

(2) 采用 PEG-20M 交联柱测定甲醇、汽油和丁醇三组份, 汽油和甲醇已基本完全分离, 是较理想的分析柱。

致谢: 本文得到郭秦峰同志的大力支持和帮助, 在此表示感谢。

## Determination of Methanol, Gasoline, Butanol and Water By Gas Chromatography

ZHANG Xi-ya and YUN Hong-yu

(Research Institute of Dushanzi Petrochemical Works, Xinjiang 833600)

### Abstract

In this paper, the analysis of methanol, gasoline, butanol and water in some chemical products is discussed. Two gas chromatographs are involved in this method. One is for the determination of water content, and the other for the determination of methanol, gasoline and butanol. The external standard method and the regression straight line equation are used for the former analysis. This method is featured by simple operation, quick response, good separation and satisfactory results.

**Keywords:** solvent recovery, methanol, gasoline, butanol, water, gas chromatography, regression straight line equation

# 红外法测定 PE、EVA 塑料中光稳定剂的含量

张 怡

李建军 钱玉萍

(上海石油化工股份公司塑料厂研究所, 上海 200540)

(上海石油化工股份公司催化研究所, 上海 200540)

**摘要** 利用红外光谱法测定了 PE、EVA 塑料中光稳定剂(BASF 5050)的含量。试验中采用外标法, 即制备标准样品, 根据浓度曲线确定工艺样品中光稳定剂的含量。结果表明标准曲线线性关系良好, 相关系数达到 0.998, 回收试验数据表明回收率平均在 100% ± 20% 以内。此法可以用于塑料及其它聚合物中添加剂测定的中控方法。

**关键词** 红外光谱 塑料 PE EVA 光稳定剂

受阻胺光稳定剂是过去几年发展起来的一种新型光稳定剂<sup>[1]</sup>, 在 PE、EVA 塑料中加入一定量的该光稳定剂, 可大大增加其薄膜在空气中的使用寿命, 因此该产品有着十分广泛的市场前景。工业生产是在塑料母粒中混入一定量的添加剂, 经装置工艺过程成膜。产品膜中添加剂量多少对其质量有很大的影响, 因此建立一种快速有效的定量分析添加剂含量的方法对生产中控有重要意义。目前对于塑料树脂中这类添加剂的测定没有固定的方法<sup>[2-4]</sup>, 通常需要生产厂家实验室自行解决。我们在以前工作基础上<sup>[5]</sup>, 对 PE、EVA 塑料中光稳定剂定量分析进

行了较为细致的研究, 确立了红外光谱测定方法, 对产品质量控制起到了很好的作用。

## 1 试验部分

### 1.1 试验仪器及样品

红外光谱仪: Bio-Rad FTS-40 (美国博乐公司生产); 压膜仪。PE (EVA) 母粒和添加剂均由上海石

收稿日期: 1998-03-26

第一作者: 张 怡, 女, 1944年生, 高级工程师。联系人: 李建军, 联系电话 021-57940708。

油化工股份公司塑料厂提供。

## 1.2 标样的制备

分别称取 5 g PE (EVA) 母粒于六只 50 ml 磨口三角烧瓶中, 再分别称取 5 mg、7.5 mg、10 mg、12.5 mg、15.0 mg、20.0 mg 光稳定剂, 分别加入到六只三角烧瓶中, 每只烧瓶中都加入约 30 ml 分析纯苯溶剂, 然后样品瓶放在电加热板上, 调节温度约 80 °C 加热, 20 min 后溶液开始鼓泡, 保持这种状态 2 h 以上(注意瓶塞不要太紧, 以防暴沸), 一部分母粒开始溶解, 用玻璃棒搅拌, 使瓶底母粒粘状物脱离瓶底溶在溶液中, 继续加热并重复上述步骤, 直到瓶中溶液变清透明, 无任何粒状物存在(整个过程约 5 h)。从加热板移去样瓶, 室温下进行冷却, 溶液逐渐变浊, 静置 30 min 后, 将烧瓶中粘状物转移至表面皿中, 红外灯下烘干(约 5 h), 得白色粉状固体, 回收率在 90 % 以上。固状物经专用压膜装置制成厚 2.5 mm 和 7.5 mm 的薄片, 供标准曲线测试用。

## 1.3 工业产品制样

工业产品母粒直接经由 1.2 的制备步骤压膜装置压成 2.5 mm 和 7.5 mm 的薄片, 供测试用。

## 1.4 样品测试

PE (EVA) 标样薄片用红外光谱仪扫描(分辨率为 4, 扫描次数 16), 运用差谱技术扣除纯 PE (EVA) 空白及厚度差别, 得到光稳定剂的主峰 ( $1702\text{ cm}^{-1}$ ), 记录峰面积, 作峰面积~ 光稳定剂关系曲线, 求得线性回归方程。工业产品薄膜同法测定, 由线性回归方程和未知样峰面积求出产品中光稳定剂含量。

## 1.5 回收试验

工业产品中光稳定剂含量求出后, 按照 1.2 的制备方法, 加入一定量的光稳定剂, 同法制成膜片, 通过测定峰面积求出光稳定剂含量和回收率。

## 2 结果和讨论

### 2.1 标样测定

确定标样中光稳定剂的红外特征峰, 图 1 是光稳定剂纯物质的红外谱图, 我们选定  $1702\text{ cm}^{-1}$  峰作为定量基准峰。

由于光稳定剂在 PE (EVA) 塑料中的含量比较低, 质量分数为 0.1% ~ 0.5%, 再加上塑料本底峰的影响, 从标样扫描图上看不出  $1702\text{ cm}^{-1}$  峰, 需由差谱技术来解决, 图 2、图 3 给出了有关谱图和差谱图。

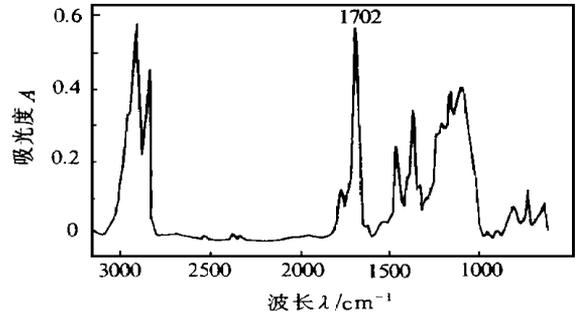


图1 光稳定剂的 IR 谱图

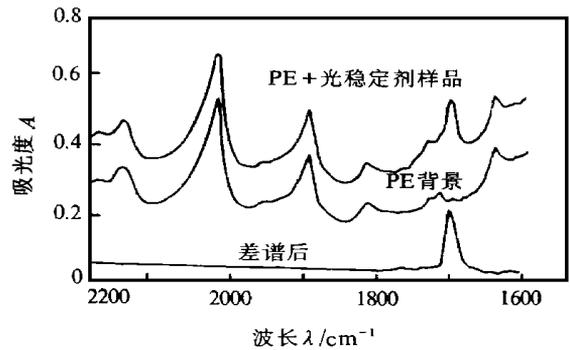


图2 PE 样品 IR 谱图

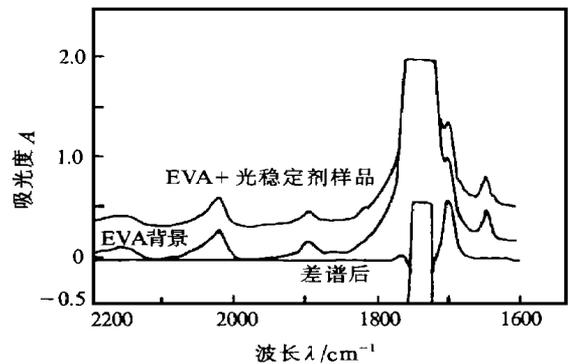


图3 EVA 样品 IR 谱图

在进行差谱时选用  $2500\sim 1800\text{ cm}^{-1}$  波段为基础, 以差谱后这个波段谱线最平滑为标准, 确定差谱因子。从图 2、图 3 可看出, 差谱后光稳定剂的特征谱峰十分明显。对 PE 标样来说, 差谱后的光稳定剂峰比较完整规范, 峰面积定量也就比较容易。但对 EVA 来说, 由于其本底羰基峰的影响, 使差谱后光稳定剂峰呈不对称状, 峰的左基线点不确定, 峰面积不易确定, 对此我们选择该峰的左半边为基准(即自峰最高处至右基线位区间的峰面积, 再乘 2)。表 1 和表 2 分别为 PE、EVA 标样的定量数据。

表1 PE 标样定量数据

峰面积	1.80	2.76	3.26	4.54	5.40	6.89
质量分数/%	0.10	0.15	0.2	0.25	0.3	0.4

表2 EVA 标样定量数据

峰面积	1.61	2.63	3.53	4.89	5.52	7.30
质量分数/%	0.10	0.15	0.2	0.25	0.30	0.40

将表1、表2数据线性回归,得PE标样线性方程  $y_1 = 17.4x_1 + 0.04$ , 相关系数为0.998; EVA标样线性方程为  $y_2 = 18.7x_2 - 0.1$ , 相关系数为0.998。其中,  $x$  为质量分数,  $y$  为峰面积。这个结果表明定量线性关系较好。

## 2.2 工业产品的测定及回收试验

工业产品薄片同样用红外扫描,差谱扣除背景,得到光稳定剂特征峰  $1702\text{ cm}^{-1}$  面积,根据标样回归方程,求得光稳定剂含量,结果见表3。

表3 工业产品中光稳定剂的含量

样品	峰面积	稳定剂的质量分数/%	
		理论值	实际值
PE1	1.68	0.10	0.09
PE2	4.55	0.30	0.26
PE3	7.31	0.50	0.42
EVA1	1.43	0.10	0.08
EVA2	2.68	0.30	0.15
EVA3	7.27	0.50	0.40

表4 工业产品回收的试验结果

样品	回收前实		加入量	回收后实	
	测的质量	分数/%		测的质量	回收率/%
PE1	0.09	5 g 样+ 10 mg	5050	0.28	95
PE2	0.26	5 g 样+ 5 mg	5050	0.37	110
EVA1	0.08	5 g 样+ 10 mg	5050	0.25	85
EVA2	0.15	5 g 样+ 5 mg	5050	0.27	120

从表3看出,有些产品的理论值与实际值相差甚大,为保险起见,我们又进行了回收试验。选择PE1、PE2、EVA1、EVA2四个样品分别加入一定量光稳定剂,使其质量分数分别为0.3%、0.4%、0.3%、0.4%,按照标样制备过程制成薄片同法测定,结果

见表4。

从表4的回收率来看,试验方法比较准确,同时工业产品制造中光稳定剂的添加量也是不准确的(或是工艺过程的缘故)。

## 2.3 试验误差来源及对策

试验误差主要有两个,一是天平称量误差,二是制备膜片过程中带来的误差。试验中使用的天平为电子天平,最小单位为0.1 mg,最后一位不是很稳定,在样品量较小情况下(如5 mg),这种波动可能造成 $\pm 10\%$ 的误差,该误差比较难克服。第二种误差就是制好的膜片上光稳定剂分布不均所致,表5是同一样品不同位置的测试结果。

表5 同一样品不同位置峰面积的测试结果

位置	1	2	3	4	平均值
峰面积	4.46	4.45	4.75	4.63	4.57

这种不均匀性不论是标样膜片还是工艺膜片都有,可能的原因是在压膜机升温压制过程中,由于光稳定剂与PE(EVA)本体物理性质的差异(如熔点、流动性等),这会造成光稳定剂分布发生变化,对此可采用多点扫描平均数据,力求准确。此外,由于差谱的缘故,红外谱峰会发生一些变异现象,这也会给峰面积计算带来一些误差。

## 3 结论

本文利用红外光谱的外标法测定了PE、EVA塑料中光稳定剂的含量。该方法快速、准确、方便,可作为生产中控的测试方法。同时,该方法也可推广到其它聚合物中添加剂含量的测定。

## 参 考 文 献

- Heller H J, Blattmann H R. *Pure Appl Chem*, 1973; **36**: 111
- Sevini F, Marcato B. *J Chromatogr*, 1983; **260**: 933
- Freitag W. *Z. Anal Chem*, 1983; **316**: 495
- 李培基等. 分析测试通报, 1989; **8**(3): 65
- 李建军. 金山油化纤, 1996; **5**(2): 19

## Determination of Light Stabiliser in PE and EVA Plastics by IR Spectrometry

ZHANG Yi

(The Plastic Institute of Shanghai Petrochemical Company Limited, Shanghai 200540)

LI Jian-jun and QIAN Yu-ping

(The Catalyst Institute of Shanghai Petrochemical Company Limited, Shanghai 200540)

### Abstract

The content of BASF 5050 additive in PE and EVA plastics are measured by IR spectrometry. The results show that the standard sample curves are very good in linearity. The correlation coefficient reaches 0.998. The rate of recovery falls within  $100\% \pm 20\%$ . This method also can be applied to other polymer systems.

**Keywords:** IR spectrum, plastic, PE, EVA, light stabiliser

## 第六届太平洋地区高分子大会

太平洋地区高分子联合会(PPF)成立于1987年, 现有17个成员组织组成。PPF的主要职能是组织两年一届成系列的太平洋地区高分子大会(PPC)。自1989年以来, 已经举办了五届PPC。PPC-6是本世纪最后一次, 也是第一次在我国举办的大会, 将于1999年12月在广州举行。

大会组委会诚挚地欢迎大家参加大会。这是在新世纪前夕对高分子科学和技术领域中新思想、新成果和新发展前景进行交流与讨论的国际论坛。

学术讨论主题: 1) 高分子反应与合成; 2) 聚合物结构与特性; 3) 聚合物共混物与复合材料; 4) 功能高分子; 5) 生物和医用高分子; 6) 聚合物工程与加工。

征文截止日期: 1999年6月31日。联系地址: 北京市海淀区, 中国科学院化学研究所PPC-6秘书处, 邮编100080。联系人: 何嘉松, 电话010-62613251, 传真010-6252417, 电子信箱 hejs@sklep.icas.ac.cn

## 第三届全国催化剂制备科学与技术研讨会征文通知

经中国化学会催化专业委员会同意和授权, 第三届全国催化剂制备科学与技术研讨会拟定于1999年7~8月在山东省召开(青岛、烟台或威海), 此次会议由中科院山西煤炭化学研究所联合齐鲁石化公司研究院、浙江省应用化学重点研究实验室筹办, 由齐鲁石化公司研究院具体承办。现开始征文, 欢迎同仁们踊跃投稿。

会议主题及领域: 1) 催化剂制备的物理化学基础和原理; 2) 催化新材料包括无机膜、超细粒子、非晶态等的制备技术、规律和表征; 3) 负载金属催化剂氧化物催化剂的新制备技术和规律; 4) 分子筛催化剂的制备和应用; 5) 环境友好的催化剂制备过程和技术; 6) 催化剂制备工程与专用设备的研究发展; 7) 与催化剂制备相关的其它领域。

征文截止日期: 征文截止日期1999年3月31日。联系地址: 山东省淄博市临淄区迎宾路42号齐鲁石化公司研究院, 邮编255400。联系人: 达建文, 张新堂, 电话: 0533-7581903, 7542076, 传真0533-7582131, 电子信箱: yjyshy@public.zbptt.sd.cn