



中华人民共和国国家标准

GB/T 12006.1—2009/ISO 307:2007
代替 GB/T 12006.1—1989

塑料 聚酰胺 第 1 部分：黏数测定

Plastics—Polyamides—
Part 1: Determination of viscosity number

(ISO 307:2007, IDT)

2009-06-15 发布

2010-02-01 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

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 试剂和材料	2
6 仪器	3
7 试样的制备	5
8 试样的计算	5
9 溶剂的选择	5
10 步骤	6
11 结果的表示	8
12 重复性和再现性	8
13 在 96%(质量分数)硫酸溶液与在各种溶液中测定的黏数的关系	8
14 试验报告	9
附录 A (资料性附录) 工业硫酸(95%~98%)浓度的测定并通过滴定调节至 96%	10
附录 B (资料性附录) 硫酸(95%~98%)浓度的测定并通过在小毛细管黏度计中测试流经时间将其浓度调节至 96%	12
附录 C (资料性附录) 工业甲酸浓度的测定并通过滴定调节至 90%	14
附录 D (资料性附录) 工业甲酸浓度的测定并通过密度测试调节至 90%	16
附录 E (资料性附录) 在 96%(质量分数)硫酸溶液中测定的黏数与在各种溶剂中测定的黏度的关系	18
参考文献	27

前 言

GB/T 12006《塑料 聚酰胺》目前分为以下 2 个部分:

- 第 1 部分:黏数测定;
- 第 2 部分:含水量测定。

本部分为 GB/T 12006 的第 1 部分,等同采用 ISO 307:2007《塑料 聚酰胺 黏数测定》(英文版),在技术内容上完全一致。为便于使用,本部分作了下列编辑性修改:

- 把“本国际标准”一词改为“本部分”;
- 删除了 ISO 307:2007 的前言、引言;
- 增加了本部分的前言;
- 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”;
- 对于 ISO 307:2007 引用的国际标准中,未有等同采用为我国标准的,在标准中均被直接引用。

本部分代替 GB/T 12006.1—1989《聚酰胺黏数测定方法》,与 GB/T 12006.1—1989 相比,主要技术内容改变如下:

- 更改了标准名称;
- “规范性引用文件”一章内容不同;
- 增加了第 9 章和第 13 章内容;
- 增加了三种溶剂(见 5.1);
- 增加了聚合物浓度计算公式(见第 11 章);
- 增加了 Hagenbach 校正;
- 无精密度内容。

本部分的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 为资料性附录。

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:国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分参加起草单位:中国神马集团有限责任公司、广州金发科技股份有限公司、广州合成材料研究院。

本部分主要起草人:王永桂、赵平、李鹏洲、李建军、王浩江。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 12006.1—1989。

塑料 聚酰胺

第 1 部分:黏数测定

1 范围

GB/T 12006 的本部分规定了聚酰胺在某些规定的溶剂中稀溶液黏数的测定方法。

聚酰胺样品应完全溶解于所选溶剂中。添加剂如阻燃剂和改性剂等常会影响黏度的测试,在甲酸中会使黏数偏高,在硫酸中会使黏数偏低。对聚酰胺化合物的影响程度取决于添加剂、添加剂含量、存在的其他一些添加剂和配方等条件。

对于纯聚酰胺或者含对黏度测试无影响的添加剂的聚酰胺,其黏数的测定提供了一种聚合物分子量测试方法。纯聚酰胺或者含对黏度测试无影响的添加剂的聚酰胺,其黏数能从一种溶剂转换成另一种溶剂。

含添加剂的聚酰胺,该添加剂对黏度测试有影响,其黏数应指明所用溶剂和材料成分。这种情况下,黏数的测定不能由一种溶剂转换成另一种溶剂。

本方法适用于按 ISO 1874-1 命名的 PA46、PA6、PA66、PA69、PA610、PA612、PA11、PA12、PA6T/66、PA6I/6T、PA6T/6I/66、PA6T/6I、PA6I/6T/66 和 PA MXD6 的聚酰胺,以及在规定条件下可溶于一种规定溶剂的共聚酰胺、聚酰胺化合物和其他聚酰胺。

本方法不适用于由内酰胺阴离子聚合生成或由交联剂生成的聚酰胺,这类聚酰胺通常不溶于规定溶剂。

黏数系遵照本部分所规定的具体条件按 GB/T 1632.1—2008 规定的通用步骤来测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 12006 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 1632.1—2008 塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物稀溶液黏度 第 1 部分:通则 (ISO 1628-1:1998, IDT)

GB/T 9345.4—2008 塑料 灰分的测定 第 4 部分:聚酰胺 (ISO 3451-4:1998, IDT)

ISO 1042:1998 实验室玻璃容器 单标线容量瓶

ISO 1874-1 塑料 聚酰胺(PA)模塑和挤塑材料 第 1 部分:命名

ISO 3105 玻璃毛细管运动黏度计 规格和使用说明

ISO 15512 塑料 含水量的测定

ASTM D 789 聚酰胺(PA)相对黏度测定的方法标准

JIS K 6920-2:2000 塑料 聚酰胺(PA)模塑和挤塑材料 第 2 部分:测试样本制备及性能测定

3 术语和定义

GB/T 1632.1—2008 确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

聚合物黏数 viscosity number of a polymer

用本部分中提到的黏度计及式(1)计算得到的数值。其流经时间足够长,不需要进行动能校正:

$$VN = \left(\frac{\eta}{\eta_0} - 1 \right) \times \frac{1}{c} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

η ——在一种规定溶剂中聚合物溶液的黏度,单位为帕斯卡秒(Pa·s)或牛秒每平方米(N/m²·s);

η_0 ——溶剂的黏度,单位为帕斯卡秒(Pa·s)或牛秒每平方米(N/m²·s);

$\frac{\eta}{\eta_0}$ ——在一种规定溶剂中聚合物溶液的相对黏度;

c ——聚合物的浓度,单位为克每毫升(g/mL);

VN——黏数,单位为毫升每克(mL/g)。

注1:对于一种特定黏度计,并且溶液和溶剂密度基本相等,用该溶液的流经时间比代替黏度比。

$$\frac{\eta}{\eta_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\frac{\eta}{\eta_0}$ ——在一种规定溶剂中聚合物溶液的相对黏度。

注2:ISO 3105 规定,1型和2型乌氏黏度计流经时间分别低于200 s和60 s时,应进行动力校正,即所谓 Hagenbach 校正。对于其他类型的黏度计,如果修正值 $\geq 0.15\%$,应进行动能校正。

注3:液体流经时间比得到黏度的关系见式(3):

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = C \times t - \left(\frac{A}{t^2} \right) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ν ——黏度/密度比,单位为平方米每秒(m²/s);

ρ ——液体密度,单位为千克每立方米(kg/m³);

C ——黏度计常数,单位为平方米每二次方秒(m²/s²);

t ——流经时间,单位为秒(s);

A ——动力校正系数,单位为平方米秒(m²·s)。

注4:对于一种特定黏度计,溶液和溶剂密度基本相等并给定一动力因子,在本部分中黏度比

$$\frac{\eta}{\eta_0} \quad \dots\dots\dots (4)$$

用流经时间比代替,每次流经时间用黏度计生产商提供的流经时间函数,即所谓的 Hagenbach 校正(单位秒)进行换算。

4 原理

在25℃,用同一支黏度计分别测定溶剂和浓度为0.005 g/mL 聚酰胺溶液的流经时间,然后用两次测定值和已知的溶液浓度来计算黏数。

5 试剂和材料

5.1 溶剂和试剂

仅使用分析纯试剂和蒸馏水或相同纯度的水。

警告——避免皮肤接触溶剂和洗涤液并避免吸入其蒸气。

5.1.1 硫酸:96.00%±0.20%(质量分数)溶液

工业硫酸(95%~98%)浓度的测定并调节至 96.00%,见附录 A 和附录 B。

5.1.2 甲酸:90.00%±0.15%(质量分数)溶液

试剂应贮存于棕色玻璃瓶中。其浓度每两周至少校核一次。试剂中醋酸及甲酸甲酯含量不大于 0.2%。

工业甲酸(90%)浓度的测定并调节至 90.00%±0.15%,见附录 C 和附录 D。

5.1.3 间甲酚,应符合下列规格:

- 外观:清洁、无色。
- 间甲酚含量(质量分数):≥99%。
- 邻甲酚含量(质量分数):≤0.3%。
- 水含量(质量分数):≤0.13%。

所需纯度的间甲酚可由化学纯间甲酚蒸馏而得,最好用真空蒸馏。

为了避免氧化(真空蒸馏时)最好用氮气补偿压力。间甲酚的纯度可用气相色谱法测定,此溶剂应贮存于棕色玻璃瓶中。

5.1.4 苯酚,≥99%(质量分数)

5.1.5 1,1,2,2-四氯乙烷,≥99.5%(质量分数)

5.1.6 苯酚/1,1,2,2-四氯乙烷

称取 6 质量份苯酚(5.1.4)溶解于 4 质量份 1,1,2,2-四氯乙烷(5.1.5)中,至少准确至 1%。在 23℃下搅拌该混合物,防止其结晶。

5.1.7 正磷酸,85%(质量分数),密度 1.71 g/mL

5.1.8 间甲酚/磷酸

在锥形瓶(6.4)中加入 50 mL 间甲酚,用移液管(6.5)移取 0.14 mL 正磷酸(5.1.7)于锥形瓶中,盖上锥形瓶,用磁力搅拌器于 100℃下搅拌 30 min,然后将此溶液转移至已加入约 800 mL 间甲酚的容量瓶中,继续搅拌。用间甲酚冲洗锥形瓶数次,并转移至间甲酚溶液中。移开磁力搅拌器并将溶液稀释至刻度,搅拌此溶液 30 min。

5.2 洗涤液

5.2.1 铬酸溶液,由硫酸(96%, $\rho_0=1.84$ g/mL,工业级)和等体积的饱和重铬酸钾溶液(99.5%,工业级)混合制得。必要时,可用其他等效洗涤液代替铬酸溶液。

5.2.2 丙酮(99.5%,工业级)或任何水溶性低沸点溶剂(工业级)。

6 仪器

6.1 真空干燥箱,压力小于 100 kPa。

6.2 天平,精确至 0.1 mg。

6.3 容量瓶,容量 50 mL 或 100 mL,符合 ISO 1042 的要求,带有磨口玻璃塞。

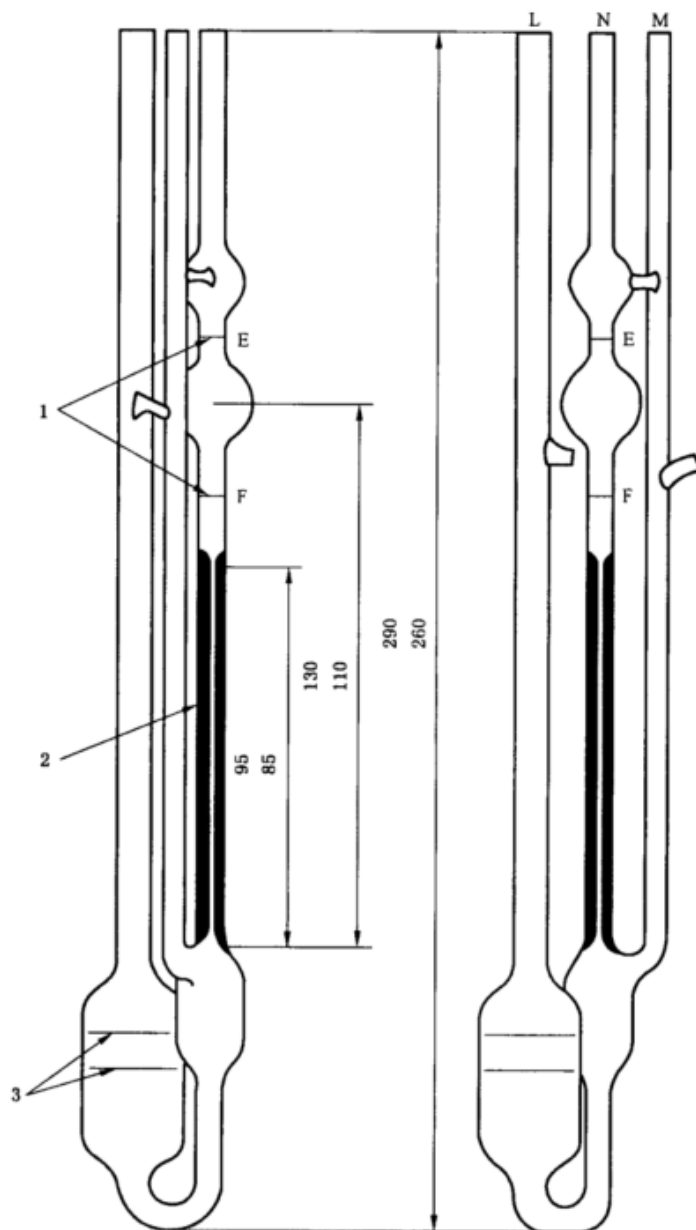
6.4 锥形瓶,100 mL,带有磨口玻璃塞。

6.5 移液管,0.2 mL,精确至 0.01 mL。

6.6 振荡装置或磁力搅拌器。

6.7 砂芯漏斗,孔径为 40 μ m~100 μ m(P100 级),或不锈钢筛,其孔隙大小约为 0.075 mm²。

6.8 黏度计,符合 ISO 3105 要求的气承液柱式乌氏黏度计。黏度计规格如图 1 所示。供甲酸溶液(5.1.2)使用时,其毛细管内径应为 0.58 mm±2%(符合 ISO 3105 1 型的要求)。供硫酸溶液(5.1.1)或间甲酚(5.1.3)使用时,其毛细管内径应为 1.03 mm±2%(符合 ISO 3105 2 型的要求)。



- 1——刻度线内体积为 $4 \text{ mL} \pm 0.2 \text{ mL}$;
 2——甲酸用毛细管直径为 $0.58 \text{ mm} (1 \pm 2\%)$; 硫酸和间甲酚用毛细管直径为 $1.03 \text{ mm} (1 \pm 2\%)$;
 3——充液线。

图 1 乌氏黏度计

也可使用 ISO 3105 所列其他类型的黏度计,只要其所得结果与上述规定的乌氏黏度计所得者相同。但在有争议的情况下,推荐采用乌氏黏度计。

按 GB/T 1632.1—2008 要求选择其他类型的黏度计。

注:本部分按 ISO 3105 要求,推荐采用 1 型和 2 型乌氏黏度计。

6.9 温度计,如具有适当范围和已校准的精度为 $0.05 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 的“全浸式”玻璃温度计。也可使用其他有相同或更高精度的温度计。

6.10 恒温槽,能恒温至 $25.00 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.05 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.11 计时器,如秒表,精确至 0.1 s 。

6.12 离心机。

7 试样的制备

7.1 概述

用于黏数测定的聚酰胺样品应溶解于所选溶剂中,不包括如增强填料类添加剂。

注:一些样品的溶解时间太长不适合生产控制。在此情况下,为了缩短溶解时间,如果能得到相同的试验结果,宜将材料研磨为粉末。

7.2 聚酰胺含量(质量分数)小于 98% 的样品

对于添加剂含量大于 2% 的样品,添加剂量的确定用特定方法或由配方得到。测定方法应在报告中注明。

样品的含水量按 ISO 15512 测定。灰分含量按 GB/T 9345.4—2008 测定。

称取的聚酰胺样品的准确量用第 8 章方程计算得到。

一些添加剂,例如三氧化铋和硫化锌,按 GB/T 9345.4—2008 在锻烧过程中完全挥发,如果玻璃纤维增强的材料中含有三氧化铋阻燃剂,和/或其他挥发性添加剂,其总量超过 2%,将通过公式计算试样的准确含量。

注:添加剂测定的时间可能太长而不适合生产质量控制,当聚合物含量(质量分数)的总差异小于 4%,例如 65%PA 变化范围在 63%~67%,生产配方中的添加剂含量可用于样品量的计算。

8 试样的计算

按式(5)计算试样的质量 m_c ,单位为毫克:

$$m_c = \frac{250}{1 - \frac{w_1 + w_2 + w_3}{100}} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_1 ——按 ISO 15512 测定的试样含水量,以质量分数表示;

w_2 ——按 GB/T 9345.4—2008 测定的试样无机物(例如填料或玻璃纤维)含量,以质量分数表示;

w_3 ——用适当方法测定的其他材料(例如,其他聚合物如聚烯烃,或添加剂如阻燃剂)的含量,以质量分数表示。

对于不易测定的添加剂含量,用产品配方含量。

9 溶剂的选择

聚酰胺黏数值取决于所用溶剂。

用于特定聚酰胺的溶剂规定如下:

- a) 对于 PA6、PA46、PA66、PA69、PA610、PA MXD6 及其相应的共聚酰胺,应使用甲酸溶液或硫酸作溶剂,对于含有添加剂的聚酰胺,若在酸性溶剂中释放气体,则使用间甲酚作溶剂。在有争议的情况下,使用甲酸作溶剂。
- b) 对于 PA612,应使用硫酸溶液或间甲酚作溶剂。在有争议的情况下,使用间甲酚。
- c) 对于 PA11、PA12 和 PA11/12 的共聚物,应使用间甲酚作溶剂。当端基反应产生的羧酸胺,对黏度的影响有争议时,使用间甲酚/磷酸溶液(5.1.8)作溶剂重新测试。
- d) 对于 PA6T/66、PA6I/66、PA6I/6T、PA6T/6I/66、PA6T/6I、PA6I/6T/66,应使用间甲酚或苯酚/1,1,2,2-四氯乙烷作溶剂,在有争议的情况下,应使用间甲酚。
- e) 对于其他聚酰胺,可使用所述任一溶剂。

注 1: 不含对黏度测试有影响的添加剂的聚酰胺黏数能通过常用互换公式从一种溶剂转换成另一种溶剂。转换表示于第 13 章,并在附录 E 中介绍。互换可靠性在附录 E 中讨论。

10 步骤

10.1 黏度计的清洗

首次使用之前应清洗黏度计(6.8),在出现不一致读数之后(例如当溶剂两次连续流出时间测定值差别大于0.4 s时)应再清洗,并在正常使用期中每隔一定时间再清洗。让黏度计装满洗涤液(5.2),如铬酸溶液(5.2.1),放置12h。倒出洗涤液,先用水,然后用丙酮(5.2.2)冲洗黏度计,再用如经过滤的缓慢空气流或真空干燥箱(6.1)等方法使之干燥。

每次测定后,沥干黏度计,先用溶剂,再用水,然后用丙酮(5.2.2)冲洗,并按上述方法使之干燥。

但是,如果下次的待测溶液是同类型聚酰胺液或是类似黏度的溶液,则允许在沥干黏度计后用待测溶液冲洗黏度计,然后用该溶液注满。

注:在生产控制和自动流经时间测试时,黏度计可以用下次待测样品的溶剂注满。

10.2 溶液的配制

10.2.1 概述

本部分叙述了三种不同的被测溶液的配制方法。第一种容量法(10.2.2),不需要校正试样中不溶添加剂的体积。考虑实用,允许试样质量为 $(m_c \pm 5)$ mg。对于纯聚酰胺,浓度范围在0.004 9 g/mL~0.005 1 g/mL。在黏数计算中应考虑聚合物的真实浓度。含不溶添加剂的样品,将准确计算质量的试样配成近似于0.005 g/mL的溶液。

第二种容量法(10.2.3)和重量法(10.2.4)需考虑不溶添加剂和聚酰胺体积。后两种方法常联合应用于半自动黏度测试仪。

注:只含不溶添加剂的聚酰胺样品,按容量法或重量法配制溶液的浓度将准确至5 mg/mL。

10.2.2 容量法

称取 $(m_c \pm 5)$ mg试样,准确至0.2 mg。其中 m_c 是按第8章计算得到的。操作要迅速,以尽量减少聚合物的吸湿。如果称量时间超过2 min,废弃该样料,重新称样。

把试样转移到50 mL的容量瓶(6.3)中,加入约40 mL溶剂(见第9章)。盖住容量瓶,摇动或用磁力搅拌器(6.6)搅拌瓶内溶液,直至聚合物溶解为止。根据聚酰胺类型和试样颗粒大小,溶解时间可能需要半小时到几小时。使用硫酸或甲酸溶液作溶剂时,温度应不超过30℃。使用间甲酚或苯酚/1,1,2,2-四氯乙烷作溶剂时,温度可升至95℃~100℃。若在后一种情况下,溶解时间超过2 h,则应在报告中注明。对于PA6T/66,适宜条件为90℃下2 h。

完全溶解后,将溶液冷却至 25 ± 2 ℃,用溶剂稀释至刻度,并混合均匀。若用磁力搅拌器(6.6),在稀释前把搅拌子从溶液中移出,用溶剂冲洗,把冲洗液加入容量瓶中,再行稀释。

10.2.3 与聚合物含量有精确关系的容量法

称取 $(m_c \pm 10\%)$ mg试样,准确至0.2 mg,其中 m_c 是按第8章计算得到的。操作要迅速,以尽量减少聚合物吸湿。如果称量时间超过2 min,废弃该样料,重新称样。

把试样转移至100 mL容量瓶(6.3)或锥形瓶(6.4)中,并加入配制浓度为每100 mL溶液中含0.50 g试样所需的溶剂体积(见第9章),加入溶剂的体积适合于样品可溶部分的体积。通过适当的定量装置(例如,精确至0.01 mL的滴定管)加入溶剂。盖住容量瓶,摇动或用磁力搅拌器(6.6)搅拌瓶内溶液,直至聚合物溶解为止。根据聚酰胺类型和试样颗粒大小,溶解时间可能需要半小时到几小时。使用硫酸或甲酸溶液作溶剂时,温度应不超过30℃;使用间甲酚或苯酚/1,1,2,2-四氯乙烷作溶剂时,温度可升至95℃~100℃。若在后一情况下,溶解时间超过2 h,则应在报告中注明。对于PA6T/66,适宜条件为90℃下2 h。完全溶解后,将溶液冷却至 25 ± 2 ℃。

示例

样品中聚酰胺质量	275 mg
聚酰胺密度	1.130 0 kg/dm ³

聚酰胺体积	$0.275 \text{ g}/1.130 \text{ g/mL}=0.243 \text{ mL}$
加入溶剂体积	$[(275/250) \times 50 - 0.243 \text{ mL}] = 54.76 \text{ mL}$

10.2.4 与聚合物含量有精确关系的重量法

称取($m_c \pm 10\%$)mg 试样,准确至 0.2 mg,其中 m_c 是按第 8 章计算得到的。操作要迅速,以尽量减少聚合物吸湿。如果称量时间超过 2 min,废弃该样料,重新称样。

将试样转移至 100 mL 容量瓶(6.3)或锥形瓶(6.4)中,加入配制浓度为 0.50 g 试样/100 mL 溶液所需的溶剂质量(见第 9 章),加入溶剂的质量适合于样品可溶部分的体积。盖住容量瓶,摇动或用磁力搅拌器(6.6)搅拌瓶内溶液,直至聚合物溶解为止。根据聚酰胺类型和试样颗粒大小,溶解时间可能需要半小时到几小时。使用硫酸或甲酸溶液作溶剂时,温度应不超过 30 °C,使用间甲酚或苯酚/1,1,2,2-四氯乙烷作溶剂时,温度可升至 95 °C~100 °C。若在后一情况下,溶解时间超过 2 h,则应在报告中注明。对于 PA 6T/66,适宜条件为 90 °C 下 2 h。完全溶解后,将溶液冷却至 25 °C $\pm$ 2 °C。

示例

样品中聚酰胺质量	275 mg
聚酰胺密度	1.130 0 kg/m ³
溶剂密度	1.204 4 kg/m ³
聚酰胺体积	$0.275 \text{ g}/1.130 \text{ g/mL}=0.243 \text{ mL}$
加入溶剂体积	$[(275/250) \times 50 - 0.243 \text{ mL}] = 54.76 \text{ mL}$
加入溶剂质量	$54.76 \text{ mL} \times 1.204 \text{ g/mL} = 65.95 \text{ g}$

注 1: 生产控制中常使用自动称量系统配制样品溶液。

注 2: 在聚酰胺有极高的相对分子量的情况下,尽管经长时间的摇动或搅拌也不总能得到所谓条纹现象的溶液,这种试验溶液只可用于相似产品的相互比较。

10.3 流经时间的测定

用测定溶液流经时间的同一黏度计和同一方法测定溶剂的平均流经时间。所用溶剂的流经时间每天至少测定一次,或采用经实验室验证的其他频次。如果溶剂的流经时间与配制时测定的初始值之差大于 0.5% 时,则应废弃该溶剂,重新配制新溶剂。

溶液通过砂芯漏斗(6.7)或金属筛,滤进黏度计的 L 管中(见图 1),或者以约 50 s⁻¹ 的频率离心,再将上层清液注入到黏度计(6.8)中,加入液体的体积应使流完后液面位于两条充液线之间。手动往黏度计里充液时,应该离开恒温浴,避免偶然溢出污染浴槽。

把黏度计放置在 25 °C $\pm$ 0.05 °C 的恒温浴中,确保 N 管垂直,并使上刻度线 E 位于恒温浴液面下至少 30 mm 处,装好液体的黏度计应至少恒温 15 min。

关闭 M 管,用胶皮球或类似器具把液体压或抽吸到 N 管的上球内。关闭 N 管,打开 M 管,使液体从毛细管下端流出,打开 N 管,测量弯月面最低点从 E 线到 F 线所需要的流经时间,而混浊溶液则是弯月面最高点从 E 线到 F 线所需的时间,准确至 0.2 s。重复测量流经时间,直至连续两次测定值之差在 0.25% 以内为止,取两次测量值的平均值作为溶液的流经时间。

每个聚酰胺样品的黏数至少要测定两次。每次用新溶液,连续两次测定值满足所用溶剂的重复性要求(见第 12 章)为止。报告这两个值的平均数,修约至整数,作为样品的黏数。若连续两次测定溶液的平均流经时间之差大于 0.5%,则应清洗黏度计(见 10.1)。

注 1: 必要时,在测量前用过滤器(6.7)过滤样品溶液。样品中含有的玻璃纤维将在 3 h~4 h 后完全沉淀下来,这样不需要过滤,轻轻倒出测试溶液进行测量。

对于溶液黏度自动测定仪,其步骤与所述方法可以有所不同。但是,有关测试溶液、仪器、浴温及流经时间等方面的要求应一样。

对于生产质量控制,原则上允许单次黏数测定的条件是:已知测试方法的精度和允许规定的操作差异(精度<操作差异的 30%,最好<10%),根据已知的精度差异和已确认的统计,测定操作控制限和操作警告限。强烈推荐该统计模式纳入质量手册,包括怎样处理产品的操作法,及如果单次测定结果落在

警告限外但在处置限内或处置限外,所应采取的措施。这些程序包括:

- 重复测试(例如平行测试);
- 任何生产控制中均匀批次的测试或;
- 接受基于较大操作限的产品。

11 结果的表示

根据式(6)计算聚合物浓度,单位为 g/mL:

$$c = \frac{m_c}{1\,000 \times 50 \times \left(\frac{100}{100 - (w_1 + w_2 + w_3)} \right)} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- c ——聚合物浓度,单位为克每毫升(g/mL);
- m_c ——质量,单位为千克(kg);
- w_1 、 w_2 、 w_3 ——同式(5)。

根据式(7)计算黏数 VN,单位为 mL/g。

在计算聚合物黏数时,溶液与溶剂的黏度比可以用相应的流经时间之比来替换。并且,聚合物浓度可以不用 g/mL 溶液表示,而用 g/mL 溶剂表示,不致造成显著的误差。

动能校正:

$$VN = \left(\frac{t - t_c}{t_0 - t_{0c}} - 1 \right) \frac{1}{c} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- t ——溶液流经时间,单位为秒(s);
- t_c ——如果适用,溶液的 Hagenbach 校正,单位为秒(s);
- t_0 ——溶剂的流经时间,单位为秒(s);
- t_{0c} ——如果适用,溶剂的 Hagenbach 校正,单位为秒(s);
- c ——聚合物浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

注:当(自动)样品的配制与聚合物准确含量有关时,相对黏度也适用于生产控制。

12 重复性和再现性

由于尚未得到实验室间的试验数据,故未知本试验方法的精密度。

如果得到上述数据,则在下次修订时加上精密度说明。

但是希望不要重大偏离 ISO 307:2003 和本部分表 E.1 给出的再现性。

13 在 96%(质量分数)硫酸溶液与在各种溶液中测定的黏数的关系

下列在不同溶剂中测定的黏数的互换见附录 E,只对纯聚酰胺(PAs)作为一种指导。

- 对于 PA6、PA66、PA69 和 PA610,在 96%(质量分数)硫酸与 90%(质量分数)甲酸中黏数的互换。
- 对于 PA612,在 96%(质量分数)硫酸与间甲酚中黏数的互换。
- 对于 PA6 和 PA66,按 ASTM D789 测定的相对黏度与在 96%(质量分数)硫酸中(按本部分)测定的黏数的互换。
- 对于 PA6 和 PA66,按附录 B JIS K 6920-2:2002,在 98%(质量分数)硫酸溶液中测定的相对黏度与在 96%(质量分数)硫酸中(按本部分)测定的黏数的互换。
- 对于 PA6 和 PA66,浓度为 0.01 g/mL,在 95.7%(质量分数)硫酸中的相对黏度与在 96%(质量分数)硫酸中黏数(按本部分)的互换。

14 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 注明采用本部分;
- b) 标明受试物料的全部资料;
- c) 所用溶剂;
- d) 如果时间长于 2 h, 间甲酚在 95 °C~100 °C 完全溶解样品所需时间;
- e) 黏数(两次测定的单个值和算术平均值);
- f) 如果需要, 说明添加剂的测试方法;
- g) 与本部分方法的任何偏差。

附录 A

(资料性附录)

工业硫酸(95%~98%)浓度的测定并通过滴定调节至 96%

A.1 概述

工业用硫酸的浓度在 95%和 98%之间,将硫酸的浓度调节至 $96.00\% \pm 0.20\%$ 。硫酸浓度通过滴定测定。

A.2 仪器和试剂

A.2.1 已校准的滴定管,50 mL 或 100 mL,精度至少为 0.1%。

A.2.2 氢氧化钠,标准溶液, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$,最好是市场上购买的配制好的溶液或由安瓿瓶制得的溶液。

A.2.3 盐酸,标准溶液, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$,最好是市场上购买的配制好的溶液或由安瓿瓶制得的溶液。

A.2.4 三(羟甲基)氨基甲烷, $\geq 99.5\%$ (质量分数),基准物质。

A.2.5 无水碳酸钠, $\geq 99.5\%$ (质量分数),基准物质。或者三(羟甲基)氨基甲烷, $\geq 99.5\%$ (质量分数)。

A.2.6 酚酞,0.1%甲醇溶液(质量/体积分数)。

A.3 步骤

A.3.1 盐酸滴定度的检查

通过滴定,检查盐酸溶液的滴定度,最好采用三(羟基)氨基甲烷或无水碳酸钠。所耗盐酸的体积约为 20 mL~25 mL。

A.3.2 1 mol/L 氢氧化钠溶液的配制

向装有回流冷凝器烧瓶中的沸水通入氮气鼓泡至少 2 h,得到无二氧化碳的蒸馏水。由 1 mol/L 安瓿瓶制得的氢氧化钠溶液用无二氧化碳的蒸馏水稀释,并贮存于防二氧化碳进入的玻璃瓶中。

用固体氢氧化钠配制氢氧化钠溶液时,去除氢氧化钠溶液的碳酸,可用稍过量的氯化钡通过沉淀然后过滤以除去碳酸盐,将清液稀释至所需体积。(见注)

注:氢氧化钠可以通过配制并过滤 1:1 (质量分数)水溶液从碳酸盐中分离出来,碳酸钠在溶液中几乎不溶解。用无二氧化碳的蒸馏水稀释 1:1 溶液(质量分数)配制 1 mol/L 氢氧化钠溶液。对于其他方法,使用者可参考关于定量分析如参考文献[1]和[2]参考书。

A.3.3 氢氧化钠溶液滴定度的测定

用盐酸测定氢氧化钠溶液的滴定度。三次连续测定的氢氧化钠滴定度误差不能大于 0.02%,计算三次测定的平均值作为氢氧化钠溶液的滴定度。

不允许用邻苯二甲酸氢钾、 $\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}(\text{COOK})$ 作为氢氧化钠滴定度测定的基准物。

A.3.4 初始硫酸溶液滴定度的测定

称取 2 g 酸于干燥的具塞称量瓶中,准确至 0.1 mg,小心倒出酸,缓缓加入已装有约 50 mL 蒸馏水的 250 mL 锥形瓶中。用蒸馏水冲洗称量瓶并将冲洗液转移至锥形瓶中,直至体积约为 100 mL。然后用氢氧化钠溶液(A.2.2)滴定,用酚酞(A.2.6)作指示剂,直至出现粉红色并保持不褪色为终点(所耗氢氧化钠溶液体积约为 40 mL)。

至少进行三次测定,计算结果的算术平均值。单次测试结果与其平均值误差不大于 0.15%。

滴加几滴酚酞于冲洗称量瓶的水中,以检查称量瓶是否洗净并将硫酸全部转移至锥形瓶中。
也可用电位滴定仪,最好在 N_2 保护下进行滴定以避免 CO_2 的影响。

A.4 结果表示

用式(A.1)计算硫酸的滴定度,以质量分数表示:

$$n = \frac{m_s \times V}{m} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V ——所耗氢氧化钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——硫酸试样的质量,单位为克(g);

m_s ——相当于 0.10 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液的硫酸质量 4.903 9 mg,单位为毫克(mg);

n ——溶液的滴定度,单位为摩尔每升(mol/L)。

A.5 硫酸浓度的调节

A.5.1 硫酸溶液浓度低于 96%

将已测定较高浓度的硫酸与初始硫酸以其浓度值计算的比例混合,达到所需浓度 96.00% ± 0.20%。测定混合硫酸的浓度。

A.5.2 硫酸溶液浓度高于 96%

将已测定较低浓度的硫酸与初始硫酸以其浓度值计算的比例混合,达到所需浓度 96.00% ± 0.20%。测定混合硫酸的浓度。

警告——严禁用水稀释浓硫酸有以下原因:通常所需水量极少,会导致稀释错误;安全原因,浓硫酸不能加水稀释,需将硫酸加入水中。实际应用时,后者不用于浓硫酸的稀释,有时应用于极少量浓硫酸的稀释。

附录 B

(资料性附录)

硫酸(95%~98%)浓度的测定并通过在小毛细管黏度计中测试流经时间将其浓度调节至 96%

B.1 概述

工业用硫酸浓度在 95%和 98%之间,将其调节至 $96.00\% \pm 0.20\%$ 。通过在小毛细管黏度计中测量流经时间来测定硫酸的浓度。

B.2 仪器

B.2.1 乌氏黏度计,常数约为 $0.005 \text{ mm}^2/\text{s}^2$, $d=0.46 \text{ mm}$ 。

B.2.2 超级恒温浴,能恒温至 $(25.00 \pm 0.03)^\circ\text{C}$ 。

B.2.3 温度计,精确至 0.01°C 。

B.2.4 校准滴定管,50 mL 或 100 mL,精度至少为 0.1%。

B.3 校准曲线的制备

配制至少五种标称浓度硫酸溶液,约为 95.50%;95.75%;96.00%;96.25%;96.50%。按附录 A 所述方法通过滴定测定其准确浓度。每种浓度至少应进行三次测定。

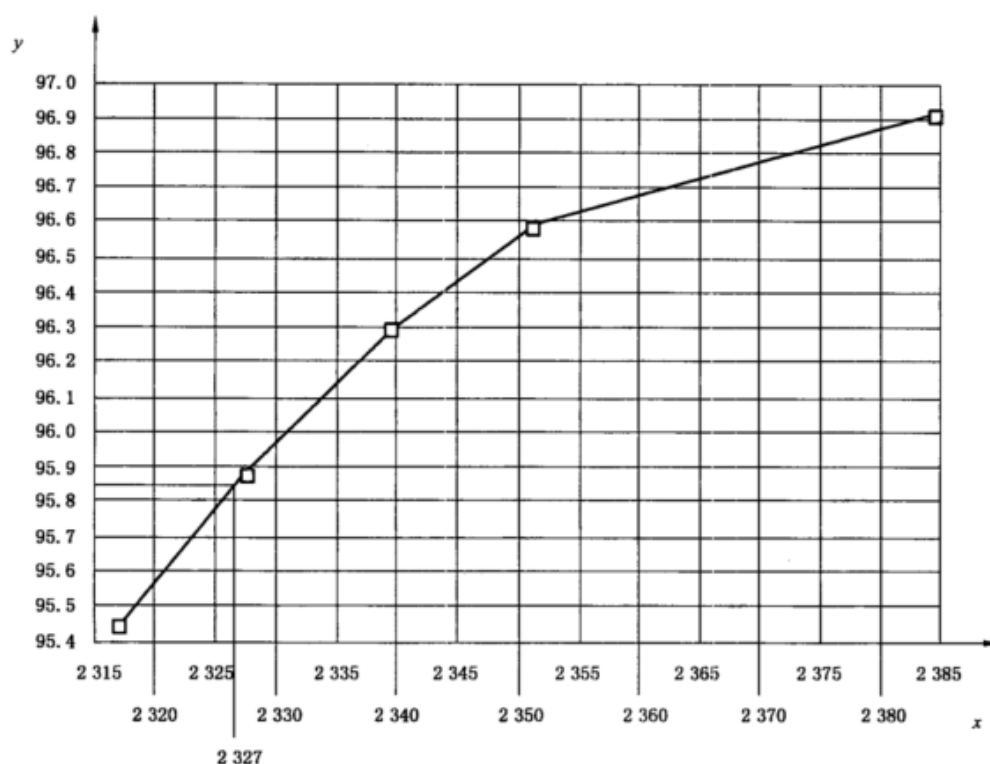
在黏度计中每种浓度的流经时间至少测定三次,计算结果的算术平均值。单次测试结果与其平均值之差不超过 2 s。

校准曲线的示例见表 B.1 和图 B.1。

表 B.1 作为流经时间函数的硫酸浓度的校准曲线示例

标称浓度 (质量分数)/ %	流经时间/ s	平均值/ s	硫酸浓度 (质量分数)/ %	平均值/ %
95.75	2316;2317;2318	2 317.0	95.38;95.52;95.46	95.453
96.00	2329;2327;2328	2 328.0	95.93;95.91;95.81	95.883
96.25	2339;2339;2340	2 339.3	96.24;96.35;96.29	96.293
96.50	2350;2353;2351	2 351.3	96.46;96.60;96.73	96.596
96.75	2385;2384;2384	2 384.3	96.88;96.89;96.97	96.913

注:通过流经时间测量对硫酸含量测定的标准偏差期望值为 0.061%。



x ——流经时间,单位为 s;
 y ——浓度(质量分数),单位为 %。

图 B.1 流经时间/黏度关系示例

B.4 硫酸浓度的调节

B.4.1 硫酸溶液浓度低于 96%

将初始硫酸与已测定较高浓度的硫酸,以其浓度值计算的比例混合,达到所需浓度 $96.00\% \pm 0.20\%$ 。

测定混合硫酸的浓度。

B.4.2 硫酸溶液浓度高于 96%

将初始硫酸与已测定较低浓度的硫酸,以其浓度值计算的比例混合,达到所需浓度 $96.00\% \pm 0.20\%$ 。

测定混合硫酸的浓度。

警告——严禁用水稀释浓硫酸有下列原因:所需水量极少,通常会导致稀释错误;安全原因,浓硫酸不能加水稀释,需将硫酸加入水中。实际应用时,后者不用于浓硫酸的稀释,有时应用于极少量浓硫酸的稀释。

附录 C

(资料性附录)

工业甲酸浓度的测定并通过滴定调节至 90%

C.1 概述

工业用甲酸浓度约在 98% 与 100% 之间。调节浓度至 $90.00\% \pm 0.15\%$ 。

用电位滴定测定甲酸浓度。

C.2 仪器和试剂

C.2.1 电位滴定仪, 配有玻璃复合电极。

C.2.2 氢氧化钠, 标准溶液, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ (例如, 由安瓿瓶制得)。

C.2.3 无二氧化碳的水, 298 K 时最大电导率为 $0.056 \mu\text{S/cm}$ 。

C.2.4 邻苯二甲酸氢钾。

C.2.5 校准滴定管, 50 mL 或 100 mL, 精度至少为 0.1%。

C.3 步骤

C.3.1 氢氧化钠溶液滴定度的测定

称取约 1.5 g 邻苯二甲酸氢钾, 准确至 0.000 1 g, 溶解于 80 mL 水中, 于 20 °C 用氢氧化钠溶液滴定。按式 (C.1) 计算五次测定的平均值作为氢氧化钠溶液的滴定度。

$$n = \frac{m_1}{204.23 \times V_1 \times 0.001} \quad \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中:

m_1 ——所用邻苯二甲酸氢钾试样的质量, 单位为克(g);

204.23——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);

V_1 ——所用氢氧化钠溶液的体积, 单位为毫升(mL);

0.001——毫升与升的转换因子;

n ——氢氧化钠溶液的滴定度, 单位为摩尔每升(mol/L)。

最好在 N_2 保护下滴定, 以避免 CO_2 的影响。

C.3.2 甲酸浓度的测定

称取约 0.6 g 甲酸, 准确至 0.000 1 g, 溶解于约 80 mL 水中。于 20 °C 用氢氧化钠溶液滴定。按式 (C.2) 计算三次测定的平均值作为甲酸溶液的浓度。

$$c = \frac{V_2 \times 0.001 \times n \times 46.03}{m_F} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{C.2})$$

式中:

V_2 ——所用氢氧化钠溶液的体积, 单位为毫升(mL);

0.001——毫升与升的转换因子;

n ——氢氧化钠溶液的滴定度, 单位为摩尔每升(mol/L);

46.03——甲酸的分子量, 单位为克每摩尔(g/mol);

m_F ——所用甲酸的质量, 单位为克(g);

c ——甲酸浓度(质量分数)以百分数表示(%)。

注: 通过滴定对甲酸含量测定的标准偏差期望值为 $<0.05\%$ 。一次测定重复进行三次, 标准偏差期望值为 0.03% 。

C.4 甲酸浓度的调节

如果甲酸浓度太高,小心与蒸馏水混合以得到所需浓度。甲酸需缓缓加入蒸馏水中。如果浓度太低,与较高浓度的酸混合。

附录 D
(资料性附录)

工业甲酸浓度的测定并通过密度测试调节至 90%

D.1 概述

工业用甲酸的浓度约在 98% 与 100% 之间。将浓度调节至 90.00% ± 0.15%。通过密度测试测定甲酸浓度。

D.2 仪器

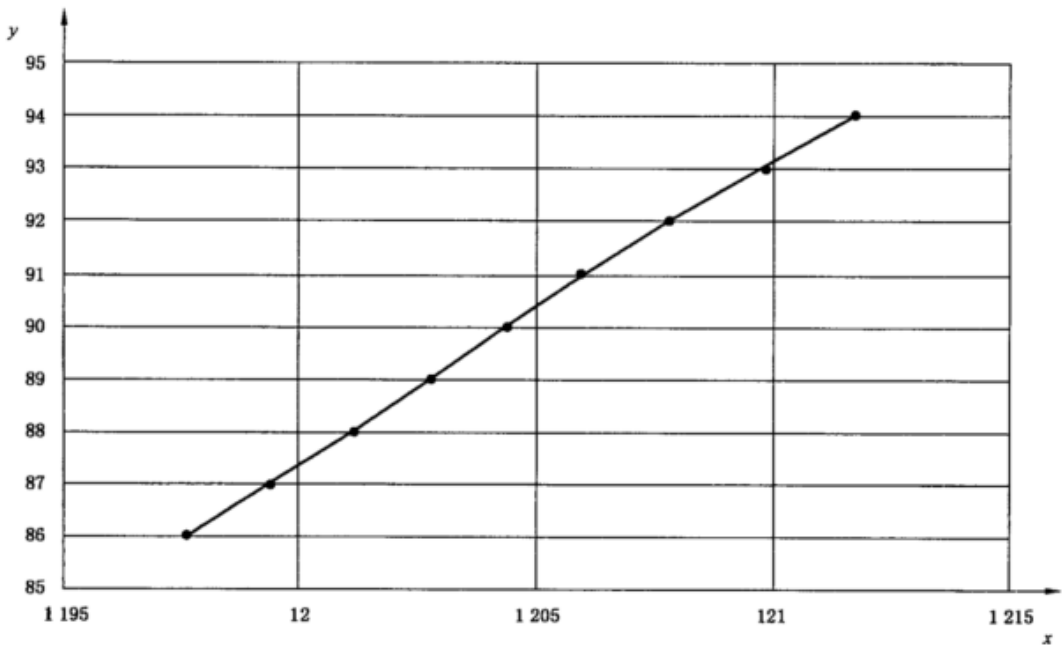
D.2.1 密度测量仪, 精确至 0.000 01 kg/m³, 例如, 基于所谓“U 管振荡原理”的测量仪。

D.3 步骤

在 20 °C 测定甲酸的密度至少保留 5 位小数。按表 D.1 测定浓度。

如果甲酸浓度太高, 小心与蒸馏水混合, 以得到所需浓度。甲酸应缓缓加入蒸馏水中。如果甲酸浓度太低, 与较高浓度的酸混合。

注: 通过密度测试对甲酸含量测定的标准偏差期望值为 < 0.01%。



x——20 °C 时的密度;

y——甲酸的浓度(质量分数), % (自参考文献[3])。

图 D.1 作为密度函数的甲酸浓度

表 D.1 20 ℃ 时作为甲酸浓度函数的甲酸密度(kg/m³)
(拟合曲线数据)

密度/ (kg/m ³)	甲酸浓度 ^a	甲酸浓度(质量分数) 拟合曲线数据/%	密度/ (kg/m ³)	甲酸浓度 ^a	甲酸浓度(质量分数) 拟合曲线数据/%
1.202 80	89	89.017 53	1.204 46		90.008 22
1.203 60		89.494 86	1.204 48		90.020 15
1.203 78		89.602 37	1.204 50		90.032 07
1.203 96		89.709 86	1.204 52		90.043 99
1.204 12		89.805 39	1.204 54		90.055 90
1.204 14		89.817 33	1.204 56		90.067 82
1.204 16		89.829 27	1.204 58		90.079 74
1.204 18		89.841 20	1.204 60		90.091 65
1.204 20		89.853 14	1.204 62	90.1	90.103 56
1.204 22		89.865 07	1.204 64		90.115 48
1.204 24		89.877 01	1.204 66		90.127 39
1.204 26		89.888 94	1.204 68		90.139 30
1.204 28	89.9	89.900 87	1.204 70		90.151 20
1.204 30		89.912 81	1.204 72		90.163 11
1.204 32		89.924 74	1.204 74		90.175 01
1.204 34		89.936 67	1.204 76		90.186 91
1.204 36		89.948 59	1.204 78		90.198 81
1.204 38		89.960 52	1.204 96		90.305 84
1.204 40	90	89.972 45	1.205 12		90.400 84
1.204 42		89.984 37	1.205 28		90.495 70
1.204 44		89.996 30	1.205 90	91	90.861 65
^a 自参考文献[3]。					

附录 E
(资料性附录)

在 96%(质量分数)硫酸溶液中测定的黏数与在各种溶剂中测定的黏度的关系

E.1 在 96%(质量分数)硫酸与在 90%(质量分数)甲酸和间甲酚中所测定黏数的关系

E.1.1 分别在 96%(质量分数)硫酸与 90%(质量分数)甲酸中的黏数

PA6、PA66、PA69、PA610 在硫酸溶液(5.1.1)和甲酸溶液(5.1.2)中的黏数的关系见表 E.1。

通常一实验室以一种溶剂测量的值不同于在其他实验室以另一种溶剂测量的值所转换得到的值。以转换值的质量分数表示的此差别的 95%置信区间为：

- 对于 PA6 ±9%
- 对于 PA66 ±9%
- 对于 PA69 ±10%
- 对于 PA610 ±14%

E.1.2 分别在 96%(质量分数)硫酸与间甲酚中的黏数

在硫酸溶液(5.1.1)和在间甲酚(5.1.3)中 PA612 黏数的关系见表 E.2。

对于 PA612,准确测量值与转换值之间的差别的 95%置信区间取决于转换方向。以转换值的质量分数表示的这些置信区间为：

- 在间甲酚中的值转换成 96%(质量分数)硫酸中的值 ±17%
- 在 96%(质量分数)硫酸中的值转换成在间甲酚中的值 ±9%

E.1.3 精度

在实验室间测定不同溶剂中黏数的关系见表 E.1 注。

表 E.1 重复性和再现性

溶 剂	重复性/%	再现性/%
硫酸溶液(5.1.1)	2	5
甲酸溶液(5.1.2)	2	10
间甲酚(5.1.3)	3	10
注：表中所列重复性和再现性是在 1982 年进行的实验室间研究工作进行的。七个实验室参加了这一研究工作。其方案包括 11 种 PA6,9 种 PA66,3 种 PA69,4 种 PA610,5 种 PA612,2 种 PA6T/66。这些样品的黏数按本部分在两种溶剂中各测两次。		

E.2 按 ASTM D789 测定的相对黏度与在 96%(质量分数)硫酸中测定的黏数

PA6 和 PA66 的相对黏度与 PA6、PA66 在硫酸溶液(5.1.1)中的黏数之间的转换表和关系图分别示于表 E.2 和图 E.3。

因为尚未获得实验室间的试验数据,故未知 PA6 和 PA66 的相对黏度与 PA6、PA66 在硫酸溶液中的黏数之间关系的精度。分别示于表 E.2 和图 E.3 的关系,只是作为一种预期关系的表示。

E.3 相对黏度(附录 B JIS K 6920-2:2000)与 PA6 和 PA66 的黏数(本部分)的互换

PA6 和 PA66 在 98%(质量分数)硫酸溶液中的相对黏度与在 96%(质量分数)硫酸溶液(5.1.1)中的黏数之间的关系见图 E.4。

1999 年 8 个实验室进行实验室间的测试,检查 PA6 和 PA66 在 98%(质量分数)硫酸溶液中的相对黏度和在 96%(质量分数)硫酸中的黏数之间的黏度互换。

图 E.4 所示的线性关系用式(E.1)表示为:

$$VN = 69.771 \times RV - 49.372 \quad \dots\dots\dots(E.1)$$

式中:

RV——按附录 B JIS K 6920-2:2000 测量的相对黏度;

VN——按本部分测量的黏数,单位为 mL/g。

线性回归系数 $R^2=0.9823$ 。

在 98%(质量分数)硫酸溶液中相对黏度的测试条件如下:

- 溶液 98.0%±0.2%(质量分数)硫酸
- 聚合物浓度 (0.250±0.001)g/25 mL 溶剂(0.01 g/mL)
- 温度 25.0 °C±0.1 °C
- 黏度计 奥氏

E.4 PA6、PA66 在 95.7%(质量分数)硫酸中浓度为 0.01 g/mL 的相对黏度和黏数(本部分)的互换

PA6、PA66 在 95.7%(质量分数)硫酸中浓度为 0.01g/mL 的相对黏度和在 96%(质量分数)硫酸溶液(5.1.1)中的黏数之间的关系图分别示于图 E.5 和图 E.6。

用 2 支不同的黏度计和不同的操作者在 95.7%(质量分数)硫酸中测定同一 PA6 样品的相对黏度,每天测定一次,连续 21 周,一周 5 天,以评估其再现性。标准偏差 S_R 评估为 0.0133。

1999 年 5 个实验室进行了实验室间试验,测定 PA6 和 PA66 在 95.7%(质量分数)硫酸中样品浓度为 0.01 g/mL 测量的相对黏度(RV)与在 96%(质量分数)硫酸中黏数的互换。

用本部分方法进行黏度测试。相对黏度测试例外。

- 溶液 95.7%±0.2%(质量分数)硫酸
- 聚合物浓度 (0.500 0±0.000 5)/50 mL 溶剂(0.01 g/mL)
- 黏度计 乌氏,直径 1.36 mm

图 E.5 所示线性关系用式(E.2)表示为:

$$VN = 77.4502 \times RV - 59.1947 \quad \dots\dots\dots(E.2)$$

式中:

RV——在 95.7%(质量分数)硫酸中浓度为 0.01 g/mL 测试的相对黏度;

VN——按本部分测试的黏数。

线性回归系数 $R^2=0.9989$ 。

图 E.6 所示线性关系用式(E.3)表示为:

$$VN = 77.5739 \times RV - 59.8970 \quad \dots\dots\dots(E.3)$$

式中:

RV——在 95.7%(质量分数)硫酸中浓度为 0.01 g/mL 测试的相对黏度;

VN——按本部分测试的黏数。

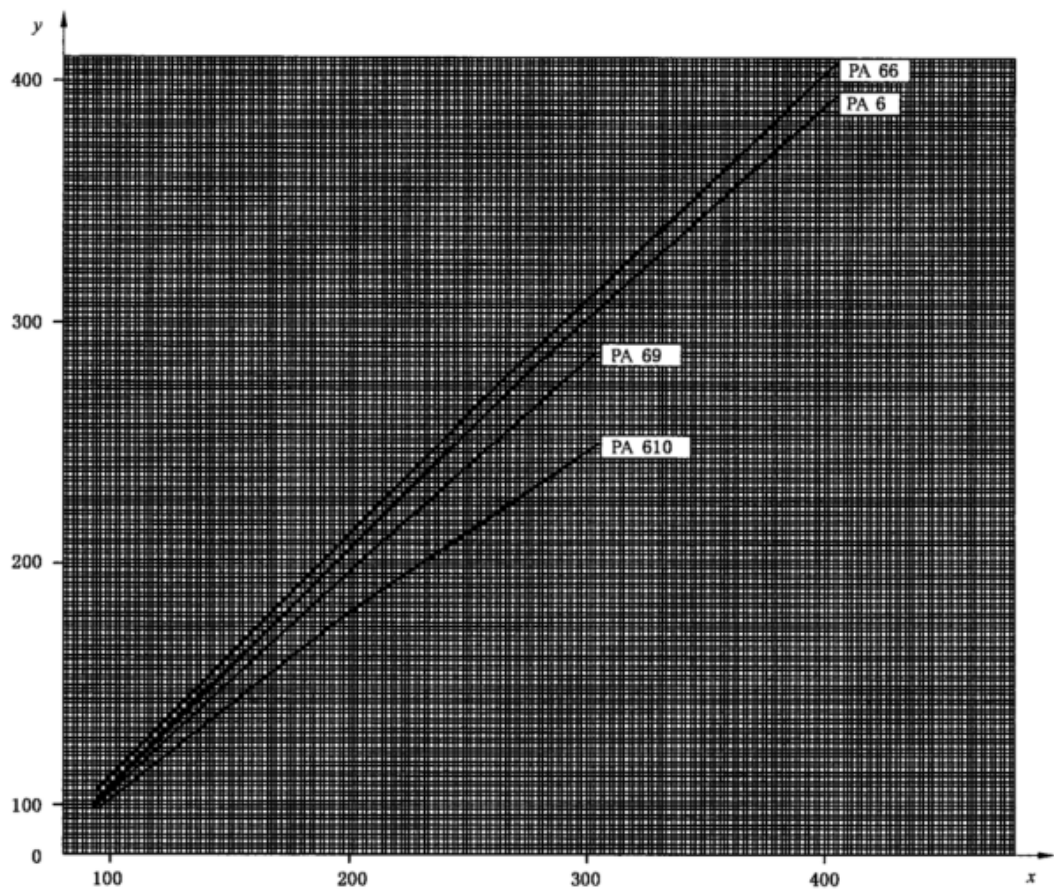
线性回归系数 $R^2=0.9936$ 。

表 E.2 PA6、PA66 的相对黏度(RV)和黏数(VN)
(从图 E.3 曲线取值)

RV (ASTM D789)	VN (本部分) 在 96%(质量分数)硫酸中	RV (ASTM D789)	VN (本部分) 在 96%(质量分数)硫酸中
25	83.93	89	198.50
27	90.87	91	200.51
29	97.32	93	202.47
31	103.34	95	204.39
33	108.98	97	206.27
35	114.29	99	208.11
37	119.30	101	209.92
39	124.05	103	211.69
41	128.57	105	213.42
43	132.87	107	215.12
45	136.97	109	216.80
47	140.89	111	218.44
49	144.65	113	220.05
51	148.26	115	221.63
53	151.73	117	223.19
55	155.07	119	224.72
57	158.30	121	226.22
59	161.41	123	227.70
61	164.42	125	229.15
63	167.33	127	230.59
65	170.15	129	232.00
67	172.88	131	233.39
69	175.54	133	234.75
71	178.12	135	236.10
73	180.62	137	237.43
75	183.06	139	238.73
77	185.44	141	240.02
79	187.75	143	241.29
81	190.01	145	242.55
83	192.21	147	243.78
85	194.35	149	245.00
87	196.45	151	246.21

表 E.2 (续)

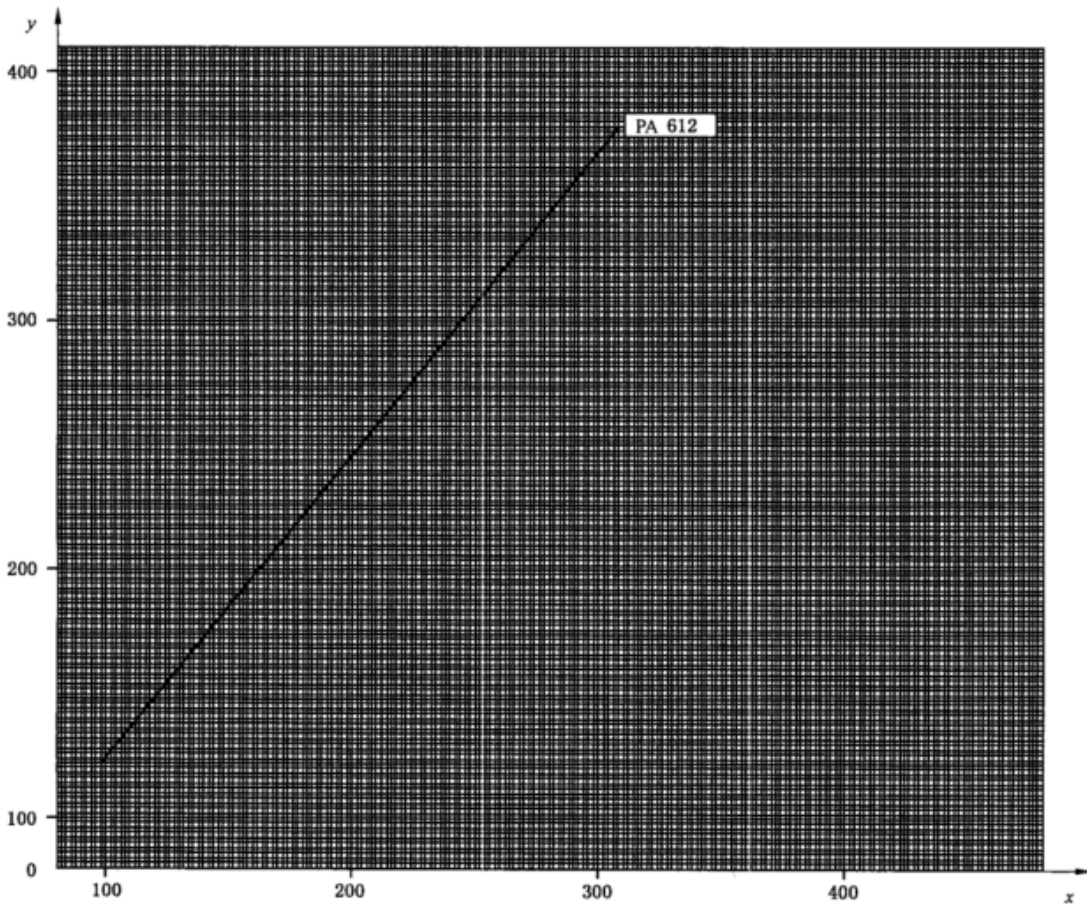
RV (ASTM D789)	VN (本部分) 在 96%(质量分数)硫酸中	RV (ASTM D789)	VN (本部分) 在 96%(质量分数)硫酸中
153	247.39	191	267.41
155	248.56	193	268.35
157	249.72	195	269.28
159	250.86	197	270.20
161	251.99	199	271.11
163	253.11	201	272.01
165	254.21	203	272.91
167	255.29	205	273.79
169	256.37	207	274.67
171	257.43	209	275.54
173	258.48	211	276.40
175	259.52	213	277.25
177	260.54	215	278.09
179	261.56	217	278.93
181	262.56	219	279.75
183	263.55	221	280.57
185	264.53	223	281.39
187	265.50	225	282.19
189	266.46		



x 在 90%(质量分数)甲酸中的黏数
 y 在 96%(质量分数)硫酸的黏数

对于 PA6, $\ln y = 0.416\ 1 + 0.927\ 6 \ln x$
对于 PA66, $\ln y = 0.454\ 1 + 0.926\ 1 \ln x$
对于 PA69, $\ln y = 0.463\ 4 + 0.909\ 5 \ln x$
对于 PA610, $\ln y = 0.982\ 3 + 0.793\ 2 \ln x$

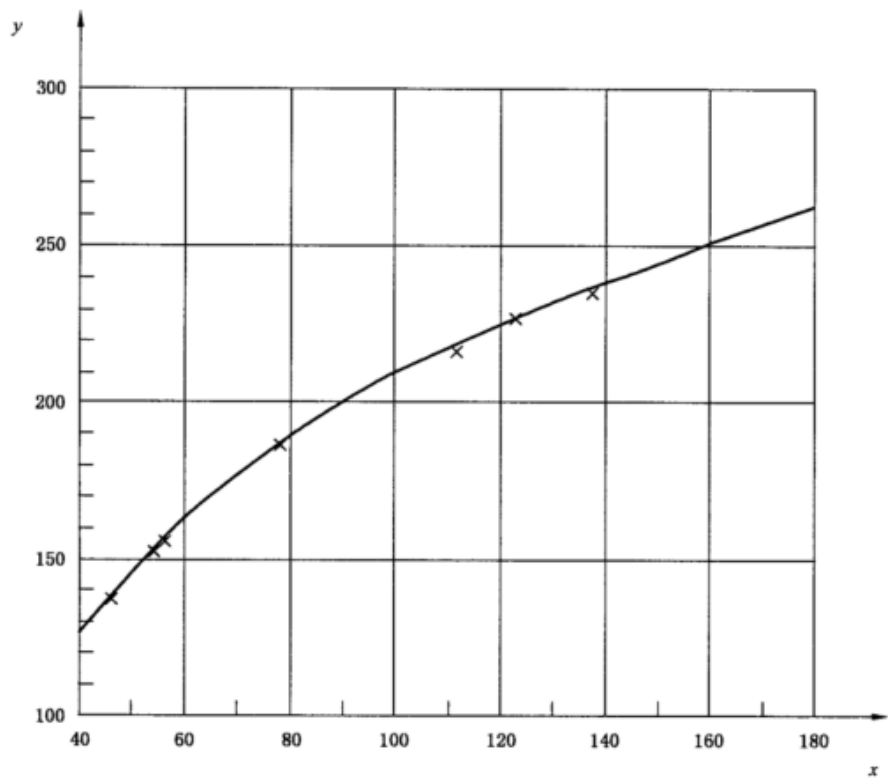
图 E.1 PA6、PA66、PA69 和 PA610 在 90%(质量分数)甲酸溶液和
96%(质量分数)硫酸溶液中黏数转换校准线



x 在 96%(质量分数)硫酸中的黏数
 y 在间甲酚中的黏数

对于 PA612, $\ln y = 0.2857 + 0.9859 \ln x$

图 E.2 PA612 在 96%(质量分数)硫酸溶液和间甲酚中的黏数转换校准线



x 按 ASTM D789 的相对黏度(RV)

y 在 96%硫酸中的黏数(VN)

× 测量值

— 最佳拟合曲线

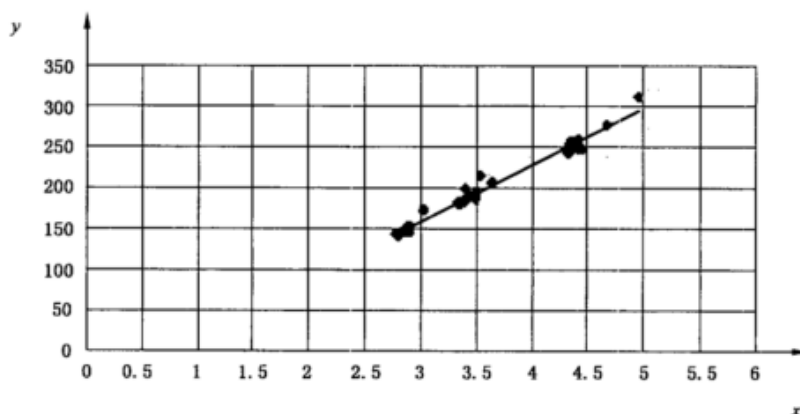
$$VN=A+B\ln RV$$

式中:

$$A=-206.521\ 24$$

$$B=90.233\ 55$$

图 E.3 PA6、PA66 相对黏度和黏数的转换



x 按附录 B JIS K 6920-2:2000 的相对黏度 (RV)

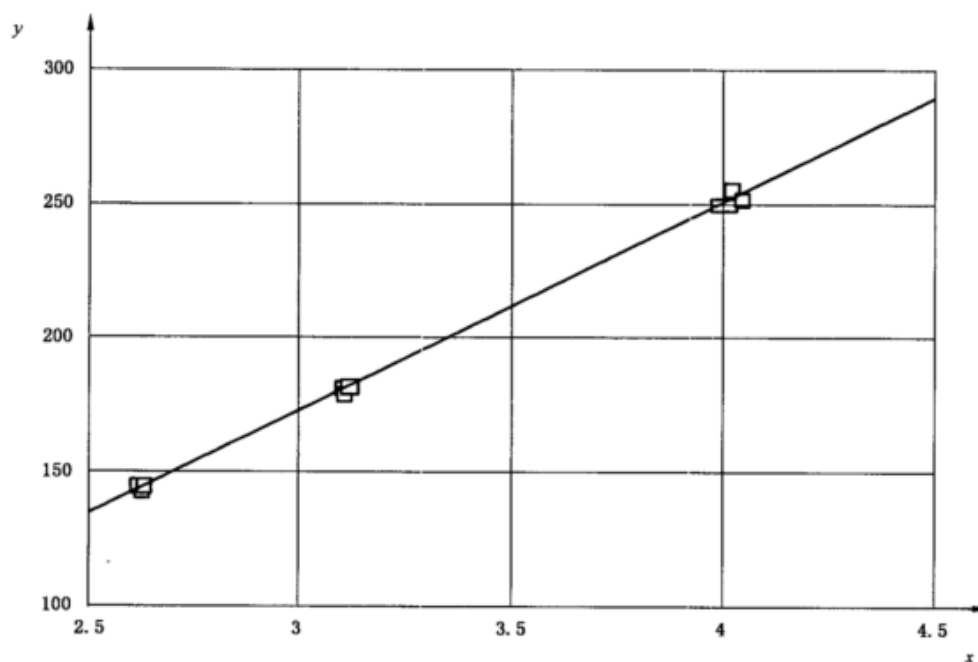
y 在 96% 硫酸中的黏数 (VN)

$$VN = 69.771 \times RV - 49.372$$

$$R^2 = 0.9823$$

◆ 测量值

图 E.4 PA6、PA66 在 98% (质量分数) 硫酸溶液中的相对黏度和黏数的转换



x 在 95.7% (质量分数) 硫酸溶液中浓度为 0.01 g/mL 的相对黏度 (RV)

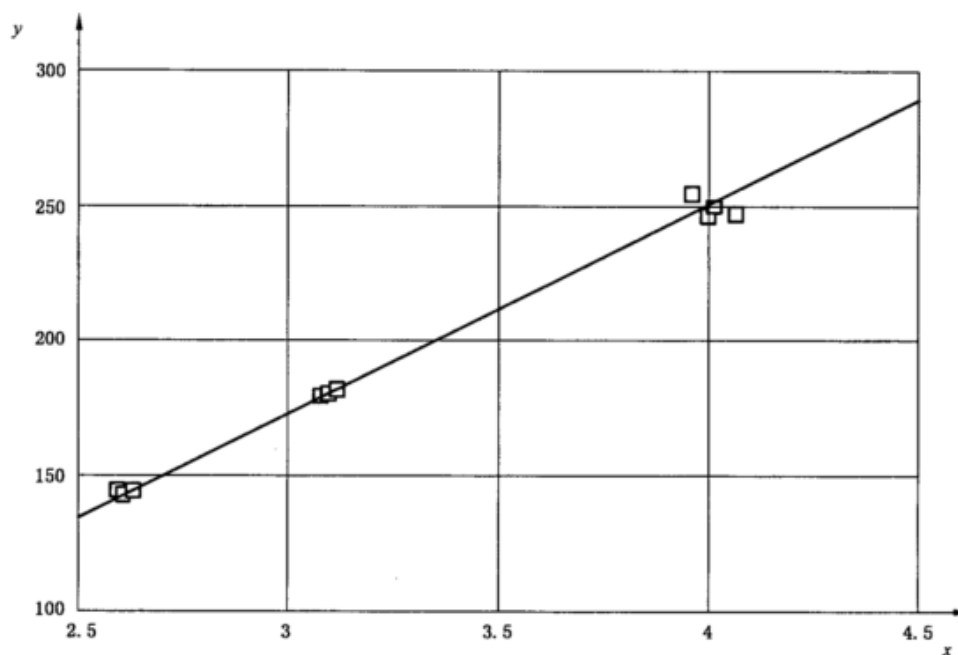
y 按本部分的黏数, 单位为 mL/g

$$VN = 77.4502 \times RV - 59.197$$

$$R^2 = 0.9989$$

□ 测量值

图 E.5 PA6 在 95.7% (质量分数) 硫酸溶液中浓度为 0.01 g/mL 的相对黏度和黏数的转换



x 在 95.7%(质量分数)硫酸溶液中浓度为 0.01 g/mL 的相对黏度(RV)

y 按本部分的黏数,单位为 mL/g

$$VN = 77.5769 \times RV - 59.8970$$

$$R^2 = 0.9936$$

□ 测量值

图 E.6 PA66 在 95.7%(质量分数)硫酸溶液中浓度为 0.01 g/mL 的相对黏度和黏数的转换

参 考 文 献

- [1] KOLTHOFF, SANDELL, MEEHAN 和 BRUCKENSTEIN, 化学定量分析;
 - [2] WILLARD, FURMAN BRICKER, 元素定量分析;
 - [3] Perry, 《化学工程手册》, 第 7 版, 1997 年, 2-109 页。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑 料 聚 酰 胺
第 1 部分:黏数测定
GB/T 12006.1—2009/ISO 307:2007

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 53 千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

书号:155066·1-38740 定价 30.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 12006.1—2009

打印日期:2010年3月11日