | 0.45 |
| 硫氰化钾质量/g | 0.04 | 0.04 | 0.04 | 0.04 | 0.04 |

待PVC树脂完全溶解后，分别加入5mL丙酮，晃动后放入超声震荡仪中超声处理至全部溶解。对配制的每个浓度，准备5个红外光谱测试专用溴化钾片，将PVC溶液涂覆于溴化钾(事先经过背景扫描)片上，待溶剂挥发形成薄膜后立即进行红外测定，测定条件为4000cm-1~400cm-1，分辨率4cm-1，且在2110 cm-1~2010cm-1范围内的吸收峰不应出现明显的分裂现象。

对配制的每个浓度，计算内标物定量峰和PVC定量峰的吸光度比值: A内标/ APVC，5个数据求算术平均值。其中，内标物的吸光度（A内标）积分范围为2110 cm-1~2010cm-1；PVC的吸光度(APVC)积分范围为730cm-1~580cm-1。将各浓度以质量比为纵坐标, 吸光度比值A内标/ APVC为横坐标绘制标准工作曲线。每个浓度的5个数据其相对标准偏差（RSD）不应超过6%，标准工作曲线的线性回归系数(R)不小于0.99。

注1：制样时，尽量均匀的薄膜能使测定结果重复性更好。将少许溶液涂覆于直径为6mm左右的溴化钾片时，能使形成的薄膜更为均匀；

注2：如果因环境条件在进行上述操作时，不能满足吸收峰不分裂的条件，可以将试片放入70℃的烘箱，干燥处理2h,再进行红外测定。该结果仍应保持2110cm-1~2010cm-1范围内的吸收峰不出现明显的分裂现象；

注3：立即测定和经过70℃的烘干处理后测定为两种制样方法，制样方法不同对结果有极大影响，应保证同一标准曲线和应用该曲线的试样采用同种制样方法。

5.3.2 试样测定

将0.5g试样（准确至0.0001g）加入到具塞玻璃瓶中，加入5mL四氢呋喃，迅速晃动片刻，然后放入超声震荡仪中超声处理至少15min。

待试样中的PVC树脂完全溶解后，分别加入0.04g内标物（准确至0.0001g）和5mL丙酮，晃动后放入超声震荡仪中超声处理至全部溶解。

准备5个红外光谱测试专用溴化钾片，将试样溶液涂覆于上，待溶剂挥发形成薄膜后立即进行红外测定，测定条件为4000cm-1~400cm-1，分辨率4cm-1。在2110cm-1~2010cm-1范围内的吸收峰不应出现明显的分裂现象。

注1：制样时，尽量均匀的薄膜能使测定结果重复性更好。将少许溶液涂覆于直径为6mm左右的溴化钾片能使形成的薄膜更为均匀；

注2：如果因环境条件在进行上述操作时，不能满足吸收峰不分裂的条件，可以将试片放入70℃的烘箱，干燥处理2h,再进行红外测定。该结果仍应保持2110 cm-1~2010cm-1范围内的吸收峰不出现明显的分裂现象；

注3：立即测定和经过70℃的烘干处理后测定为两种制样方法，制样方法不同对结果有极大影响，应保证试样与标准工作曲线采用同种制样方法。

计算内标物定量峰和PVC定量峰的吸光度比值A内标/APVC，5个数据求算术平均值。内标物的吸光度A内标积分范围为2110 cm-1~2010cm-1；PVC的吸光度APVC积分范围为730cm-1~580cm-1。

#  数据处理

6.1结果计算

6.1.1 电位滴定法

样品中 PVC 含量按式（1）计算。

**………………（1）

式中：

ω（PVC）—试样中PVC含量（质量分数），%

C—硝酸银标准溶液的浓度，mol/L;

V—样品溶液消耗硝酸银标准溶液的体积，mL；

V0—空白溶液消耗硝酸银标准溶液的体积，mL；

m—称取试样的质量，g

 取平行试验结果的算术平均值为报告结果，结果计算保留小数点后一位。

6.1.2 红外光谱法计算

将5次测得的A内标/APVC平均值代入标准工作曲线中，计算得到内标物与该试样的质量比r，按式（2）计算。

………………（2）

式中：

ω（PVC）—试样中PVC含量（质量分数），%；

m内标 —加入试样中内标物的质量，mg；

m —试样质量,mg；

r —内标物与试样中PVC的质量比m测定（内标）/m测定（PVC）

6.2数据处理

6.2.1 试验结果取全部试样的试验数据的算术平均值，保留3位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的相对差值不超过5%。

6.2.2 计算值的修约方法采用GB/T 8170中规定的数值修约方法。

7 测试报告

7.1 测试报告的产品信息应至少包括以下内容

7.1.1 产品名称、产品批号及规格型号；

7.1.2 生产企业、委托单位及其它相关委托信息；

7.1.3 其它测试所需参数信息。

7.2 测试报告的过程信息应至少包括以下内容

7.2.1 测试期间的环境参数，包括温度、湿度及大气压；

7.2.2 试样的形状、尺寸和数量；

7.2.3 烘干试样的质量变化与对应时间。

7.3 测试报告的结果信息应至少包括以下内容

7.3.1 计算公式；

7.3.2 计算结果；

7.3.3 检测报告的批准人员、审核人员、检测人员；

7.3.4 检测日期。