SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0842—2000
idt ISO 8985:1998

进出口乙烯/乙酸乙烯酯共聚物中乙酸乙烯酯含量的测定

Determination of vinyl acetate content of ethylene/vinyl acetate copolymer for import and export

2000-06-22 发布　　2000-11-01 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局　发布

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准

进出口乙烯/乙酸乙烯酯共聚物中乙酸乙烯酯含量的测定

SN/T 0842—2000

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
电　　话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
版权专有　不得翻印
*

开本 880×1230　1/16　印张 1/2　字数 7 千字
2000 年 9 月第一版　2000 年 9 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号：155066·2-13249　定价 6.00 元

前　言

为使进出口乙烯/乙酸乙烯酯共聚物的检测技术与国际水平一致，以尽快适应国际贸易、经济交往和技术交流的需要，本标准等同采用国际标准 ISO 8985:1998《塑料—乙烯/乙酸乙烯酯共聚物(EVA)热塑性塑料—乙酸乙烯酯含量的测定》。

该国际标准包括二类方法，第一类为参比方法，第二类为试验方法，试验方法必须经参比方法校准始可采用。根据进出口乙烯/乙酸乙烯酯共聚物检验的实际情况，本标准仅等同采用该国际标准的第 1 章范围、第 2 章引用标准和第 3 章参比方法，各章中的条号及内容不变。同时，在编制过程中，还结合引用了 ISO 4613-1:1993《塑料—乙烯/乙酸乙烯酯共聚物热塑性塑料(EVA)—第 1 部分：命名》。

本标准的制定可为进出口乙烯/乙酸乙烯酯共聚物实施检验提供检测依据，也可供国内生产企业和使用单位采用。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：章晓氢、毛又军。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是世界性的国家标准学会(ISO 成员团体)的联合机构。

制订国际标准的工作通常由 ISO 技术委员会进行。对已设立技术委员会的科目感兴趣的成员团体都有权派代表参加该技术委员会。与 ISO 有联系的国际组织(政府的和非政府的)也可参加这项工作。关于电工标准化的所有问题,ISO 与国际电工委员会(IEC)紧密协作。

技术委员会所采纳的国际标准草案分发给各成员团体进行表决,要求至少 75%的成员团体投票同意才能作为国际标准发布。

国际标准 ISO 8985 是由 ISO/TC61 塑料技术委员会 SC9 热塑性材料分会制定的。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

进出口乙烯/乙酸乙烯酯共聚物中乙酸乙烯酯含量的测定

SN/T 0842—2000
idt ISO 8985:1998

Determination of vinyl acetate content of ethylene/vinyl acetate copolymer for import and export

1 范围

本标准规定了乙烯/乙酸乙烯酯共聚物(EVA)中乙酸乙烯酯(VA)含量的测定方法。

本标准适用于乙烯/乙酸乙烯酯共聚物中乙酸乙烯酯含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

ISO 4799:1978 实验室玻璃器皿—冷凝器

3 测定方法

3.1 方法1:水解-返滴定法

3.1.1 原理

将试料溶解在二甲苯中,用氢氧化钾-乙醇溶液水解乙酸酯基团。加入过量硫酸或盐酸,以酚酞作指示剂,用氢氧化钠标准溶液返滴定过量的酸。

3.1.2 试剂

分析过程中,只能使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1.2.1 二甲苯。

3.1.2.2 硫酸:约 5 g/L,或盐酸:约 3.7 g/L。

3.1.2.3 氢氧化钾:约 5.6 g/L 乙醇溶液。

将 5.6 g 固体氢氧化钾溶解在 500 mL 乙醇中,并以乙醇稀释至 1 000 mL,静置过夜,轻轻倒出澄清溶液。

3.1.2.4 氢氧化钠标准溶液:0.1 mol/L。

3.1.2.5 酚酞指示剂:0.7 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇中。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 滴定管:碱式,50 mL。

3.1.3.2 移液管:25 mL,30 mL。

3.1.3.3 锥形瓶:具塞,300 mL。

3.1.3.4 回流冷凝器:至少 500 mm 长,符合 ISO 4799 要求。

3.1.3.5 加热装置:砂浴、油浴或套式电热器,可调温至 200℃。

3.1.3.6 分析天平:可精确至 0.000 1 g。

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 2000-06-22 批准　　2000-11-01 实施

3.1.4 分析步骤

3.1.4.1 按表1所示称样量称取干燥试料(精确至0.000 1 g)于锥形瓶中,每粒试料的质量应小于约0.05 g。

表1 称样量

乙酸乙烯酯含量估计值 w,%	试料近似质量,g
$w \leqslant 10$	1
$10 < w \leqslant 20$	0.5
$20 < w \leqslant 40$	0.3
$40 < w$	0.2

当分析未知样品时,按乙酸乙烯酯含量20%～40%的称样量进行预测试。

3.1.4.2 加入50 mL二甲苯于锥形瓶中,用移液管加入25 mL氢氧化钾溶液,装上回流冷凝器,在调温至200℃的加热装置上回流2 h。完全水解后,取下锥形瓶,冷却至室温。用移液管加入30 mL硫酸或盐酸溶液,加塞剧烈振摇。加入数滴酚酞指示剂,边摇动边滴加氢氧化钠标准溶液滴定过量的酸。

3.1.4.3 在测定试料的同时,用同样的操作步骤和试剂进行不加试料的空白试验。

3.1.5 分析结果的表述

3.1.5.1 乙酸乙烯酯(VA)含量以质量百分数 x_1 表示,由式(1)给出:

$$x_1 = \frac{0.086\ 09(V_1 - V_2)c_1}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中:V_1——试料测定中消耗氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

V_2——空白试验中消耗氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

c_1——氢氧化钠标准溶液的实际浓度,mol/L;

m——试料的质量,g;

0.086 09——1 mmol乙酸乙烯酯的质量,g。

3.1.5.2 进行两次测定。若两次结果之差超过1%,重做试验;如不超过1%,以两次测定的算术平均值报告结果。

3.1.6 试验报告

试验报告应包括下列几项:

——注明采用本标准和所用的方法;

——样品的详细标识;

——按3.1.5.2表示的结果。

3.2 方法2:皂化-电位滴定法

3.2.1 原理

将试料溶解在二甲苯和正己醇混合溶液中,用氢氧化钾-乙醇溶液水解乙酸酯基团。加入丙酮以防止共聚物沉淀。用盐酸标准溶液电位滴定过量的碱。

3.2.2 试剂

分析过程中,只能使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.2.2.1 二甲苯。

3.2.2.2 正己醇。

3.2.2.3 氢氧化钾:约28 g/L乙醇溶液。

3.2.2.4 丙酮。

3.2.2.5 盐酸标准溶液:0.3 mol/L。

3.2.2.6 氯化锂:40 g/L乙醇溶液。

3.2.3 仪器

3.2.3.1 电位滴定仪：带有容量为 10 mL 的滴定管(刻度为 0.02 mL)，毫伏计或其他合适的伏特计，玻璃指示电极，盛有氯化锂-乙醇溶液的 Ag/AgCl 参比电极、盐桥和烧杯。

其他合适的电位滴定仪均可使用。

3.2.3.2 滴定管：碱式，5 mL。

3.2.3.3 移液管：10 mL。

3.2.3.4 锥形瓶：100 mL。

3.2.3.5 回流冷凝器：至少 300 mm 长，符合 ISO 4799 要求。

3.2.3.6 加热装置：砂浴、油浴或套式电热器，可调温至约 200℃。

3.2.3.7 分析天平：可精确至 0.000 1 g。

3.2.3.8 电磁搅拌器。

3.2.4 分析步骤

3.2.4.1 按表 2 所示称样量称取干燥试料(精确至 0.000 1 g)于锥形瓶中，每粒试料的质量应小于约 0.05 g。

表 2 称样量

乙酸乙烯酯含量估计值 w，%	试料近似质量，g
$w \leqslant 2$	1
$2 < w \leqslant 5$	0.5
$5 < w \leqslant 30$	0.2
$30 < w$	0.1

当分析未知样品时，按乙酸乙烯酯含量 5%～30%的称样量进行预测试。

3.2.4.2 加入 25 mL 二甲苯于锥形瓶中，用移液管加入 10 mL 正己醇，用滴定管加入 5 mL 氢氧化钾溶液，装上回流冷凝器，在加热装置上保持沸腾回流 30 min。完全水解后，移开加热装置，冷却 5～6 min。从冷凝器顶部加入 35 mL 丙酮，取下锥形瓶，置于电磁搅拌器上。把玻璃电极和盐桥的一端浸入锥形瓶的溶液中，把盐桥的另一端和 Ag/AgCl 参比电极浸入装有氯化锂-乙醇溶液的烧杯中。

在搅拌条件下，用盐酸标准溶液进行电位滴定，直到出现第一次电位降。当接近终点时，每次滴加 0.04～0.06 mL。到达终点时，读取电位滴定仪上的毫伏值和滴加的盐酸标准溶液体积。

滴定终点是在出现最大电位变化时加入的盐酸标准溶液体积。如果出现两个电位变化大的点，取第一个点作为滴定终点。滴定终点也可以作图确定。

3.2.4.3 在测定试料的同时，用同样的操作步骤和试剂进行不加试料的空白试验。作滴定曲线，取滴定曲线迅速上升部分的中点为滴定终点。

3.2.5 分析结果的表示

3.2.5.1 乙酸乙烯酯(VA)含量以质量百分数 x_2 表示，由式(2)给出：

$$x_2 = \frac{0.086\ 09(V_3 - V_4)c_2}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：V_3——空白试验中消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

V_4——试料测定中消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

c_2——盐酸标准溶液的实际浓度，mol/L；

m——试料的质量，g；

0.086 09——1 mmol 乙酸乙烯酯的质量，g。

3.2.5.2 进行两次测定。若两次结果之差超过 1%，重做试验；如不超过 1%，以两次测定的算术平均值报告结果。

3.2.6 试验报告

试验报告应包括下列几项：

——注明采用本标准和所用的方法；

——样品的详细标识；

——按 3.2.5.2 表示的结果。

版权专有　不得翻印

*

书号：155066·2-13249

定价：　6.00 元