
**Пластмассы. Определение вязкости
полимеров в разбавленном растворе с
применением капиллярных
вискозиметров.**

Часть 3. Полиэтилены и полипропилены

*Plastics — Determination of the viscosity of polymers in dilute solution
using capillary viscometers —*

*Part 3:
Polyethylenes and polypropylenes*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-268dff3324e/iso-1628-3-2010>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 1628-3:2010(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe — торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами – членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1628-3:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-268dff3324e/iso-1628-3-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2001

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO или IDF, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	1
4 Растворитель.....	2
5 Аппаратура.....	2
6 Проба для испытания	4
7 Методика.....	4
7.1 Промывание вискозиметра	4
7.2 Измерение времени истечения растворителя	4
7.3 Выбор концентрации раствора полимера.....	4
7.4 Приготовление раствора.....	5
7.5 Измерение времени истечения раствора	5
8 Обработка результатов	6
8.1 Приведенная вязкость, I	6
8.2 Характеристическая вязкость, $[\eta]$	6
8.3 Прецизионность	7
9 Протокол испытания.....	7

ISO 1628-3:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-268dff3324e/iso-1628-3-2010>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы данной части стандарта ISO 1628 могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 1628-3 разработан Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 9, *Термопласты*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 1628-3:2001) после технического пересмотра. Основные внесенные изменения касаются способа приготовления и введения в вискозиметр раствора полимера.

ISO 1628 состоит из следующих частей под общим заголовком *Пластмассы — Определение вязкости полимеров в разбавленном растворе с применением капиллярных вискозиметров*:

- *Часть 1. Общие принципы*
- *Часть 2. Поливинилхлоридные смолы*
- *Часть 3. Полиэтилены и полипропилены*
- *Часть 4. Материалы на основе поликарбоната (PC) для формования и экструзии*
- *Часть 5. Гомополимеры и сополимеры на основе термопластичного полиэфира*
- *Часть 6. Полимеры на основе метилметакрилата*

Пластмассы. Определение вязкости полимеров в разбавленном растворе с применением капиллярных вискозиметров.

Часть 3.

Полиэтилены и полипропилены

1 Область применения

Настоящая часть ISO 1628 устанавливает частные требования для определения приведенной вязкости (также известной как число вязкости) и характеристической вязкости полиэтиленов и полипропиленов при температуре 135 °C в разбавленном растворе.

На вязкость растворов полимеров могут влиять добавки, присутствующие в пробе. Поэтому значение приведенной вязкости, определяемое данным методом, может быть малодостоверным, если проба содержит наполнители или другие добавки.

ПРИМЕЧАНИЕ Приведенная вязкость также известна как функция Штаудингера (J_V), а характеристическая вязкость — как индекс Штаудингера (J_G).

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 1628-1:1998, *Пластмассы. Определение вязкости полимеров в разбавленном растворе с применением капиллярных вискозиметров. Часть 1. Общие принципы*

ISO 3105:1994, *Вискозиметры стеклянные капиллярные для определения кинематической вязкости. Технические условия и инструкции по эксплуатации*

3 Принцип

Время истечения растворителя и раствора полимера заданной концентрации в этом растворителе измеряется при температуре 135 °C. Значения приведенной вязкости и характеристической вязкости рассчитывают по результатам этих измерений и с учетом установленной концентрации раствора.

Полимеры на основе этилена и изотактические полимеры на основе полипропилена не растворимы при комнатной температуре в любом из известных растворов. Поэтому, при проведении испытания необходимо принять меры предосторожности, чтобы избежать осаждения полимера, что может привести к неправильной концентрации раствора.

4 Растворитель

4.1 Декагидронафталин, реактив аналитической чистоты, подвергнутый повторной перегонке при температуре не более 65 °С и давлении приблизительно 500 Па; его перекисному окислению препятствуют соответствующие меры, например, перегонка в присутствии гидрохинона.

Сразу же после повторной перегонки декагидронафталина необходимо добавить 0,2 % по массе антиоксиданта, препятствующего окислению в процессе определения вязкости. К соответствующим антиоксидантам относятся следующие:

- 4,4'-тио-бис-(6-*трет*-бутил-3-метил)фенол;
- бис-(2-гидрокси-3-*трет*-бутил-5-метил)фенилметан;
- октадецил -3-(3',5'-ди-*трет*-бутил-4'-гидроксифенил) *n*-пропионат;
- и тетракис[метилен 3-(3',5'-ди-*трет*-бутил-4'-гидроксифенил) *n*-пропионат]метан.

Фильтруют растворитель через фильтровальную воронку с фильтром из пористого стекла P100 (стеклянный фильтр). Стабилизированный таким образом растворитель, дает растворы полимеров, устойчивые к окислению при температуре 135 °С в течение нескольких часов.

5 Аппаратура

5.1 Вискозиметр Уббелоде (Ubbelohde), предпочтительно тип 0B, представленный в Таблице В.4 по ISO 3105:1994, или тип 0a, представленный в Таблице В.9 по ISO 3105:1994, имеющий номинальную постоянную вискозиметра 0,005 (мм²/с)/с. Эти вискозиметры показаны на Рисунке 1 и Рисунке 2 ISO 1628-1:2009, а основные параметры даны в Таблице 1. Можно использовать другие типы вискозиметров, указанные в стандарте ISO 3105:1994, при условии, что они дают результаты, эквивалентные тем, которые дает вискозиметр Уббелоде. Однако, в случае разногласий, должен применяться вискозиметр Уббелоде.

Таблица 1 – Вискозиметры Уббелоде, рекомендуемые для определения вязкости разбавленных растворов полимеров

Тип	Номинальная константа вискозиметра (мм ² /с)/с	Внутренний диаметр трубки R мм (±2 %)	Объем шарика C мл (±5 %)	Внутренний диаметр трубки P мм (±5 %)
0B	0,005	0,46	3,0	6,0
0a	0,005	0,53	5,7	6,0

Если раствор полимера нуждается в фильтровании, то можно использовать модифицированный вискозиметр Уббелоде, конструкция которого представлена на Рисунке 1 (основные размеры модифицированной конструкции такие же, как размеры вискозиметров типа 0B и 0a, но трубка L модифицирована, чтобы включить фильтр).

5.2 Держатель вискозиметра, обеспечивающий устойчивое вертикальное положение вискозиметра на бане с регулируемой температурой.

5.3 Баня с регулируемой температурой, поддерживаемой на уровне 135 °С ± 0,2 °С, в соответствии с ISO 1628-1.

5.4 Баня с регулируемой температурой, поддерживаемой на уровне 20 °С ± 0,1 °С.

5.5 Устройство для измерения температуры, в соответствии с ISO 1628-1 (деление шкалы 0,1 °С).

5.6 Таймер, любого типа, при условии, что он дает показания с точностью до 0,1 с или выше, и с постоянной скоростью отсчета ± 0,1 % в течение 15 мин.

5.7 Аналитические весы, взвешивающие с точностью до 0,1 мг.

5.8 Шейкер (встряхивающее устройство), укрепленный в бане, обеспечивающей поддержание температуры на уровне $150\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, для растворения полимера в применяемом растворителе. Шейкер может быть ротационного, обменного или иного подходящего типа.

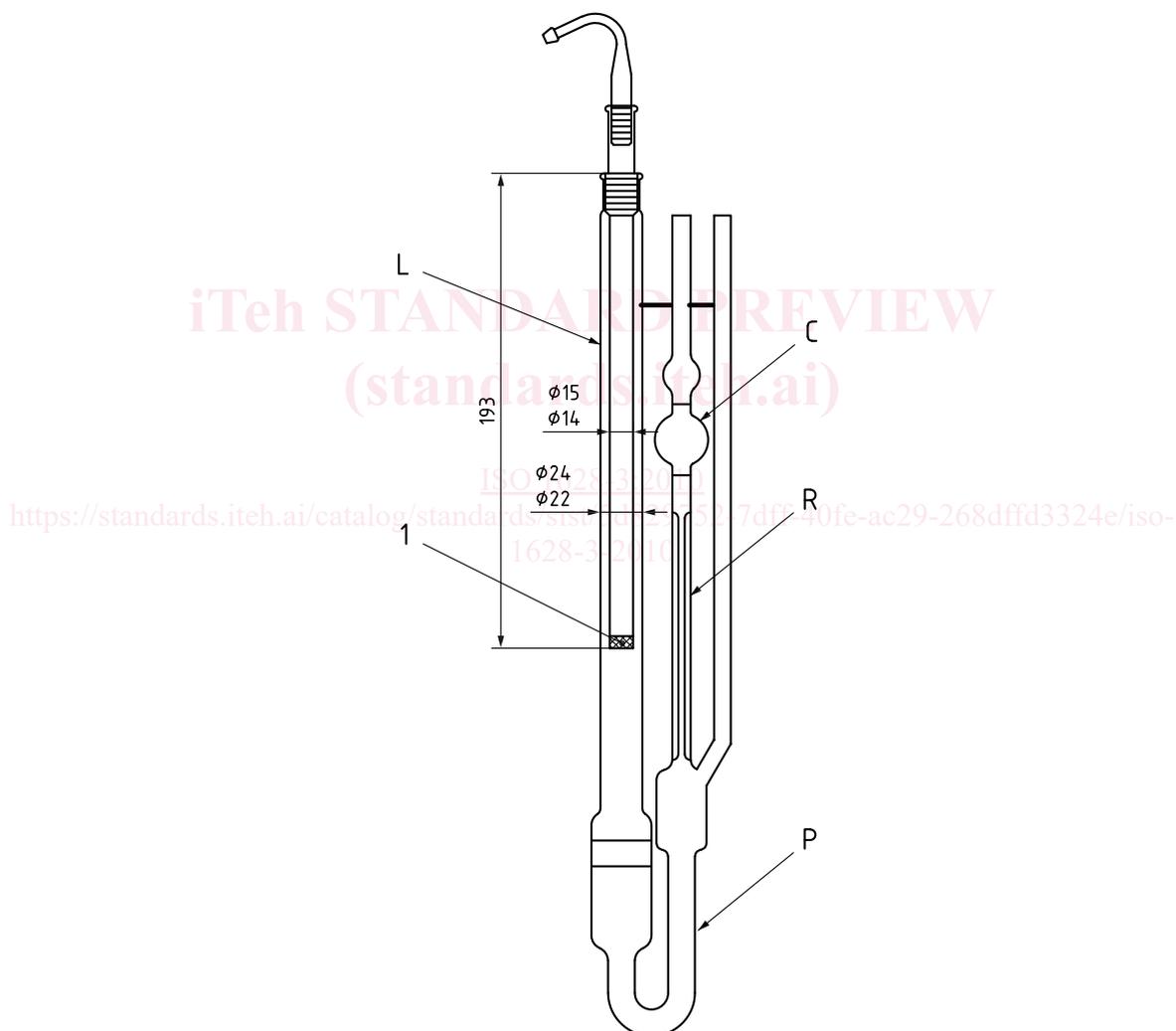
ПРИМЕЧАНИЕ Некоторые типы шейкеров не подходят для приготовления растворов PE-UHMW.

5.9 Колба с притёртой пробкой, вместимостью 100 мл.

5.10 Градуированная пипетка, вместимостью 50 мл.

5.11 Фильтровальная воронка, с диском из пористого стекла, поры P100.

Размеры в миллиметрах



Обозначение

1 Диск из пористого стекла P 100

Рисунок 1 — Вискозиметр Уббелодде с фильтровальной трубкой

6 Проба для испытания

6.1 Проба для испытания должна быть в виде сухого порошка или очень мелких частичек, чтобы облегчить растворение.

6.2 Если проба представляет собой готовое изделие, ее разрезают на очень мелкие части (например, разрезая и измельчая в присутствии твёрдой углекислоты (сухого льда)). Если пробу берут в гранулированной форме, уменьшают размер гранул аналогичным способом.

Так как приведенная вязкость материала с поверхности готового изделия может отличаться от той, которая берется из внутренней части, то можно

- или измерять приведенную вязкость всего изделия путем его измельчения, гомогенизации измельченного материала, растворения части этого материала и отбора пробы для анализа из раствора;
- или измерять приведенную вязкость материала, взятого отдельно с поверхности и изнутри, путем вырезания мелких частей с поверхности и изнутри, отдельного их измельчения и гомогенизации и анализа пробы, отобранной из каждой зоны.

7 Методика

7.1 Промывание вискозиметра

7.1.1 Перед применением или при получении несогласующихся результатов, в любом случае регулярно промывают вискозиметры, как указано в Приложении А стандарта ISO 1628-1:2009.

7.1.2 Между двумя последовательными определениями, промывают вискозиметр растворителем, который используется для проведения определений. Во время процедуры промывания выдерживают вискозиметр и растворитель на бане при температуре 135 °С (5.3). После промывания откачивают из вискозиметра растворитель и сушат вискозиметр в воздушном потоке, не содержащем пыли и масел, или в струе азота.

7.2 Измерение времени истечения растворителя

Определяют время истечения растворителя, пользуясь методикой, приведенной в 7.5 для раствора. При расчете коэффициента вязкости берут среднее значение трех последовательных определений, согласованных в пределах 0,2 с.

7.3 Выбор концентрации раствора полимера

7.3.1 Концентрация раствора полимера должна быть такой, чтобы отношение времени истечения раствора t к времени истечения растворителя t_0 находилось в интервале от 1,2 до 2,0.

7.3.2 Если приближенное значение приведенной вязкости полимера известно, выбирают концентрацию по Таблице 2.

Таблица 2 — Концентрация c как функция измеряемой приведенной вязкости

Приведенная вязкость мл/г	Концентрация, c г/мл
$\geq 40 < 200$	0,005
от 200 до 1 000	0,001
$> 1\ 000$, но $\leq 5\ 000$	0,000 2

7.3.3 Если приближенное значение приведенной вязкости полимера неизвестно, анализируют раствор концентрацией 0,001 г/мл.

Если полученная таким образом приведенная вязкость находится вне диапазона, указанного в Таблице 2 для этой концентрации, повторяют испытание с концентрацией по Таблице 2, соответствующей значению полученной вязкости.

7.4 Приготовление раствора

7.4.1 Вычисляют, с точностью до 1 мг, массу m , в граммах, пробы, которую следует растворить, используя формулу:

$$m = cV\gamma$$

где

c концентрация раствора при температуре 135 °С, в граммах на миллилитр;

V объем, в миллилитрах, применяемого растворителя, измеренный при температуре 20 °С (как правило, раствор готовят, используя 50 мл растворителя);

γ коэффициент расширения растворителя при температуре от 20 °С до 135 °С, который равен отношению плотностей при этих температурах, а именно

$$\gamma = \frac{\rho_{20}}{\rho_{135}} = \frac{0,888}{0,802} = 1,107$$

Эксперимент показал, что это значение является постоянной величиной, даже если плотность при температуре 20 °С (ρ_{20}) не равна точно 0,888 г/мл.

7.4.2 Отвешивают рассчитанное количество пробы, с точностью 0,2 мг, в колбу с притертой пробкой (5.9) (например, m будет равна 0,0553 г для концентрации 0,001 г/мл). Выполняя эту операцию, необходимо следить, чтобы частицы полимера не налипали на стенки колбы.

Добавляют объем V растворителя, перенося его с помощью градуированной пипетки (5.10) из другой колбы с притертой пробкой (5.9) при температуре 20 °С ± 0,1 °С в бане с регулируемой температурой 5.4. Помещают колбу на шейкер (5.8) и встряхивают в нагревательной бане при температуре 150 °С в течение 1 ч. Если спустя 1 ч визуальный осмотр показывает, что образовался ли гель или взвесь, раствор отбрасывают и готовят новый. Если геля или взвеси не образовалось, продолжают встряхивание при температуре 150 °С при медленной скорости еще в течение 1 ч.

Если в течение 2 ч полного растворения не произошло, продолжают встряхивание при температуре 150 °С еще в течение 2 ч, но это следует указать в протоколе испытания.

7.5 Измерение времени истечения раствора

Устанавливают весь вискозиметр в баню с регулируемой температурой 135 °С (5.3) и закрепляют его в вертикальном положении. Если раствор полимера требует фильтрации перед определением, вставляют фильтровальную трубку в вискозиметр (см. Рисунок 1). Дают вискозиметру (и фильтровальной трубке, если используется) достичь температуры бани и выдерживают вискозиметр при этой температуре в течение всего определения. Быстро (в течение 20 с) вводят требуемый объем раствора полимера (при 150 °С) в вискозиметр. Если использовалась фильтровальная трубка, ее снимают. Затыкают трубку L в вискозиметре пробкой. Выдерживают вискозиметр на бане с регулируемой температурой при 135 °С в течении 15 мин.

В протоколе испытания необходимо указать, фильтровали раствор или нет.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Фильтрация уменьшит вязкость, измеренную для проб PE-UHMW.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Наполнение вискозиметра облегчается, если использовать стеклянную воронку с нагревательной оболочкой. Это помогает избежать осаждения полимера из раствора.

Путем отсос устанавливают уровень жидкости приблизительно на 10 мм выше верхней градуировочной метки на верхнем резервуаре вискозиметра (между двумя утолщениями над капилляром вискозиметра).

Спускают раствор через капилляр. Когда на верхней метке верхнего резервуара появится мениск, включают таймер (5.6) и определяют время, в течение которого (причем раствор стекает каплями) мениск достигнет до уровня нижней метки на резервуаре (ниже нижнего утолщения).

Измеряют время истечения раствора несколько раз, пока три последовательных значения не будут отличаться от их среднего значения не более чем на 0,2 с.

Записывают среднее этих трех значений.

8 Обработка результатов

8.1 Приведенная вязкость, I

Рассчитывают приведенную вязкость I , в миллилитрах на грамм, используя следующую формулу

$$I = \frac{t - t_0}{t_0 c}$$

где

- t среднее время истечения раствора, в секундах;
- t_0 среднее время истечения использованного чистого растворителя (включая добавленный антиоксидант), в секундах;
- c концентрация раствора при температуре 135 °С, в граммах на миллилитр, полученная по формуле:

$$c = \frac{m}{V \gamma}$$

m , V и γ имеют то же значение, что и в 7.4.1.

Рассчитанное значение следует округлить с точностью до целого числа.

8.2 Характеристическая вязкость, $[\eta]$

Рассчитывают характеристическую вязкость $[\eta]$, в миллилитрах на грамм, используя следующую формулу

$$[\eta] = \frac{I}{1 + k c I}$$

где

- k коэффициент, зависящий от концентрации полимера и структуры полимера;
- c и I имеют то же значение, что и в 8.1.

Приближенное значение $[\eta]$ можно рассчитать, используя $k = 0,27$, но в случае прецизионных измерений, значение k должно быть определено для каждого диапазона концентраций и для каждой серии проб.

Рассчитанное значение следует округлить с точностью до целого числа.