



中华人民共和国国家标准

GB/T 1632.4—2020

塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物 稀溶液黏度 第4部分：聚碳酸酯(PC) 模塑和挤出材料

Plastics—Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using
capillary viscometers—Part 4: Polycarbonate(PC) moulding and extrusion
materials

(ISO 1628-4:1999, MOD)

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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》包括以下 6 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(PC)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 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 1628-4:1999《塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物稀溶液黏度 第 4 部分：聚碳酸酯(PC)模塑和挤出材料》。

本部分与 ISO 1628-4:1999 相比，主要技术差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本部分做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用非等效采用国际标准的 GB/T 11415—1989 代替了 ISO 4793:1980；
- 用修改采用国际标准的 GB/T 30514—2014 代替了 ISO 3105:1994；
- 由于未在正文中引用，删除了 ISO 7391-1:2006 和 ISO 7391-2:1996；

——将“温度可调至 110 ℃”修改为“温度能调至 120 ℃”(见 5.6)；

——样品试验前应去除水分，添加了“样品放置在 120 ℃烘箱中 2 h，取出放入干燥器内冷却至室温。”(见 6.4.1)；

——为表述更清晰明确，将“标定温度下”修改为“标定温度 25 ℃± 0.1 ℃下”(见 6.4.1)；

——5.1、5.8、5.9 的引用文件由不注日期引用改为注日期引用，以与第 2 章一致。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本部分起草单位：中蓝晨光化工研究设计院有限公司、聊城鲁西聚碳酸酯有限公司、安徽天元塑业有限公司、中华人民共和国青岛大港海关、金发科技股份有限公司、聊城大学、北京市理化分析测试中心、中广核俊尔新材料有限公司、江门市新会恒隆家居创新用品有限公司。

本部分主要起草人：刘力荣、毕静利、沈长青、高建国、石鑫、滕谋勇、张艳君、胡光辉、刘蕊、勾新磊、宋玉兴、聂华耀。

塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物
稀溶液黏度 第4部分：聚碳酸酯(PC)
模塑和挤出材料

1 范围

GB/T 1632 的本部分规定了测定聚碳酸酯稀溶液中黏数(也称为比浓黏度)和相对黏度的方法。
本部分适用于聚碳酸酯(PC)纯料和共混物以及有或者未添加其他填料的混合物。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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 11415—1989 实验室烧结(多孔)过滤器 孔径、分级和牌号(ISO 4793:1980, NEQ)

GB/T 30514—2014 玻璃毛细管运动黏度计 规格和操作说明(ISO 3105:1994, MOD)

3 定义和单位

黏数 VN(单位为 mL/g)的定义见公式(1):

$$VN = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c} = \frac{\nu \rho - \nu_0 \rho_0}{\nu_0 \rho_0 c} = \frac{\nu \frac{\rho}{\rho_0} - \nu_0}{\nu_0 c} = \frac{\nu - \nu_0}{\nu_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- η ——溶液的动力黏度,单位为帕斯卡秒(Pa·s);
- η_0 ——溶剂的动力黏度,单位为帕斯卡秒(Pa·s);
- ρ ——溶液密度,单位为千克每立方米(kg/m³);
- ρ_0 ——溶剂密度,单位为千克每立方米(kg/m³);
- $\nu = \eta/\rho$ ——溶液运动黏度,单位为平方米每秒(m²/s);
- $\nu_0 = \eta_0/\rho_0$ ——溶剂运动黏度,单位为平方米每秒(m²/s);
- c ——聚合物溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

由于溶液的密度 ρ 和溶剂的密度 ρ_0 差别很小,所以可将计算比浓黏度公式中的 η 用 ν 代替。溶液的相对黏度 η_{rel} (无量纲),定义见公式(2):

$$\eta_{rel} = \frac{\nu}{\nu_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\nu = \eta/\rho$ ——溶液运动黏度,单位为平方米每秒(m²/s);
- $\nu_0 = \eta_0/\rho_0$ ——溶剂运动黏度,单位为平方米每秒(m²/s)。

4 原理

见 GB/T 1632.1—2008 中第 4 章。

运动黏度 ν 可由公式(3)算出:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = k(t - \Delta t) \dots\dots\dots (3)$$

式中:

k ——黏度计常数,单位为二次方毫升每二次方秒(mL^2/s^2);

t ——流出时间,单位为秒(s);

Δt ——动能修正,单位为秒(s);

ρ ——溶液密度,单位为千克每立方米(kg/m^3)。

注:与 GB/T 1632.1—2008 第 4 章所述的相反,只有不超过流出时间 t 的 0.2% 时,动能修正可忽略。

5 仪器

5.1 黏度计:

黏度计的相关要求如下:

- a) 乌氏毛细管黏度计,毛细管尺寸标号 0C,毛细管直径 0.36 mm,接收瓶 2 mL,详见 GB/T 30514—2014。
- b) 在 GB/T 30514—2014 中列出的其他黏度计,只要与上述黏度计得到的结果相同也可使用。
- c) 当使用带有自动定时装置的自动式黏度计时,即使毛细管直径较大(如 0.58 mm),只要能得到相同的结果,也可采用该设备测量,见 GB/T 1632.1—2008 中表 1。这就意味着其他毛细管可以在这种类型的设备上使用。

有争议时,应使用 a) 中所描述的黏度计。

使用的黏度计应按附录 A 中规定的方法进行校正。

5.2 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 $\pm 0.1\%$ 的计时器。如果使用大直径毛细管自动式黏度计,应采用最小刻度值至少为 0.01 s,并在 15 min 内其速率稳定在 $\pm 0.1\%$ 的计时器。

5.3 恒温浴:

温度能控制在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$,见 GB/T 1632.1—2008 中第 5 章。

5.4 容量瓶:

标定温度下容积为 100 mL 的容量瓶,带有气密性的磨口玻璃或塑料塞。

5.5 分析天平:

精度为 0.1 mg。

5.6 干燥箱:

温度能调至 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7 培养皿。

5.8 烧结玻璃过滤坩埚:

孔隙度 P1.6 见 GB/T 11415—1989。

5.9 烧结玻璃过滤坩埚:

孔隙度 P4 见 GB/T 11415—1989。

5.10 助滤剂:

例如:硅藻土。

5.11 震动摇床。

5.12 实验室用离心机。

6 溶剂和测试溶液的制备

6.1 溶剂

二氯甲烷(分析纯或其他相应等级)。

6.2 取样

进行采样,使得采集的样品代表整个材料,见 GB/T 1632.1—2008 中第 6 章。

6.3 溶液的质量浓度

聚碳酸酯溶液的质量浓度应为 5 g/L。

6.4 测试溶液的制备

6.4.1 少含或不含颜料/添加剂的非增强样品

样品放置在 120 °C 烘箱中 2 h,取出放入干燥器内冷却至室温。用分析天平(5.5)称取 500 mg(精确至 0.1 mg)的待测样品,放入 100 mL(5.4)的容量瓶中。加入大约 70 mL 的二氯甲烷(6.1)放到摇床上振荡直到样品完全溶解。在标定温度 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下用二氯甲烷标定,将溶液摇匀。

当测试材料添加少量的颜料和/或添加剂时(如注所示),存在相应比例的颜料和/或添加剂,需增加样品的质量,使得所得到的纯聚碳酸酯的质量浓度为 5 g/L。

注 1: 仅当颜料和/或添加剂含量超过 1% 时,才需要进行此修正。浓度小于 1% 的可溶性染料、颜料和/或添加剂不会影响测定结果。

注 2: 更高浓度的颜料/添加剂或强性染料(能阻止光电元件进行光学测量的染料)会对测量造成很大的影响,这些成分宜借助助滤剂(5.10)或离心机(5.12)从测试溶液中除去。6.4.2 中所述的内容适用于这种情况下的样品处理。

注 3: 当使用带有计算机控制的自动黏度计设备[5.1c)]时,只要在计算结果时考虑到聚合物浓度与设定值的不同,所称量的聚合物量与设定值最多可相差 10%[见 A.3c)]。

6.4.2 玻璃纤维增强样品和/或具有高含量颜料/添加剂的样品

称取 5 g 待测样品,放入 100 mL(5.4)的容量瓶中。加入大约 70 mL 的二氯甲烷放置在摇床上振荡直到样品完全溶解。样品可在此步骤之前进行机械破碎以提高溶解速度。

待不溶性组分(玻璃纤维,颜料等)沉淀并通过 P4 过滤坩埚(5.9)将溶液过滤到培养皿(5.7)中。将培养皿放在 110 °C 的干燥箱中蒸除二氯甲烷。将培养皿中剩下的聚碳酸酯膜层烘干至恒重(1 h~10 h,取决于膜层的厚度)。使用 6.4.1 所述的步骤用已烘干的膜来制备溶液。

7 试验温度

试验温度应为 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

8 试验步骤

另见第 3 章和 GB/T 1632.1—2008 中第 8 章。

通过 P1.6 过滤坩埚将纯溶剂过滤入黏度计(5.1)中。

在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下测定溶剂的流动时间,平行测定 3 次~5 次。单次测定值与平均值之差不应超过 0.2%。

用相同的样品溶液进行重复操作。

9 结果计算

见 GB/T 1632.1—2008 中第 8 章。

可用下述方法计算黏数,单位为 mL/g:

a) A.3 中所述方法;

或者

b) 公式(4):

$$VN = \frac{1}{c} \left(\frac{\nu}{\nu_0} - 1 \right) = \frac{1}{c} \left(\frac{t - \Delta t}{t_0 - \Delta t_0} - 1 \right) \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ν —— 溶液的运动黏度,单位为二次方米每秒(m^2/s);

ν_0 —— 溶剂的运动黏度,单位为二次方米每秒(m^2/s);

t —— 溶液流出时间的算术平均值,单位为秒(s);

t_0 —— 溶剂流出时间的算术平均值,单位为秒(s);

c —— 测试溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);

Δt —— 对 t 的动能修正,由毛细管的制造商提供,单位为秒(s);

Δt_0 —— 对 t_0 的动能修正,由毛细管的制造商提供,单位为秒(s)。

注:该方程式符合 GB/T 1632.1 中定义的关系,但另外考虑了动能修正。为了获得指定毛细管的准确结果,宜进行此校正。

在 GB/T 1632.1—2008 中给出的公式[见公式(5)]中用 VN 代替了 I ,记为:

$$VN = \frac{t - t_0}{t_0 c} \quad \dots\dots\dots (5)$$

如果使用相对较细的毛细管黏度计,也可以得到足够的准确度,因为动能校正项占流出时间的 0.2% 不到。

溶液的相对黏度 η_{rel} (无量纲)用公式(6)计算:

$$\eta_{\text{rel}} = \frac{\nu}{\nu_0} = \frac{t - \Delta t}{t_0 - \Delta t_0} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ν —— 溶液的运动黏度,单位为二次方米每秒(m^2/s);

ν_0 —— 溶剂的运动黏度,单位为二次方米每秒(m^2/s);

t —— 溶液流出时间的算术平均值,单位为秒(s);

t_0 —— 溶剂流出时间的算术平均值,单位为秒(s);

Δt —— 对 t 的动能修正,由毛细管的制造商提供,单位为秒(s);

Δt_0 —— 对 t_0 的动能修正,由毛细管的制造商提供,单位为秒(s)。

A.1 和 A.2 规定了如何确定修正项 Δt 和 Δt_0 。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 注明引用本部分。如果有被测聚合物单独标准时,也要注明。
- b) 被测样品的完整标识,包括型号、批号及制造厂商标。
- 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)
仪器校准程序

A.1 核查黏度计的精度

经验表明,在确定聚碳酸酯溶液的黏数时所需的高准确度并不总是能够通过市售的乌氏黏度计获得。这种现象是由于毛细管的不规则性造成的。因此有必要通过合适的标准材料来检查黏度计的准确度。有以下两种检测方法:

a) 使用已知运动黏度的校准液

推荐使用下列材料

0 二氯甲烷(分析纯)

$$\nu_{0,25,00\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0.314\ 2\ \text{mm}^2/\text{s} \quad \rho_{0,25,00\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1.316\ 3\ \text{g/mL}$$

1 三氯乙烯(分析纯)

$$\nu_{0,25,00\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0.369\ 3\ \text{mm}^2/\text{s} \quad \rho_{0,25,00\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1.455\ 5\ \text{g/mL}$$

2 四氯乙烯(分析纯)

$$\nu_{0,25,00\text{ }^{\circ}\text{C}} = 0.525\ 7\ \text{mm}^2/\text{s} \quad \rho_{0,25,00\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1.614\ 4\ \text{g/mL}$$

核查时,在不考虑时间校正的影响下,测定三种溶液在标准条件(25℃±0.1℃)下的流出时间,并进行3次~5次。第8章中所述的单次测量的重复性要求也适用于这种情况。

根据第9章给出的公式计算相对黏度,如下:

$$\frac{\nu_1}{\nu_0} = \frac{t_1 - \Delta t_1}{t_0 - \Delta t_0}$$

或者

$$\frac{\nu_2}{\nu_0} = \frac{t_2 - \Delta t_2}{t_0 - \Delta t_0}$$

试验测试值与真实值相比:

$$\nu_1/\nu_0 = 1.175 \quad \text{或} \quad \nu_2/\nu_0 = 1.673$$

在所有情况下,偏差小于0.4%时视为可靠。

b) 使用5 g/L的聚碳酸酯材料有证标准样品

a)中所述的方法需要使用与聚碳酸酯结构不同的标准材料。此外,在使用时,由于不能知道这些材料的准确纯度(未密封等原因),因此推荐使用已知溶液黏度的聚碳酸酯标准样品替代。可在标准机构测试各种聚碳酸酯样品,然后使用这些样品作为标准样品(需具有相关机构的测试证书)。在这种情况下,应仔细选择覆盖整个测试范围的2种~4种标准样品。比较应按照通常的测量说明进行(见第6章~第8章)。测试结果应在标准机构测试结果的±0.4%以内。在这些情况下,聚合物质量浓度应为5 g/L。

c) 使用质量浓度为5 g/L以外的聚碳酸酯材料有证标准样品

b)中描述的方法需要使用标准质量浓度为5 g/L的聚合物溶液。但在实际试验中,很难精确地称出5 g/L的质量浓度。因此,可以使用补偿方法,该方法中标准样品[如b)中所示的2种~4种]在几个不同的质量浓度(例如:5个在4 g/L~6 g/L的不同质量浓度)下进行测试。

此外,将溶剂的值作为空白。该方法可从结果图[见 A.3c)]中采用内插值得到已知浓度溶液的黏度。

A.2 测定有效黏度计常数 k_{eff} 和有效动能修正量 Δt_{eff}

如果标准样品黏度的期望值和测试值之间差异超过 0.4%,则可以用下述方式确定有效黏度计常数 k_{eff} ,并因此确定动能修正量 Δt_{eff} :

$$\begin{aligned} k_0 &= \frac{\nu_0}{t_0 - \Delta t_0} \\ k_1 &= \frac{\nu_1}{t_1 - \Delta t_1} \\ k_2 &= \frac{\nu_2}{t_2 - \Delta t_2} \\ k_{\text{eff}} &= \frac{k_1 + k_2 + k_3}{3} \end{aligned}$$

式中:
 ν_i ——校准液体的运动黏度[$i=0,1,2$;见 A.1a)];
 t_i ——校准液的流出时间;
 Δt_i ——对 t_i 的动能修正,由毛细管的制造商提供。
下式:

$$\Delta t_{i,\text{eff}} = t_i - \frac{\nu_i}{k_{\text{eff}}}$$

通过绘制图形或通过线性回归分析获得各个 t_i 对应的 Δt_i 值(见图 A.1)。

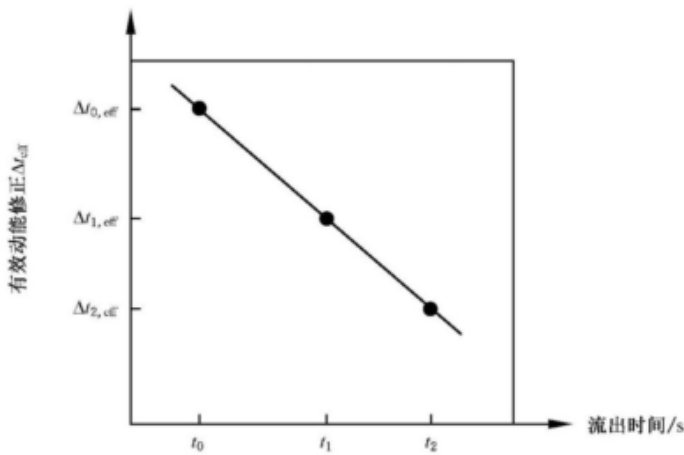


图 A.1 有效动能修校正的确定

注:下标的含义见 A.2。

A.3 简化的校准方法

流出时间(主要测量变量)和黏度值(目标值)之间的相关性也可以直接用 A.1 中未描述的黏度计获得。

a) 使用已知运动黏度的校准液

使用已知运动黏度的校准液体可以直接得出流出时间和降低的黏度之间的关系。不需要知道黏度计常数或动能修正。

校准液体的相对黏度 ν_1/ν_0 和 ν_2/ν_0 与黏度计对应的流出时间进行绘图(图 A.2)。质量浓度为 c 的聚碳酸酯溶液的相对黏度可以通过图形法、数值插值法或线性回归法得到。黏数用第 9 章中所述的方法计算得到:

$$VN = \frac{1}{c} \left(\frac{\nu}{\nu_0} - 1 \right)$$

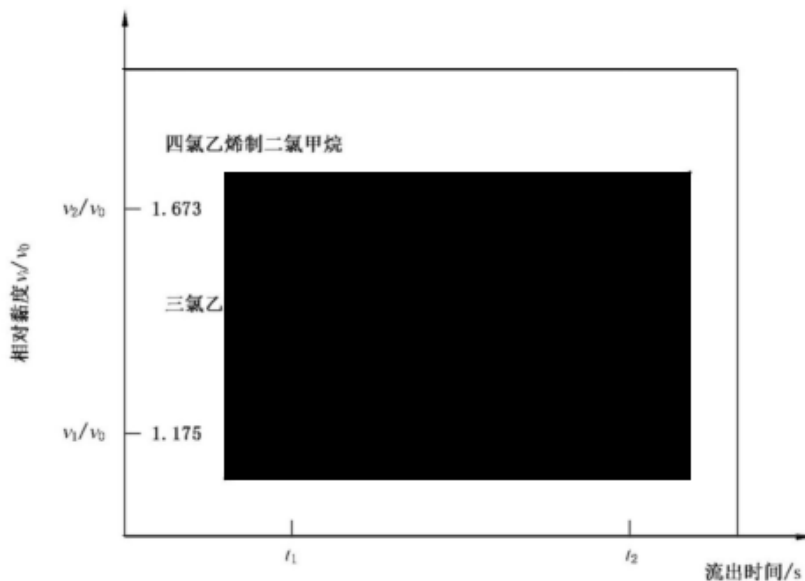


图 A.2 用标准溶液确定相对黏度

注:下标的含义见 A.2。

b) 使用 5 g/L 的聚碳酸酯材料有证标准样品

该方法与 a) 所述方法的不同之处仅在于所使用的溶液是标准质量浓度为 5 g/L 的聚碳酸酯溶液。所使用的聚碳酸酯标准物将覆盖整个测量范围,具有 2 个~4 个插值节点。所使用标准品的相对黏度应为已知(来源:如认证的标准机构)。

c) 使用质量浓度在 5 g/L 以外的聚碳酸酯材料有证标准样品

遵循 a) 中所述的方法使用已知相对黏度的几种聚碳酸酯标准品。在几种不同的质量浓度下(例如 5 个质量浓度在 4 g/L~6 g/L 的溶液)测量每个标准(使用 2 个~4 个标准品,覆盖整个测量范围)的流出时间。此外,将溶剂的值作为空白。

二维函数:

$$VN = f\left(\frac{t}{t_0}, c\right)$$

描述了一个在空间位置中由 t/t_0 的比值和质量浓度 c 定义的平面。在规定范围内(即在所用质量浓度和标准黏度的范围内),可以用二维函数计算出流出时间 t 和黏数 VN 。

下式给出了一种适用于实际使用的相关关系：

$$\frac{VN}{c} = m \times \frac{t}{t_0} + b$$

m 和 b 为经验常数,通过测量已知黏度和已知质量浓度的标准溶液获得的流出时间来确定。
