

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3298—2012

进出口乙烯-丙烯共聚物中丙烯单元 含量的测定方法 红外光谱法

**Determination of propylene units in ethylene-propylene copolymer for
import and export—Infrared spectroscopy method**

2012-10-23 发布

2013-05-01 实施

中华人民共和国发布
国家质量监督检验检疫总局



前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：华正江、叶佳楣、俞雄飞、林振兴、徐善浩、任飞。

进出口乙烯-丙烯共聚物中丙烯单元含量的测定方法 红外光谱法

1 范围

本标准规定了采用红外光谱测定进出口乙烯-丙烯共聚物中丙烯单元含量的方法。

本标准适用于丙烯单元含量(质量分数)在82%~96%之间的进出口乙烯-丙烯共聚物中丙烯单元的定量测试。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 2547 塑料 取样方法

GB/T 8170 数值修约规则和极限数值的表示和判定

3 方法提要

试样经热压成膜后,进行红外光谱透射扫描,记录其红外吸收谱图,分别测量谱图在 $1\ 165\text{ cm}^{-1}$ ± 5 cm^{-1} 和 720 cm^{-1} ± 10 cm^{-1} 处的吸收带面积。并通过由已知丙烯单元含量的标准样品得到的校准公式计算出丙烯单元含量。

4 试剂和材料

4.1 不锈钢板:2块,表面平整,光滑,厚度1 mm~2 mm,正方形或圆形,边长或直径约5 cm。

4.2 纸片:厚度0.1 mm~0.15 mm,正方形或圆形,边长或外径和不锈钢板一致,中心圆孔内径1.0 cm。

5 仪器和设备

5.1 傅里叶变换红外光谱仪:波数范围 400 cm^{-1} ~ $4\ 000\text{ cm}^{-1}$,分辨率 4 cm^{-1} 。

5.2 电加热烘箱:最高使用温度不低于200 °C,温度波动范围±5 °C。

5.3 压片机:最高工作压力不低于30 MPa。

5.4 天平:感量1 mg。

6 取样

按产品标准规定的取样方法抽取样品。如产品标准中没有取样说明,按GB/T 2547取得代表性样品。

7 分析步骤

7.1 试样制备

如待测试样为颗粒或粉末,可采用压片机在室温下将其压成片状。

在其中一块不锈钢板上放置纸片,并使纸片和不锈钢板重叠不偏离,在纸片的中心圆孔中放入 $0.012\text{ g}\sim0.017\text{ g}$ 片状试样,在上面叠加另一块不锈钢板,并使纸片和不锈钢板重叠不偏离。得到类似“三明治”的不锈钢压层。将其放入 $190\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温电热烘箱内,关闭箱门,5 min后,迅速取出该压层,并使用压片机在其中心位置对其进行加压,使其压力达到 20 MPa ,在保持压力的情况下冷却至室温,去除压力,打开不锈钢板,得到试样膜片。

注 1: 根据纸片厚度的不同,在 $0.012\text{ g}\sim0.017\text{ g}$ 之间确定合适的试样量。

注 2: 也可采用红外光谱仪专用热压成膜机制备厚度在 $0.1\text{ mm}\sim0.15\text{ mm}$ 之间的试样膜片。

7.2 谱图测量

在透射模式下,依次采集 $400\text{ cm}^{-1}\sim4 000\text{ cm}^{-1}$ 波数范围内的红外背景吸收谱图和试样吸收谱图,扫描次数不低于32次,谱图不应进行平滑处理。分别计算试样谱图在 $1 165\text{ cm}^{-1}\pm5\text{ cm}^{-1}$ 和 $720\text{ cm}^{-1}\pm10\text{ cm}^{-1}$ 处的吸收带面积,其中 $1 165\text{ cm}^{-1}$ 谱带的基线范围在 $1 195\text{ cm}^{-1}\pm5\text{ cm}^{-1}\sim1 125\text{ cm}^{-1}\pm5\text{ cm}^{-1}$ 之间, 720 cm^{-1} 谱带的基线范围在 $700\text{ cm}^{-1}\pm5\text{ cm}^{-1}\sim750\text{ cm}^{-1}\pm5\text{ cm}^{-1}$ 之间。吸收带面积按GB/T 8170修约至小数点后2位。典型的乙烯-丙烯共聚物定量红外谱图(局部)见图1。

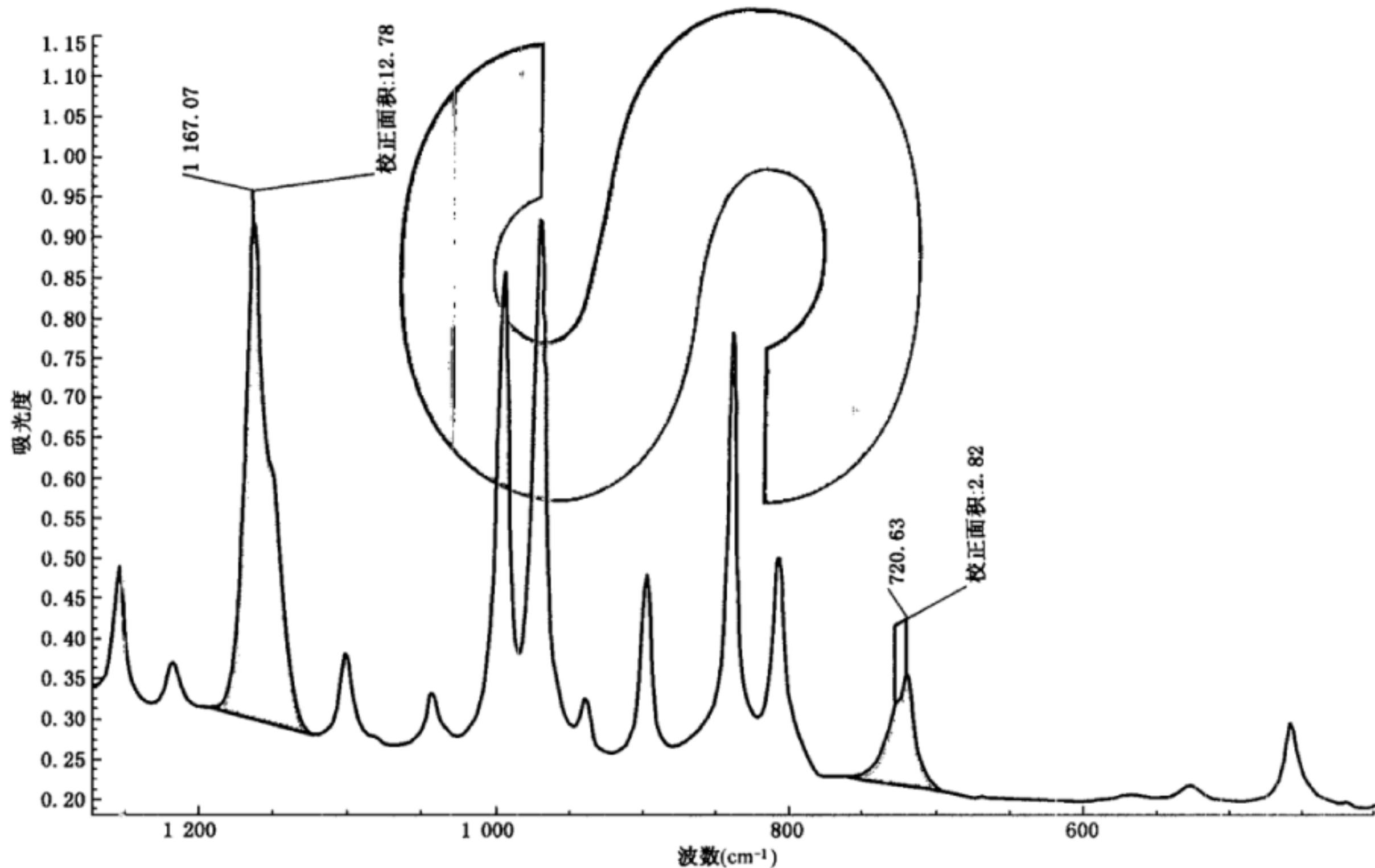


图 1 乙烯-丙烯共聚物定量红外谱图(局部)

8 结果计算

试样中丙烯单元含量按式(1)计算：

式中：

X ——试样中丙烯单元含量(质量分数), %;

S_{1165} ——试样谱图中 1165 cm^{-1} 处吸收谱带(丙烯聚合链节特征吸收谱带)的积分面积;

S_{720} ——试样谱图中 720 cm^{-1} 处吸收谱带(乙烯聚合链节特征吸收谱带)的积分面积;

4.63 ——常数,校准曲线的斜率;

64.00 —— 常数, 校准曲线的截距。

取两次平行测试结果的平均值，并按 GB/T 8170 修约至小数点后 1 位。

9 精密度(95%置信度)

9.1 重複符

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的检测方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对偏差不大于 2%。

9.2 再现性

在不同实验室,由不同操作者使用不同设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对偏差不大于 3%。

中华人民共和国出入境检验检疫

行业标准

进出口乙烯-丙烯共聚物中丙烯单元

含量的测定方法 红外光谱法

SN/T 3298—2012

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7千字

2013年3月第一版 2013年3月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-24796 定价 14.00 元



SN/T 3298-2012