附件

GB/T 24282—××××《塑料 聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定》

编 制 说 明

中国石化北京燕化高科技术有限责任公司
标准制定工作组

2020-09-01

《塑料 聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定》
编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

《塑料 聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定》国家标准的制定工作由中国石化北京燕化高科技术有限责任公司负责。该标准列入工业和信息化部 2019 年第二批国家标准制修订计划， 2019 年下达计划，计划号为 20191209-T-606 。参加该标准制定的单位有：中国石化北京化工研究院、陕西延长中煤榆林能源化工有限公司、东华能源股份有限公司、神华宁煤集团等单位。

标准归口单位为全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会（SAC/TC15/SC1）。

标准修订起止时间为 2019 年～2020 年。

2. 标准修订的工作内容

2.1. 国内外相关分析测定情况及标准情况调研

起草单位对国内外有关聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定标准情况进行了调研,具体见表 1。

表 1 国内外有关《聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定》标准情况表

序号		标 准 名 称
国外主要标准	1	ISO 16152：2005 塑料-聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定
	2	ASTM D5492-2017 聚丙烯中二甲苯可溶物含量的标准测定方法
国内标准	1	GB/T 24282-2009 塑料-聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定

目前主要的国外标准是 ISO 16152:2005 和 ASTM D5492-2017。其中 ASTM D5492 标准是在 1998 年由道化学公司提出并负责制定的标准，并在 2001 年由道化学公司负责将该标准转化为 ISO 16152。国标 GB/T24282-2009 塑料-聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定是修改采用 ISO16152：2005 制定。这三个标准在主要技术内容上差异基本一致，在 ASTM D5492 标准中，增加了较多的“注”对要求进行解释和提示。

现行国标标准 ISO 16152:2005、ASTMD5492 以及 GB/T 24282-2009，是用二甲苯试剂对样品进行溶解、结晶分离、蒸发、干燥，获得二甲苯可溶物的手动化学分析方法，方法原理简单，但方法是基本采用手动操作，样品溶解、过滤等过程耗时较长，试验人员工作强度大；试验过程，特别二甲苯蒸发的过程有一定量二甲苯挥发至实验室环境中，对操作人员有一定的危害风险。

经调研，目前国内国际聚丙烯生产及应用企业对二甲苯可溶物的检测、生产监控很多厂家使用了仪器方法进行，一种是全自动仪器分析法，设计使用红外光谱检测器进行溶解后、结晶分离后不同组分的溶液进行分析检测，实现仪器全自动获得聚丙烯中二甲苯可溶物的含；另一种是低分辨率脉冲核磁共振法。两种仪器法自动化程度均较高，试验时间短，数据的重复性好。同时仪器法的使用，不仅能较好地满足研发、质控和工艺调整过程中监控聚丙烯中二甲苯可溶物的需要，而且更符合健康安全的需要。

全自动测定聚丙烯二甲苯可溶物仪器推向市场以来，受到了国内外聚丙烯研发和生产单位的欢迎，在欧洲北欧化工全自动仪器方法获得了应用；在国内也有多台全自动仪器，主要分布在中国石化、中国石油、煤化工等龙头企业以及台塑聚丙烯事业部，在科研和生产中发挥了很大的作用，具体包括：中石化北京化工研究院、中石化燕山石化分公司、中石化扬子石油化工股份有限公司研究院、中石化镇海炼化分公司、中国石油石油化工研究院、中国石油大庆炼化公司、蒲城清洁能源化工有限责任公司、青岛万华等企业。

低分辨率脉冲核磁共振谱仪是通用型仪器，在食品、化工、石化、化纤、皮革等行业的 QA/QC 有充分的应用，具有快速、准确、操作简便和环保(无溶剂污染)的优点；在国内已有不少于 50 台仪器在化工企业得到应用，可适于聚丙烯等规指数、二甲苯可溶物等项目的测定，在国内外已得到广泛应用。多家企业已经将低分辨率脉冲核磁共振法用于聚丙烯等规指数、聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定，如神华宁煤集团、河南洛阳石化聚丙烯有限公司、中石化岳阳长岭分公司化验室、上海金山石化、湖南长盛石化公司、大庆炼化和兰州石化等。

仪器法的关键是根据要求使用基准化学溶解分离法获得系列已知二甲苯可溶物含量的聚丙烯参考样品进行仪器方法工作曲线的建立。

本标准需要各生产企业和行业相关单位积极采用并推广。该标准的制定规范了国内聚丙烯中二甲苯可溶物含量的测定方法。本标准的制定及使用对聚丙烯产品有可比较的性能数据将起到积极的作用，对企业尽快适应世界统一的大市场，增强企业的竞争力将起到推动作用。

2.2 标准修订的工作过程

2.2.1 2019 年 1 月 成立了标准制定的工作组。

2.2.2 2019 年 2 月~3 月 进行了相关国内外标准情况的调研，并对 ISO 16152:2005、ASTM D5492-2017 以及 GB/T 24842-2009 标准方法进行了比对，同时对聚丙烯行业相关生产单位、研究单位进行相关测试标准的使用情况以及聚丙烯中二甲苯可溶物测试项目的分析检测情况，新方法、新仪器的使用情况。

起草单位编写了标准制定的工作方案和标准草案稿。于 2019 年 3 月 21 日在北京塔里木石油酒店召开了国家标准修订工作会议。参加会议的有中国石化、中国石油、中海油、煤化工所属聚丙烯生产企业、研究院所、塑料测试仪器生产及代理公司、全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会（SAC/TC15/SC1）秘书处等 19 家单位的 26 位代表。经过参加会议单位的讨论和协商，达成以下一致意见：

1）标准增加两种仪器方法，一种是全自动仪器分析法，设计使用红外光谱检测器进行溶解后、结晶分离后不同组分的溶液进行分析检测，实现仪器全自动获得聚丙烯中二甲苯可溶物的含；另一种是低分辨率脉冲核磁共振法，同意对不同的仪器方法进行验证。

2）同意起草单位提出的初步工作方案，并讨论确定了验证试验用样品，确定了参加试验的单位。

3）会后由起草单位负责收集和分发样品，起草单位负责完成试验验证，并组织进行精密度试验工作。

4）对于小核磁方法，不同状态（如粒料、粉料）、不同结构特点（如均聚聚丙烯、共聚聚丙烯等）样品建立各自的参考标线是应该的。

2.2.3 2019 年 4 月~5 月，由起草单位收集 6 个实验样品，分别包括均聚聚丙烯、无规共聚聚丙烯和嵌段共聚聚丙烯，同时起草单位进行了部分验证试验。

2.2.4 2019 年 6 月~12 月，起草单位以及各参加实验室进行试验，由起草单位负责对数据进行了收集、汇总，完成初步试验报告。

2.2.5 2020 年 1 月~5 月，补充试验数据。

同补充了“青岛万华”实验室进行了 6 个样品的全自动仪器法以及现有标准手动法的试验；

补充了“上海石化”进行了 6 个样品的全自动仪器法试验；

同时对统一 5 个参考样品在 4 家实验室进行了统一参考标线，进行小核磁法的比对试验。

2.2.6　2020 年 6 月~8 月，合并补充试验结果，进行数据分析处理，进行精密度的计算分析，编制、修改标准征求意见稿、标准编制说明、标准试验报告

2.2.7　2020 年 9 月，起草单位在上述工作基础上编写了完善标准征求意见稿等送审材料。

2.2.8

二、主要修订的原则和主要内容

1．标准修订的原则

本标准的修订是以“先进性、科学性和适用性”为原则。

在聚丙烯的生产过程中，特别是共聚聚丙烯的生产过程中，对聚丙烯中二甲苯可溶物的分析测定越来越受到关注，两种仪器法的应用，自动化程度均较高，试验时间短，数据的重复性好。能较好地满足研发、质控和工艺调整过程中聚丙烯中二甲苯可溶物的监控需要，同时更符合健康安全的需要。

本标准修订适应科技进步，为聚丙烯中二甲苯可溶物的测定提供了新的测试方法。

2．标准修订工作的主要内容

根据标准修订立项论证的结果，该标准的修订，在原版标准 GB/T24282-2008 方法（以下简称液体法）的基础上，添加 2 种仪器方法来测定二甲苯可溶物的含量，一是全自动仪器方法测定二甲苯可溶物（以下简称全自动法），设计使用红外光谱检测器进行溶解后、结晶分离后不同组分的溶液进行分析检测，实现仪器全自动获得聚丙烯中二甲苯可溶物的含量；二是低分辨率脉冲核磁共振法（以下简称小核磁法），因此试验研究验证工作包括如下内容，具体内容见试验报告。

（1）　样品的二甲苯可溶物含量的测定及参考的选择；

（2）　全自动法二甲苯可溶物测定研究及参考标线的建立；

（3）　小核磁法二甲苯可溶物测定研究参考标线的建立；

（4）　试验室内不同仪器法样品测试比对试验；

（5）　三种方法的不同试验室间的比对试验。

（6）　精密度试验及分析。

三、主要验证试验

验证试验详见试验报告。

四、国外标准采用情况及与国外产品对比情况

目前国外主要标准有 ISO16152：2005《Plastics. Determination of xylene-soluble matter in polypropylene》， ASTM D5492-2017《Standard Test Method for Determination of Xylene Solubles in Propylene Plastics》，技术内容基本一致，细节稍有差异。同时 2 个标准均是是二甲苯试剂对样品进行溶解、结晶分离、蒸发、干燥，获得二甲苯可溶物的手动化学分析方法，方法原理简单，但方法是采用手动操作。

五、作为强制性标准或推荐性标准的建议

推荐性行业标准。

六、与有关的现行法律、法规、政策及相关标准的协调性

本标准的制定符合国家相关的产业振兴规划和现行的法律、法规。因本标准修订增加的测试部分，也不涉及知识产权等问题。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、贯彻实施标准的措施和建议

建议在相关行业会议上介绍该标准的内容，使业内各企业熟悉该标准。

九、修订或废止其他有关标准的建议及说明

无。

十、其它应予说明的事项

无。