

JUHEWU XINGNENG
CHANGYONG
CESHI JISHU
JI ZIDONGHUA

聚合物性能 常用测试技术 及自动化

姚汉樑 著



化学工业出版社

JUHEWU XINGNENG

CHANGYONG

CESHI JISHU

JI ZIDONGHUA

聚合物性能 常用测试技术 及自动化

姚汉樑 著



化学工业出版社

元 09.20 价 定

本书是从专业的角度出发,以丰富的实践经验,剖析实验中的问题,做了深入浅出的分析。书中附有大量有关结构、操作的图表,希望能对读者有用。

本书从实验的基本原理、具体方法、影响因素,问题解析、结构分析,直至自动化实验技术,做了独特的讲述。本书不是标准的罗列,而是作者20多年来的研发工作的总结,然而毕竟精力有限,所以也只是针对了塑料、化纤原料的相关最常用的专业实验:黏度黏数分子量、维卡软化点温度、负荷热变形温度、熔体流动速率、水分以及转矩流变实验等。实验仪器发展的一个重要方向是自动化,作者也对仪器自动化做了一定篇幅的描述,有些已经实现,有些即将实现,有些还只是一个构思。但这或许对我国相关仪器技术的发展会是一个有用的启示。

本书适宜作为塑料、化纤专业相关实验室技术人员的实验指导用书,也可作为相关专业师生的参考。与一般的这类书籍不同的,本书还适宜作为相关仪器制造商研发参考。

图书在版编目(CIP)数据

聚合物性能常用测试技术及自动化/姚汉樑著. —北京:化学工业出版社,2014.9
ISBN 978-7-122-21320-4

I. ①聚… II. ①姚… III. ①聚合物-性能-测试技术 IV. ①O63

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第161126号

责任编辑:夏叶清
责任校对:吴静

文字编辑:刘砚哲
装帧设计:刘剑宁

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印装:三河市延风印装厂
710mm×1000mm 1/16 印张14 $\frac{3}{4}$ 字数276千字 2015年1月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:68.00元

版权所有 违者必究

序 言

要生产高质量的聚合物制品，除了生产工艺过程控制外，重要的就是对原材料进行严格的质量控制；新材料开发过程，离不开对所开发材料的性能进行准确的评价，即对各阶段开发出的新材料需要测试其各项性能，以获得的准确数据，指导开发方向。所以，材料性能测试是生产链中的重要一环，也是新材料开发过程中的重要一步。本书就是这样一本介绍聚合物的各种性能测试技术的图书。

本书介绍了包括聚酯、聚酰胺、聚碳酸酯，以及纸浆和硅橡胶等常用聚合物的黏数、特性黏度，维卡软化点、负荷热变形温度、熔体流动速率、水分含量，以及熔体流变特性等材料物性的测定原理、仪器结构、测定方法和技巧，以及分析了可能影响测定结果的各种因素，还特别说明了对于一些常人往往容易忽略，但会影响到结果精确性的操作细节，如样品制作、设备保养等问题。测试技术常常与标准相关，书中也对某些国际标准、国家标准有所涉及。这是作者历经 20 多年在测试仪器和技术开发方面积累的丰富经验的总结，这就决定了本书成为一本“与众不同”的相关图书。

书中一些常用测试项目应该说已经是比较“古老”的物性测试项目，但作者利用近年计算机技术的发展，专门就仪器自动化技术进行了深入探索和实践，一些成果不仅赋予了“古老”测试方法以新的数字化时代的内容，更使测试精度得到了提升，操作更加简便。

综上所述，本书理论与实践紧密结合，实用性非常强，可以看成一本可以放在手边的有关测试技术的实用手册。图书应用大量图表，文字表述深入浅出，给予了图书趣味性和易读性，可以给予行业内相关科技人员、材料分析师、专业师生参考，也可供仪器生产商、仪器销售人员阅读参考。

作者在本书后记中说，他对待研究“追求完美，尽管总有瑕疵、总不令我满意”，我认为，这就是“进步的阶梯”，我相信以后还会看到他开发的各种仪器设备不断地改进与创新，还会看到他新的研究成果问世！也期待在一段时间后能看到新的版本！

杨惠娣

2014-2-18

前 言

在先后完成了近十项省部级的科研项目后，1989年，我承接了一项我国进出口商品检验局用于特性黏度实验的精密恒温槽的科研项目。由于是针对聚酯切片的特性黏度测试，特别是 ASTM D4063 聚酯切片黏度测试的技术要求，所以各项温控指标，包括长时间稳定性，都必须达到 $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$ 。项目于次年完成，并于1992年1月25日通过了由上海市高等教育局主持的上海市科委鉴定，样机现场设在上海氯碱总厂黏度实验室。就此，我国开创了使用国产设备进行符合国际标准的黏度实验的时代。

理论和实践的统一，理论对实践的指导，这是我一贯遵循的原则。总有朋友问我，你控制的温度怎么会这么稳定，全温度范围的线性怎么会这么好，其实，这就是理论指导实践的结果。有的人是在反复地做着重复的试验，试图找出最佳化的解决方案，而我则是在设计和实际的调试过程中，建立了一些数学模型，这在本书中多次出现。这源于我对数学的又一份爱好。我在1982年发表的处女作，就是《用函数型计算器求解非线性方程》。

在本书中分类讲述了目前国内产品存在的问题，讲述了仪器制造与测试精度的关系。更用了一定的篇幅讲述了测试仪器及其实验自动化，这些，有的已经实现，有的将要实现，有的还在构思中。不过，这也为仪器生产厂家提供了一种创新的思路。

近几年来，在相关协会、专业委员会的年会上，我经常做一些有关材料测试技术方面的报告，也多了解了一些企业、科研院所的实验室的情况，以及国内一些仪器设备生产厂家的现状，一种想比较深入地介绍具体的贴近现场的实验技术的冲动，油然而生。这一冲动，就忙了我这么多年，不过，总算完稿了。

今后，也许我除了偶去研发新的项目外，主要的，还是集中于各项测试技术的自动化，在高精度、高稳定、高可靠，人性化的自动化方面，在快快乐乐的、轻轻松松的氛围中，继续进取。

如果本书能对读者带来丁点帮助，这是我的幸运。

不过，由于笔者毕竟水平有限，文中会有不妥之处，衷心希望读者批评指出，研究探讨。

感谢我的团队的伙伴们，对本书部分图片、文字所做的整理工作。

更要感谢在我长期的工作中，帮助、支持我的朋友，特别是逼着我一次次柳暗花明又一村的朋友们！

姚汉樑

二零一四年一月廿二日

七月四日修改于上海



作者简介：姚汉樑

自动控制专业

上海市科协会员

中塑协专家委员会专家

高级工程师

yaohl-2005@163.com

QQ: 756920473

目 录

CONTENTS

第一章 黏数、特性黏度及其测试	1
1.1 概述	1
1.2 聚酯切片 (PET) 的试验方法	8
1.3 聚酰胺的试验方法	17
1.4 聚氯乙烯的试验方法	21
1.5 聚碳酸酯的试验方法	26
1.6 硅橡胶的试验方法	27
1.7 纸浆与黏胶纤维用浆粕的黏度试验方法	28
1.8 聚乙烯和聚丙烯	32
1.9 其他材料的简要试验方法	34
1.10 多点外推法求解特性黏度 $[\eta]$	37
1.11 影响测试结果的因素	38
附录	42
参考文献	42
第二章 黏数、特性黏度等的自动测试技术	44
2.1 系统结构	44
2.2 测试流程	51
2.3 操作	52
2.4 自动黏度测试技术中的线性数据拟合技术	62
2.5 自动黏度测试技术中的非线性拟合技术	65
2.6 使用过程中黏度计的清洗——新液稀释法	66
2.7 自动黏度测试技术的适用范围	67
2.8 自动黏度测试常见故障及其分析	67
附录一	73
附录二	78
参考文献	78
第三章 维卡 (Vicat) 软化点及其测试	79

3.1 测试原理	79
3.2 试验标准	80
3.3 试样制备	82
3.4 试验过程	84
3.5 维卡软化点的自动测试技术	87
3.6 维卡软化点试验必须注意的几个问题	91
参考文献	96
第四章 负荷变形温度的测定	97
4.1 测试原理	98
4.2 试验标准	98
4.3 试样	100
4.4 试验过程	103
4.5 施加力	106
4.6 标准挠度	110
4.7 负荷热变形的自动测试技术	111
4.8 一种自动化的热变形/维卡软化点测试仪	115
4.9 负荷热变形试验要注意的几个问题	116
参考文献	116
第五章 塑料熔体流动速率及其试验技术	118
5.1 测试原理	118
5.2 熔体流动速率的定义	119
5.3 熔体流动速率基本试验方法——切割称重法	119
5.4 定容计时法测试熔体流动速率	125
5.5 熔体密度测试方法	128
5.6 高熔体流动速率的测定方法	129
5.7 熔体流动比的计算	130
5.8 流变性能试验	130
5.9 耐腐蚀问题	132
5.10 清洗	132
5.11 自动测试技术	133
5.12 熔体流动速率仪的主要技术要求及检测方法	140
5.13 试验中常见的问题	145
附录	149
参考文献	153

第六章 水分含量的测试技术 154

6.1 烘箱法测定 155

6.2 卤素水分测定 155

6.3 真空压差法水分测定 158

6.4 卡尔·费休法水分测定 167

6.5 几种含水量试验方法的比较 179

参考文献 179

第七章 转矩流变试验技术 180

7.1 转矩流变仪构成 181

7.2 转矩流变仪的组成结构 183

7.3 主机——动力部分 186

7.4 密炼 189

7.5 挤出 198

7.6 控制系统 205

7.7 试验数据处理系统 212

7.8 试验参数 219

7.9 常见问题 220

7.10 转矩流变仪的发展 222

附录一 223

附录二 224

附录三 226

附录四 226

参考文献 226

第一章 黏数、特性黏度及其测试

相对分子质量是聚合物最基本的结构参数之一，与材料性能密切相关，在理论研究和生产实践中是一个不可或缺参数。

在聚合物的相对分子质量测定方法中，黏度法也是目前最常用的一种相对的方法。聚合物溶液的黏度与聚合物的相对分子质量相关，同时也取决于聚合物的分子结构和在溶剂中扩张的程度。因此，黏度法用于测定相对分子质量只是一种相对的方法。必须在确定的条件下，事先订立黏度与相对分子质量的关系，才能根据这种关系由溶液的黏度通过计算得到聚合物的相对分子质量。其优点是简便，试验精度也很好。所以黏度法是聚合物结构鉴定中很有价值的方法。

黏度是溶液黏性的量度，同时表示流体在流动过程中流体分子内部摩擦力，即流体内部显示的抵抗稳定流动的性能，且与溶液的结构、浓度，溶剂的性质、温度以及压力等因素有关，能为聚合物的成型加工提供工艺参数。在聚合物的性能测定中，黏度测定是目前广泛应用的一种方法。相对分子质量是聚合物最基本的结构参数之一，与材料性能有着密切的关系，在理论研究和生产实践中也经常需要测定这个参数。测定聚合物相对分子质量的方法很多，而在高分子的研究工作中最常用的也就是黏度法。

通常主要有四种用以测定液体黏度的方法：测定液体在毛细管中的流出速度；测定圆球在液体中落下的速度；测定液体在同轴圆柱体间相对转动时的阻力；测定液体在通过一毛细管时两端的压力差。即毛细管法、落球法、旋转黏度法和压力法。在化纤、塑料实验室中，一般都采用毛细管法。

1.1 概述

将高分子材料溶于溶剂中，制成高分子稀溶液。该溶液的黏度即反映了液体分子之间因相对运动导致的内摩擦阻力。黏度越大，表现出来的阻力越大，且与分子的结构、溶液浓度、溶剂性质、试验温度与压力等因素有关。而在高分子溶液中，我们也只是关注高分子材料溶入溶剂后引起的黏度变化，而非液体本身的绝对黏度。于是，在将高分子溶入溶剂后，当我们分别测定了溶剂及该稀溶液的黏度，就有了如下的黏度量度的描述。

1.1.1 黏度描述

1.1.1.1 相对黏度（黏度比） η_r

相对黏度为同温度下溶液黏度与溶剂黏度之比：

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0}$$

式中 η ——溶液的黏度；

η_0 ——同温度下溶剂的黏度。

1.1.1.2 增比黏度（黏度相对增量） η_{sp}

增比黏度为溶液黏度与溶剂黏度之差与溶剂黏度之比：

$$\eta_{sp} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \eta_r - 1$$

1.1.1.3 黏数（比浓黏度） I (VN)

对于高分子溶液，黏度往往随溶液浓度的增加而增大，其增比黏度也同样随溶液浓度的增加而增大，因此常用其与浓度 c 之比来表示溶液的黏度，称为黏数：

$$I = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{\eta_r - 1}{c}$$

黏数也有用“VN”表示的。

1.1.1.4 对数黏数（比浓对数黏度） η_{ln}

其定义为相对黏度的自然对数与浓度之比：

$$\eta_{ln} = \frac{\ln \eta_r}{c} = \frac{\ln \left(\frac{\eta}{\eta_0} \right)}{c}$$

1.1.1.5 特性黏度（特性黏数，极限黏数） $[\eta]$

特性黏度是指聚合物溶液的黏数或对数黏数在无限稀释时的极限值：

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\eta_{sp}}{c} = \lim_{c \rightarrow 0} \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \cdot \frac{1}{c} \right)$$

$$[\eta_{ln}] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\ln \left(\frac{\eta}{\eta_0} \right)}{c}$$

1.1.1.6 特性黏度与相对分子质量的关系^[1]

通过黏度法，不是直接求出聚合物的绝对平均相对分子质量，而是通过相对分子质量与特性黏度之间的经验关系式来计算得到，而且，这种经验公式还需要用光散射法或膜渗透压法（直接求出聚合物的绝对平均相对分子质量的两种方法）来校正，所以，这是一种相对的方法。

在一定温度下，当聚合物溶液确定以后，其特性黏度与聚合物的相对分子质量的关系，由 Mark-Houwink 方程表述：

$$[\eta] = KM^a$$

式中 K ——比例常数；

a ——扩张因子，与溶液中聚合物分子的形态有关的经验参数；

M ——黏均相对分子质量。

K 、 a 经绝对相对分子质量测定法确定，可从有关手册中查到，参见第二章附录。

1.1.2 泊肃叶定律

符合牛顿流体定律的液体称为牛顿型液体。高分子稀溶液在毛细管中的流动基本上属于牛顿型流动。

当高分子稀溶液在均匀压力 p 作用下，流过半径为 r 、长度为 L 的均匀毛细管，根据牛顿黏度定律，可导出泊肃叶公式（参见图 1-1，乌氏毛细管黏度计）：

$$\eta = \frac{\pi g h r^4 \rho t}{8 L V}$$

式中 g ——重力加速度；

ρ ——溶液密度；

h ——等效液柱高度（可看作是 Q 球中心到毛细管末端的距离）；

r ——毛细管半径；

L ——毛细管长度；

t ——溶液液面在黏度计中自 E 下降到 F 的时间；

V ——溶液经时间 t 流出的体积（即刻度线 E、F 间的容积）。

黏度 η 的物理意义在于，面积为 1cm^2 、相距为 1cm 的两个平行液层相互移动，要保持 1cm/s 的速度差所需加的动力，其单位是 $[\text{dyn} \cdot \text{s}/\text{cm}^2]$ ，称为泊，百分之一泊称厘泊。

实际上，液体在毛细管内流动时，外加力除了克服分子内摩擦阻力用以驱动液体流动，还使液体本身获得了动能，这就使测得的溶液黏度偏低。为此，必须对泊肃叶公式进行动能修正，修正后

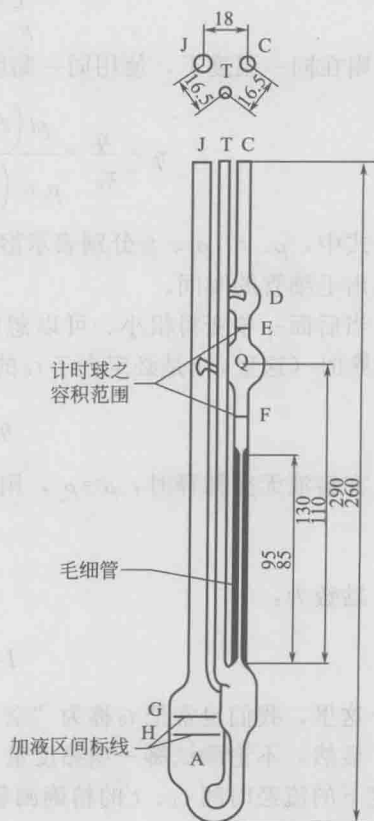


图 1-1 乌氏黏度计

J—加液管；T—通气管；C—测量管；E—上计时标线；F—下计时标线；Q—计时球；G、H—加液区间标线；A—下储器；D—上储器

的泊萧叶公式为：

$$\eta = \frac{\pi g h r^4 \rho t}{8 L V} - \frac{m \rho V}{8 \pi L t}$$

式中 m ——与黏度计的几何形状有关的常数，接近于 1。

其他同上。

1.1.3 测试原理

在上式中，如果令：

$$A = \frac{\pi g h r^4}{8 L V}, \quad B = \frac{m V}{8 \pi L}$$

则

$$\eta = A \rho t - B \rho / t$$

$$\frac{\eta}{\rho} = A t - \frac{B}{t}$$

则在同一温度下，使用同一黏度计，其相对黏度 η_r ：

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{\rho t \left(A - \frac{B}{t^2} \right)}{\rho_0 t_0 \left(A - \frac{B}{t_0^2} \right)} = \frac{\rho t \left(1 - \frac{B}{A t^2} \right)}{\rho_0 t_0 \left(1 - \frac{B}{A t_0^2} \right)}$$

式中， ρ 、 t 、 ρ_0 、 t_0 分别表示溶液的密度和流出毛细管的时间及溶剂的密度和流出毛细管的时间。

当后面一项变得很小、可以忽略时，事情就变得很简单。事实上，当 $t_0 > 100\text{s}$ ^① 时（这里， t 是必定大于 t_0 的），动能修正项可以略去，则：

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{\rho t}{\rho_0 t_0}$$

在溶液无穷稀释时， $\rho = \rho_0$ ，则溶液的相对黏度就简化为：

$$\eta_r = \frac{t}{t_0}$$

黏数为：

$$I = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{\eta_r - 1}{c}$$

这里，我们也常把 t_0 称为“空白时间”。

显然，不论测试哪一项黏度量，只要通过对溶剂和溶液在相同黏度计、相同温度下的流经时间 t_0 、 t 的精确测量，就能方便地实现。

① 国际标准 ISO 1628-1^[2] 中指出，当 $t_0 > 100\text{s}$ 时，此时由于动能损失而形成的最大误差为 3%，可以忽略不计，而美国材料试验协会则将动能修正忽略的条件规定为 $t_0 \geq 200\text{s}$ ^[3]。我国各国标、行标中，大都参照了 ISO 1628-1 的规定。

这里 $t_0 > 100\text{s}$, 是一个很重要的条件, 也是选择毛细管直径的一个重要依据。

1.1.4 测试方法

1.1.4.1 试验器材

(1) 主要的试验设备

满足温度范围和精度的具有不失真平面视窗、振动小、水流平稳的精密恒温槽, 要求温度的各项指标优于 $\pm 0.01^\circ\text{C}$, 见 2.1.4 节;

毛细管黏度计 (图 1-1);

恒温水/油浴振荡器 (溶解样品用, 见图 1-12);

实验室粉碎机或切片机 (粉碎样品用);

分析天平 (0.1mg , 配制溶液称量用);

天平 (5000g , 配置多量的溶剂用);

秒表 (手动测试计时用);

干燥箱;

称量瓶、烧瓶、砂芯漏斗、移液管等玻璃仪器器皿;

吸球。

(2) 主要试剂

毛细管清洗液;

溶剂。

1.1.4.2 溶剂和溶液配制

配制溶剂, 可通过检测溶剂的密度等方法, 来判断溶剂配制合格与否, 也可通过国家或行业标准样品的试验来判断、微调校正溶剂的配制。

溶剂配制后, 在特定条件 (一般为合适的温度、避光) 下, 可保存一段时间。如果溶剂的流出时间 (t_0) 超过了刚配制时的流出时间一定范围 (如 1%, 各种溶剂也有明确规定的), 则应将该溶剂废弃, 重新配制。

一般情况下, 根据试验批次, 在保质期允许的情况下, 溶剂应适量多配, 并定期复测其空白时间 t_0 , 当 t_0 超出允许范围时, 应废弃重新配制。

配制溶液时会遇到溶解的问题, 应使用有一定控温精度的恒温振荡器, 使之在合适的温度下得以最快速地溶解。温度应掌握, 避免在过低或过高的情况下工作。有的试验方法甚至对溶样时间做出了限定。当溶样时间过长时, 会导致降解, 黏度试验的平行性很差, 而温度过高, 同样会导致黏度降解。所以样品溶解温度绝不能忽视, 建议样品溶解温度要严格控制在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 范围内^[4]。

1.1.4.3 毛细管黏度计的清洗

黏度计是否清洁, 是决定试验成败的关键之一。

新的黏度计应先用沸水冲泡以除去蜡质,再用铬酸洗液充满浸泡,直立放置2~12h再倒出,用蒸馏水或去离子水冲洗数次,再用丙酮洗后,通入过滤过的空气或直立放置于干燥烘箱中干燥,防止灰尘落入黏度计中。

常用铬酸洗液,由工业级硫酸(96%)和重铬酸钾饱和溶液,按等体积混合制得。如玻璃上的无机残留物和油污不易清除,必要时,还可以先用王水除去,再用合适的溶剂除去油污,最后用铬酸洗液浸泡清洗。

对已用过的黏度计,需要根据原溶剂、溶液的材料,选择合适的洗液配方,以去除留在黏度计中的高分子残留,特别是毛细管部分。再用洗液、蒸馏水洗涤,烘干待用。

对在连续工作中的黏度计、而且是在同一情况下测试同一类材料的,可用新液(接下来就要测试的溶液)多次清洗稀释留在黏度计中的原液残留。这是最为简便快速的方法,在自动化操作中尤为适用(见第二章),但必须注意对测试结果要无影响。当对测试结果有怀疑、或是测试时间的重复性变差时,应及时进行彻底清洗。

1.1.4.4 玻璃砂芯漏斗的清洗

同新黏度计清洗部分,用铬酸洗液浸泡清洗,也可用含3%硝酸钠的硫酸溶液洗涤,再用蒸馏水抽滤,烘干待用。

1.1.4.5 空白时间 t_0 的测定

(1) 试验方法

将已清洗烘干的黏度计(见图1-2),置于精密恒温槽中(图1-3),确保黏度计毛细管垂直,且上标线E至少低于恒温槽水面30mm(黏度计上小球D应浸没在水浴中)。

用移液管将溶剂通过黏度计加液管J加入黏度计的下贮器A,至G、H二标线间(在计时球容积为4mL时,约17mL),并恒温约10min。由于溶剂的清洁程度也是试验成功的关键,所以必须通过2#玻璃砂芯漏斗过滤,有时过滤速度可能很慢,可以用吸球在过滤器上方加压,以加快过滤速度,见图1-4。

从图上看,好像砂芯漏斗和黏度计不在一条轴线上,那是因为水的折射率的关系,下部是浸在水中的。

在通气管T的管口接上胶管并堵住(可用文具夹夹住胶管),在测量管C的管口接上胶管,用吸球抽吸溶剂(图1-5),使溶剂在毛细管中上升,并一直升至标线E的上方的上贮器D中。

撤去吸球,放开通气管T,使T、C管均与大气连通,上贮器中的溶剂液面下降,在液面经过上计时标线E时,启动秒表,在到达下计时标线F时再按一下秒表,秒表所记录时间即为空白时间 t_0 。一般, t_0 最适宜的值在100~130s之间,太长了,试验时间将会拖得更长。

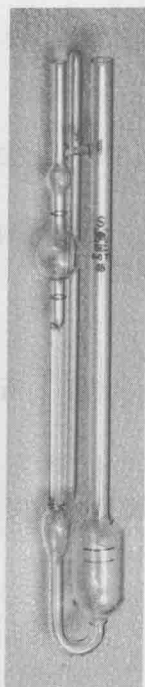


图 1-2 已清洗烘干的黏度计

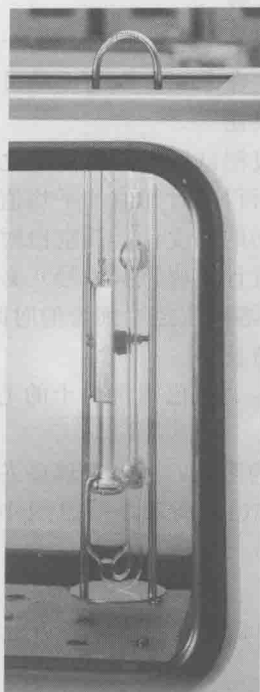


图 1-3 黏度计置于精密恒温槽中



图 1-4 用吸球在过滤器上方加压



图 1-5 用吸球抽吸溶剂

(2) 测定次数

在测试溶剂的空白时间时，每个黏度计，需重复测试 3~5 次，不包括加入溶剂后的第一次在毛细管中的流动过程。

(3) 结果表述

如几次重复测试所得的时间值之最大差值在允许范围内（如 0.2s），则取这几次重复测试所得的时间值的平均值作为空白时间 t_0 。

对应于不同的黏度计，其空白时间值也不同。因此，该批溶剂的空白时间 t_0 与黏度计（黏度计上应该有编号）必须一一对应，不能混淆。

1.1.4.6 溶液流经毛细管的时间 t 的测定

(1) 试验方法

将已测得 t_0 、且已清洗烘干的毛细管黏度计如 1.1.4.5(1) 所示，置于精密恒温槽中。

将配制好的溶液，通过玻璃砂芯漏斗加入下贮器至二标线 G、H 间。

如 1.1.4.5(1) 所示，恒温约 10min 后，测其溶液流经黏度计毛细管的时间 t 。

(2) 计算

按 1.1.3，即可算得相对黏度 η_r 及黏数 I ：

$$\eta_r = \frac{t}{t_0}$$

$$I = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{\eta_r - 1}{c}$$

接着，依据各材料的相应的计算公式，得到特性黏度、平均聚合度、平均相对分子质量等各项参数。

1.2 聚酯切片（PET）的试验方法^[5]

聚酯切片中，特性黏度是质量性能指标的最重要的测试项目之一，它表征了相对分子质量的高低，是制定生产工艺的重要依据。

聚酯切片大致分为纤维级、瓶级、膜级三种，测试方法基本相同，共使用了三种溶剂，而这三种溶剂，同时都适用于这三种切片。

这里介绍的试验方法，同样适用于 PBT（聚对苯二甲酸丁二醇酯）、PCT（聚对苯二甲酸环己烯二亚甲基醇酯）等，但计算公式不同。

多种溶剂可进行聚酯切片的黏数试验，在部分溶剂中进行的黏数试验，其测定的结果可以换算^[6]。

1.2.1 溶剂的制备、保存和空白时间 t_0 的测定

1.2.1.1 苯酚-四氯乙烷（1：1，质量比）

在纤维级聚酯切片的测试中，苯酚-四氯乙烷是使用最多的一种溶剂，质量