

聚乙烯醇树脂平均聚合度测定方法

Determination for average polymerization degree of polyvinyl alcohol resins

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用奥氏粘度计测定聚乙烯醇树脂水溶液特性粘度,计算其平均聚合度的方法。
本标准适用于测定高碱醇解和低碱醇解生产的聚乙烯醇树脂的平均聚合度。

2 原理

用一点法测定聚乙烯醇水溶液的极限粘度(特性粘度),计算出聚乙烯醇的平均聚合度。

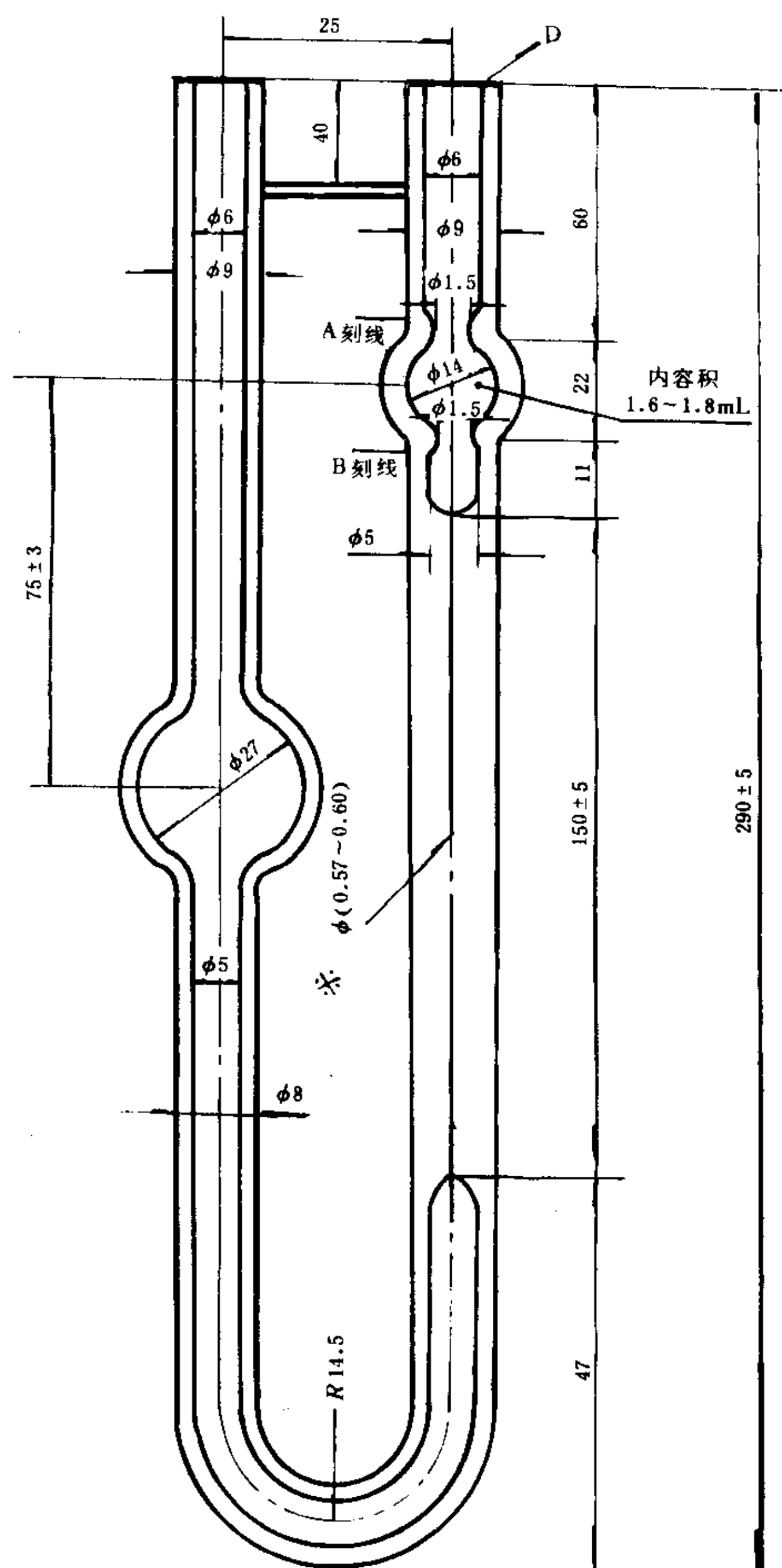
3 试剂

分析方法中,除特殊要求,应使用分析纯试剂及蒸馏水。

- 3.1 甲醇(GB 683),化学纯。
- 3.2 氢氧化钠(GB 629): $c(\text{NaOH}) = 12.5 \text{ mol/L}$ 。
- 3.3 酚酞:1%乙醇溶液。

4 仪器

- 4.1 分析天平:感量 0.1 mg。
- 4.2 三角瓶:500 mL,磨口。
- 4.3 移液管:10 mL。
- 4.4 玻璃砂芯漏斗:2号烧结玻璃。
- 4.5 恒温水槽: $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 。
- 4.6 电烘箱: $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。
- 4.7 干燥器。
- 4.8 秒表。
- 4.9 烧杯:800 mL,600 mL。
- 4.10 布氏漏斗:直径 100 mm。
- 4.11 抽滤瓶:1 L。
- 4.12 奥氏粘度计:规格见图。
- 4.13 蒸发皿:容量 60~100 mL。



奥氏粘度计

- 注：① 图中粘度计的尺寸系对 PVA 而言，如对 PVAC 即应把毛细管直径改为 0.48~0.50 mm。
 ② 凡带有 * 号者尺寸要求十分精确。
 ③ 在 30℃ 下的水流出时间应在 100±10s 以内。

5 试样

取样量按下表规定。

g		
醇解度	≥97% (mol/mol)	<97% (mol/mol)
高碱醇解	5	10
低碱醇解	3	

6 操作步骤

6.1 试样处理

6.1.1 醇解度大于 97% (mol/mol) 的样品

按第 5 章表中规定的量称取样品,移入 800 mL 烧杯中,加入 200 mL 蒸馏水搅拌,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 蒸馏水分 3~4 次洗涤试样,抽干。

6.1.2 醇解度小于 97% (mol/mol) 的样品

按第 5 章表中规定的量称取样品,移入三角瓶中,加入 200 mL 甲醇,再加入 10 mL 氢氧化钠溶液,搅拌混合均匀后,在 40℃ 的水浴中加热 1 h,使残存乙酸根完全醇解,然后以酚酞为指示剂用甲醇进行洗涤,直至洗涤液用蒸馏水稀释一倍后用酚酞检验无碱性反应。将其移至玻璃皿中进行干燥直至甲醇全部挥发,然后称取 3 g 经干燥处理的样品,按 6.2 条进行溶解。

6.2 试样溶解

把洗涤后的试样移入 800 mL 烧杯中,加水约 500 mL (低碱法样品及经 6.1.2 处理的样品加水约 300 mL),加水量应使溶解后试样溶液浓度约为 10 g/L,然后放在电炉上加热溶解。待全部溶解后,冷却至室温,用 2 号玻璃砂芯漏斗过滤,用干燥磨口三角烧瓶接收,再将三角烧瓶放在 30±0.1℃ 的恒温水槽中恒温 10~15 min。

6.3 浓度测定

用干燥的 10 mL 移液管准确吸取恒温的溶液(6.2)放入预先恒重的容量 60 mL 蒸发皿内,将蒸发皿放入 105±2℃ 的烘箱内,干燥至恒重(约 4h),取出放入干燥器中冷却至室温,称重,按式(1)计算试样浓度。

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

式中: c —— 试样浓度, g/L;

m —— 溶液蒸发后的试样质量, g;

V —— 30℃ 时 10 mL 移液管的容积, mL。

6.4 粘度测定

将粘度计安装在恒温水槽内,并保持铅直方向,用同一支移液管准确吸取 10 mL 试样放入干燥、洗净的粘度计内并放置 5~10 min,同时将胶管连接好毛细管的一侧 D 处,然后用洗耳球把试样吸入毛细管 A 刻度以上,让其自然落下,测定其弯月面从 A 到 B 刻度间的时间,反复测几次后,取其平均值(每次误差不超过 0.2s)。

6.5 空白试验

用 10 mL 移液管,取 10 mL 与溶液同温蒸馏水放入粘度计内,测定蒸馏水从 A 到 B 刻度流经时间,反复测定几次后取平均值。

7 结果计算与表示

7.1 平均聚合度 $\bar{P}_n$ 按式(2)计算:

$$\log \bar{P}_A = 1.613 \log \frac{[\eta] \times 10^4}{8.29} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$[\eta] = \frac{2.303 \log \eta_r}{c_v} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\eta_r = t/t_0 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: $\bar{P}_A$ ——平均聚合度;

$[\eta]$ ——极限粘度(特性粘度);

η_r ——粘度比(相对粘度);

c_v ——浓度, g/L;

t ——试样溶液的落下时间, s;

t_0 ——水的落下时间, s;

1.613 ——常数;

8.29 ——常数。

取平行试验结果的算术平均值作为试验结果, 取至十位数。

8 允许差

平行试验结果的两值之差不大于 50。

9 试验报告

试验报告应包括以下各项:

- a. 注明按照本国家标准;
- b. 试样名称、批号;
- c. 送样单位;
- d. 按第 7 章计算的结果;
- e. 试验人员;
- f. 试验日期。

附加说明:

本标准由全国塑料标准化技术委员会提出, 由全国塑料标准化技术委员会塑料和树脂产品分会归口。

本标准由北京有机化工厂负责起草。

本标准主要起草人杨学栋、王金镔、李宗玉。

本标准参照采用日本工业标准 JIS K 6726—1977(1986 年确认)《聚乙烯醇试验方法》中 5.4 条。