

聚醋酸乙烯树脂中残留醋酸乙烯分析方法的优化分析

张金莉

(宁夏大地循环发展股份有限公司 宁夏 石嘴山 753400)

[摘要]从目前的使用情况来看,在检测聚醋酸乙烯酯树脂中残留醋酸乙烯的方法中,经常使用到的分析方法有溴素、冰乙酸等,但这些方法在应用中,会对化验员身体带来较大影响,腐蚀实验室设备。基于此本文提出溴酸钾-溴化钾法,并对聚醋酸乙烯树脂生产过程展开分析,通过研究基础准备工作、明确实验条件、实验过程分析、整理实验结果、实验结果讨论等内容,其目的在于充分发挥溴化法应用价值,提高实验结果的精准度。

[关键词]聚醋酸乙烯树脂;溴化法;醋酸乙烯

[DOI] 10.12252/j.issn.2096-627X.2021.06.806

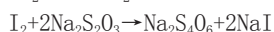
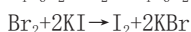
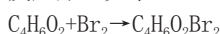
1 引言

聚醋酸乙烯树脂在应用中属于用来生产聚乙烯醇的重要原料,自身具备较强黏稠性,而且材料疏水性较强,不会溶于水。在生产过程中,受到不同因素影响,会出现醋酸乙烯的残留,需要采取合理方法对其进行检定,随后基于检定结果采取恰当措施对其进行处理,以提升聚醋酸乙烯树脂纯度。本文在溴化法基础上,提出溴酸钾-溴化钾这一优化方法,以此为例,对该方法应用过程的相关内容展开分析,不仅可以提高检测结果的精准度,而且能够积累有效数据,为后续检测体系的完善奠定基础。而文章通过介绍聚醋酸乙烯树脂中残留醋酸乙烯分析,分析聚醋酸乙烯酯树脂中残留醋酸乙烯含量现状及困难度。现有检测聚醋酸乙烯酯树脂中残留醋酸乙烯的分析方法使用溴素,冰乙酸,对化验室的分析环境有一定的不良影响,有着影响化验员的身体健康,并腐蚀化验室的实验设备及设施,为减少溴素的使用,保护工作人员身体的健康,延长仪器的使用寿命,现做以下分析:

2 溴化法相关内容分析

由于聚醋酸乙烯树脂含有聚醋酸乙烯、甲醇、乙酸甲酯且具有粘稠性,对检测残留醋酸乙烯单体的含量分析造成困难,目前检测聚合一塔釜聚醋酸乙烯树脂中残留醋酸乙烯单体的分析方法是溴化法,其分析原理是将溴素溶解在醋酸中,配制成溴醋酸溶液,过量溴与醋酸乙烯反应完全后,剩余溴与碘化钾反应生成碘,用硫代硫酸钠滴定碘,同时进行空白实验。

反应原理如下:



3 残留醋酸乙烯分析过程分析

3.1 基础准备工作

在本次分析活动的过程中,需要按要求做好基础准备工作,从实际应用情况来看,所需要准备的内容如下:第一,仪器准备,在实验中使用到的仪器及参数如下:①电子天平,可选型号为ME220;②磁力搅拌器,其工作参数为524G;③锥形瓶,容量选择250ml即可满足要求;④移液管,容量选择10ml即可满足要求;⑤酸式滴定管,容量选择25ml即可满足要求,颜色为棕色。第二,按要求进行溶液配置,所需要配置的溶液即配置方法如下:①0.1mol/l $KBrO_3 \cdot KBr$ 溶液,将完成烘干处理的 $KBrO_3$ (2.7833g)和 KBr (15.00g)添加到容量瓶(容积为1L)当中,加水摇匀后,定容到1L;②50g/L KI 溶液,将完成烘干处理的 KI (100g)添加到容量瓶(容积为1000mL)当中,加水摇匀后,定容到1000mL;③0.1mol/l $Na_2S_2O_3$ 溶液,将完成烘干处理的 $Na_2S_2O_3$ (26.0g)和 Na_2CO_3 (0.2g)添加到容量瓶(容积为1L)当中,加水摇匀后,定容到1L。随后对其进行缓慢煮沸,冷却两周后进行过滤。④5g/L 淀粉指示液,将完成烘干处理的淀粉 (1.0g)中添加5ml蒸馏水,待搅拌成糊状之

后,将其添加到煮沸的蒸馏水(90ml)中,待其煮沸后,定容到100mL。

3.2 明确实验条件

在实验条件的确定过程中,应注意以下几方面:(1)样品所需溶剂的合理选择,聚醋酸乙烯树脂在应用中,不溶于水,但是会在醇类、酮类中进行溶解。该物质在酸性条件或碱性条件下,容易出现醇解反应,从而生成聚乙烯醇。结合该情况在对溶剂进行选择时,可以选择甲醇来作为最为恰当的溶解。(2)样品取样量的合理选择,基于以往的实验经验,聚醋酸乙烯酯树脂中所添加的醋酸乙烯总量需控制在0.08%以内,而且在甲醇取样期间,也需要做好取样量的控制工作,避免取样量过少或过多,影响到实验结果的合理性。(3)溶液加入量配比,在具体配比的确定中,需要对加入量进行试验,从而确定最佳的溶液加入量,同时也考虑到水和聚醋酸乙烯树脂甲醇溶液会发生反应,产生一些白色絮状的不溶物质,这也会影响到醋酸乙烯的释放结果,因此也需要在前期实验中确定最佳比例,满足分析实验的应用要求。

3.3 实验过程分析

在该实验过程中,其具体的实验过程如下:利用电子天平称取1.0-2.0g的样品,误差控制在0.01g以内,随后将样品放入到250ml的容量瓶中,向其中添加100ml甲醇溶液,随后利用磁力搅拌器对其进行搅拌,时间控制在3-5min,确保混合物质的充分融合。利用10ml移液管转移10ml的0.1mol/l $KBrO_3 \cdot KBr$ 溶液,同时也会向其中添加10ml的50g/L KI 溶液,将其摇匀处理后,会将其转移到暗处进行放置,时间控制在10min以内。完成此操作之后,也会利用滴定管吸取0.1mol/l $Na_2S_2O_3$ 溶液,将其滴入到容量瓶中,直到容量瓶颜色变成浅黄色。最后向其中添加5g/L 淀粉指示液(2.0ml),待蓝色消失后停止继续滴定。同时也会取10ml的0.1mol/l $KBrO_3 \cdot KBr$ 溶液来作为空白实验组^[1]。

3.4 整理实验结果

根据实验对于残留量进行计算,根据相关数据进行参数计算,具体的计算公式如下: $X = (V - V_0) \times M \times c \times 100 / (m_0 \times 2 \times 1000)$,其中V表示在空白情况下,所消耗的标准溶液的总体积,计量单位为ml; V_0 表示试样在应用情况下,所消耗的标准溶液的体积,计量单位为ml;M表示初三乙烯的摩尔质量,计量单位为g/mol;m表示实验过程中的样品质量,计量单位为g;c表示 $Na_2S_2O_3$ 溶液在应用阶段的具体浓度,其计量单位为mol/l^[2]。

3.5 实验结果讨论

3.5.1 精密度实验

结合实际情况,需要对精密度进行实验,在具体实验过程中,会配制相应浓度的醋酸乙烯酯溶液和甲醇溶液,此时利用0.1mol/l $KBrO_3 \cdot KBr$ 溶液对其进行滴定处理,以得到相应的实验数据。具体实验结果如表一所示,根据表中的统计数据可以

了解到,利用0.1mol/l $\text{KBrO}_3 \cdot \text{KBr}$ 溶液来对其进行滴定处理时,其平均值偏差可以控制在较小范围内,由此可见,该滴定方法在实际应用中,其精密度相对较高,可以满足残留物质检测的检测需求^[3]。

表一 精密度实验数据统计结果

测试浓度 (%)	实验结果1 (%)	实验结果2 (%)	平均值 (%)	平均偏差 (%)
0.0315	0.0312	0.0317	0.03145	0.00005
0.0531	0.0530	0.0527	0.05285	0.00025
0.0813	0.0810	0.0814	0.0812	0.0001

3.5.2加标回收率实验

结合实际情况,需要对回收率进行实验,在具体实验过程中,参考3.5.1配置乙酸乙烯酯溶液和甲醇溶液,此时利用0.1mol/l $\text{KBrO}_3 \cdot \text{KBr}$ 溶液对其进行滴定处理。具体实验结果如表二所示,根据表中的统计数据可以了解到,利用0.1mol/l $\text{KBrO}_3 \cdot \text{KBr}$ 溶液来对其进行滴定处理时,其回收率处于较高水平,满足实验要求^[4-5]。

表二 加标回收率实验数据统计结果

原有含量 (%)	加标量 (%)	实验结果 (%)	回收率 (%)	备注
0.0315	0.001	0.0327	101.1	-
0.0315	0.002	0.0333	96.5	-
0.0315	0.003	0.0321	97.3	-

结语

综上所述,统计数据可以了解到,利用0.1mol/l

$\text{KBrO}_3 \cdot \text{KBr}$ 溶液来对其进行滴定处理时,其平均值偏差可以控制在较小范围内,由此可见,该滴定方法在实际应用中,其精密度相对较高,可以满足残留物质检测的检测。而溴酸钾-溴化钾法由于不再使用溴素和冰乙酸,化验室不再有溴素、冰乙酸等挥发出来的腐蚀性气体,减少了溴素对塑料、金属制等仪器设备的腐蚀、提高了仪器设备的使用寿命。而且溴酸钾-溴化钾法是经典的化学滴定法,此方法对操作人员的素质要求不高,便于分析人员掌握,而且此分析方法的检测速度快,得出结果迅速。因此,溴酸钾-溴化钾法适用于聚醋酸乙烯树脂中残留醋酸乙烯单体含量的分析,对于一般企业化验室使用值得推荐。

参考文献

- [1] 申能美. 顶空-气质联用法测定聚醋酸乙烯酯树脂中残留醋酸乙烯酯单体的含量[J]. 安徽科技, 2020(11): 47-49.
- [2] 康永. 超高相对分子质量的聚醋酸乙烯酯的制备研究[J]. 橡塑技术与装备, 2020, 46(20): 17-24.
- [3] 朱建民. 聚醋酸乙烯树脂中残留醋酸乙烯分析方法的优化[J]. 化工管理, 2020(21): 116-119.
- [4] 陈萍. 聚乙烯醇降解菌Bacillus cereus sp.的筛选及其降解过程研究[D]. 华南理工大学, 2020.
- [5] 王泽清, 余咸早, 刘威, 高登学, 郝尧刚, 张璇, 陈厚和. 聚醋酸乙烯酯与黑索今体系的分子动力学模拟[J]. 爆破器材, 2019, 48(05): 6-11.

(上接第1124页)

人同乘交通工具的疑似甚至没有症状的人员,这就是控制传染源。同时每个人不要去中高风险区、及时每天测温、及时更新填报自己的健康码、没有染病的人没事不要出门,实在要出门,必须戴好口罩等防护措施,这是保护易感人群。公共场所喷洒消毒液、勤洗手等措施属于切断传播途径。

又比如说从目前的病毒变异毒株肆虐,说明了新冠肺炎的发病没有明显的年龄特征,属于全民易感,而根据统计表明得病人群以中老年为主,当然这不能排除是由于中老年人群的流动性较大,但可以确定的是自身免疫力较强的人即使染病也会更快康复,如何增加自身免疫力?体育锻炼是比较好的方法,通过每天一定的锻炼,增强自身免疫,就像蒋南翔先生提出的“为祖国健康工作五十年”那样,树立“身体是革命的本钱”的思想,从而进一步引导学生在平时就要养成积极参加锻炼、强壮自己的身体素质。通过以上各种实践活动,打破责任教育的空洞说教,教师可结合校内校外的各种资源开展相关主题实

践研究和调查等,帮助学生树立尊重生命、健康生活的理念,形成良好的生活习惯,践行内化和落实其责任行为。

总之,初中生物课堂教学是一个重要的教育平台,所以在疫情还持续的当下,利用热点问题为学生带来正确及时的学科教育,是我们作为生物老师的职责所在。作为初中生物教师,我们不仅要时刻关注社会热点,而且要在今后的教学中培养学生的责任感教育,既要渗透尊重生命的理念,也要关爱生命和大自然,提升青少年的生物学科的核心素养,最终为培养未来的合格社会公民尽一己之力。

参考文献

- [1] 《从疫情防控看生物教学中的社会责任感的培养》: 吕贝贝、张飞熊等.《中国教育月刊》2020年第四期。
- [2] 《普通高中生物学课程标准(2017年版)》
- [3] 徐远群. 试谈情境创设在初中生物教学中的应用[J]. 中国校外教育, 2011(19): 46