



中华人民共和国国家标准

GB/T 1632.3—2010
代替 GB/T 1841—1980

塑料 使用毛细管黏度计测定 聚合物稀溶液黏度 第3部分：聚乙烯和聚丙烯

Plastics—Determination of the viscosity of polymers in
dilute solution using capillary viscometer—
Part 3: Polyethylenes and polypropylenes

(ISO 1628-3:2001, MOD)

2010-09-26 发布

2011-08-01 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

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》分为如下几个部分:

- 第1部分:通则;
- 第2部分:聚氯乙烯树脂;
- 第3部分:聚乙烯和聚丙烯;
- 第4部分:聚碳酸酯模塑和挤出材料;
- 第5部分:热塑性均聚和共聚型聚酯(TP);
- 第6部分:甲基丙烯酸甲酯聚合物。

本部分为GB/T 1632的第3部分。

本部分修改采用ISO 1628-3:2001《塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物稀溶液的黏度 第3部分:聚乙烯和聚丙烯》(英文版)。

本部分根据ISO 1628-3:2001重新起草。

本部分与ISO 1628-3:2001的主要技术性差异如下:

- 增加了规范性引用文件GB/T 8170(见2和8.2);
- 增加了对溶剂过滤的要求(见4.1和5.11);
- 增加了主要技术要求表,黏度计使用ISO 3105中表B.4的0B型或表B.9的0a DIN型乌氏黏度计(见5.1和表1);
- 改变了高温乌氏黏度计的过滤方式(见图1);
- 使用机械混合加热器具用于溶液的配制(见5.8和7.4.3);
- 增加了溶液转移的操作步骤(见7.5.1);
- 增加了如溶液不过滤,需在报告中说明的要求[见7.5.1和第9章f)]。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

- 删除了ISO 1628-3:2001的前言;
- 增加了国家标准的前言;
- 对ISO 1628-3:2001中引用的国际标准,用已被采用为我国的标准代替对应的国际标准,未被采用为我国标准的直接引用国际标准。

本部分代替GB/T 1841—1980《聚烯烃树脂稀溶液黏度试验方法》。

本部分与GB/T 1841—1980的主要技术差异如下:

- 黏度计使用ISO 3105:1994中表B.4的0B型或表B.9的0a DIN型乌氏黏度计,增加了主要技术要求表(5.1和表1);
- 溶液需过滤,使用高温乌氏黏度计(图1);
- 使用机械混合加热器具用于溶液的配制(5.8和7.4.3);
- 溶剂体积利用公式计算(7.4.1,7.4.3);
- 增加了如溶液不过滤,需在报告中说明的要求[7.5.1和第9章f)]。

本部分由中国石油化工集团公司提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会(SAC/TC 15/SC 1)归口。

本部分负责起草单位:中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院。

本部分参加起草单位:北京东方石油化工有限公司助剂二厂、无锡富坤化工有限公司、上海化工研

GB/T 1632.3—2010

究院、中国石化齐鲁股份有限公司齐鲁分公司研究院。

本部分主要起草人：王超先、王燕来、杨力、胡晶石、王治春、代丽斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 1841—1980。

塑料 使用毛细管黏度计测定 聚合物稀溶液黏度 第3部分：聚乙烯和聚丙烯

1 范围

GB/T 1632 的本部分规定了聚乙烯和聚丙烯稀溶液 135 ℃ 时的比浓黏度(也称为黏数)和特性黏度测定的方法。

本部分适用于聚乙烯及聚丙烯材料。

试样中存在的添加剂可能会对聚合物稀溶液黏度的测量结果产生影响。如果样品带有填料或其他添加剂,用本方法测定的黏度结果是不可靠的。

注:比浓黏度也称为施陶丁格函数(J_c),特性黏度也称为施陶丁格指数(J_g)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 1632 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

ISO 3105:1994 玻璃毛细管运动黏度计的规格和操作规程

3 原理

在 135 ℃ 下测定溶剂以及规定浓度的聚合物溶液的流出时间。根据这些测定的流出时间和聚合物溶液的已知浓度计算比浓黏度和特性黏度。

在室温下,聚乙烯和等规聚丙烯不溶于任何目前所知的溶剂。因此,在试验中必须采取措施以防止因聚合物析出而导致溶液浓度发生改变。

4 溶剂

4.1 十氢萘

分析纯试剂。在温度不高于 65 ℃ 及压力约 500 Pa 条件下重新蒸馏。应采取适当方法防止十氢萘发生过氧化反应,例如,在对苯二酚存在的条件下蒸馏。

重新蒸馏完成后立即加入抗氧化剂,防止在黏度测量时聚合物溶液发生氧化,抗氧化剂的质量分数 0.2%,适用的抗氧化剂有:

- 4,4'-硫化-双(6-叔丁基-3-甲基)酚;
- 双(2-羟基-3-叔丁基-5-甲基)苯甲烷;
- 十八烷基-3(3',5'-二叔丁基-4'-苯基)正丙酯;
- 四[亚甲基-3-(3',5'-二叔丁基-4'-羟苯基)正丙酯]甲烷。

将溶剂用 P100 玻璃砂芯漏斗过滤。用这种稳定方法处理的溶剂可使聚合物溶液在 135 ℃下的几个小时内不发生氧化。

5 仪器

5.1 乌氏黏度计

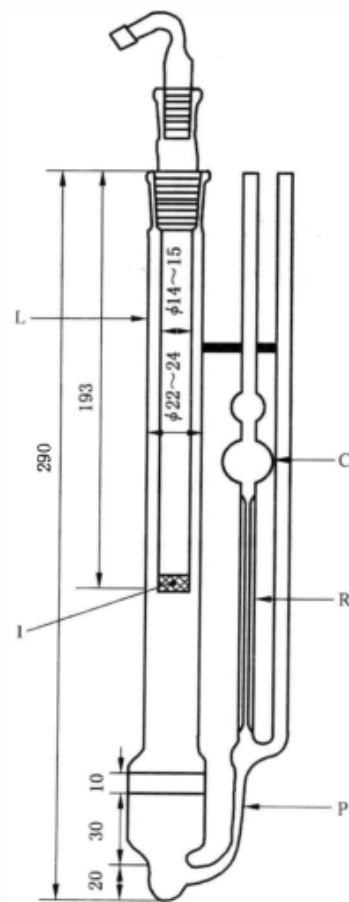
使用 ISO 3105:1994 中表 B. 4 的 0B 型或表 B. 9 的 0a DIN 型乌氏黏度计,黏度计结构图如 GB/T 1632.1—2008 中图 1 和图 2 所示,主要技术要求见表 1。如果测定结果与上述规定的乌氏黏度计的测定结果一致,也可使用在 ISO 3105:1994 中列出的其他类型的黏度计。有争议时,使用乌氏黏度计。

表 1 乌氏黏度计主要技术要求

型 号	标称黏度计常数 (mm ² /s)/s	毛细管 R 内径(±2%) mm	C 球体积(±5%) mL	管 P 内径(±5%) mm
0B	0.005	0.46	3.0	6.0
0a	0.005	0.53	5.7	6.0

如聚合物溶液需过滤,使用图 1 推荐的高温乌氏黏度计。其基本尺寸与 0B 型或 0a 型乌氏黏度计相同,装液的 L 管进行了调整。过滤前黏度计要保持在 135 ℃的恒温浴内。

单位为毫米



1——P100 砂芯。

图 1 高温乌氏黏度计

5.2 黏度计支架

能将黏度计稳定地固定在恒温浴中的正确位置上。

5.3 恒温浴

根据 GB/T 1632.

5.4 恒温浴

温度能控制在 $20.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 测温装置

符合 GB/T 1632.1—2008 中 5.

5.6 计时器

可采用最小刻度值至少为 0.1 s,并在 15 min 内其速率稳定在 $\pm 0.1\%$

5.7 分析天平

称量精度为 0.

5.8 机械混合加热器

温度能控制在 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,可使用旋转、振荡或搅拌方式混合溶液。

注:搅拌的方式不适于超高分子量聚乙烯溶液的配制。

5.9 烧瓶

玻璃塞磨口瓶,100 mL。

5.10 移液管

50 mL。

5.11 过滤器

P100 玻璃砂芯漏斗。

6 试样

6.1 为便于溶解,试样应为干燥的粉末或细小的碎片。

6.2 样品为制品时,要把它切削成细小碎块或用干冰冷却研磨。

试样表面和内部材料的比浓黏度可能不同,可以用以下两种方法取样:

——将整块材料磨碎并混合均匀,测量其比浓黏度;

——从表面和内部分别切下小块,将它们分别研磨,测量表面和内部各自的比浓黏度。

7 试验步骤

7.1 黏度计的清洗

7.1.1 黏度计需要定期清洗,同时在黏度计投用前或者测量结果超差时也要清洗黏度计,黏度计的清洗按照 GB/T 1632.1—2008 中附录 A 的规定进行。

7.1.2 在两次连续的测量之间,用十氢萘(4.1)清洗黏度计。清洗时,十氢萘和黏度计都放在 $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温浴(5.3)里。清洗完毕,将十氢萘抽出,用无粉尘、无油污的空气或氮气吹扫黏度计至其干燥。

7.2 溶剂流出时间的测量

用 7.5 中的步骤测定溶剂流出时间,连续三次流出时间之差小于 0.2 s,取其平均值作为溶剂的流出时间。

7.3 聚合物浓度的选择

选择聚合物溶液浓度使溶液流出时间 t 与溶剂流出时间 t_0 之比在 1.2~2.0 之间。

7.3.1 如果知道聚合物的比浓黏度的近似值,可由表 2 选择浓度。

表 2 测量比浓黏度所用的聚合物溶液浓度

比浓黏度(<i>I</i>) mL/g	浓度(<i>c</i>) g/mL
$40 \leq I < 200$	0.005
$200 \leq I < 1\,000$	0.001
$1\,000 \leq I \leq 5\,000$	0.000 2

7.3.2 如果不知道聚合物的比浓黏度的近似值,则选择浓度为 0.001 g/mL 的溶液。

如果所得的比浓黏度不在表 2 给出的范围内,则根据所得的值在表 1 中找出相应浓度,重做试验。

7.4 溶液的制备

7.4.1 试样的质量(*m*)按式(1)计算,单位为克,准确到 1 mg。

$$m = cV\gamma \quad \text{.....(1)}$$

式中:

c——135 ℃时溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL);

V——20 ℃时溶剂的体积,单位为毫升(mL),通常为 50 mL;

γ ——20 ℃和 135 ℃时溶剂的膨胀系数,等于在相应温度时的密度之比,如式(2)所示:

$$\gamma = \frac{\rho_{20}}{\rho_{135}} = \frac{0.888}{0.802} = 1.107 \quad \text{.....(2)}$$

实验表明即使 20 ℃的溶剂密度(ρ_{20})与 0.888 g/mL 不完全一致, γ 值也是常数。

7.4.2 按照计算值称量试样,精确至 0.1 mg,放入磨口玻璃烧瓶(5.9),例如 *m* 等于 0.055 3 g 时浓度为 0.001 g/mL。转移操作中要小心,避免试样粘附在烧瓶壁上。

7.4.3 用移液管(5.10)将 *V* 体积的溶剂从保持在 20.0 ± 0.1 ℃的恒温浴中(5.4)的磨口玻璃烧瓶(5.9)中取出并注入另一个 100 mL 的磨口玻璃烧瓶中,将烧瓶装到温度为 150 ℃的机械混合加热器上(5.8)静止保持 1 h,而后用机械装置缓慢混合溶液时间为 1 h,目视检查溶液中无不溶粒子、凝胶或异物粒子。

如果试样在 2 h 内没有完全溶解,可继续加热 2 h 直至试样完全溶解,该现象要记录在试验报告中。

7.5 溶液流出时间的测量

7.5.1 将黏度计垂直安装在 135 ℃的恒温浴(5.3)中并保持 15 min。然后,迅速(在 30 s 内)将所需体积的热溶液(150 ℃)倒入黏度计的过滤器内,转移时黏度计露出溶液的部分应采取保温措施。待溶液过滤后取出过滤器,安装转换塞。溶液恒温 15 min。如果溶液不过滤,则要在报告中说明。

注 1:可在过滤棒上端缓慢加压,以加快过滤速度。

注 2:在漏斗上加装加热罩可使转移方便地进行,这样可防止试样析出。

7.5.2 用抽吸的方法将液面提高至高于黏度计球部的上刻度标记约 10 mm 处。让溶液经毛细管流出,当溶液的弯月面到达测量球的上标记时,打开记时装置(5.6)开始计时,测定溶液面到达该球下标记的时间。

重复测量溶液流出时间,直到连续 3 次的读数与它们平均值相差不大于 0.2 s。

以这三次测量结果的算术平均值作为测定结果。

8 结果表示

8.1 比浓黏度 *I*

比浓黏度(*I*)按式(3)计算,用毫升每克(mL/g)表示:

$$I = \frac{t - t_0}{t_0 c} \quad \text{.....(3)}$$

式中:

t ——溶液的平均流经时间,单位为秒(s);

t_0 ——溶剂的平均流经时间,单位为秒(s);

c ——135℃时溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

135℃时溶液浓度 c 按式(4)计算,式中 m 、 V 和 γ 的定义同 7.4.1。

$$c = \frac{m}{V \cdot \gamma} \quad \dots\dots\dots (4)$$

8.2 特性黏度 $[\eta]$

特性黏度 $[\eta]$ 按式(5)计算,用毫升每克(mL/g)表示:

$$[\eta] = \frac{I}{1 + kcI} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

k ——同聚合物浓度和结构有关的系数;

c 和 I ——意义同 8.1。

$[\eta]$ 的近似值可用 $k=0.27$ 计算。若要精确的 η 值,则 k 值必须对各个浓度范围和每个系列试样的测定来确定。

计算结果按 GB/T 8170 规定修约到整数。

8.3 精密度

因未获得实验室间数据,本试验方法的精密度尚不可知。待得到实验室间数据后,将在下次修订中增加有关精密度的内容。

9 试验报告

试验报告应包括以下各项:

- a) 注明引用 GB/T 1632 的本部分;
- b) 被测样品的完整标识,包括型号、来源、制造厂商标;
- c) 试验前对样品的处理方法(切碎、研磨等);
- d) 如果适用,指明受试制品的部位(整体、表面或内部);
- e) 溶解时间,如果超过 2 h;
- f) 过滤方法,溶液不过滤时应注明;
- g) 比浓黏度,圆括号中写明所用浓度,例如 $I(0.001)=380$ mL/g;
- h) 特性黏度,圆括号中写出相同浓度时的常数 k 值;
- i) 试验日期。