

中国氯碱工业协会团体标准

《聚氯乙烯动态热稳定性试验 双辊开炼机塑炼法》

编制说明

(征求意见稿)

《聚氯乙烯动态热稳定性试验 双辊开炼机塑炼法》编制组

2023年9月

目次

| | |
|--|---|
| 一、工作简况 | 3 |
| 1.1 任务来源 | 3 |
| 1.2 制定背景 | 3 |
| 1.3 起草过程 | 3 |
| 二、标准编制原则、主要内容及其确定依据 | 4 |
| 2.1 编制原则 | 4 |
| 2.2 主要内容的论据 | 4 |
| 三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益 | 6 |
| 四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况 | 7 |
| 五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因 | 7 |
| 六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系 | 7 |
| 七、重大分歧意见的处理经过和依据 | 8 |
| 八、涉及专利的有关说明 | 8 |
| 九、实施标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议 | 8 |
| 9.1 组织措施 | 8 |
| 9.2 技术措施 | 8 |
| 十、其他应当说明的事项 | 8 |

《聚氯乙烯动态热稳定性试验 双辊开炼机塑炼法》编制说明

一、工作简况

1.1 任务来源

本标准项目根据中国氯碱工业协会（2023）协标委第 006 号《中国氯碱工业协会关于印发 2023 年第一批团体标准项目计划的通知》进行制定。标准名称《聚氯乙烯动态热稳定性试验 双辊开炼机塑炼法》。

1.2 制定背景

聚氯乙烯(PVC)由于分子链上存在叔碳氯原子、烯丙基氯原子等不稳定氯原子，导致受热时容易发生分解，为保证 PVC 混合料在使用过程中具有良好的加工性能和赋予 PVC 制品在受热环境下的使用要求，需要对 PVC 的热稳定性能进行评价。热稳定性能可分为静态热稳定性、动态热稳定性和残余热稳定性三类，其中，动态热稳定性是最能够体现出 PVC 树脂性能与其在后加工过程中的热稳定性的对应关系的性能，也是下游客户对 PVC 树脂的刚性需求。

目前评价动态热稳定性的方法主要有双辊塑炼法、转矩流变仪法和多次挤出法，但这三种评价方法目前都没有相关的国家标准，在标准化上，仅转矩流变仪法检测 PVC 材料热稳定时间的检测方法见于 JG/T 451-2014《建筑塑料门窗型材用未增塑聚氯乙烯共混料》附录 A（规范性附录）“PVC-U 共混料动态热稳定时间测试方法”的转矩流变仪法和（ASTM D2538-2002（2010）《用转矩流仪做聚乙烯（氯化乙烯）(PVC)化合物的熔化试验的标准操作规程》(Standard Practice for Fusion of Poly(vinyl Chloride)(PVC) Compounds Using a Torque Rheometer)。

因此亟需制定针对动态热稳定测定的方法标准，解决当下标准缺失的问题，促进行业健康可持续发展。团体标准在广泛实施后，有机会升级为国家标准，为国家标准的制定提供基本的应用数据支持。

1.3 起草过程

本文件主要起草单位：XX。

参与起草单位：XX

起草工作组主要成员：XX，共 X 名，具体工作如下：

XX全面负责主持和督导标准起草工作的开展和推进，制定项目工作计划，指导标准起草和统筹，对标准文本及其编制说明进行审查和确认工作。

XX主要负责组织项目工作计划的实施，开展标准关键技术内容的指导和专业技术咨询，以及标准起草工作组工作的分配和协调工作。

XX主要负责XX的指导和咨询，对标准文本内容提出修改意见和建议，参与标准校核确认工作。

XX主要负责根据拟定的工作计划，完成标准的文本编辑和专家意见汇总工作，根据专家意见和建议完成标准文本及其编制说明的编辑修改工作。

XX主要负责样品采集、检验工作，负责试验数据的收集整理以及数据验证工作。

起草阶段：根据标准制修订计划和要求，标准编写任务确立后，主编单位迅速成立标准起草组。起草组参照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》的要求，编制完成中国氯碱工业协会团体标准《聚氯乙烯动态热稳定性试验 双辊开炼机塑炼法》。

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

2.1 编制原则

根据中国氯碱工业协会标准化工作委员会《中国氯碱工业协会关于印发2023年第一批团体标准项目计划的通知》编制本标准，标准编写任务下达后，在编制过程中参照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》的相关格式和结构要求进行编写，同时，综合考虑目前氯碱企业动态热稳定性技术发展和下游试验情况，与现行法规、标准协调一致，从全局利益出发，本着统一、简化、协调、优化的原则，在征求各相关企业和行业内专家的意见后，完成中国氯碱工业协会团体标准《聚氯乙烯动态热稳定性试验 双辊开炼机塑炼法》的编制。

2.2 主要内容的论据

本文件规定了聚氯乙烯动态热稳定性试验的术语和定义、原理、试剂或材料、仪器设备、试验步骤和试验报告。

本文件适用于 SG3、SG5、SG7、SG8 型聚氯乙烯的动态热稳定性试验。

根据参编企业及中国氯碱工业协会反馈意见，编制组对标准内容做了如下修改：

1、对于 5.5 Ba-Zn 稳定剂，并没有明确阐述。如果需要使用钡锌稳定剂，是否可以考虑使用硬脂酸钡与硬脂酸锌的复合。再参考相应国标，进行阐述。

意见处理结果：不采纳，硬脂酸钡与硬脂酸锌不适合透明膜类制品，会影响材料透明度，且硬脂酸钙熔点为 175℃，不适合 7、8 型树脂测试温度。

2、对于 5.6 181 稳定剂，181 应该为有机锡稳定剂，但市面上挂名 181 牌号的有机锡稳定剂很多。如果一定要使用，是否可以考虑将其限定为具体的化学成分，比如甲基硫醇锡，再参考相应国标，进行阐述。

意见处理结果：采纳，修改为：热稳定剂采用硫醇甲基锡 181（产品标准：硫醇甲基锡 GB/T 26026-2010）。

3、对于 7.1 配方部分，作为评价标准，SG3 与 SG5 的增塑剂种类能否统一，是否一定要分别使用 DOP 与 DOTP。稳定剂是否也一定需要分别使用钡锌与有机锡。另外，在 SG5 实验中，环氧大豆油与群青的加入是否有必要。

意见处理结果：采纳，修改为：配方中增塑剂均采用环保增塑剂 DOTP，热稳定剂采用硫醇甲基锡 181，群青可不加入，但环氧大豆油的加入是必不可少，环氧大豆油具有外润滑及热稳定的作用，可以有效防止试验过程中的粘辊问题及制品韧性差的问题。

4、对于 7.3.8。关于雾度计的使用，参数中，是否可以以国标为标准，而非美标 ASTM。对于各种设置，能否有更加明确的阐述，或直接参照国标，或仪器生产厂家的操作说明。

意见处理结果：采纳，修改为：标准雾度仪行业主流标准 ASTM D1003(相当于雾度国标 GB/T 2410)标准和 ISO 14782/13468) 标准。

5、对于 8.2 数据分析法，能否列举实例，或是有相应的标准作为支撑。现在的阐述较为宽泛。

意见处理结果：采纳，修改为：具体示例可参考论文：王宏叶等.《双辊开炼机塑炼法测试 PVC 树脂动态热稳定性》[J]，聚氯乙烯，2023 年 5 月第 51 卷第 5 期。

6、助剂种类建议尽量少一些，使用纯品，建议增塑剂用 DOP，热稳定剂用硬脂酸钡、硬脂酸锌等纯品，这样可以控制助剂变量，例如环氧大豆油，不同型号型号、不同厂家产品纯度差异太大。

意见处理结果：不采纳，硬脂酸钡与硬脂酸锌不适合透明膜类制品，会影响材料透明度，且硬脂酸钙熔点为 175℃，不适合 7、8 型树脂测试温度；DOP 不环保，增塑剂采用 DOTP。

7、配方助剂，建议不同型号的产品助剂配方一样，仅改变温度，SG3 温度 195℃，SG5 温度 190℃，SG7185℃，SG8180℃。

意见处理结果：采纳，通过试验，配方调整为：

3 型：100gPVC+35gDOTP+5gESO+1.2g181+0.2g 硬脂酸，185℃；

5 型：100gPVC+35gDOTP+5gESO+1.2g181+0.2g 硬脂酸，180℃；

7、8 型：100gPVC+25gDOTP+5gESO+1.2g181+0.5g 硬脂酸，170℃。

8、塑炼时间 40min 有点太长，建议到 30min。

意见处理结果：采纳。

9、雾度、透光率及黄度测试应该应用相关标准文件号。

意见处理结果：采纳，修改为：采用 GB/T 2410 及 GB/T 39822 中规定的方法对试样的雾度、透光率、黄度指数进行测试。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

标准的实施将有助于氯碱企业及时掌握企业聚氯乙烯树脂产品的质量情况，无需到下游客户手中使用即可预判产品的使用效果，提前做好聚合配方、工艺参数的调节准备，减少出厂质量事故，同时又可以为下游客户在树脂使用过程中出现的问题提供专业的调整指导。标准提供了详细的测试指标、测试步骤及操作指南，帮助企业及时发现并解决潜在的质量问题，从而有效避免质量事故的发生。标准的实施将解决当下氯碱行业标准缺失的问题，促进行业健康可持续发展。标准的实施还将推动氯碱企业不断加强自身质量监测、管理的自觉性，提高质量管理水平，不断完善质量管理机制，推动企业聚氯乙烯树脂生产的质量管理体系向更高层次发展，增强企业在行业中的竞争力。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准制定过程未检索到国际标准或国外先进标准，标准水平达到国内先进水平。

为了验证本标准方法的可靠性，分别取同一批次聚氯乙烯混合样不同塑化时间的 PVC 试样测试其雾度、透光率、黄度指数 3 次，记录结果，计算标准偏差，结果如下表所示：

表 1 标准可靠性验证实验数据

| 样品 | 时间/min | 平行试验 | 光源 | Haze 雾度 | Total Tran 透光率 | YI 黄度 |
|------|--------|------|------|------------|-------------------|----------|
| 样品 A | 5 | 1 | C/2° | 2.65 | 85.40 | -2.17 |
| | | 2 | | 2.66 | 85.38 | -2.16 |
| | 10 | 1 | C/2° | 4.22 | 85.01 | -1.89 |
| | | 2 | | 4.22 | 85.02 | -1.88 |
| | 15 | 1 | C/2° | 4.02 | 84.54 | -1.64 |
| | | 2 | | 4.01 | 84.56 | -1.63 |
| | 20 | 1 | C/2° | 4.21 | 84.63 | -1.03 |
| | | 2 | | 4.21 | 84.61 | -1.02 |
| | 25 | 1 | C/2° | 4.93 | 84.44 | -0.79 |
| | | 2 | | 4.92 | 84.46 | -0.80 |
| | 30 | 1 | C/2° | 5.40 | 84.10 | -0.65 |
| | | 2 | | 5.41 | 84.11 | -0.65 |

通过重复试验验证，发现不同塑化时间的 PVC 试样的测试结果均出现较好的再现性，精确度好，标准可作为 PVC 树脂动态热稳定性的评价方法。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

本标准无可参考采用的相关国际国外先进标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准充分参照相关国家标准进行制定，不违背现行相关法律、法规和强制性标准。本标准在编制过程中，有关条款参照了现有国家标准、行业标准和团体标准，尽量避免重复，力求简化，特别是强制性标准的内容，与现行法律、法规、政策及相关标准协调一致。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利。

九、实施标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

9.1 组织措施

建议标准发布后 3 个月实施。标准发布实施后，建议氯碱行业领域的企业、机构、协会、网站对标准进行宣传和报道，提高标准的认知程度，推荐氯碱行业各相关科研机构、生产企业，在采用双辊开炼机对聚氯乙烯树脂进行动态热稳定性测试时以本文件作为依据和规范。

9.2 技术措施

本标准发布实施后，建议及时开展针对氯碱企业在采用双辊开炼机对聚氯乙烯树脂进行动态热稳定性测试时的专业培训，使其准确把握和应用本文件，重视标准使用过程中出现的问题，及时组织相关专家进行研讨和解决，以更好的指导氯碱企业开展树脂动态热稳定性测试工作。

十、其他应当说明的事项

无。

《聚氯乙烯动态热稳定性试验 双辊开炼机塑炼法》编制组

2023 年 9 月