МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 11034— 2018

ПОЛИАМИДЫ

Метод определения числа вязкости разбавленных растворов

(ISO 307:2007, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Институт пластмасс имени Г.С. Петрова» (АО «Институт пластмасс)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 июня 2018 г. № 332-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11034—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2019 г.

5 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ISO 307:2007 «Пластмассы. Полиамиды. Определение числа вязкости» («Plastics — Polyamides — Determination of viscosity number», NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 11034—82

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Средства измерения, оборудование, посуда 3
7 Подготовка проб для анализа 3
8 Определение массы пробы для анализа 3
9 Выбор растворителя 4
10 Проведение анализа 4
11 Обработка результатов 5
12 Протокол испытания 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОЛИАМИДЫ

Метод определения числа вязкости разбавленных растворов

Polyamides. Method for determination of the viscosity number of dilute solutions

Дата введения — 2019—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения числа вязкости разбавленных растворов полиамидов в указанных в настоящем стандарте растворителях.

Настоящий метод распространяется на полиамиды, обозначенные ПА 6 (PA 6), ПА 66 (PA 66), ПА 610 (PA 610), ПА 12 (PA 12), их сополимеры и композиции полиамидов, которые растворяются в соответствующих растворителях при заданных условиях.

Настоящий метод не распространяется на полиамиды, полученные методом анионной полимеризации лактамов, или полиамиды, полученные с помощью сшивающих агентов; такие полиамиды обычно нерастворимы в растворителях, приведенных в настоящем стандарте.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 5848—73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10028—81 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 11736—78 Пластмассы. Метод определения содержания воды

ГОСТ 15973—82 Пластмассы. Методы определения золы

ГОСТ 18249—72 Пластмассы. Метод определения вязкости разбавленных растворов полимеров

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **число вязкости полимера** (viscosity number of a polymer), $см^3/г$: Величина X, вычисленная по формуле

$$X = \frac{\frac{\eta}{\eta_0} - 1}{C}, \quad (1)$$

где η — вязкость раствора полимера в соответствующем растворителе, Па·с или $Н/м^2 \cdot с$;

η_0 — вязкость растворителя, выраженная в тех же единицах, что и η;

η/η_0 — относительная вязкость раствора полимера в соответствующем растворителе;

C — концентрация полимера в растворе, $г/см^3$.

Примечание — Для конкретного вискозиметра и при практически равных значениях плотности растворителя и раствора *(концентрация раствора полимера менее 0,01 г/см^3)* число вязкости и относительную вязкость вычисляют, используя время истечения растворителя и раствора для данной концентрации раствора, *не учитывая поправки на плотность и кинетическую энергию.*

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в измерении при температуре 25 °С с использованием одного и того же вискозиметра времени истечения раствора полиамида с концентрацией 0,005 $г/см^3$ и растворителя и вычислении числа вязкости и/или относительной вязкости.

Полиамид следует полностью растворить в соответствующем растворителе. Различные добавки, например антипирены и модификаторы, часто мешают измерению вязкости, увеличивая значение числа вязкости в муравьиной кислоте и уменьшая его значение в серной кислоте. Степень влияния добавки зависит от ее природы и количества, присутствия других добавок и условий получения композиции на основе полиамида.

Для полиамидов, не содержащих добавки или содержащих добавки, которые не мешают измерению вязкости, измерение числа вязкости позволяет определить относительную молекулярную массу полимера.

Число вязкости полиамидов, содержащих добавки, которые мешают измерению вязкости, специфично для каждого используемого растворителя и состава материала.

Число вязкости определяют в соответствии с общими требованиями, установленными в ГОСТ 18249, при соблюдении конкретных условий, установленных в настоящем стандарте.

5 Реактивы

5.1 Растворители

Используют растворители только известной чистоты и только дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ!

Следует избегать контакта с кожей и вдыхания паров любых растворителей и жидкостей для очистки вискозиметров.

5.1.1 Кислота серная по ГОСТ 4204, квалификации ч. д. а или х. ч, а в случае возникших разногласий — раствор, укрепленный до концентрации (96,00 ± 0,15) %, который хранят в банке с притертой пробкой, проверяя его концентрацию не реже, чем через каждые 14 сут.

5.1.2 Кислота муравьиная по ГОСТ 5848, квалификации ч. д. а раствор с массовой долей 99,7 %, разбавленный до концентрации (90,00 ± 0,15) %, который хранят в банке из темного стекла с притертой пробкой, проверяя его концентрацию не реже, чем через каждые 14 сут.

5.1.3 *м*-крезол, свежеприготовленный, полученный перегонкой *м*-крезола, квалификации не ниже ч. Свежеприготовленный *м*-крезол хранят в банке из темного стекла с притертой пробкой.

5.2 Жидкости для промывки вискозиметра:

5.2.1 Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, насыщенный раствор.

5.2.2 Ацетон по ГОСТ 2603 или ацетон по нормативному документу или технической документации эквивалентной чистоты.

5.2.3 Спирт этиловый по нормативному или техническому документу.

5.2.4 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6 Средства измерения, оборудование, посуда

6.1 Весы, обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

6.2 Термометр, позволяющий производить измерение температуры (25,0 ± 0,1) °С.

6.3 Секундомер с ценой деления 0,1 с по нормативному или техническому документу.

6.4 Вискозиметры типов ВПЖ-1, ВПЖ-2, ВПЖ-4 с постоянной 0,01 мм^2/с^2 или 0,1 мм^2/с^2 по ГОСТ 10028.

6.5 Термостат, позволяющий поддерживать и регулировать температуру в пределах (25,00 ± 0,05) °С.

6.6 Шкаф вакуумный сушильный, обеспечивающий давление менее 100 кПа.

6.7 Приспособление для взбалтывания или мешалка магнитная.

6.8 Бюретка автоматическая.

6.9 Колба вместимостью 25, 50 или 100 см^3, с притертой пробкой по ГОСТ 1770.

6.10 Колба для взвешивания вместимостью 100 см^3, с притертой пробкой.

6.11 Воронка по ГОСТ 25336—82, тип ВФ, исполнение 1, 2; ПОР-100.

7 Подготовка проб для анализа

7.1 Общие положения

Пробы полиамидов для определения числа вязкости должны полностью растворяться в соответствующих растворителях, кроме случаев присутствия добавок, например армирующих наполнителей.

При массовой доле мономера более 2 % пробу экстрагируют кипящей водой при условиях, указанных в нормативном документе или технической документации на конкретный полиамид, затем пробу сушат в течение (3,0 ± 0,1) ч при температуре (105 ± 5) °С в вакууме, указанном в нормативном документе или технической документации на конкретный полиамид.

Примечание — Для ускорения растворения рекомендуется измельчать материал.

7.2 Пробы с массовой долей полиамида менее 98 %

Для проб, содержащих более 2 % добавок, необходимо определить их количество по специально разработанной методике или взять из рецептуры. Методику определения следует указать в протоколе испытания.

Массовую долю воды в пробе следует определять по ГОСТ 11736, массовую долю золы — по ГОСТ 15973.

Массу пробы для анализа вычисляют в соответствии с разделом 8.

Если общее содержание добавок более 2 %, их следует указывать в рецептуре для вычисления массы пробы для анализа.

Примечание — Время, необходимое для определения массовой доли добавок, может быть продолжительным, поэтому при контроле качества для определения массы пробы для анализа можно пользоваться рецептурой продукта.

8 Определение массы пробы для анализа

Массу пробы для анализа m_c , мг, вычисляют по формуле

$$m_c = \frac{250}{1 - \frac{w_1 + w_2 + w_3}{100}}, \quad (2)$$

где w_1 — массовая доля воды в пробе, %;

w_2 — массовая доля золы в пробе (характеризует наличие наполнителей, армирующих волокон и т. п.), %;

w_3 — массовая доля других материалов, например полиолефинов, антипиренов и т. п., %.

Если определение массовой доли добавок не представляется возможным, их значение берут из рецептуры продукта.

9 Выбор растворителя

9.1 Значение числа вязкости (относительной вязкости) полиамида зависит от используемого растворителя.

Рекомендуется использовать следующие растворители:

а) для полиамидов ПА 6, ПА 66, ПА 610 и их сополимеров следует использовать раствор серной кислоты или муравьиной кислоты.

Для полиамидов, содержащих добавки, выделяющие газы в кислотных растворителях, следует использовать *м*-крезол.

б) для полиамида ПА 12 и его сополимеров следует использовать *м*-крезол.

Примечание — Растворитель указывают в нормативном документе или технической документации на конкретный полиамид.

10 Проведение анализа

10.1 Подготовка вискозиметра

Перед первым использованием, при расхождении между двумя последовательными определениями времени истечения более 0,4 с, а также после длительного перерыва в работе вискозиметр (6.4) промывают одним из следующих способов:

- заполняют вискозиметр насыщенным водным раствором двухромовокислого калия (5.2.1) и оставляют его не менее чем на 12 ч, затем выливают раствор, промывают вискозиметр дистиллированной водой, затем ацетоном (5.2.2) и высушивают струей очищенного воздуха или в вакуумном сушильном шкафу (6.6);

- промывают вискозиметр водой, смесью серной кислоты и насыщенного водного раствора двухромовокислого калия, взятых в одинаковых объемах, и еще раз дистиллированной водой. Затем вискозиметр ополаскивают последовательно этиловым спиртом и ацетоном и высушивают струей очищенного воздуха или в вакуумном сушильном шкафу.

Между определениями вискозиметр промывают не менее чем два раза свежим растворителем, затем водой и ацетоном и высушивают, как указано выше.

10.2 Приготовление раствора полиамида

10.2.1 Общие положения

В настоящем стандарте приведены три методики приготовления растворов для анализа.

Методика 1 (10.2.2), не учитывающая поправки на объем нерастворимых добавок в пробе для анализа, применяется для полиамидов без добавок.

Методика 2 (10.2.3) и методика 3 (10.2.4), учитывающие объем нерастворимых добавок и полиамида, применяются для композиций на основе полиамидов.

При подготовке проб все взвешивания следует проводить быстро, для минимизации поглощения полимером влаги, если взвешивание заняло более 2 мин, следует произвести взвешивание новой пробы.

10.2.2 Методика 1 (объемная)

10.2.2.1 Взвешивают (0,2500 ± 0,0050) г полиамида, результат взвешивания, г, записывают с точностью до четвертого десятичного знака, количественно переносят навеску в колбу вместимостью 50 $см^3$ (6.9), добавляют в колбу около 40 $см^3$ растворителя, колбу закрывают пробкой, помещают в термостат, установленный в вытяжном шкафу, и нагревают раствор при перемешивании, встряхивая колбу или используя магнитную мешалку (6.7).

Температура и время растворения — в зависимости от растворителя:

- муравьиная кислота — не более 30 °С;
- *м*-крезол — от 95 °С до 100 °С в течение не менее 2 ч;
- серная кислота — не более 30 °С в течение не более 12 ч.

После полного растворения пробы раствор охлаждают до температуры (25 ± 2) °С, доводят до метки растворителем и тщательно перемешивают. Если используют магнитную мешалку (6.7), перед

разбавлением вынимают из раствора перемешивающий стержень и промывают его растворителем, добавляя перед последующим разбавлением промывные воды в колбу.

10.2.2.2 Допускается уменьшение массы пробы до (0,1250 ± 0,0050) г, объема раствора до 25 см^3. Раствор готовят аналогично 10.2.2.1, используя колбу вместимостью 25 см^3 (6.9).

В случае возникших разногласий применяют раствор, приготовленный по 10.2.2.1.

10.2.3 Методика 2 (объемная)

Взвешивают пробу массой, соответствующей вычисленной согласно разделу 8, ± 10 %, результат взвешивания, г, записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Количественно переносят пробу в колбу вместимостью 100 см^3 (6.9), добавляют в колбу растворитель в объеме, необходимом для получения раствора концентрации 0,005 г/см^3, растворитель добавляют, например, используя автоматическую бюретку. Колбу закрывают пробкой, помещают в термостат, установленный в вытяжном шкафу, и нагревают раствор при перемешивании, встряхивая колбу или используя магнитную мешалку (6.7).

Температура и время растворения — см. 10.2.2.

После полного растворения пробы раствор охлаждают до температуры (25 ± 2) °С.

10.2.4 Методика 3 (гравиметрическая)

Взвешивают пробу массой, соответствующей вычисленной согласно разделу 8, ± 10 %, результат взвешивания, г, записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Количественно переносят пробу в колбу вместимостью 100 см^3 (6.9), добавляют в колбу растворитель массой, необходимой для получения раствора концентрации 0,005 г/см^3. Колбу закрывают пробкой, помещают в термостат, установленный в вытяжном шкафу, и нагревают раствор при перемешивании, встряхивая колбу или используя магнитную мешалку (6.7).

Температура и время растворения — см. 10.2.2.

После полного растворения пробы раствор охлаждают до температуры (25 ± 2) °С.

10.3 Определение времени истечения

10.3.1 Время истечения раствора и растворителя определяют на одном и том же вискозиметре. Раствор и растворитель заливают в вискозиметр через воронку (6.11).

Вискозиметр помещают в термостат с температурой (25,0 ± 0,1) °С в вертикальном положении таким образом, чтобы уровень жидкости в термостате находился на 20—30 мм выше верхней метки вискозиметра.

10.3.2 Заполненный вискозиметр выдерживают не менее 15 мин, чтобы он вместе с содержимым приобрел температуру термостата, затем начинают измерение.

Проводят три определения времени истечения раствора (растворителя).

За результат определения времени истечения принимают среднеарифметическое значение результатов трех определений, допускаемые расхождения между наиболее отличающимися из которых не должны превышать 0,4 с. Результат определения округляют до целого числа.

11 Обработка результатов

11.1 Число вязкости X, см^3/г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{t - t_0}{t_0 C}, \quad (3)$$

где t — время истечения раствора (см. 10.3.2), с;

t_0 — время истечения растворителя (см. 10.3.2), с;

C — фактическая концентрация раствора, г/см^3.

11.2 Относительную вязкость η вычисляют по формуле

$$\eta = \frac{t}{t_0}. \quad (4)$$

11.3 При вычислении результатов не учитывают поправки на плотность и кинетическую энергию из-за их малой величины.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) полную идентификацию материала для испытания (марку, номер партии, наименование предприятия-изготовителя);

в) используемый растворитель, условия подготовки пробы к анализу и условия растворения;

г) тип вискозиметра;

д) время истечения раствора полиамида и растворителя (индивидуальные значения и среднеарифметические значения трех определений), с;

е) значения числа вязкости или относительной вязкости;

ж) метод определения массовой доли добавок, при необходимости;

и) любые отклонения от метода, описанного в настоящем стандарте;

к) дату проведения испытания.

УДК 678.675:532.13:006.354 МКС 83.080.20 NEQ

Ключевые слова: пластмассы, полиамиды, число вязкости, относительная вязкость, вискозиметр, время истечения, выбор растворителей, концентрация раствора

БЗ 6—2018/95

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 16.06.2018. Подписано в печать 21.06.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru