

# 聚乙烯醇树脂黏度测定方法优化探讨

颜文文 (中国石化长城能源化工(宁夏)有限公司, 宁夏 银川 750411)

**摘要:** 本文研究了聚乙烯醇溶液质量分数和粘度的影响因素, 并通过一些实验对其黏度测定做了一些探讨, 通过测定聚乙烯醇树脂的粘度的优化方案, 可以更准确地测出聚乙烯醇溶液。随着橡胶工业的发展, 市场对聚乙烯醇的需求量越来越大, 质量要求也越来越高, 但聚乙烯醇的粘度是用粘度法测定的, 聚乙烯材料 (PVL) 的性能: 至少 12h, 显然不符合要求, 生产过程是同步的 (8h)。为了满足同步检测的需要, 有必要优化试验方法并确定取样方法。然而, 由于转子和转子选择的不同, 当选择不同类型的旋转粘度计测量同一样品时, 测量误差很小。对于聚乙烯醇, 我们进行了大量的样品对比研究, 得到了相应的实证方法, 但要逐步验证。

**关键词:** 聚乙烯醇; 乙酸钠; 黏度; 测定方法

## 1 前言

粘度是衡量聚乙烯树脂质量的重要指标。旋转粘度计的粘度测量方法是一种重量大、精度高的测量方法。我们简化了样品的溶解和操作, 试验了测定聚乙烯醇树脂动态粘度的方法, 有效地提高了测定结果的准确性, 设备价格低廉, 维护方便。

## 2 聚乙烯醇的介绍

PVA 是目前唯一的水溶性无毒聚合物。它具有独特的结合力, 广泛应用于纺织、食品、医药、建筑、木纸、印刷、农业等工业、高分子化学、生物技术等领域。

聚乙烯树脂不仅具有透明性、耐光性、耐寒性、耐水性、耐涂膜性和耐冲击性, 而且对玻璃、金属和木材、陶瓷、皮革、纤维等具有良好的附着力, 广泛应用于玻璃安全中间膜、瓷纸等行业, 金属保护土, 铝铂纸、绝缘漆、纤维加工介质、制品、油墨、染料、人造海绵等。

PVA 树脂的粘度是生产控制和用户指导的重要指标。主要的测量方法有国标法和加速法: 在这两种情况下, 将 PVA 样品溶解在水中, 然后调整到一定的浓度。乙醇 (PVA), 第 2 部分: 性能测定, 质量为 4.0% 的 PVA 溶液制备, PVA 溶液粘度。同时, 用重量法测定了重量为 4 的 PVA 溶液的浓度, 其浓度与粘度的自然对数曲线为 0%; 加速法是将 PVA 溶液直接校正至 4.0%, 然后测定其粘度, 由于 PVA 产品中含有乙酸钠、甲醇等杂质, 甲醚、水和微量重金属, 鉴于现有的粘度测定方法已针对甲醇、甲醚和水等挥发性成分进行了修改, 但未考虑乙酸钠的影响, 粘度测量结果不准确, 本文研究了醋酸盐含量对 PVA 溶液浓度和粘度的影响, 并对 PVA 粘度的测定方法进行了优化。

## 3 实验部分

### 3.1 仪器和试剂

#### 3.1.1 仪器

磁热混合器 (德国 IKA)、粘度计 (美国布鲁克菲尔德 LVT)、培养箱 (ss-4 (b))、干燥柜 (重庆永胜 cs101-3abnr 仪器测试厂)、电子秤 (梅特勒 me204) 等。

#### 3.1.2 试剂

乙酸钠 (纯分析, CHV); 各种聚乙烯醇 (重庆川

威化工有限公司)。

### 3.2 PVA 黏度测定操作步骤

#### 3.2.1 国标法操作步骤

##### 3.2.1.1 试样溶解

用电子天平称取样品 (PVA, 下同) 7.6g、8.0g、8.4g, 精确至 0.001g, 置于 300mL 杯中, 加入适量水, 置管中, 加热使样品完全溶解, 然后冷却至 20.8451, 温度约为 1.84511。

##### 3.2.1.2 浓度校正

冷却后, 制备水的比例为 3.8%、4.0% 和 4.2% 的 PVA 溶液, 评价醋酸钠的效果, 搅拌均匀, 向溶液中注入气体

##### 3.2.1.3 黏度测定

连接转子和 viscomet, 确保转子垂直。在 16-20-C 冷却试验期间, 注入溶液并进样。节温器中的节温器保持在 20.0-0.1 之间。

##### 3.2.1.4 试液准确质量分数的测定

在 105+2 的干燥井中冷却至少 1h, 然后在室温下冷却至 0.001g, 取样品溶液约 5g, 在瓶中称取, 精密度为 0.001g。在沸水浴中晾干。干燥后, 在滚筒干燥器中冷却至室温, 称取并达到 0.001g。重新确定另外两种实验溶液。

### 3.2.2 快速法操作步骤

#### 3.2.2.1 溶解试液

称量玻璃杯、玻璃根和搅拌器的质量时, 取 8g 样品, 电子秤的精度为 0.0000, 置于 300mL 玻璃杯中, 加入适量的混合水, 加热使样品完全溶解, 然后冷却至约 20.8451。

#### 3.2.2.2 浓度调节

按 3.2.2.1 冷却后加水制备 4.0% 的溶液, 搅拌均匀, 将气体排空。

### 3.3 对比实验

#### 3.3.1 醋酸钠对 PVA 质量分数和粘度的影响

低醋酸钠聚乙烯醇在 300mL 杯中的准确度为 0.010。每杯按式 1 加入一定量的乙酸钠, 将溶液质量调节为 4, 研究了乙酸钠浓度对溶液浓度和粘度的影响。

### 3.3.2 国标法粘度对比试验

根据第 3.2.1 段测定三个质量分数的质量和粘度，并减去乙酸钠后的质量分数，即纯 PVA，即得出浓度和粘度之间的自然对数关系，即，PVA 溶液的粘度为曲线质量的 4.0%。

### 3.3.3 快速粘度试验

将不同乙酸钠含量的 PVA 样品溶解后，用 1 型和 2 型校正法将溶液质量调整到 4.0%，然后用旋转粘度计测量粘度，研究了质量校正方法对粘度结果的影响。

## 4 结果与讨论

### 4.1 乙酸钠对 PVA 溶液质量分数和黏度的影响

根据试验项目 3.3.1，测定了不同用途醋酸钠 PVA 溶液的定量指标和粘度，扣除了醋酸钠的影响，计算了纯 PVA 的质量指标。随着醋酸钠含量的增加，溶液质量的比重逐渐增大，向 PVA 样品中加入不同量的醋酸钠，在加热条件下溶解，粘度测定结果无明显变化，认为乙酸钠的加入只影响溶液的质量分数，不影响溶液的粘度。

### 4.2 不同质量分数计算方式对国标法黏度测定结果的影响

按试验点 3.3.2 进行试验，测定样品溶液的质量和粘度，样品质量与 PVA 粘度之间的自然对数关系，以及粘度 PVA 数之间的自然对数关系。采用不同的质量分数计算方法绘制曲线后，样品的粘度值不同，且样品中乙酸钠含量越高，差异越大。为了更准确地测定样品的粘度，使用纯 PVA 溶液的质量分数 = 样品的质量分数 (100 WWAA AC) 更准确，可以反映样品中纯 PVA 的粘度。

### 4.3 不同质量分数校正方式对快速法黏度测定结果的影响

根据 3.3.3 的实验方案，采用不同的质量分数校正方法对不同类型的样品进行了测试。对于不同乙酸钠含量的 PVA 样品，粘度测定结果不同，随着样品乙酸钠含量的增加，两种方法的相对粘度越来越大，同一样品结果的校正方法明显偏高，特别是某些粘度范围窄的产品。粘度不合格易造成产品质量不合格；用快速法测定 PVA 树脂的粘度，溶液质量分数的校正方法计算校正能更准确地反映样品中聚乙烯醇的粘度值。

## 5 胶的剪切强度

以上试验的目的是生产高性能胶粘剂并进行另一项试验，聚乙烯醇改性聚氨酯树脂的生产、胶粘剂、工艺及试验结果如下：①切割强度和凝固时间：取样后得出结论：随着硬度的增加，抗拉强度逐渐增大，8h 前出现冰冻现象，24h 后抗拉强度不明显，逐渐达到极限；②剪切强度与填料量：除了上述两个主要组成部分外，还可以通过增加衬垫来调整胶合性能。“填料”是指固体材料，如果基质不发生化学反应，则会改变其性能并降低成本。降低了胶粘剂的收缩和热膨胀系数，调整了胶粘剂的粘度，增加和减小了断裂的影响；③剪切强度与固化剂用量：它是通过某种化学反应将低分子或单分子聚合物转化为聚合物或线型聚合物的物质，与游离甲醛

的反应如下，导致溶液 pH 值逐渐降低，树脂发生熔融当  $\text{NH}_4\text{Cl}$  为 1.5% 时，胶的磨损率较高。由于其强度取决于干燥时间，胶水的磨损量过小或过大都会降低磨损强度，干燥层的 pH 值也会降低。pH 值过高或过低都会降低胶粘剂的强度。

## 5.1 胶的住用寿命

### 5.1.1 胶的使用寿命与使用温度

在聚合物从线性分子到外表的硬化过程中，一定的温度是复合反应的必要条件，这是非常缓慢和非常缓慢的。对于脲醛树脂，反应速率随反应温度的升高而增大。

### 5.1.2 胶的使用寿命与树脂的 pH 值

树脂的 pH 值越高，使用寿命越长。

### 5.1.3 胶的使用寿命和负荷

在一定时间内加入填料可以延长改性脲醛胶的使用寿命，但当填料增加到一定程度时，胶的使用寿命会降低

### 5.1.4 胶的使用寿命

防腐剂对胶水的使用寿命有显著影响。如果温度升高，脲醛树脂的反应温度也会升高。胶的耐水性是胶和冰脲醛橡胶的重要指标之一，对水和电的要求更高。结论改性脲醛树脂的固颈效果降低，主要是由于干燥后脲醛树脂的含水率高和胶的分析作用，当吸收系数达到一定水平时，粘接强度降低，由于吸水性的影响，降低了吸水系数，减缓了胶水的磨损。

## 5.2 树脂储存

常温常压贮存 3 个月后，树脂的外观和性能无明显变化。

## 6 结论

当纯 PVA 的质量分数不变时，样品中乙酸钠质量分数的变化对测定的粘度没有影响。当 PVA 中乙酸钠含量较高时，应考虑乙酸钠对粘度的影响。用常规方法测定聚乙烯醇树脂粘度时，通过对比 NDJ-1 型和 NDJ-79 型，选用 NDJ-79 型旋转粘度计；用 NDJ-79 型旋转粘度计测定聚乙烯醇粘度时，在 50.0MPa 和 1.6512ers 范围内选用 0.565125 旋转单元 III 钢瓶，当粘度大于 50.0MPa 时应选用旋转单元 II 钢瓶，以保证聚乙烯醇的准确度。

### 参考文献：

- [1] 房迎春, 仵春祺, 李守超, 等. 密度天平法测定聚乙烯树脂密度方法的探讨 [J]. 中国塑料, 2013:106-109.
- [2] 张然. 聚氯乙烯树脂稀溶液黏度测定方法的研究 [J]. 聚氯乙烯, 2012:35-38.
- [3] 陈志远, 曾燕. 聚乙烯醇树脂醇解度测定方法的改进 [J]. 中国石油和化工标准与质量, 2009:19-23.
- [4] 王耀辉. 用数理统计方法: 探讨稳定聚氯乙烯树脂的热分解温度 [J]. 统计科学与实践 (天津), 2001:41-43.
- [5] 陆明, 王林波, 韩鹏, 等, 范国荣. 聚丙烯酸树脂 II 动力黏度的测定方法 [J]. 药学服务与研究, 2012:40-42.
- [6] 刘立萍. 聚乙烯醇缩丁醛冻胶化温度测定方法的探讨 [J]. 维纶通讯, 2003:49-51.