

## 聚酰胺粘数测定方法

Polyamides—Determination of viscosity number

本标准参照采用国际标准 ISO 307—1984《塑料——聚酰胺——粘数的测定》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚酰胺(PA)在某些规定的溶剂中的稀溶液粘数的测定方法。

本标准适用于 PA6、PA66、PA610、PA1010、PA69、PA612、PA6(3)T、PA11 和 PA12；也适用于在规定的条件下，能溶于一种规定的溶剂中的共聚酰胺和其他聚酰胺。

本标准不适用于不溶于规定的溶剂中的聚酰胺，如内酰胺的阴离子聚合生成的聚酰胺和加有交联剂的聚酰胺等。

聚酰胺粘数的测定提供了一种测量聚酰胺相对分子量的方法。

### 2 引用标准

GB 625 化学试剂 硫酸

GB 2093 甲酸

GB 8170 数值修约规则

GB 12006.2 聚酰胺含水量测定方法

GB 12006.3 聚酰胺灰分测定方法

GB 12006.4 聚酰胺均聚物 沸腾甲醇可提取物测定方法

### 3 定义

由式(1)算出的粘数值称为聚合物的粘数。

$$\left(\frac{\eta}{\eta_0} - 1\right) \cdot \frac{1}{c} \dots\dots\dots(1)$$

式中： $\eta$ ——聚合物溶液的粘度；

$\eta_0$ ——溶剂的粘度，其单位与  $\eta$  相同；

$c$ ——溶液中聚合物的浓度。

粘数一般用毫升每克表示。

### 4 方法提要

在 25℃，用同一支粘度计，分别测定溶剂和浓度为 0.005 g/mL 聚酰胺溶液的流经时间，然后用这些测定值和已知溶液的浓度来计算粘数。

## 5 试剂与溶液

分析方法中除特殊规定外,均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 硫酸,配成 $(96 \pm 0.15)\%$  ( $m/m$ )溶液。按 GB 625 方法测定。

5.2 甲酸,优级纯。配成 $(90 \pm 0.15)\%$  ( $m/m$ )溶液。按 GB 2093 方法测定。

以上溶液应贮存在棕色玻璃瓶中,其浓度必须每两周校核一次。

5.3 间-甲酚,无色透明,含量不少于 $99\%$  ( $m/m$ ),邻-甲酚含量不大于 $0.3\%$  ( $m/m$ ),水含量不大于 $0.13\%$  ( $m/m$ )。

上述纯度的间-甲酚可由蒸馏化学纯间-甲酚获得,最好用真空蒸馏法。为防止氧化,真空蒸馏时,压力补偿使用氮气为宜,间-甲酚浓度可用气相色谱法测定,并应贮存在棕色玻璃瓶中。

5.4 铬酸洗液,由浓硫酸(密度 $1.84 \text{ g/cm}^3$ )和重铬酸钾饱和溶液,按等体积混合而制得。如有需要时,也可用其他等效的洗液。

5.5 丙酮,工业品,新蒸馏过的。

5.6 溶剂:

聚酰胺的粘数值取决于所用的溶剂,本标准规定三种溶剂:硫酸溶液、甲酸溶液和间-甲酚。在使用溶剂的期间,至少每天应测一次它的流经时间(见 8.3 条)。如果溶剂的流经时间与配制时测定的初始值相差大于 $1\%$ ,则应弃掉该溶液并重新配制。

5.6.1 PA6、PA66、PA69、PA610 及其相应共聚酰胺,以硫酸或甲酸溶液为溶剂,如果这些聚酰胺含有能在酸性溶剂中逸出气体的添加剂,则应使用间-甲酚为溶剂。

5.6.2 PA612、PA6(3)T 及其相应共聚酰胺,以硫酸溶液或间-甲酚为溶剂。

5.6.3 PA11、PA12 和 PA11/12 共聚物,以间-甲酚为溶剂。

5.6.4 其他聚酰胺,可用三种溶剂中任一种溶剂。

## 6 仪器

6.1 真空干燥箱:压力低于 $100 \text{ kPa}$ 。

6.2 天平:准确至 $0.1 \text{ mg}$ 。

6.3 容量瓶: $50 \text{ mL}$ ,带磨口玻璃塞。

6.4 摇动装置或电磁搅拌器。

6.5 烧结玻璃过滤器:其孔径系数为 $40 \sim 100 \mu\text{m}$ ,或不锈钢筛,其孔隙大小约为 $0.075 \text{ mm}^2$ 。

6.6 粘度计:气承液柱式乌氏粘度计,主要尺寸见下图。或者能得到同样结果的其他型的粘度计,但是在有争议的情况下,应使用乌氏粘度计。用于甲酸溶液的粘度计的毛细管内径为 $0.58 \text{ mm} \pm 2\%$ ,用于硫酸溶液或间-甲酚的粘度计的毛细管内径为 $1.03 \text{ mm} \pm 2\%$ 。