

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用稀释法和一点法测定聚丙烯酰胺特性粘数。

本标准的稀释法适用于特性粘数的精确测定；一点法适用于特性粘数的一般测定。

本标准适用于不同聚合方法制得的粉状或胶状非离子型聚丙烯酰胺和阴离子型聚丙烯酰胺特性粘数的测定。

本标准不适用于含有添加剂的聚丙烯酰胺的特性粘数的测定，对于这类样品，在除去添加剂后可使用本标准测定。

本标准测定的特性粘数可以相对比较非离子型聚丙烯酰胺或相同水解度的阴离子型聚丙烯酰胺的分子量大小。

2 引用标准

GB 601 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 1632 合成树脂常温稀溶液粘度试验方法

GB 2035 塑料术语及其定义

GB 12005.2 聚丙烯酰胺固含量测定方法

3 术语

特性粘数：按GB 2035定义，单位mL/g。

4 原理

按规定条件制备试样浓度为0.0005~0.001g/mL，其氯化钠浓度为 $c(\text{NaCl}) = 1.00 \text{ mol/L}$ 的溶液。用气承液柱式乌氏粘度计分别测定溶剂和溶液的流经时间，根据测得的值计算特性粘数。

5 仪器

5.1 玻璃毛细管粘度计：采用GB 1632规定的稀释型和非稀释型乌氏粘度计，如图1、图2所示。技术要求如下：

a. 应使浓度为1 mol/L的氯化钠水溶液在30℃下的流经时间在100~130s范围内。

b. 型号为4-0.55和4-0.57两种。其中4表示定量球6的容积（单位mL）；0.55和0.57表示毛细管内径（单位mm）。

5.2 恒温水浴：控温精度 $\pm 0.05^\circ\text{C}$ 。

5.3 秒表：分度值0.1s。

5.4 分析天平：感量0.0001g。

5.5 容量瓶：容积25，50，100，200mL。

5.6 移液管：容积5，10，50mL。

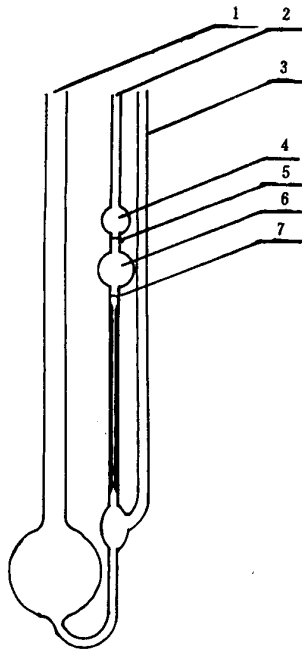


图 1 稀释型乌氏粘度计

1—注液管；2—测量毛细管；3—气悬管；4—缓冲球；
5—上刻线；6—定量球；7—下刻线

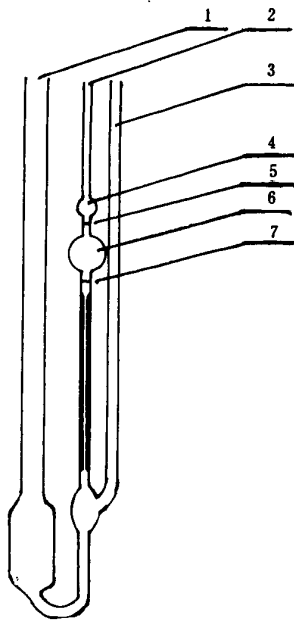


图 2 非稀释型乌氏粘度计

1—注液管；2—测量毛细管；3—气悬管；4—缓冲球；
5—上刻线；6—定量球；7—下刻线

- 5.7 具塞锥形瓶：容积250 mL。
 5.8 玻璃砂芯漏斗：G-2型。
 5.9 烧杯：容积100 mL。
 5.10 量筒：容积50 mL。
 5.11 注射器、乳胶管、洗耳球等。

6 试剂和溶液

本分析方法所用试剂和水，均为分析纯试剂及蒸馏水。

6.1 氯化钠溶液：将氯化钠用蒸馏水配制成 $c(\text{NaCl}) = 1.00 \text{ mol/L}$ 和 $c(\text{NaCl}) = 2.00 \text{ mol/L}$ 的溶液。

6.2 铬酸洗液。

7 试样溶液的配制

7.1 粉状聚丙烯酰胺

在100 mL容量瓶中称入0.05~0.1 g均匀的粉状试样，准确至0.000 1 g。加入约48 mL的蒸馏水，经常摇动容量瓶。待试样溶解后，用移液管准确加入50 mL浓度2.00 mol/L的氯化钠溶液，放在 30 ± 0.05 °C水浴中。恒温后，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，用干燥的玻璃砂芯漏斗过滤，即得试样浓度约0.000 5~0.001 g/mL，氯化钠浓度为1.00 mol/L的试样溶液，放在恒温水浴中备用。

7.2 胶状聚丙烯酰胺

在已准确称重的100 mL烧杯中，称入固含量为8%~30%的胶状试样0.66~1.25 g，精确至0.000 1 g。加入50 mL蒸馏水，搅拌溶解后，转移入200 mL容量瓶中。加入100 mL浓度为2.00 mol/L的氯化钠溶液，放在恒温水浴中。恒温后，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，用干燥的玻璃砂芯漏斗过滤，即得试样浓度约为0.000 5~0.001 g/mL，氯化钠浓度为1.00 mol/L的试样溶液，放在恒温水浴中备用。

注：① 按6.1和6.2条配制的试样溶液适用于特性粘数约700~1500 mL/g的稀释法测定；用一点法测定时，需将试样浓度降低一倍。

② 不论哪种试样，用稀释法时，各点的相对粘度应在1.2~2.5范围内；用一点法时，试样溶液的相对粘度应在1.3~1.5范围内。

8 测定步骤

8.1 一点法

8.1.1 将恒温水浴的温度调节在 30 ± 0.05 °C。

8.1.2 在非稀释型粘度计的管2、管3的管口接上乳胶管。将粘度计垂直固定在恒温水浴中，水面应高出缓冲球2 cm。

8.1.3 用移液管吸取10 mL试样溶液，由管1加入粘度计，应使移液管口对准管1的中心，避免溶液挂在管壁上。待溶液自然流下后，静止10 s，用洗耳球将最后一滴吹入粘度计。恒温10 min。

8.1.4 紧闭管3上的乳胶管，慢慢用注射器将溶液抽入球6，待液面升至球4一半时，取下注射器，放开管2上的乳胶管，让溶液自由下落。

8.1.5 当液面下降至刻线5时，启动秒表，至刻线7时，停止秒表，记录时间。启动和停止秒表的时刻，应是溶液弯月面的最低点与刻线相切的瞬间，观察时应平视。

8.1.6 按7.1.4~7.1.5重复测定三次，各次流经时间的差值应不超过0.2 s。取三次测定结果的算术平均值为该溶液的流经时间 t 。

8.1.7 洗净粘度计。干燥后，在其中加入经干燥的玻璃砂芯漏斗过滤的、浓度为1.00 mol/L的氯化钠溶液10~15 mL。恒温10 min后，按7.1.4~7.1.6测得流经时间 t_0 。

8.2 稀释法

8.2.1 在恒温水浴中固定一个250 mL具塞锥形瓶，在其中加入经干燥的玻璃砂芯漏斗过滤的浓度1.00 mol/L的氯化钠溶液，恒温30 min备用。

8.2.2 使用稀释型粘度计，按7.1.2~7.1.6测得初始浓度(用 c_0 表示)的试样溶液的流经时间 t_1 。

8.2.3 用移液管从锥形瓶中吸取5 mL已经恒温的1.00 mol/L的氯化钠溶液，由管1加入粘度计。紧闭管3上的乳胶管，用洗耳球从管2打气鼓泡3~5次，使之与原来的10 mL溶液混合均匀。并使溶液吸上、压下三次以上。此时溶液的浓度为 $2/3 c_0$ 。按7.1.4~7.1.6测得流经时间 t_2 。

8.2.4 按7.2.3再逐次加入5, 10, 10 mL浓度1.00 mol/L的氯化钠溶液。分别测得浓度为 $1/2 c_0$, $1/3 c_0$ 和 $1/4 c_0$ 时的流经时间 t_3 , t_4 和 t_5 。

8.2.5 按7.1.7测定 t_0 。

8.3 粘度计的洗涤和干燥

在使用粘度计前后以及在测定中出现读数相差大于0.2 s又无其他原因时，应按如下步骤清洗粘度计：a. 自来水冲洗；b. 铬酸洗液清洗；c. 蒸馏水冲洗。将洗净的粘度计置于烘箱内干燥。

9 结果表示

9.1 一点法

9.1.1 按式(1)计算试样溶液的相对粘度：

$$\eta_r = \frac{t}{t_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中： η_r ——相对粘度；

t ——试样溶液的流经时间，s；

t_0 ——1.00 mol/L氯化钠溶液的流经时间，s。

9.1.2 由求得的 η_r 在表1上查得相应的 $[\eta] \cdot c$ 值，将 $[\eta] \cdot c$ 值除以试样浓度 c 即得 $[\eta]$ 。

表 1

η_r	$[\eta] \cdot c$									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1.30	0.272 1	0.272 9	0.273 7	0.274 6	0.275 4	0.276 2	0.277 0	0.277 9	0.278 7	0.279 5
1.31	0.280 3	0.281 2	0.282 0	0.282 8	0.283 6	0.284 5	0.285 3	0.286 1	0.286 9	0.297 7
1.32	0.288 6	0.289 4	0.290 2	0.291 0	0.291 8	0.292 6	0.293 5	0.244 3	0.295 1	0.295 9
1.33	0.296 7	0.297 5	0.298 3	0.299 2	0.300 0	0.300 8	0.301 6	0.302 4	0.303 2	0.304 0
1.34	0.304 8	0.305 6	0.306 5	0.307 3	0.308 1	0.308 9	0.309 7	0.310 5	0.311 3	0.312 1
1.35	0.372 9	0.313 7	0.314 5	0.315 3	0.316 1	0.316 9	0.317 7	0.318 5	0.319 3	0.320 1
1.36	0.320 9	0.321 7	0.322 5	0.323 3	0.324 1	0.324 9	0.325 7	0.326 5	0.327 3	0.328 1
1.37	0.328 9	0.329 7	0.330 5	0.331 3	0.332 1	0.332 9	0.333 7	0.334 5	0.335 3	0.336 1
1.38	0.336 9	0.337 7	0.338 5	0.339 3	0.340 1	0.340 9	0.341 6	0.342 4	0.343 2	0.345 0
1.39	0.345 8	0.345 6	0.346 4	0.347 2	0.348 0	0.348 7	0.349 5	0.350 3	0.351 1	0.351 9

9.2.3 以 c_r 为横坐标, 分别以 η_{sp}/c_r 和 $\ln\eta_r/c_r$ 为纵坐标, 在坐标纸上作图。通过两组点各作直线, 外推至 $c_r = 0$, 求得截矩 H 。见图 3。若图 3 上的两条直线不能在纵轴上交于一点时, 取两截矩的平均值为 H 。

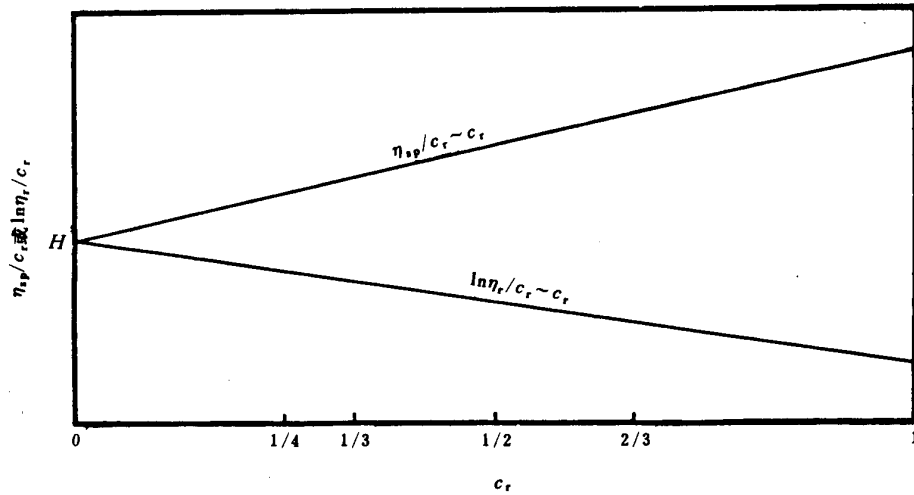


图 3 η_{sp}/c_r 或 $\ln\eta_r/c_r$ 与 c_r 关系

9.2.4 按式 (3) 计算特性粘数:

$$[\eta] = \frac{H}{c_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中: $[\eta]$ ——特性粘数, mL/g;
 c_0 ——试样溶液的初始浓度, g/mL。

c_0 按式 (4) 计算:

$$c_0 = \frac{m \cdot s}{V} \dots\dots\dots (4)$$

式中: m ——试样质量, g;
 s ——试样固含量, %;
 V ——配制的试样溶液体积, mL。

10 试验报告

试验报告应包括如下内容:

- a. 注明按本国家标准;
- b. 注明采用一点法或稀释法;
- c. 试样的名称、型号、生产厂家和生产日期等;
- d. 试样的特性粘数 $[\eta]$;
- e. 试验人员及日期。

附加说明:

本标准由全国塑料标准化技术委员会提出, 由全国塑料标准化技术委员会物理力学方法分技术委员会归口。

本标准由黑龙江大学、天津大学负责起草。

本标准主要起草人陈九顺、孟宪胜、方道斌。