



中华人民共和国国家标准

GB/T 12010.5—2010
代替 GB/T 12010.9—1989

塑料 聚乙烯醇材料(PVAL) 第5部分:平均聚合度测定

Plastic—Poly (vinyl alcohol) (PVAL) materials—
Part 5; Determination for average polymerization degree

2010-09-02 发布

2011-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 12010《塑料 聚乙烯醇材料(PVAL)》共分为 8 个部分:

- 第 1 部分:命名系统和分类基础;
- 第 2 部分:性能测定;
- 第 3 部分:规格;
- 第 4 部分:pH 值测定;
- 第 5 部分:平均聚合度测定;
- 第 6 部分:粒度的测定;
- 第 7 部分:氢氧化钠含量测定;
- 第 8 部分:透明度测定。

本部分为 GB/T 12010 的第 5 部分,与 JIS K6726:1994(2003 年确认)《聚乙烯醇试验方法》(日文版)的一致性程度为非等效。

本部分代替 GB/T 12010.9—1989《聚乙烯醇树脂平均聚合度测定方法》。

本部分与 GB/T 12010.9—1989 相比主要变化如下:

- 增加了引用文件(本版的第 2 章);
- 将 30℃时水在奥氏黏度计内流经时间由(100±10)s 调整至(100±20)s(1989 版的 4.12,本版的 5.1);
- 增加了对醇解度达到 97%(摩尔分数)以上聚乙烯醇材料的预处理(本版的 6.1);
- 对高碱、低碱醇解聚乙烯醇试样的称样量进行了统一(1989 版的 5,本版的 6.2)。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会塑料树脂通用方法和产品分会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本部分负责起草单位:湖南省湘维有限公司。

本部分参加起草单位:中国石化集团四川维尼纶厂、云南云维股份有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分主要起草人:唐松乔、舒晓艳、阳小陆、朱泽礼、严红、李彬、冷革辉、王永桂、王琰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 12010.9—1989。

塑料 聚乙烯醇材料(PVAL)

第5部分:平均聚合度测定

1 范围

GB/T 12010 的本部分规定了用奥氏黏度计测定聚乙烯醇材料水溶液特性黏度并由特性黏度计算聚乙烯醇材料平均聚合度的方法。

本部分适用于测定醇解度大于70%(摩尔分数)的聚乙烯醇材料的平均聚合度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 12010 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

测定聚乙烯醇水溶液的特性黏度,计算出聚乙烯醇材料的平均聚合度。

4 试剂

本部分所用的试剂和水,没有特别说明时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中的三级水。

本部分所用的制剂和制品,除注明外均按 GB/T 603 配制。

4.1 甲醇。

4.2 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=12.5 \text{ mol/L}$ 。

称取 500 g 氢氧化钠,溶于水,稀释至 1 000 mL。

4.3 酚酞:10 g/L 乙醇溶液。

5 仪器

5.1 奥氏黏度计:规格见图 1,材质为硬质玻璃。

注:在 30℃时,水从 A 刻度线至 B 刻度线流经时间应在 $(100 \pm 20) \text{ s}$ 之内。

5.2 玻璃砂芯漏斗:P₁₀₀号烧结玻璃。

5.3 布氏漏斗:直径 100 mm。

5.4 抽滤瓶:1 L。

5.5 烘箱:能保持 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.6 秒表:精确至 0.1 s。

5.7 恒温水浴: $(30.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。

5.8 移液管:10 mL。

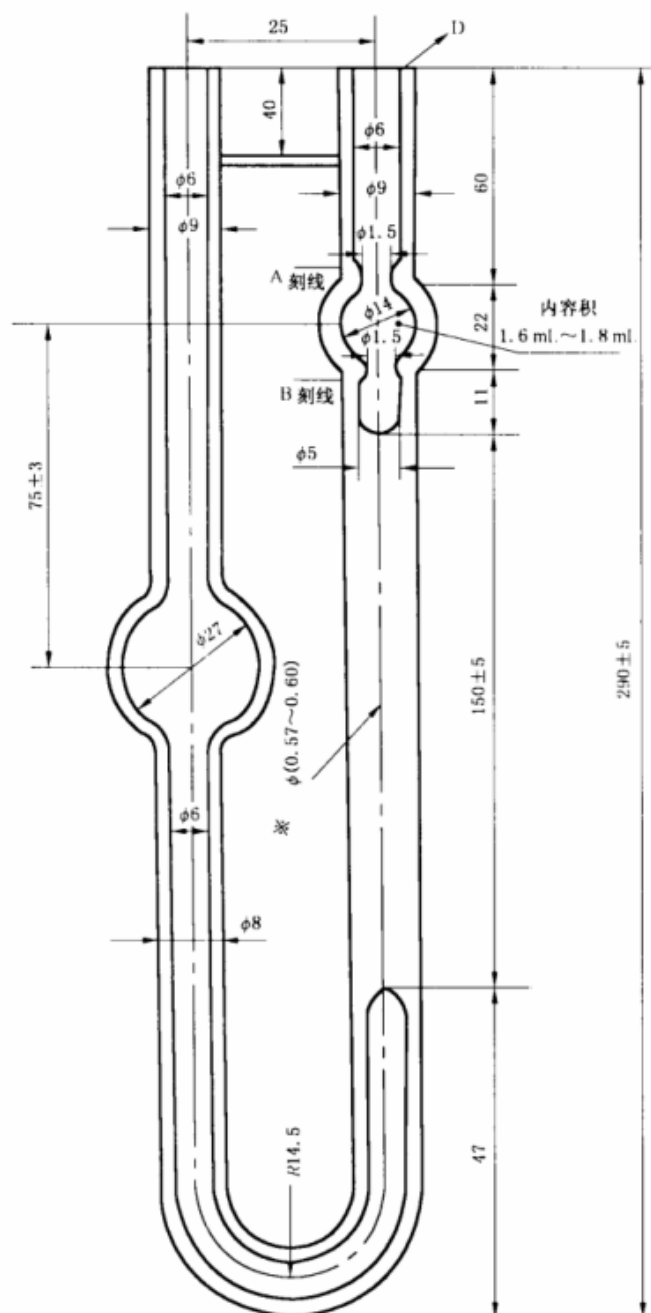
5.9 干燥器:以硅胶作干燥剂。

5.10 烧杯:500 mL。

GB/T 12010.5—2010

- 5.11 蒸发皿:容量 60 mL~100 mL。
- 5.12 水浴锅:精确至 1 ℃。
- 5.13 三角烧瓶:100 mL、500 mL。
- 5.14 溶解设备:能加热搅拌。
- 5.15 称量瓶:60 mm×30 mm。
- 5.16 天平:精确至 0.000 1 g。
- 5.17 天平:精确至 0.1 g。

单位为毫米



注: ① 凡带有※号的尺寸要求十分精确;

② 在 30 ℃下水的流经时间应在(100±20)s 以内。

图 1 奥氏黏度计

6 操作步骤

6.1 试样处理

6.1.1 称取试样 10 g, 准确至 0.1 g, 置于 500 mL 三角烧瓶中, 加入 200 mL 甲醇(4.1)后, 对于醇解度达到 97%(摩尔分数)以上的试样加 3 mL 的氢氧化钠溶液(4.2), 醇解度小于 97%(摩尔分数)的试样加 10 mL 的氢氧化钠溶液(4.2), 加入后混合均匀。

6.1.2 将试样(6.1.1)放入(40±2)℃水浴中加热 1 h。

6.1.3 将加热后的试样(6.1.2)用铺好滤布的布氏漏斗过滤, 并用甲醇(4.1)洗净试样, 除去氢氧化钠及醋酸钠(洗涤液用水稀释一倍后用酚酞检验无碱性反应)。转移至表面皿, 在(105±2)℃的温度范围内干燥 1 h。

注: 对醇解度大于 99.8%(摩尔分数)的聚乙烯醇, 称取试样 3 g, 精确至 0.1 g, 移入 500 mL 烧杯中, 加入 200 mL 水搅拌, 放置 15 min, 然后进行水洗。将放置的试样用铺好滤布的布氏漏斗过滤, 全脱水后, 用 500 mL 水, 分(3~4)次洗涤试样, 尽量将氢氧化钠及醋酸钠洗净, 抽干。

6.2 试样溶解

称取按 6.1 处理的试样 3 g, 准确至 0.1 g, 放入 500 mL 烧杯中, 加水约 300 mL, 放在溶解设备上加热溶解, 待试样全部溶解后, 冷却至室温。用 P₁₀₀ 玻璃砂芯漏斗过滤, 用干燥磨口三角烧瓶接收滤液; 将三角烧瓶放在(30.0±0.1)℃恒温水浴中恒温至少 10 min, 试液保持恒温待用。

6.3 试液浓度测定

6.3.1 预先将称量瓶洗净, 放入(105±2)℃的恒温干燥箱中, 加热干燥 1 h 以上, 再放入干燥器中冷却至室温后, 称量, 准确至 0.000 1 g。

6.3.2 用 10 mL 移液管准确吸取试液(6.2)10 mL 置于已称量的称量瓶内(6.3.1), 将称量瓶放入(105±2)℃的恒温干燥箱内干燥 4 h 以上, 取出放入干燥器内冷却至室温, 称量, 准确至 0.000 1 g。

6.3.3 按式(1)计算试液的浓度:

$$\rho = \frac{m \times 1\,000}{V} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——试液的浓度的数值, 单位为克每升(g/L);

m ——试液蒸发后的试样的质量的数值, 单位为克(g);

V ——30℃时 10 mL 移液管的容积的数值, 单位为毫升(mL)。

6.4 试液黏度测定

将干燥、洗净的黏度计安装在(30.0±0.1)℃恒温水浴内, 使毛细管保持铅直方向。用 10 mL 移液管准确吸取 10 mL 试液(6.2)放入黏度计内, 放置 5 min~10 min。用胶管连接好毛细管的一侧 D 处(见图 1), 然后用吸耳球把试液吸入毛细管 A 刻度以上, 让其自然下落, 测定其弯月面从 A 刻度到 B 刻度的流经时间。反复测定, 直到 3 次测定结果之间的差值不超过 0.2 s, 取平均值作为试液的流经时间。

6.5 空白试验

用 10 mL 移液管移取 10 mL 与试液同温度的水放入黏度计内, 按 6.4 的步骤测定水从 A 刻度到 B 刻度的流经时间, 反复测定, 直到 3 次测定结果之间的差值不超过 0.2 s, 取其平均值作为水的流经时间。

7 结果表示

平均聚合度 $\overline{P_A}$ 按式(2)、式(3)、式(4)计算:

$$\lg \overline{P_A} = 1.613 \times \lg \frac{[\eta] \times 10^4}{8.29} \quad \dots\dots\dots (2)$$

GB/T 12010.5—2010

$$[\eta] = \frac{2.303 \times \lg \eta_r}{\rho} \dots\dots\dots (3)$$

$$\eta_r = \frac{t}{t_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$[\eta]$ ——聚乙烯醇溶液的特性黏度的数值,单位为升每克(L/g);

η_r ——相对黏度的数值;

ρ ——试液浓度的数值,单位为克每升(g/L);

t ——试液的流经时间的数值,单位为秒(s);

t_0 ——水的流经时间的数值,单位为秒(s);

1.613——常数;

8.29——常数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,聚合度数值修约至十位。

两次平行测试结果的绝对差值不大于 50。

8 试验报告

试验报告包括下列各项:

- a) 注明采用本国家标准;
- b) 被测试样的完整鉴别细节;
- c) 所用仪器类型和型号;
- d) 测定结果;
- e) 试验人员;
- f) 试验日期。



GB/T 12010.5-2010

版权专有 侵权必究

书号:155066·1-40512

定价: 14.00 元

打印日期: 2010年11月11日 F009A

建筑321---标准查询下载网