ГОСТ 18249—72

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАСТМАССЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЯЗКОСТИ РАЗБАВЛЕННЫХ РАСТВОРОВ ПОЛИМЕРОВ

Издание официальное

БЗ 5—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 678.5:532.13:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАСТМАССЫ

Метод определения вязкости разбавленных растворов полимеров

ГОСТ 18249—72

Plastics.
Method for viscosity determination of diluted polymer solution

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.74

Настоящий стандарт распространяется на пластмассы и устанавливает метод определения вязкости разбавленных растворов полимеров.

Сущность метода заключается в измерении времени истечения разбавленных растворов полимеров через капилляр вискозиметра, равных объемов разбавленных растворов полимера и растворителя через капилляр одного и того же вискозиметра при постоянной температуре и определении следующих вязкостных характеристик:

динамической вязкости;

отношения вязкостей (относительной вязкости);

относительного инкремента вязкости (удельной вязкости);

числа вязкости (приведенной вязкости);

логарифмического числа вязкости;

предельного числа вязкости (характеристической вязкости).

Настоящий стандарт не распространяется на пластмассы с молекулярной массой более 10^6, а также на наполненные и слоистые пластмассы.

В стандарте учтены требования рекомендации по стандартизации ИСО Р 1628.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения вязкости разбавленных растворов полимеров применяют:

вискозиметр капиллярный стеклянный по ГОСТ 10028 типов ВПЖ-1, ВПЖТ-1, ВПЖ-2, ВПЖТ-2, ВПЖ-3, ВПЖТ-3, ВПЖ-4, ВПЖТ-4. Диаметр капилляра вискозиметра подбирают в соответствии с расчетом, указанным в приложении;

секундомер с ценой деления 0,1—0,2 с;

воронки фильтровальные стеклянные по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336; типа ВФ, ВФНШ или ВФОНШ;

колбы стеклянные с пришлифованными пробками, мензурки по ГОСТ 1770, пипетки и бюретки по НТД;

термостат из прозрачного материала с термостатирующей жидкостью, снабженный приспособлением для установки вискозиметра и мешалкой;

в качестве термостата можно использовать стеклянные цилиндрические или прямоугольные сосуды по ГОСТ 25336, снабженные погружным термостатирующим устройством типа ТВП-5, термостат для проверки вискозиметров (с прозрачными стенками) типа ТВ-1.

Допускается применять другие типы термостатов с прозрачными стенками, обеспечивающие поддержание температуры с точностью ±0,1 °С для испытаний при комнатных температурах, и с точностью ±0,2 °С — при повышенных температурах;

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© ИПК Издательство стандартов, 2000
Издание с Изменениями

ультратермостаты проточные типа УТ-15, допускается применять ультратермостаты аналогичного типа;

термометр по ГОСТ 28498, типа ТЛ-4;

допускается применять другие типы термометров той же точности;

двухромовокислый калий по ГОСТ 4220, насыщенный водный раствор;

кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., 93 %-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Вискозиметр и применяемая посуда должны быть вымыты смесью одинаковых объемов концентрированной серной кислоты и насыщенного раствора двухромокислого калия в воде, тщательно промыты дистиллированной водой и высушены.

Капилляр вискозиметра, подобранный по приложению, должен быть чистым, сухим, загрязнения и пыль в нем приводят к искажению значения времени истечения раствора и растворителя.

2.2. Величина навески полимера, выбор растворителя, его объем, условия растворения полимера в растворителе должны быть указаны в стандартах или технических условиях на материал.

2.3. Для приготовления растворов полимеров используют растворители марки х. ч., ч. д. а. Допускается применять растворители марки ч. или технические, предварительно очищенные от примесей и перегнанные.

Растворы готовят с соблюдением правил по технике безопасности, установленным для работы с применяемым растворителем.

2.4. Полимер не должен содержать влаги, остатков мономеров, инициатора, катализатора и добавок. Методы очистки полимера и допускаемая влага и добавки должны быть указаны в стандартах или технических условиях на материал.

2.5. Концентрацию приготавливаемого раствора полимера (C) в г/см^3 вычисляют по формуле

$$C = \frac{G}{V},$$

где G — навеска полимеров, г;

V — объем раствора при температуре измерения, см^3.

Относительная ошибка концентрации раствора полимера не должна превышать 1 %.

Примечание. Для приготовления растворов полимеров с молекулярной массой менее 10^4 концентрацию раствора определяют по измерению плотности готового раствора.

При этом объем раствора (V) в миллилитрах вычисляют по формуле

$$V = \frac{m}{\rho},$$

где m — масса раствора, равная сумме массы растворителя и полимера, г;

ρ — плотность раствора полимера, г/см^3, определяемая по ГОСТ 18995.1 пикнометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.6. При определении вязкости концентрацию раствора полимера выбирают так, чтобы отношение времени истечения раствора ко времени истечения растворителя составляло 1,2—1,6.

2.7. **(Исключен, Изм. № 1).**

2.8. Полимер предварительно измельчают, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака и помещают в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см^3. Затем в колбу с полимером наливают небольшое количество растворителя при температуре 20±3 °С. Колбу периодически встряхивают до полного растворения полимера, после этого добавляют растворитель до метки.

Для приготовления растворов объемом 15—50 см^3 рекомендуется дозировка растворителя по массе.

Объем растворителя (V_0) в миллилитрах вычисляют по формуле

$$V_0 = \frac{m_0}{\rho_0},$$

где m_0 — масса растворителя, г;

ρ_0 — плотность растворителя при температуре измерения вязкости раствора, г/см^3, определяемая по справочнику или по ГОСТ 18995.1 пикнометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.9. Растворы не должны содержать нерастворившихся частиц полимера. Колбы с растворами должны быть плотно закрыты пробками во избежание измерения концентрации за счет испарения.

Необходимо избегать деструкции полимера при растворении и измерении вязкости.

2.10. При определении предельного числа вязкости на вискозиметрах типов ВПЖ-2, ВПЖТ-2, ВПЖ-3, ВПЖТ-3, ВПЖ-4, ВПЖТ-4 приготавливают растворы четырех концентраций, на вискозиметре типа ВПЖ-1 — раствор одной концентрации, а растворы меньших концентраций получают разбавлением в самом вискозиметре.

2.11. Перед измерением вязкостных характеристик растворитель и раствор полимера фильтруют.

2.10, 2.11. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Испытания должны проводить при температуре, указанной в стандартах или технических условиях на материал, при этом отклонения не должны превышать при комнатных температурах ±0,1 °С, а при повышенных температурах ±0,2 °С.

Для полимеров, растворимых при комнатной температуре, вязкость определяют при (25±0,1) °С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Вискозиметр устанавливают вертикально в термостат с термостатирующей жидкостью. Проверку вертикального положения вискозиметра проводят по отвесу.

Уровень термостатирующей жидкости должен быть на 3—4 см ниже верхнего конца колена вискозиметра.

3.3. Чистый сухой вискозиметр заполняют растворителем или раствором.

3.3.1. В вискозиметр типа ВПЖТ-1 наливают 13—39 см^3 растворителя или раствора. При определении предельного числа вязкости в вискозиметр наливают 13—16 см^3 раствора, затем последовательно разбавляют раствор, перемешивая его перед измерением времени истечения.

3.3.2. В вискозиметры типов ВПЖТ-2 и ВПЖТ-4 наливают 10 см^3 растворителя или раствора.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Концентрацию растворов (C_i) в г/см^3, полученных разбавлением в вискозиметре, вычисляют по формуле

$$C_i = \frac{C \cdot V_i}{V_0 + V_i},$$

где C — концентрация раствора полимера, залитого в вискозиметр;

V_i — объем раствора в вискозиметре, см^3;

V_0 — объем добавленного растворителя, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. После 15-минутного термостатирования вискозиметра с растворителем или раствором полимера определяют время истечения растворителя или растворов различных концентраций.

3.6. После измерения времени истечения раствора вискозиметр необходимо промыть несколько раз чистым растворителем и высушить.

3.7. За результат измерения времени истечения раствора или растворителя принимают среднее арифметическое не менее трех определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,4 с.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Динамическую вязкость разбавленных растворов полимеров (η) или растворителя (η_0) в сП вычисляют по формулам:

$$\eta = K \cdot \rho \cdot \tau, \quad \eta_0 = K \cdot \rho_0 \cdot \tau_0,$$

где K — постоянная вискозиметра, мм²/с²;

ρ, ρ_0 — плотность раствора полимера или растворителя при температуре испытания, г/см³, определяемая по справочнику или по ГОСТ 18995.1 пикнометрическим методом;

τ, τ_0 — время истечения раствора полимера и растворителя, с.

4.2. Отношение вязкостей раствора и растворителя (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{\eta}{\eta_0}.$$

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Инкремент вязкости (X_1) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{\eta}{\eta_0} - 1.$$

4.4. Число вязкости (X_2) в см³/г вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{\frac{\eta}{\eta_0} - 1}{C},$$

где C — концентрация раствора полимера, г/см³.

4.5. Логарифмическое число вязкости (X_3) в см³/г вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{\ln \frac{\eta}{\eta_0}}{C}.$$

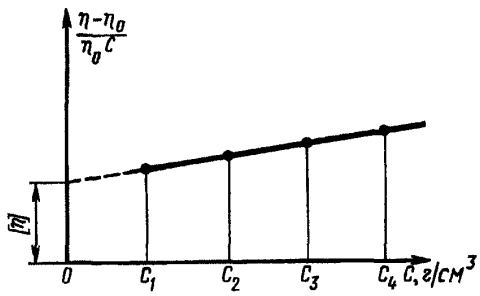
4.6. Предельное число вязкости ($[\eta]$) в см³/г вычисляют по формуле

$$[\eta] = \lim_{C \to 0} \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \cdot C} = \lim_{C \to 0} \frac{\ln \frac{\eta}{\eta_0}}{C}.$$

Предельное число вязкости определяют графической экстраполяцией числа вязкости (или логарифмического числа вязкости) на нулевую концентрацию.

Число вязкости и логарифмическое число вязкости вычисляют для четырех растворов различных концентраций.

Строят график зависимости X_2 и X_3 от концентрации растворов. Через экспериментальные точки проводят прямую, экстраполируя ее на нулевую концентрацию, и находят по отсекаемой ординате предельное число вязкости (см. чертеж).



(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7. При концентрации раствора полимера не более 0,01 г/см^3

$$\rho \approx \rho_0 \text{ и } \eta\,\eta_0 = \tau\,\tau_0 .$$

4.8. Вязкостные характеристики определяют с относительной погрешностью в процентах для:

η 0,5—0,7
X 0,6—1,0
X_1 0,6—5,0
X_2 1,0—6,0
X_3 1,0—6,0.

Среднее квадратичное отклонение результата измерения находят из трех параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.9. Результаты испытания записывают в протокол, в котором указывают:

а) наименование и марку полимера, номер партии;
б) наименование предприятия-изготовителя;
в) наименование и марку растворителя;
г) концентрацию раствора полимера;
д) тип вискозиметра и диаметр капилляра;
е) температуру испытания;
ж) результаты испытания;
з) дату испытания;
и) обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ

ПОДБОР ДИАМЕТРА КАПИЛЛЯРА ВИСКОЗИМЕТРА

Диаметр капилляра вискозиметра для измерения вязкостных характеристик конкретного полимера подбирают, исходя из следующих соотношений:

$d^2 \le 0{,}43\ \nu_0$ для типа ВПЖ-1

$d^2 \le 0{,}42\ \nu_0$ для типа ВПЖ-2

$d^2 \le 0{,}52\ \nu_0$ для типа ВПЖ-4,

где d — диаметр капилляра, мм.

Кинематическую вязкость растворителя (ν_0) в мм^2/с^2 при температуре испытания вычисляют по формуле

$$\nu_0 = \frac{\eta_0}{\rho_0},$$

где η — динамическая вязкость разбавленного раствора, мПа·с.

ρ_0 — плотность растворителя, г/см^3.

Время истечения чистого растворителя (τ) в с при температуре измерения должно находиться в пределах

$$80 \text{ с} \le \tau_0 \le 200 \text{ с}.$$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.П. Будтов, докт. физ.-техн. наук, **В.М. Южин,** канд. техн. наук (руководители темы), **Н.М. Домарева, Н.И. Жилочкина**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета Совета Министров СССР от 23.11.72 № 2122

3. В стандарте учтены требования ИСО 1628-1—84

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 215—73	1.1
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 4204—77	1.1
ГОСТ 4220—75	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 10028—81	1.1
ГОСТ 18995.1—73	2.5, 2.8, 4.1
ГОСТ 23932—90	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 28498—90	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. Издание (январь 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 10—83, 7—88)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.01.2000. Подписано в печать 09.03.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,67.
Тираж 147 экз. С 4646. Зак. 197.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102