
中国稀土学会标准

T/CSRE14002-2020

聚氯乙烯用稀土环保热稳定剂

Rare earth environmental heat stabilizer for polyvinyl chloride

2020-05-11 发布

2020-05-11 实施

中国稀土学会

发布

前 言

本标准按GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》规则编写。

本标准由中国稀土学会提出并归口。

本标准起草单位：广东炜林纳新材料科技股份有限公司。

本标准参加单位：广东德塑科技集团有限公司、佛山顾地塑胶有限公司。

本标准主要起草人：黄玉松、陈俊、叶盛、刘永华、梁麟枝、郑斐、李均立。

本标准为首次发布。

表 2 应用性能指标

项 目	指 标	
	软制品用稀土环保稳定剂	硬制品用稀土环保稳定剂
热稳定性（烘箱法），min	≥ 60	30
热稳定性（刚果红法） ^{a)} ，min	≥ 60	——
动态热稳定性（双辊动态法） ^{b)} ，min	≥ 30	——
动态热稳定性（流变动态法） ^{c)} ，min	≥ ——	20

注：a) 仅电缆料用稳定剂要求测试刚果红法热稳定性；
 b) 软制品用稳定剂采用双辊动态法测试动态热稳定性；
 c) 硬制品用稳定剂采用流变动态法测试动态热稳定性。
 根据客户要求生产其它系列牌号产品的要求应符合与客户约定的项目和指标的要求。

4 试验方法

4.1 外观的检验

在自然光下，以目视法判别所取样品的的外观。

4.2 挥发分的测定

按 GB/T 6284—2006 规定的方法进行。称量瓶：Φ 40 mm×25 mm；试样量为（4.5~5.0）g；在（105±2）℃下干燥 1 h。

4.3 灰分的测定

按 GB/T 7531—2008 规定的方法进行。灼烧温度：（800±20）℃；瓷坩埚：30 mL；试样量：1 g，准确至 0.0002 g。

4.4 氧化镧含量的测定

按 GB/T 26125-2011 中第 6 部分 X 射线荧光光谱法 (XRF) 规定的方法进行，测出镧元素含量，氧化镧含量按公式（1）计算：

$$R = \frac{La \times 325.81}{2 \times 138.9} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

R——氧化镧含量，%；

La——XRF 测试镧元素含量，%；

325.81——氧化镧摩尔质量，g/mol；

138.9——镧摩尔质量，g/mol。

4.5 铅含量的测定

按 GB/T 26125-2011 规定的方法进行。

4.6 镉含量的测定

按 GB/T 26125-2011 规定的方法进行。

4.7 热稳定性（烘箱法）的测定

4.7.1 原理

将用双辊塑胶机制成的样片置于热老化试验箱中，通过测定样片在热、氧的作用下随着时间样片颜色的变化来测试热稳定剂对 PVC 的热稳定性能。

4.7.2 仪器和设备

a) 双辊炼胶机：Φ 160 mm×320 mm，速比为 1:1.35；符合 GB/T 13577-2006 和 GB 20055-2006 的要求；

b) 老化试验箱：工作温度范围为（50~200）℃；符合 JB/T 7444-2018 的要求；

- c) 天平：分度值0.01 g；
- d) 研钵：Φ 200 mm；
- e) 表面温度计：分度值1 ℃；
- f) 秒表；
- g) 厚度计：精度0.02 mm。

4.7.3 测试条件

- a) 塑炼温度：软制品：(160±3) ℃；硬制品：(190±3) ℃；
- b) 静态老化试验温度：(180±1) ℃。

4.7.4 测试配方

4.7.4.1 软制品测试配方

- a) 聚氯乙烯(工业级，牌号：SG-5)：100 g；
- b) DOTP (工业级)：40.0 g；
- c) 环氧大豆油(工业级)：5.0 g；
- d) 试样：3.0 g。

4.7.4.2 电缆料测试配方

- a) 聚氯乙烯(工业级，牌号：SG-5)：100 g；
- b) DOTP (工业级)：40.0 g；
- c) 环氧大豆油(工业级)：5.0 g；
- d) 重钙碳酸钙(工业级，2500目)：25 g
- e) 轻质碳酸钙(工业级)：25 g
- f) 试样：4.0 g。

4.7.4.3 硬制品测试配方

- a) 聚氯乙烯(工业级，牌号：SG-5)：100 g；
- b) 活性轻质碳酸钙(工业级)：15 g；
- c) PE裂解蜡：0.5；
- d) 试样：4.0 g。

4.7.5 样片的制备

- a) 按4.7.4称取各组分(准确至0.01 g)，于研钵内研磨混合呈均匀后继续研磨2 min；
- b) 在双辊炼胶机上于(160±3) ℃(软制品) / (190±3) ℃(硬制品)下塑炼5 min，拉下塑化均匀的塑料薄片按压平整，并自然冷却至室温；
- c) 测量塑料薄片的厚度，厚度要求为(0.4~0.6)mm；
- d) 把塑料薄片沿拉出方向裁成约50 mm×50 mm的样片，样片的数量以满足检验要求为准。

4.7.6 试样状态调节

按 GB/T 2918—2018 规定的条件进行。

4.7.7 试验步骤

a) 打开老化试验箱电源，设定试验温度为180 ℃，开鼓风机、加热等控制开关，确定加热、控温、鼓风、旋转等功能正常；

b) 待老化试验箱温度升至设定值并稳定30 min后，快速将旋转架(已在同一平面上均匀地悬挂好样片)放入老化试验箱中，并开始旋转计时；

c) 每隔10 min取出一个样片，直至样片颜色明显变深(黑化)时为止。为了减少因取样打开老化试验箱的箱门造成试验温度的波动，可通过快速取样(最好在5 s内，最长不超过10 s)和取样时关闭、开启鼓风(开门之前关闭鼓风、关门后开启鼓风)等方法或手段进行；

d) 将取下的样片立即按压平整,并按取样的时间顺序贴于事先准备好的报告单上;

4.7.8 计算结果和表示

热稳定时间的确定:以样片从老化试验开始至样片颜色明显变深(黑化)的时间为热稳定时间。

4.8 热稳定性(刚果红法)的测定

按4.7.4称取各组分(准确至0.01 g),于研钵内研磨混合呈均匀后,继续研磨2 min。按GB/T 8815—2008规定的方法进行,测试温度200 ℃。

4.9 动态热稳定性(双辊动态法)的测定

4.9.1 试验条件

塑炼温度:(180±3) ℃;

4.9.2 试验步骤

a) 按4.7.4称取各组分(准确至0.01 g),于研钵内研磨混合呈均匀后,继续研磨2 min;

b) 在双辊炼胶机上于(180±3) ℃下塑炼,同时通过调整双辊间距控制塑料薄片的厚度为(0.2~0.4) mm;

c) 塑炼过程中每5 min从辊面裁取约50 mm×50 mm的样片,并压平;

d) 将按压平整的样片按取样的时间顺序贴于事先准备好的报告单上;

4.9.3 计算结果和表示

动态热稳定时间的确定:以样片从老化试验开始至样片颜色明显变深(黑化)的时间为热稳定时间。

4.10 动态热稳定性(流变动态法)的测定

4.10.1 仪器和设备

转矩流变仪:RM-200;

4.10.2 测试条件

a) 温度:(185±1) ℃;

b) 转速:30 rpm。

4.10.3 试验步骤

a) 按4.7.4称取各组分(准确至0.01 g),于研钵内研磨混合呈均匀后,继续研磨2 min;

b) 称取75.0 g混合样,于转矩流变仪中进行混炼;直至扭矩出现突变,即物料老化。

4.10.4 结果和表示

动态热稳定时间的确定:采用切线法分析,平行扭矩与扭矩突变曲线相切点为老化时间。

5 检验规则

5.1 组批

以用相同的原材料和生产工艺生产的同牌号产品为一检验批,每批产品不超过30 t。

5.2 抽样

5.2.1 采样单元数

按GB/T 6678—2003的规定确定采样单元数。

5.2.2 采样量

总采样量应满足检测及备检的需要。把样品等量分成两份,一份供检测用,一份保存备检。每份样品量至少为检验需要量的三倍。备检样品保存时间为12个月。

5.3 检验

5.3.1 出厂检验

5.3.1.1 产品出厂前进行检验,检验合格并附有合格证方可出厂。

5.3.1.2 出厂检验项目为:外观、挥发分、灰分、热稳定性(烘箱法)。

5.3.2 型式检验

型式检验项目为第3章全部项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品的试制定型鉴定；
- b) 当生产配方、材料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 产品停产三个月后，恢复生产时；
- d) 正常生产时，每年进行一次；
- e) 质量监管部门提出进行型式检验的要求时。

5.4 判定规则

检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的修约值比较法进行。检验结果中有任何一项不合格，则在同批产品中加倍抽样进行复检该不合格项，若复检仍不合格，则判定该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

包装上应有清晰、牢固的标志，内容包括生产企业名称、厂址、产品名称及商标、产品型号、产品标准号、生产日期、生产批号、净含量等。

6.2 包装

包装为塑料编织袋，内衬聚乙烯薄膜袋，每袋净含量为25 kg。如需特殊包装，供需双方另行协商。

6.3 运输

在运输过程中应有遮盖物，防止包装损坏，防止雨淋、受潮、曝晒和污染。

6.4 贮存

贮存于阴凉、通风、干燥处，防止雨淋、受潮和污染。

在符合本标准包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期为12个月。