

# 水冷技术在热塑性塑料熔融指数测定中的应用

李贞<sup>1</sup> 伍利军<sup>2</sup>

1.642225198303072227; 2.642225198607060612

**【摘要】**对于热塑性塑料，熔融指数的测定分为质量测量法和位移测量法，无论是哪种方法口模清理都是必备项目。目前广为使用的口模清理方法是用棉布擦拭，存在清洁不彻底和耗时长弊端；本方法探讨的是将水冷技术引用到口模清理当中，通过标准试样同步引入探讨了该方法未造成数据结果准确度的影响，通过水冷技术使用前后清洁所用时间的统计对比论证了水冷技术清洁时间减少了近5倍，清理的洁净程度也有了大幅度的提升，从而提高了测定的准确度，该方法在实际操作中也简单易于操作，节省了人员操作时间，减少了烫伤和刀片划伤的风险。

**【关键词】**熔体质量流动速率；口模；棉布；挤压；水冷浴

在规定温度和负荷下，由通过规定长度和直径的口模挤出的熔融物质，计算熔体质量流动速率，这就是我们所说的塑料的熔融指数的测定方法。按照国家标准《GB/T 3682.1-2018 塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率（MFR）和熔体体积流动速率（MVR）的测定》方法规定，热塑性塑料聚乙烯（PE）和聚甲醛（POM）的熔融指数测定过程中，样品被加入到190℃预设温度的料仓内压实加热，通过标准口模（高度为8.000mm±0.025mm，内径为2.095mm±0.005mm且硬度不小为维氏硬度500，表面粗糙度不小于Ra0.25），按照标准测定质量流动速率。由于国内市场聚甲醛生产厂家较少，暂无标准试样外售，所以使用有证标准试样聚乙烯（PE）来做引入水冷技术清洁口模后测试的准确度对照。对聚乙烯（PE）和聚甲醛（POM）测定熔融指数时分别用棉布和水冷浴的方法清洁口模得到数据结果的对比，讨论了在熔融指数测定时使用水冷技术对口模进行清理，来作为实验改进提升的部分，整体评价使用水冷技术清洁口模后效率提升和准确度提高的问题。

## 1 仪器及使用

### 1.1 仪器及试样

(1) 仪器：美国 ZWICK 公司 BFM-001 熔融指数仪

(2) 电子天平：PL-2002 IC 型 瑞士梅特勒-托利多公司

(3) 有证标准物质聚乙烯（PE）MFR:2.07g/10min  
聚甲醛（POM）粒料：MC90 聚甲醛粒料

(4) 水冷槽：常温下能够承装一定体积的自来水，高度要求 5cm。

(5) 秒表一只

### 1.2 仪器校正和使用

按照 ZWICK BFM-001 熔融指数仪仪器操作规程，仪器需先接通电源，预热 15min 达到平衡、温度 190℃±0.5℃稳定；用水准仪及仪器脚轮调整确保熔融指数仪水平选择仪器 B 法进行测定。用电子天平称取 6g 样品，测定其质量流动速率，测试结束后，记录测试结果，用压料杆将口模捣出并用棉布清理口模，记录清理所需时间，观察口模便面清理干净程度，平行测定六组数据；然后用同一方法测定质量流动速率，在清理口模时，将口模直接捣入用冷水浴中，经冷水降温，口模与粘连的聚甲醛试样迅速脱离，很容易清洁。

## 2 方法准确性探讨

### 2.1 测试结果对照

2.1.1 用聚乙烯标样做准确性验证测试，使用有证标准物质进行检测试验，重复测量 6 次，并记录测量结果，计算其相对标准偏差表示示值重复性，要求不大于 10%

$$\text{计算方式: } S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$Cv = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

S—标准偏差；

Cv—相对标准偏差，%；

连续测定 6 次标准物质熔融指数，计算其平均值与标准物质真实值之前的绝对误差。

$$\Delta x = \bar{x} - x_0$$

式中：Δx——测量结果示值误差，g/10min；

$\bar{x}$ ——6次测量结果的平均值, g/10min;

$x_0$ ——标准物质标准值, g/10min。

分别用普通棉布清理口模进行测试并计时(表1所示),用水冷方法清理口模并记录结果和用时(表2所示)结果如下:

表1 2.07g/10min 聚乙烯(PE)标样测定(棉布清洁口模)

序号	测定值 (g/10min)	平均值 (g/10min)	相对标准偏差 (%)	棉布清洁口模用时 (S)
1	1.98	1.98	4.27	35
2	1.93			40
3	2.01			30
4	1.96			45
5	2.02			43
6	1.99			47

表2 2.07g/10min 聚乙烯(PE)标样测定(水冷清洁口模)

序号	测定值 (g/10min)	平均值 (g/10min)	相对标准偏差 (%)	水冷清洁口模用时 (S)
1	2.09	2.08	1.24	5
2	2.08			7
3	2.04			9
4	2.09			6
5	2.08			10
6	2.12			9

表3 2.07g/10min 聚乙烯(PE)标样用棉布清洁和水冷浴清洁(6次)的结果对比

棉布清洁口模相对标准偏差 (%)	水冷清洁口模相对标准偏差 (%)	棉布清洁口模单次平均耗时 (s)	水冷清洁口模单次平均耗时 (s)
4.27	1.24	40	8

结论:两种清洁方法仪器的相对标准偏差都符合10%以内的要求,引入水冷方法清洁口模后相对标准偏差由4.27%降低至1.24%,示值重复性符合要求;清洁时间由平均40s减少至8s。所以,引入水冷技术清洁口模的应用后未造成数据准确度的影响,且准确度有所提高。

2.1.2 用聚甲醛 M40 样品做精密验证测试,分别用普通棉布清理口模进行测试并计时(表3所示),用水冷方法清理口模并记录结果和用时(表4所示)结果如下:

表4 8.67g/10min 聚甲醛(POM)测定(棉布清洁口模)

序号	测定值 (g/10min)	平均值 (g/10min)	相对标准偏差 (%)	棉布清洁口模用时 (S)
1	8.23	8.39	1.74	58
2	8.41			52
3	8.65			49
4	8.29			63
5	8.34			55
6	8.4			57

表5 8.67g/10min 聚甲醛(POM)测定(水冷清洁口模)

序号	测定值 (g/10min)	平均值 (g/10min)	相对标准偏差 (%)	水冷清洁口模用时 (S)
1	8.61	8.64	0.77	13
2	8.59			15
3	8.66			11
4	8.56			12
5	8.70			14
6	8.73			11

表6 8.67g/10min 聚甲醛(POM)试样用棉布清洁和水冷浴清洁(6次)的结果对比

棉布清洁口模相对标准偏差 (%)	水冷清洁口模相对标准偏差 (%)	棉布清洁口模单次平均耗时 (s)	水冷清洁口模单次平均耗时 (s)
1.74	0.77	56	13

结论:两种清洁方法仪器的相对标准偏差都符合10%以内的要求,引入水冷方法清洁口模后相对标准偏差由1.74%降低至0.77%,示值重复性符合要求;清洁时间由平均56s减少至13s。所以,引入水冷技术清洁口模的应用后未造成数据准确度的影响,且准确度有所提高。

### 3 应用结论

由于口模属于GB/T 3682.1-2018 塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率(MFR)和熔体体积流动速率(MVR)的测定的精密部件,口模清理十分重要,普通棉布清理不干净,而且热塑性塑料有较高粘性,尤其是聚甲醛加热后黏性较大,在擦拭过程中难以彻底清洁,导致结果相对偏差较大,在用水冷方法清理口模后,聚乙烯和聚甲醛测定结果的标准偏差分别由原来的4.27%提升为1.24%;1.74%提升为0.77%;通过口模清理的时间更是加快了4-5倍左右。而且口模在测试完搞出做清洁时的温度达到190℃,容易发生手被烫伤,未彻底清理的部分需要用刀片刮下,戴手套操作极不灵活方便,清理的干净程度直接影响测试结果,在使用水冷技术进行清理后,数据准确性未受到影响,精密度有所提高,不会造成烫伤和刀片划伤。所以,对于热塑性塑料分析熔融指数时,可以使用水冷技术,在实际分析工作中有较高的实用价值。此操作方法改进后数据的精密准确度有所提升,重现性好,结果较为满意。

### 4 结束语

尽管国内外各公司对熔融指数仪进行了大量的研究,市场商品也种类繁多,但是大多都是在以下几个方面做改进:(1)界面:触摸屏控制,操作变得简便了,部分国产厂家还使用了大尺寸的彩晶屏幕,视觉效果更

好, 同屏显示信息更多。操作过程带有语音提示功能。

(2) 数字修约方面: 完善了试验结果的计算功能, 保留小数, 将结果四舍五入, 使得计算结果更精确。(3) 加热方式控制改进: 有加热模块加热丝缠绕, 控温方面大多配有高精度控制温表, 控制精度高。但是对于劳动密集度高的清洁方面仍然有许多待解决的问题, 所以将清洁功能附加到仪器功能当中, 也将成为我们下一步研

究的目标。

#### 【参考文献】

- [1] 史斌, 朱晓丹, 陆国兴等. 全自动淋洗仪在土壤阳离子交换量测定中的应用 [J]. 环境与发展, 2017(08):157-158+160.
- [2] 湛靓靓, 李凡露, 李海辉等. 全自动凯氏定氮仪测定土壤阳离子交换量 [J]. 花炮科技与市场, 2019, 98(01):43-44.