

粘度测定准备及操作步骤

(适用于 PET 粒子及瓶胚生产企业)

一、设备及装置：

- 1、自动粘度测定仪一套。
- 2、加热搅拌器若干台：能显示温度及能控制温度（ $110\pm 10^{\circ}\text{C}$ ），能磁力搅拌。
(建议使用本公司生产的 RY-2 型智能恒温溶样器)
- 3、封闭式电子分析天平一台：最小分度值为 0.1mg。(即分辨率为万分之一克)
- 4、DZ-04B 粉碎机（高速）一台：能将试样粒子径研磨至 0.5mm。
- 5、不锈钢过滤筛二个：20、40 目各 1 个。(20 目=830um, 40 目=380um)
- 6、液氮瓶：试样粒子在研磨之前需冷却 15 分钟。
- 7、比重计，密度范围 $1.200\sim 1.300\text{g}/\text{cm}^3$ ，500ml 量筒一个。
- 8、平底锥形瓶若干个：100ml，带磨口玻璃塞。
- 9、不锈钢过滤网 1 平方米：标称孔径为 63~90um。
- 10、大肚移液管：25ml。
- 11、三角锥形漏斗若干个（出口外径要细，大致 6mm）。
- 12、棕色贮液瓶大、中各若干个。
- 13、玻璃烧杯大、中、小各若干个。
- 14、磁子（磁柱）中号、小号各若干个。
- 15、苯酚、四氯乙烷、丙酮、乙二醇、三氯甲烷等日常必备的分析纯。
- 16、试验室用塑料洗液瓶若干个。
- 17、中、小号洗耳球若干个。
- 18、滤纸、称样纸。
- 19、超声波清洗机 SK7200H（有条件的单位可购买）。

二、准备工作：

1、玻璃器皿的清洁：

将所有玻璃器皿及乌氏粘度计用清水洗净，再将丙酮倒入喷壶中，用喷壶喷洗。粘度计还应用洗耳球将液体上下来回在毛细管中洗过。对非常脏（油）的粘度计还应用浓硫酸-重铬酸钾（1:1 体积比）洗液浸泡 12h 以上，然后清水洗净，再用丙酮来回洗多次。所有洗净的玻璃器皿，在 95°C 的条件下烘干（1 小时左右），或则用空气吹干。对使用过的粘度计在重新标测新配制的溶剂前，可先将废液排净，用三氯甲烷溶剂清洗，再用丙酮过一遍，然后烘干。

对日常测定完的溶剂及试样溶液，在未做下一个测定样品前，可直接放在自动粘度测定仪的恒温水槽中，无需拿出、排净（放置时间无要求）。等下一个样品溶液配制好后，再取出水槽中的粘度计，排出废液，直接用制配好的待测溶液的一部分清洗粘度计及毛细管。

2、溶剂（空白溶液）的配制（苯酚/四氯乙烷 3：2 法）：

将苯酚于 60°C 左右的热水中熔化，冷却后，擦干苯酚试剂瓶外的水，然后将苯酚和四氯乙烷按 60 : 40 的质量比称量后装入试剂瓶中（称量精确至 1%），振摇至充分混匀。然后将配置的溶剂通过不锈钢滤网（剪一小块，折成锥形，放在锥形漏斗上）放入棕色贮液瓶中，放置 24 小时备用（24h 后才能用）。将空白溶液倒入 500ml 量筒中，放入 $25\pm 0.02^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中，用比重计测定溶剂的比重，应控制在 $1.235\pm 0.003\text{g} / \text{cm}^3$ 范围内。配制好的溶剂应放在背光处，且环境温度应在 20°C 以上，用时应振摇搅拌。有条件的可将装有配好溶剂的棕色瓶放入 25°C 的烘

箱内储存，用时拿出振摇后使用。新配制好的溶剂，每支粘度计每天至少要测量一次溶剂的流出时间，作为当天样品测试的空白值。

(有条件的用户，还应该做标准切片的粘度，根据偏差值来修正空白溶液。溶剂最好在7日内用完。)

3、制备试样溶液：

将样品（瓶胚：切成小薄片；PET 粒子：粉碎，粉碎前先将 PET 粒子放入液氮瓶中冷却 15 分钟，取出后高速粉碎。用 20 和 40 目过滤筛过滤，取 20 目下面 40 目上面的部分）放入分析天平内称重（天平中可一直放张称样纸，使用前校零）0.125g 左右，以实际称重为数，样品倒入 100ml 锥形瓶中（将样品倒入后，应将天平内的称样纸重新放到天平中回称，是否为零，实际的样品重量应为：样品倒入前的重量减去称样纸回称的重量）。并放入一粒干净的磁子，用移液管准确移出 25ml 苯酚-四氯乙烷溶剂到盛有样品的锥形瓶中，在 $110 \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的条件下连续搅拌（开始时请放慢搅拌速度），使试样完全溶解。溶样时间控制在 30min 内，若超过此时间，则需重新称样溶解。用 RY-1 型智能溶样器，只需要提前设置好控制温度、溶样时间、搅拌速度，待温度稳定后，将试样锥形瓶放入仪器内，样品自动搅拌溶解，到时自动鸣叫提示。试样完全溶解后自然冷却至室温，备用。一般的加热搅拌器由于热辐射效率不高，所以必须用一个合适的烧杯，倒入适量的甘油或硅油（做传热介质），放在加热搅拌器上待温度达到规定的温度时，再将盛有样品溶液的锥形瓶放入烧杯中，这样使得样品能够充分溶解。

4、溶剂流速时间的测定：

将配好且已放置了 24h 以上的苯酚-四氯乙烷溶剂振摇至充分混匀，倒入小号烧杯中，将干净的不锈钢滤网放在干净的三角锥形漏斗上，并将漏斗插入粘度计主管中（最粗），从锥形口处倒入溶剂适量，用洗耳球将溶剂上下来回在毛细管、大小球泡经过数次，并将支管和主管都洗到，排出液体。插入漏斗，重新倒入溶剂至粘度计贮液泡标注的两刻线之间即可，将粘度计放入固定架中，整体放入恒温水槽里的测试架上，插好橡皮头，在自动粘度测定仪的控制器上输入粘度管号、预热次数（为了让溶液恒温，设置溶液空走不计入结果）、测定次数，即可自动测定溶剂的流速时间，最终打印出结果（空白流速时间）。

5、试样溶液的粘度测定：

将放在恒温水槽中的粘度计取出，倒净废液，将不锈钢滤网放在三角锥形漏斗上，并将漏斗插入粘度计主管中（最粗），将制备好的试样溶液稍许摇晃，从锥形口处倒入少许，用洗耳球将溶液上下来回在毛细管、大小球泡经过数次，并将支管和主管都洗到，排出液体。插入漏斗，重新倒入溶液至粘度计贮液泡标注的两刻线之间即可，将粘度计放入固定架中，整体放入恒温水槽里的测试架上，插好橡皮头，在自动粘度测定仪的控制器上输入粘度管号、空白流速时间（该粘度管号在哪个单元做的空白流速时间，就在哪个单元做试样溶液的粘度测定）、样品的重量(g)、预热次数（为了让溶液恒温，设置溶液空走不计入结果）、测定次数，即可自动测定试样溶剂的粘度，最终打印出结果。

注：为了让每次测定的流速时间之间差值最小，除了粘度计必须干净无杂质外，测定的预热次数应不少于 2 次。

如果粘度测出来偏高-----说明溶剂密度偏低，需要抬高。

如果粘度测出来偏低-----说明溶剂密度偏高，需要抬高。

溶剂密度测比重确定，一般在 1.2~1.3 之间取中间值，需要比重升高，增加四氯乙烷。
需要比重降低，增加苯酚。

南京艾迪尔科技有限公司