



中华人民共和国国家标准

GB/T 1632.1—2008/ISO 1628-1:1998
代替 GB/T 1632—1993

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

Plastics—Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using
capillary viscometers—Part 1: General principles

(ISO 1628-1:1998, IDT)

2008-08-04 发布

2009-04-01 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 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 4

5 仪器 4

6 溶液 7

7 测量温度 7

8 操作步骤 8

9 结果表示 8

10 试验报告..... 9

附录 A（规范性附录） 仪器的清洗 10

附录 B（规范性附录） 误差来源说明 11

B.1 概述 11

B.2 测量原理 11

B.3 误差的来源 11

B.4 黏度计选择 12

参考文献 13

前 言

GB/T 1632《塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物稀溶液黏度》由以下五个部分组成:

- 第1部分:通则;
- 第2部分:聚氯乙烯树脂;
- 第3部分:聚乙烯聚丙烯;
- 第4部分:聚碳酸酯模塑和挤塑材料;
- 第5部分:热塑性聚酯(TP)均聚物和共聚物;
- 第6部分:甲基丙烯酸甲酯聚合物。

本部分为 GB/T 1632 的第1部分,等同采用 ISO 1628-1:1998:《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》(1998年英文版)。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

- a) “ISO 1628 的本部分”改成“GB/T 1632 的本部分”或“本部分”;
- b) 删除了 ISO 1628-1:1998 的前言;
- c) 增加了我国标准本部分的前言;
- d) 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”。

本部分代替 GB/T 1632—1993《聚合物稀溶液粘数和特性粘数测定》。

本部分与 GB/T 1632—1993 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件;
- 增加了一种符合规定的 DIN 黏度计。

本部分的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

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(SAC/TC 15)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、杭州师范大学。

本部分参加起草单位:国家石化有机原料合成树脂质检中心、国家塑料制品检测中心(北京)、中石化北化院国家化学建材测试中心(材料测试部)、金发科技股份有限公司。

本部分主要起草人:云伯翎、来国桥、王超先、翁云宣、刘玉春、刘奇祥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1632—1979、GB/T 1632—1993。

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

1 范围

GB/T 1632 的本部分规定了有机聚合物稀溶液的比黏度、特性黏度和 K -值测定的通用条件。

本部分规定了黏度测定的标准参数,可作为各种不同聚合物溶液黏度测定标准的基础,也适用于无专用标准的聚合物溶液黏度的测定和报告。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 1632 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。

ISO 31-0:1992 量和单位——第0部分:通则

ISO 31-3:1992 量和单位——第3部分:力学

ISO 3105:1994 玻璃毛细管运动黏度计——规格和操作说明

ISO 3205:1976 优先选用的试验温度

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 1632 的本部分。

3.1

量纲和单位 dimensions and units

本部分按 ISO 31-0:1992 规定各量的量纲,长度、质量、时间的量纲分别用 L、M、T 表示,ISO 31-0:1992 和 ISO 31-3:1992 中给出了各量相对的单位。

3.2 适用于任何液体的术语和定义

3.2.1

黏度 viscosity

流体在两个平面之间作剪切运动,其中一平面在本平面内运动,相对于另一平面作线性匀速运动,则此流体的黏度可按牛顿方程定义如式(1):

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

τ ——剪切应力;

η ——黏度;

$\dot{\gamma}$ ——速度梯度或剪切速率,表示为 dv/dz ,式中 v 为一平面相对另一平面的速度, z 为对两平面垂直的坐标。

黏度的量纲是: $ML^{-1}T^{-1}$;

黏度的单位是:帕斯卡秒(Pa·s);

在实际使用中,以 $10^{-3}Pa \cdot s$ 为单位更方便。

注:通常所指的黏度是“牛顿黏度”,在这种情况下,剪切应力与速度梯度之比为常数。在非牛顿行为情况下,即通常在高聚物溶液情况下,此比值随剪切速率而变。这样的比值通常称为相应剪切速率下的“表观黏度”。

3.2.2

黏度/密度比 viscosity/density ratio

运动黏度 kinematic viscosity

 ν

此比值按式(2)定义:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

 ρ ——是测定黏度温度下液体的密度。运动黏度的量纲是: $L^2 T^{-1}$ 。运动黏度的单位是:平方米每秒($m^2 \cdot s^{-1}$)。在实际使用中,以 $10^{-6} m^2 \cdot s^{-1}$,即 $mm^2 \cdot s^{-1}$ 为单位更方便。

3.3 适用于聚合物溶液的术语和定义

3.3.1

相对黏度 relative viscosity

黏度比

 η_r 在相同温度下指定浓度的聚合物溶液的黏度 η 与纯溶剂黏度 η_0 之比,见式(3):

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} \quad \dots\dots\dots(3)$$

此比值无量纲。

3.3.2

相对黏度增量 relative viscosity increment

黏度比增量

比黏度

黏度比减 1,见式(4):

$$\left(\frac{\eta}{\eta_0}\right) - 1 = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \quad \dots\dots\dots(4)$$

该增量无量纲。

3.3.3

比浓黏度 reduced viscosity

黏数

 I 黏度比增量与聚合物在溶液中的浓度 c 之比,见式(5):

$$I = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c} \quad \dots\dots\dots(5)$$

比浓黏度的量纲是: $L^3 M^{-1}$ 。比浓黏度的单位是:立方米每千克(m^3/kg)。

在实际使用中,以 $10^{-3} m^3/kg$,即 cm^3/g 为单位更方便。通常用于表示比浓黏度(黏数)的数值都用这些单位。

通常比浓黏度都在低浓度(低于 $5 kg/m^3$,即 $0.005 g/cm^3$)下测定,只有用于低分子量聚合物的情况下才需要较高的浓度。

3.3.4

比浓对数黏度 **inherent viscosity**

对数黏度

黏度比的自然对数与溶液中聚合物的浓度之比,见式(6):

$$\eta_{\text{in}} = \frac{\ln\left(\frac{\eta}{\eta_0}\right)}{c} \quad \dots\dots\dots(6)$$

其量纲和单位与 3.3.3 相同。

通常比浓对数黏度都在低浓度下(低于 5 kg/m³,即 0.005 g/cm³)下测定,只有用于低分子量聚合物的情况下才需要较高的浓度。

3.3.5

特性黏度 **intrinsic viscosity**

极限黏数

$[\eta]$

在无限稀释条件下的比浓对数黏度或比浓黏度的极限值,见式(7):

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c} \right) \quad \dots\dots\dots(7)$$

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\ln\left(\frac{\eta}{\eta_0}\right)}{c}$$

其量纲和单位与 3.3.3 相同。

注:忽略剪切速率对 3.3.1 和 3.3.5 中所定义函数的影响,因为这种影响对于低于 0.5 m³/kg,即 500 cm³/g 的比浓黏度、比浓对数黏度和特性黏度值往往很小。严格地讲,所有这些函数应在剪切速率极限值(最好是无限小的)下确定。

3.3.6

K 值 K-value

与聚合物溶液浓度无关,是聚合物样品所特有的恒定值,它是平均聚合度的度量。

$K \text{ 值} = 1\,000k$

根据费肯歇尔(H. Fikentscher)^[2], k 由式(8)计算:

$$\lg \eta_r = \left(\frac{75k^2}{1 + 150kc} + k \right) 100c \quad \dots\dots\dots(8)$$

因此

$$k = \frac{1.5 \lg \eta_r - 1 + \sqrt{1 + \left(\frac{2}{c} + 2 + 1.5 \lg \eta_r \right) 1.5 \lg \eta_r}}{150 + 300c} \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0}$ = 黏度比(见 3.3.1);

c ——浓度,单位为一千千克每立方米(10³ kg/m³),即克每立方厘米(g/cm³)。

能从 k 计算出极限黏数 $[\eta]_k$:

$[\eta]_k = 230.3(75k^2 + k)$

4 原理

采用毛细管黏度计,可获得 3.3 定义的函数所需数据。在一定的温度和环境压力条件下,用同一黏度计测定给定体积的溶剂流经的时间 t_0 和溶液的流经时间 t 。液体的流经时间和黏度的关系由泊肃-哈根巴克-库埃特(Poiseuille-Hagenbach-Couette)方程表示,见式(10):

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = kt - \left(\frac{A}{t^2}\right) \quad \text{.....(10)}$$

式中:

ν ——黏度/密度比(见 3.2.2);

k ——黏度计常数;

A ——动能修正参数;

ρ ——液体密度;

t ——流经时间。

在 GB/T 1632 的本部分中,当动能校正 $\left(\frac{A}{t^2}\right)$ 小于溶剂黏度的 3% 时,可忽略不计。

因此方程式可简化为式(11):

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = kt \quad \text{.....(11)}$$

如果溶剂的密度 ρ_0 与溶液的浓度 ρ 的差值小于 0.5%,那么黏度比 $\frac{\eta}{\eta_0}$ 由流经时间比 $\frac{t}{t_0}$ 给出。

附录 B 阐述了这些规定的必要性和未按规定而产生的误差。

5 仪器

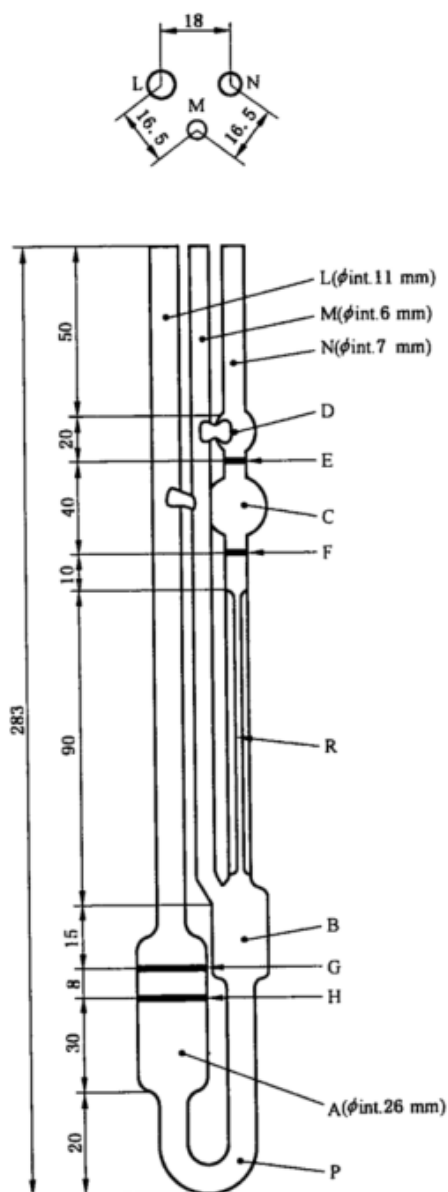
5.1 毛细管黏度计,气承液柱乌氏型。

建议尽量使用图 1 或图 2 所示尺寸的黏度计,并且尽量选择表 1 中的黏度计型号。选择取决于测定温度下溶剂的黏度/密度比,也可以使用如表 1 中所示的其他较小的黏度计。

可以使用 ISO 3105:1994 所列出的其他类型的黏度计,只要给出的结果与规定的乌氏黏度计的结果相同,此处的乌氏黏度计的具体尺寸根据上述要求所确定。在有争议的情况下,要使用乌氏黏度计。

自动化仪器装有专门的计时装置,可以用比表 1 中所列的由溶剂黏度/密度比确定的型号较大的毛细管黏度计,而得到相同的结果。

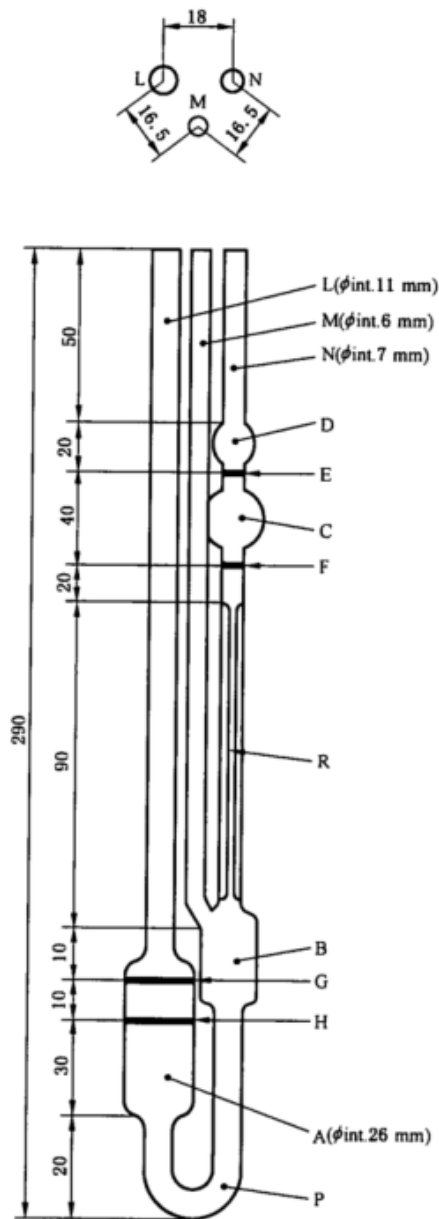
单位为毫米



刻度标记:E 和 F
注样量标记:G 和 H

图 1 乌氏黏度计

单位为毫米



刻度标记: E 和 F
注样量标记: G 和 H

图 2 DIN 乌氏黏度计

表 1 推荐用于测定聚合物稀溶液黏度的乌氏黏度计

测量温度时溶剂 的黏度/密度比/ (mm ² · s ⁻¹)	符合 ISO 3105:1994 表 B. 4 的乌氏黏度计		符合 ISO 3105:1994 表 B. 9 的 DIN 乌氏黏度计	
	号码	毛细管直径(±2%)/ mm	号码	毛细管直径(±2%)/ mm
0.15~0.30	0	0.24	0	0.36
0.31~0.50	0C	0.36	0c	0.47
0.51~0.75	0B	0.46	0a	0.53

表 1 (续)

测量温度时溶剂 的黏度/密度比/ ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	符合 ISO 3105:1994 表 B.4 的乌氏黏度计		符合 ISO 3105:1994 表 B.9 的 DIN 乌氏黏度计	
	号码	毛细管直径($\pm 2\%$)/ mm	号码	毛细管直径($\pm 2\%$)/ mm
0.76~1.50	1	0.58	I	0.63
1.51~2.50	1C	0.77	I c	0.84
2.51~5.00	1B	0.88	I a	0.95
5.01~15.0	2	1.03	II	1.13

5.2 黏度计支架,可牢固地将黏度计固定在恒温浴的垂直位置上。

5.3 恒温浴,透明液体或蒸汽浴。其深度确保测量时试样位于浴介质表面 20 mm 以下并高于浴底 20 mm 以上。

温度控制在 25 °C~100 °C 范围内,在整个黏度计的长度范围内温度的变化,或几个同时测定的两个黏度计之间的温差不超过 0.05 °C。

当温度高于 100 °C 时,允许偏差为 ± 0.2 °C。

5.4 温度测量装置

全浸式玻璃液体温度计,在使用范围内读数最小刻度值为 0.05 °C。也可使用具有相同精度的其他温度测量装置。

5.5 计时装置

可采用最小刻度值为 0.1 s,并在 15 min 内其速率稳定在 0.1% 的任何计时设备。

6 溶液

6.1 制备

聚合物试样溶解在溶剂中,应得到没有微粒凝胶和缔合大分子的“真溶液”,聚合物的降解也应尽量减小。因此,应严格规定溶解步骤。建议规定下列因素:

- 溶剂及其预处理(若需要的话);
- 仪器和搅拌的方式;
- 在制备溶液时,系统保持的温度;
- 聚合物不发生降解或在恒定降解下完全溶解所需的时间;
- 所采用的稳定剂和/或保护气体;
- 溶液过滤的必要条件(若采用时)。

6.2 浓度

无标准时应仔细考虑溶剂和溶液浓度的选择。选择的溶液浓度应使溶液流经时间与溶剂流经时间之比不小于 1.2 且小于 2.0。

注:规定下限 1.2 能保证测量的流经时间差值有足够的精度。建议上限 2.0,是因为在较高分子量时可能有剪切影响以及黏数与浓度的非线性关系。

因此,根据受试聚合物样品的分子量,对于给定的聚合物/溶剂体系,可以使用多种浓度。

溶液的浓度最好用 kg/m^3 来表示或以它的倍数 $10^3 \text{ kg}/\text{m}^3$,即 g/cm^3 表示。

7 测量温度

温度的选择除了确保聚合物/溶剂体系的稳定外,应考虑足够的溶解性和其他技术要求。应规定温度偏差。若可能,温度应选择 $25 \text{ °C} \pm 0.05 \text{ °C}$ 。如果使用其他温度,应从 ISO 3205:1976 所推荐的值中选取,并在试验报告中予以说明。

8 操作步骤

按下列步骤在同一黏度计里连续地测定溶液和溶剂的流经时间。

8.1 黏度计的准备和装料

使恒温浴保持在规定的试验温度下。

将清洁、干燥的黏度计(清洗的步骤见附录 A)倾斜,与垂直方向约成 30° 。通过 L 管注入足够的液体(见图 1 和图 2),以使黏度计回到垂直位置时弯月面在注液标记 G 和 H 之间。应避免携带空气泡进入黏度计,初次注液可以在恒温浴外进行。

把黏度计固定在恒温浴的支架上,确保 N 管垂直。使已装料的黏度计达到与恒温浴相同的温度,如在 25°C 时,一般只需 15min。温度越高需要的时间越长。若新装料的黏度计在达到温度平衡后不久能得到稳定的结果,则可缩短恒温时间。

若需制备更稀的溶液进行测定时,应将计量好的溶剂加到已装好溶液的黏度计中。补加的溶剂在使用前,应在规定的试验温度下保存。

自动化装置中,黏度计垂直固定在恒温浴里,测试溶液能在此位置注入黏度计。恒温浴要保持在规定的试验温度,并根据本条款的第 3 段选择平衡时间。

8.2 流经时间的测定(参照图 1 或图 2)

关闭 M 管,施加吸力于 N 管或施加压力于 L 管,直至液体达到标记 E 上面约 5 mm 处。关闭 N 管,使液体保持在此液面。

打开 M 管,使液体从毛细管 R 的下面流出。

当毛细管的末端和 M 管的下端无液体时,打开 N 管。测定流经时间,即取弯月面的底部从标记 E 的顶沿到达标记 F 顶沿所需的时间,精确到 0.2 s。对于含有少量细微分散颜料(例如炭黑)的聚合物溶液应观察弯月面的顶部。如遇到含有高浓度颜料的情况,事先应对溶液进行离心分离。

管子的关闭或开启可通过连接于管端的清洁软管上的塞子或夹子进行,应无绒毛或其他杂质进入管中。

第 1 次流出时,不要测定流经时间。然后,不排空也不再装溶液,立刻重复测定流经时间,直到两次连续的流经时间相差不超过 0.25%,取两次值的平均值作为流经时间。

若两次连续测定的溶剂的相差大于 0.4 s,则清洗黏度计(见附录 A)。

将溶剂加到已装好溶液的黏度计中,而制得新溶液,按相同的试验步骤,将其视为独立的溶液进行测量。

9 结果表示

9.1 比浓黏度和特性黏度

优先选用比浓黏度来表达结果。

比浓黏度 I ,单位是立方分米每千克($10^{-3} \text{ m}^3/\text{kg}$),即立方厘米每克(cm^3/g),由式(12)计算:

$$I = \frac{t - t_0}{t_0 c} \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

t ——溶液的流经时间,单位为秒(s);

t_0 ——通过同一黏度计溶剂的流经时间,单位为秒(s);

c ——浓度,单位为一千千克每立方米($10^3 \text{ kg}/\text{m}^3$),即克每立方厘米(g/cm^3)。

结果也可用特性黏度 $[\eta]$ 来表示,例如,为了比较不同分子量的聚合物,应使用不同的浓度(见 6.2)。

特性黏度由比值约为 1:2:3...的浓度 c_1, c_2, c_3 ...得到的比浓对数黏度,通过图解法计算而得到。此图是以比浓对数黏度为纵坐标并以浓度为横坐标作图,将所得的曲线外推至零浓度,在纵坐标上读得

特性黏度。

建议用最小二乘法来分析试验数据。

特性黏度 $[\eta]$ 也可由黏数值通过式(13)计算：

$$[\eta] = \frac{I}{1 + k'cI} \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中 k' 是经验常数,通常在0.2~0.3之间,它应通过测定两种不同浓度的黏度并由式(14)计算得到：

$$k' = \frac{I_2 - I_1}{I_1 I_2 (c_2 - c_1)} \quad \dots\dots\dots (14)$$

在计算 k' ,最好用几个浓度,以 I 对 c 作图,画一条通过这些点的直线,并在此直线上选择两个点所对应的值代入公式计算出 k' 。

9.2 K 值

由下面关系式计算：

$$K \text{ 值} = 1\,000k$$

式中 k 是通过3.3.6中给出的公式予以定义。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 注明采用本标准,如果有被测聚合物单独标准时,也要注明；
- b) 被测样品的详细说明,包括型号、批号及制造厂的编号；
- c) 材料在所用溶液中的浓度、溶剂的说明和溶液制备的详细情况；
- d) 所用黏度计详细说明；
- e) 试验温度；
- f) 试验结果；
- g) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
仪器的清洗

认真仔细地清洗与受试液体接触的所有仪器是很重要的。黏度计里有任何杂质,例如灰尘、液体的痕迹或纤维,都会导致错误的结果。

试验前应清洗黏度计和所有使用的仪器(玻璃容器、移液管、沙心漏斗、橡胶管等)。可用合适的洗涤剂,王水(3个体积浓度的盐酸和1个体积浓度的硝酸)清洗玻璃器上的无机残留物,对于油和油脂可选用合适的溶剂清洗。接着干燥玻璃器皿。然后用专门制备的铬酸溶液进行清洗。在不低于20℃下,使铬酸溶液与玻璃器皿浸泡一整夜。为了清洗效果更好,可在水浴中稍稍加热铬酸。

除去铬酸并用蒸馏水或去离子水至少冲洗5次,洗后放在不高于100℃的烘箱里干燥,或用已蒸馏、干燥和过滤过的丙酮至少冲洗5次,再用过滤过的干燥缓慢的空气流(最好用抽真空的方法)干燥。

在相继测定性质相似样品的流经时间时,黏度计清洗时先排空,再用经蒸馏或过滤的合适的挥发性溶剂彻底冲洗,然后用滤过的干燥缓慢的气流或抽真空的方法干燥。或在不高于100℃烘箱里干燥。清洗效果可通过对给定的溶剂和黏度计所得到的流经时间是否保持恒定来检验。

假如下一个被测的溶液是同类型的聚合物且黏度相似,则可排空黏度计,再用下次被测的溶液冲洗,然后再注入该溶液即可。

建议测过硅酮液体和氟碳化合物的黏度计,留作专测这类液体的黏度计,并且要定期校准。务必当心勿使这些液体直接或间接的污染其他仪器。

警告——使用王水和铬酸时要特别小心,铬酸有毒。适当的操作是安全使用这些酸的保证,戴上防护眼镜和防护手套。皮肤上哪怕溅上一点,也要马上用大量的冷水冲洗,并避免吸入其蒸汽。

附 录 B

(规范性附录)

误差来源说明

B.1 概述

本部分给出了测定在第3章中所定义的聚合物稀溶液黏度性能的导则。测定这些性能通常要比测定绝对黏度具有更好的重现性,因为测定溶剂和溶液用相同的仪器,仪器误差相近并有效得到了抵消。

B.2 测量原理

在第3章中规定的相对黏度和其他函数都是由溶液和溶剂的流经时间计算而得。在重力作用下,液体流过气承液柱乌氏黏度计的毛细管,流经时间与流体的黏度/密度比(见第4章)成正比。这等于说动能和其他误差可忽略不计,而且可忽略溶剂密度和溶液密度的差异。

B.3 误差的来源

毛细管黏度计最主要的误差来源是:

- a) 表面张力;
- b) 毛细管末端效应;
- c) 排放的效应;
- d) 黏滞热效应;
- e) 黏度计的倾斜度;
- f) 静压头的变化;
- g) 蒸发损失;
- h) 浓度和流经时间的测量误差;
- i) 剪切效应;
- j) 温度稳定及测量误差;
- k) 动能。

幸好,这些因素的大部分在所提出的测定方法中能被认为可忽略不计。当涉及黏度相对测量时,在乌氏黏度计中试验有机溶剂时,表面张力、末端效应、排放影响引起的误差是很小的^[3]。当毛细管黏度计通过重力操作时,黏滞热效应可忽略不计。对这种黏度计,倾斜度和静压头的变化引起的误差通常是很小的。

蒸发造成的溶剂损失和浓度误差依赖于具体的试验方法,这应要考虑到。

为了使测定有较好的重复性,溶剂的流经时间至少要70 s,但不应超过200 s,以避免溶液的流经时间过长。

因为聚合物溶液通常是非牛顿型^[4]的,剪切速率的影响可能是严重的。严格地讲,测定应在非常低的剪切速率下进行,然而通常的方法中剪切速率高达 $1\,000\text{ s}^{-1}$ 或更高。幸好,可以证明^[5]剪切速率的影响是很小的,除非聚合物的摩尔质量高于 10^6 g/mol ,而这种聚合物商品是罕见的。而且,就国际化的目的来说,考虑剪切速率的影响是不现实的。解决该问题较好的方法是规定黏度计尺寸的公差,以使同一个聚合物样品在不同实验室里剪切速率能接近重现。

可以作出结论,测量误差最主要的来源是动能项。其值可能相当大,例如,毛细管直径为 0.58 mm 的标准乌氏黏度计测氯仿时误差约为15%,比浓黏度的误差可达为30%。作为本部分范围之外的专门研究,可以适当的对动能作修正。

B.4 黏度计选择

因为将动能项校正引入国际标准是不现实的,所以应通过选择黏度计的方法来解决:

- a) 动能项可忽略不计,或
- b) 动能项是常数,但在不同实验室里能很好地重复。

可以证明,第二个条件是不容易实现的。事实上,消耗在动能上的最大静压值 X 可近似地由式(B.1)得出:

$$X = \frac{R^4 h g}{64 L^2 \nu^2} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

R ——毛细管半径;

h ——静压头;

g ——重力加速度;

L ——毛细管长度;

ν ——黏度/密度比。

重要的是,注意到在式(B.1)中流经时间和他自身的储存体积对 X 值没有影响。

直径在(0.3~1.0)mm之间的标准玻璃毛细管的直径公差^[6]一般为 ± 0.02 mm,分别相当于 X 值 $\pm 30\%$ 和 $\pm 8\%$,而静压头 h 为(120 ± 10)mm,毛细管长 L 为(90 ± 9)mm,相应的 X 值约 $\pm 30\%$ 。除非应该限制标准毛细管公差,否则不可能使动能项重复。所以应选择动能项尽可能小的黏度计。

在本部分中, X 最大允许值规定为 0.03(相当于比浓黏度的 4%~6%)。

从式(B.1)可以看出,当 h 和 L 值固定时,决定 X 值的关键参数是 R^2/ν 的比值。将下列条件:

$h=120$ mm, $L=90$ mm 和 $X<0.03$ 代入式(B.1)中,得到应使用的最大毛细管半径和 ν 值之间的关系式,见式(B.2):

$$R^2 < 0.111\nu \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

或对于直径的关系式,见式(B.3):

$$D^2 < 0.444\nu \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

式中 R 和 D 单位为 mm,而 ν 单位为 $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ 。

请注意,式(B.3)依赖于静压头和毛细管长度给出的具体值。乌氏黏度计和 DIN 乌氏黏度计在设计上及其细节都稍有差异。在测量温度下,对于已知黏度/密度比 ν 的溶剂,可利用式(B.3)计算其最大理论直径。接着,为了测定本部分中所述的聚合物参数,应知道所选溶剂的黏度/密度比。表 B.1 给出了几种规定的聚合物溶剂在 25℃时的数值以及计算出的乌氏黏度计毛细管的最大理论直径。

式(B.3)也可用于选择表 1 给出的乌氏黏度计和 DIN 乌氏黏度计的推荐尺寸。其他适宜的黏度计系列和尺寸,可把相对值代入式(B.1)来判定。

表 B.1 已确认的聚合物溶剂的黏度/密度比及相应的毛细管最大理论直径

溶 剂	25℃时黏度/密度比/($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	由式(B.3)计算出的毛细管最大理论直径/mm
环己酮	2.10	0.97
二氯甲烷	0.33	0.38
间甲酚	13.10	2.41
三氯甲烷	0.36	0.40

参 考 文 献

- [1] Compendium of macromolecular nomenclature, METANOMSKI, W. V. , IUPAC and Blackwell Scientific Publications, 1991.
 - [2] FIKENTSCHER, H. , Celullosechemie, 1932, 13:58-64.
 - [3] ONYON, P. F. , in Techniques of polymer chracterisation, ed. by ALLEN, P. W. , Butterworths. London, 1959.
CRAGG, L. H. , and VAN OENE, H. , Can. J. Chem. , 1961, 39:203.
 - [4] PASSAGLIA, E. , YOUNG, J. T. , and WEGENER, N. J. , J. Polymer Sci. , 1960, 47:333.
LOHMANDER, U. , Makromol. Chem. 1964, 72:159.
 - [5] KRIGBAUM, W. R. , and FLORY, P. J. , J. Polymer Sci. , 1953, 11:37.
CRAGG, L. H. , STONES, R. H. , and DUMITRU, T. E. , J. Polymer Sci. , 1954, 13:167.
MERRIL, E. W. , MICKLEY, H. S. , RAM, A. , and PERKINSON, G. , Trans. Soc. Rheol. , 1961, 5:237 and 1962, 6:119.
 - [6] ASTM D 446, 玻璃毛细管运动黏度计操作规程.
BS 188, 液体黏度的测定方法.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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
GB/T 1632.1—2008/ISO 1628-1:1998

*

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 1.25 字数 28 千字
2008 年 12 月第一版 2008 年 12 月第一次印刷

*

书号:155066·1-34780 定价 18.00 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 1632.1-2008