

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2946—2011

乙烯-乙酸乙烯酯共聚物中乙酸乙烯酯 含量的测定 傅立叶变换红外光谱法

Determination of the vinyl acetate content of ethylene-vinyl acetate copolymers—
Fourier transform infrared spectroscopy

(ISO 8985:1998 Plastics-Ethylene/vinyl acetate copolymer(EVAC)
thermoplastics—Determination of vinyl acetate content,MOD)

2011-05-31 发布

2011-12-01 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《标准化工作导则 第1部分:标准的结构与编写规则》给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 8985:1998《塑料 乙酸乙烯酯共聚物(EVAC)热塑性塑料 乙酸乙烯酯含量的测定》标准中的红外光谱法。与 ISO 8985:1998 相比,主要技术变化如下:

- 第2章根据 GB/T 1.1—2009 的要求改为规范性引用文件。
 - 增加了乙酸乙烯酯含量范围 1%~10%的乙烯-乙酸乙烯酯共聚物的红外光谱测定方法。
 - 由于本标准选择了不同于 ISO 8985:1998 标准中规定的特征吸收峰用于乙酸乙烯酯含量范围 1%~10%的测定,因此试样红外光谱测定的波数范围改为 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 600\text{ cm}^{-1}$,试样薄膜厚度均使用 $50\text{ }\mu\text{m}\sim 150\text{ }\mu\text{m}$ 。
 - 由于目前傅立叶变换红外光谱仪已普遍使用,因此试样薄膜的红外光谱测定改为使用傅立叶变换红外光谱仪操作描述,删除了 ISO 8985:1998 中 4.1.3.2.1、4.1.3.2.2、4.1.3.2.3。
 - 根据校正曲线的实际情况,在校正曲线的线性回归公式中增加回归系数 C。
- 本标准与 ISO 8985:1998 中的红外光谱法相比在结构上有较多调整,附录 B 列出了本标准与 ISO 8985:1998 的条款编号对照一览表。
- 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:中华人民共和国厦门出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。
- 本标准主要起草人:董清木、高建国、普旭力、蔡鹭欣、杨明坤、黄长春、赖添岳、李荣专、赖莺、蔡延平。
- 本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

乙烯-乙酸乙烯酯共聚物中乙酸乙烯酯含量的测定 傅立叶变换红外光谱法

1 范围

本标准规定了乙烯-乙酸乙烯酯共聚物树脂中乙酸乙烯酯含量的傅立叶变换红外光谱测定方法。本标准适用于乙烯-乙酸乙烯酯共聚物树脂中乙酸乙烯酯含量1%以上样品的测定。

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。

SN/T 0842 进出口乙烯/乙酸乙烯酯共聚物中乙酸乙烯酯含量的测定

3 原理

将试样压制成薄膜，采集薄膜红外光谱，根据已知乙酸乙烯酯含量的标准样品所做的校正曲线测定样品中乙酸乙烯酯含量。

再根据已知乙酸乙烯酯含量，再根据已知乙酸乙烯酯

4 仪器与试剂

- 4.1 傅立叶变换红外光谱仪：波数范围1000 cm^{-1} ~400 cm^{-1} ，分辨率不低于15 cm^{-1} ，配薄膜夹具。
- 4.2 模压机：加压压力不低于1 MPa。
- 4.3 乙烯-乙酸乙烯酯共聚物树脂。
- 4.4 聚四氟乙烯薄膜或铝箔。

5 分析步骤

5.1 试样薄膜的制备

采用模压机(4.2)在100 $^{\circ}\text{C}$ ~150 $^{\circ}\text{C}$ 和4 MPa~10 MPa下，压塑试样约3 min，制备50 μm ~150 μm 厚度的薄膜，制成的薄膜表面应平滑，厚度应较均匀。

注1：如果乙酸乙烯酯含量不同，压板温度可稍有不同，一般情况下，乙酸乙烯酯含量越高，压板温度可稍微降低；加压压力较大时，压塑时间可短些。

注2：为方便薄膜制备，避免压塑所得薄膜与压板粘结，可在试样与模板间放置一张聚四氟乙烯薄膜；当乙酸乙烯酯含量小于20%时，可用铝箔代替聚四氟乙烯薄膜。

5.2 试样的测定

5.2.1 仪器的测试条件设置

按照傅立叶变换红外光谱仪操作说明书，调节仪器处于最佳状态，选择波数范围4 000 cm^{-1} ~

600 cm^{-1} 、分辨率为 4 cm^{-1} 及其他测试参数。

5.2.2 试样的红外吸收光谱测定

在薄膜夹具无试样薄膜的条件下,测定并记录空白背景光谱,然后将一张按 5.1 制备的试样薄膜放入薄膜夹具内,测定并记录试样薄膜光谱,试样薄膜光谱扣除空白背景光谱得到试样薄膜的红外吸收光谱图。

5.2.3 吸光度的测定

5.2.3.1 当试样的乙酸乙烯酯含量范围在 1%~10% 时,分别对测得试样红外光谱的吸收峰 1 020 cm^{-1} 和 2 020 cm^{-1} 两边作基线切线,测定其吸光度 $A_{1\,020}$ 和 $A_{2\,020}$ 的值。

5.2.3.2 当试样的乙酸乙烯酯含量在 10% 及以上范围时,分别对测得试样红外光谱的吸收峰 3 460 cm^{-1} 和 2 678 cm^{-1} 两边作基线切线,测定其吸光度 $A_{3\,460}$ 和 $A_{2\,678}$ 的值。

5.3 校正曲线

5.3.1 标准样品的红外吸收光谱测定

按照 5.2 同样测试方法,测定乙烯-乙酸乙烯酯共聚物树脂标准样品的红外吸收光谱以及 $A_{1\,020}$ 和 $A_{2\,020}$ 或 $A_{3\,460}$ 和 $A_{2\,678}$ 的值。

5.3.2 校正曲线的建立

5.3.2.1 当试样的乙酸乙烯酯含量范围 1%~10% 时,以标准样品的乙酸乙烯酯含量和 $A_{1\,020}/A_{2\,020}$ 的比值画出校正曲线。校正曲线示例参见附录 A 中图 A.1。

5.3.2.2 当试样的乙酸乙烯酯含量 10% 及以上范围时,以标准样品的乙酸乙烯酯含量和 $A_{3\,460}/A_{2\,678}$ 的比值画出校正曲线。校正曲线示例参见附录 A 中图 A.2。

6 结果计算和表示

6.1 当试样的乙酸乙烯酯含量范围在 1%~10% 时,根据试样所测得 $A_{1\,020}/A_{2\,020}$ 的比值在校正曲线(5.3.2.1)上查出对应的乙酸乙烯酯含量即为试样的乙酸乙烯酯含量。

或按式(1)计算:

$$w = K \times A_{1\,020}/A_{2\,020} + C \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w —— 试样中乙酸乙烯酯质量分数,以%计;

K —— 采用线性回归所得校正曲线的斜率;

$A_{1\,020}$ —— 试样在 1 020 cm^{-1} 处的吸光度;

$A_{2\,020}$ —— 试样在 2 020 cm^{-1} 处的吸光度;

C —— 线性回归系数。

6.2 当试样的乙酸乙烯酯含量在 10% 及以上范围时,根据试样所测得 $A_{3\,460}/A_{2\,678}$ 的比值在校正曲线(5.3.2.2)上查出对应的乙酸乙烯酯含量即为试样的乙酸乙烯酯含量。

如果试样所测得 $A_{3\,460}/A_{2\,678}$ 的比值在校正曲线的直线部分,则试样的乙酸乙烯酯含量可按式(2)计算:

$$w = K \times A_{3\,460}/A_{2\,678} + C \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w —— 试样中乙酸乙酯酯质量分数,以%计;
 K —— 采用线性回归所得校正曲线直线部分的斜率;
 $A_{3.160}$ —— 试样在 $3\,460\text{ cm}^{-1}$ 处的吸光度;
 $A_{2.678}$ —— 试样在 $2\,678\text{ cm}^{-1}$ 处的吸光度;
 C —— 表示线性回归系数。

7 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 参照本标准及所使用的方法;
- b) 样品完整识别的所有信息;
- c) 按第 6 章表示测定结果;
- d) 测定过程中任何偏离本标准规定的可能影响检测结果的操作步骤。

附录 A
(资料性附录)
典型校正曲线

A.1 典型校正曲线见图 A.1 和图 A.2。

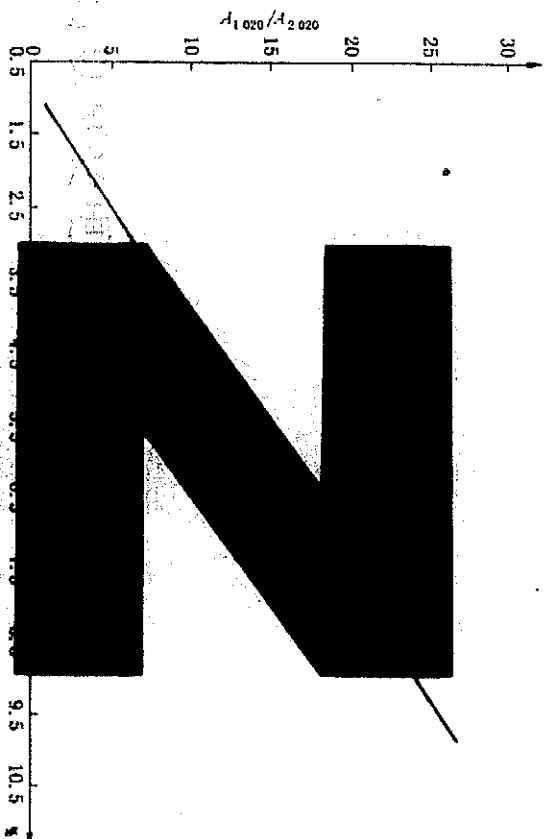


图 A.1 VA 含量大于 10% 范围典型校正曲线

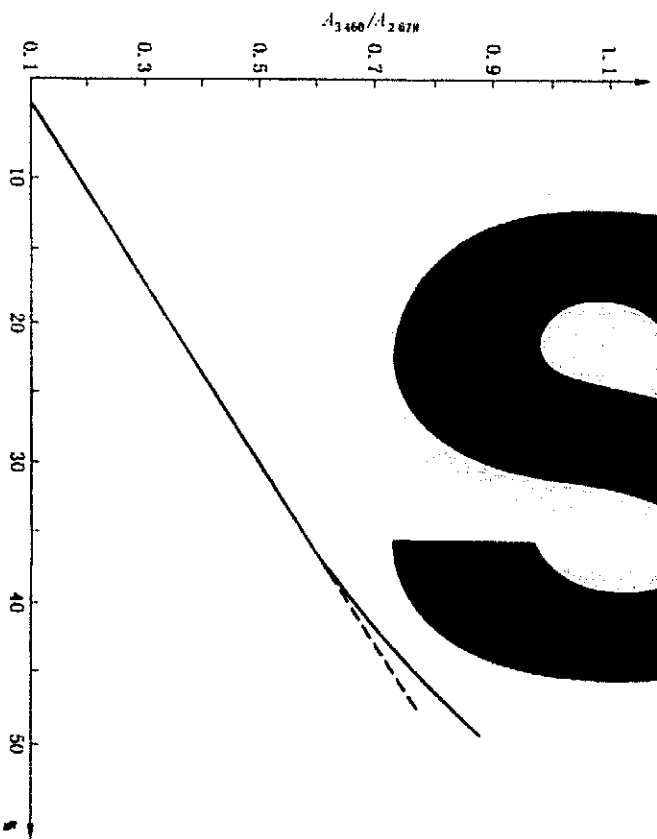


图 A.2 VA 含量大于或等于 10% 范围典型校正曲线

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 8985:1998 中 4.1 红外光谱法相比的结构变化情况

本标准与 ISO 8985:1998 中 4.1 红外光谱法相比在结构上有较多调整,具体章节编号对照情况见表 B.1。

表 B.1 本标准的章节编号与 ISO 8985:1998 中 4.1 章节编号对照表

本标准的章节编号	985:1998 中 4.1 章节编号
1	—
2	—
3	4.1.1
—	4.1.1 的注 1,注 2,注 3
4	4.1.2
4.1	4.1.2.1 4.1.2.2
4.2	4.1.2.4
4.3	4.1.3.1 的注
4.4	4.1.2.5
—	4.1.2.3
5	4.1.3
5.1	4.1.3.1
5.2	4.1.3.2
5.2.1	—
—	4.1.3.2.1
5.2.2	—
—	4.1.3.2.2
—	4.1.3.2.3
—	4.1.3.2.4
5.2.3	—
5.2.3.1	—
5.2.3.2	4.1.3.2.5 4.1.3.2.6
—	4.1.3.2.7
5.3.2	—

表 B.1 (续)

本标准的章条编号	ISO 8985:1998 中 4.1 章条编号
5.3.2.1	—
5.3.2.2 附录 A	4.1.3.3
6.1	—
6.2	4.1.4
7	4.1.5
附录 A	—
附录 B	—

中国检验检疫出版社