

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4375—2015

塑料树脂过氧化值的测定

Determination of the peroxide value of the plastic resin

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发布



前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邬蓓蕾、罗川、金樱花、徐善浩、叶佳楣、张樱。

塑料树脂过氧化值的测定

1 范围

本标准规定了聚乙烯、聚丙烯和聚苯乙烯树脂过氧化值的滴定测定方法。

本标准适用于聚乙烯、聚丙烯和聚苯乙烯树脂过氧化值的测定,检出限为 0.50 mmol/kg。

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 601 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数字的表示和判断

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

过氧化值 peroxide value

I_p

1 000 g 样品中包含的活性氧的毫摩尔数。

4 方法提要

试样用氯仿/乙酸混合溶液溶解后,加入过量的碘化钾溶液,用标准硫代硫酸钠溶液滴定,计算得到样品过氧化值。

5 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

5.1 氯仿。

5.2 乙酸。

5.3 氯仿/乙酸混合溶液:按照 2 : 3 的体积比混合。

5.4 饱和碘化钾溶液:将 14 g 碘化钾加入 10 mL 水,保证有不溶性结晶存在,密封避光保存。

5.5 硫代硫酸钠溶液(0.1 mol/L):按照 GB/T 601 要求配制和标定。

5.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.01 mol/L):由 5.5 准确稀释 10 倍得到。

5.7 淀粉溶液:1 g 可溶性淀粉,加入 5 mL 水溶解,在不断搅拌的情况下,加入 100 mL 沸水,搅拌至透明。

6 仪器和设备

- 6.1 锥形瓶:250 mL,具塞。
 - 6.2 分析天平:感量 0.1 mg。
 - 6.3 滴定管:A 级,符合 GB/T 12805 规定。

7 样品处理

- 7.1 准确称取 5 g 样品(精确到 0.1 mg), 加到 250 mL 具塞锥形瓶(6.1)中, 加入 30 mL 氯仿/乙酸混合液(5.3), 塞上塞子, 常温下振荡, 使得样品表面的活性氧溶解到溶液中。

7.2 加入 0.5 mL 饱和碘化钾(5.4)溶液, 手摇振荡 1 min 后, 加入 30 mL 水, 加入 5 mL 淀粉溶液(5.7), 用 0.01 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.6)滴定, 开始的时候缓慢滴加, 用力振荡, 直到颜色明显变浅, 至黄色几乎消失时, 记录此时消耗的硫代硫酸钠的用量 V_1 对同一试样, 至少独立测定两次。

7.3 同步进行空白试验, 记录空白消耗硫代硫酸钠的用量 V_2 。

8 结果计算

- ### 8.1 样品中的过氧化值按式(1)计算:

式中：

I_p ——样品中过氧化值,单位为毫摩尔每千克(mmol/kg);

c ——硫代硫酸钠溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——样品消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 — 空白溶液消耗硫代硫酸钠溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m ——称样量,单位为克(g)。

- 8.2 计算结果按照 GB/T 8170 标准保留至小数点后 2 位。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过这两个测定值的算术平均值的 20%。

9.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过这两个测定值的算术平均值的 50%。