

中华人民共和国国家标准

表面活性剂 用旋转式粘度计 测定粘度和流动性质的方法

GB/T 5561—94

代替 GB 5561—85

Surface active agents—Determination of viscosity and
flow properties using a rotational viscometer

本标准参照采用国际标准 ISO 6388—1989《表面活性剂——用旋转式粘度计测定流动性质》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了一种采用带有同轴圆筒测量系统的旋转式粘度计来测量非固体表面活性剂的流动性质的方法。

本标准适用于单一的或混合的表面活性剂,也适用于主要含表面活性剂的产品。

2 术语

2.1 粘度

在两个平行平面间受剪切的流体,其中一个平面在其自身的平面上相对于另一个平面用直线匀速运动时产生的阻力称为粘度。流体的粘度可用牛顿方程式来表示:

$$\eta = \frac{\tau}{D} \dots\dots\dots (1)$$

式中: η ——粘度(动态);

τ ——剪切应力;

D ——剪切速率。

当流体的粘度与测量时的剪切速率无关时,则认为该流体为牛顿型流体。

非牛顿型流体的表观粘度值是剪切速率的函数,它取决于仪器中样品的热滞后和流变滞后。

粘度的单位是牛顿秒每平方米($\text{N} \cdot \text{s}/\text{m}^2$)或帕斯卡秒($\text{Pa} \cdot \text{s}$)。

2.2 流变现象(参见附录 A 和附录 B)

流变现象是由限定的剪切应力来描述的。

2.2.1 剪切稀化

在等温可逆条件下,表观粘度无滞后地随剪切速率的增加而减少。

2.2.2 膨胀性

在等温可逆条件下,表观粘度无滞后地随剪切速率的增加而增大。

2.2.3 随时间变化的粘度

在等温可逆条件下,当剪切速率大小恒定时,表观粘度随时间而变化。

2.2.3.1 触变性

在等温可逆条件下,由于剪切作用使粘度从静止(开始剪切的瞬间)减少至一最终值(取决于剪切速率的大小)。

当中断剪切时,静止粘度或稠度于一定时间内恢复。这个时间称为“触变恢复时间”。

2.2.3.2 震凝现象

国家技术监督局 1994-12-22 批准

1995-10-01 实施

在比较高的剪切速率中断后,用小的剪切速率使触变恢复时间缩短的现象。

2.2.3.3 反触变性

在等温可逆条件下,由于剪切作用使粘度或稠度从静止(开始剪切的瞬间)增大至一最终值(取决于剪切速率的大小)。

当中断剪切时,静止粘度于一定时间内恢复。这个时间称为“触变恢复时间”。

2.2.3.4 流变滞后

在等温可逆条件下,如果剪切速率随时间从零线性增加至最大值(上面的曲线),然后以同样方式减小(下面的曲线),剪切速率曲线图呈一滞后回路,可用来检测和表征触变性或反触变性。

2.2.4 可塑性

当可塑体受到一个小于“屈服张力”临界值 τ_0 张力的作用时,表现为一种弹性体。在此极限值以上会发生流动。当 $\tau \geq \tau_0$ 时,函数 $D=f(\tau)$ (D 为剪切速率)表示为直线时,该物质可称遵循 Bingham 模型。

3 原理

粘度是表示流体内部相对运动时产生的阻力。采用带有同轴圆筒测量系统的旋转式粘度计测定流体性质时,转筒在流体中旋转受到阻力产生反作用,并通过指针给出一个刻度读数。此数值与转筒所受运动阻力成正比,刻度读数乘上转筒因子就表示流体动力粘度的量值。用不同的剪切速率重复测定,作“剪切速率-粘度”(剪切应力-粘度)曲线,或“剪切应力-剪切速率”曲线表述流体性质。

4 试剂和材料

4.1 参照物质:已知粘度的牛顿型液体。

5 仪器

5.1 旋转式粘度计:NDJ-79 型旋转式粘度计或同等效果的仪器。

测定器具:Ⅰ、Ⅱ单元,圆筒(定子和转子)直径比小于 1.10;

测定范围:1~10⁶ mPa·s;

测量误差:±3%(对牛顿体)。

5.2 恒温器:精度±0.5℃。

5.3 温度计:分刻度为 0.1℃。

6 测定步骤

6.1 测定

小心地从均匀的实验室样品中取一份试样,保证完全没有空气泡。

将试样置于恒温控制的测量容器内,调节至测定所选的温度,将同轴测量圆筒放入测量容器内,开启仪器,待指针稳定后,读出指示数值。

对同一样品进行几次测量,并用不同的剪切速率重复测定。

6.2 校准

用参照物质按 6.1 所述方法,测量这些物质的粘度。以 D 作为 τ 的函数曲线必须通过原点。

7 结果的表述

7.1 曲线法(或图表法)

以 $\eta=f(D)$ 、 $[\eta=f(\tau)]$ 或 $D=f(\tau)$ 的曲线或图表形式表示。

其中 D 为剪切速率, τ 为剪切应力, η 为表观粘度。

7.1.1 剪切应力

同轴圆筒间隙内的径向分布剪切应力 τ_r :

$$\tau_r = \frac{T}{2\pi l} \cdot \frac{1}{r^2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: T ——施加的力偶矩, $N \cdot m$;

l ——同轴圆筒间隙, m ;

r ——半径, m 。

内圆筒壁和外圆筒壁的剪切应力 τ_i 和 τ_e 分别由式(3)和式(4)给出:

$$\tau_i = \frac{2T}{\pi l} \cdot \frac{1}{d_i^2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\tau_e = \frac{2T}{\pi l} \cdot \frac{1}{d_e^2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: T 和 l 的意义同式(2);

d_i ——内圆筒直径, m ;

d_e ——外圆筒直径, m 。

7.1.2 剪切速率

7.1.2.1 牛顿型产品的情况

在测量牛顿型产品时,可用圆筒旋转频率乘一个系数来计算剪切速率,该系数值由仪器制造商提供,理论上剪切速率由式(5)和式(6)给出:

$$D_i = \frac{4\pi n}{60} \cdot \frac{d_e^2}{d_e^2 - d_i^2} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$D_e = \frac{4\pi n}{60} \cdot \frac{d_i^2}{d_e^2 - d_i^2} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: D_i 和 D_e 分别是内圆筒壁和外圆筒壁的剪切速率, s^{-1} ;

n ——旋转频率, r/min ;

d_i 和 d_e 的意义同式(3)和式(4)。

7.1.2.2 非牛顿型产品的情况

在测量非牛顿型产品时,用圆筒旋转频率乘牛顿型物体的系数所得的值相当于“表观剪切速率”(用 D_a 表示),不能表示为剪切速率。

7.1.3 表观粘度

τ_i/D_a 或 τ_e/D_a 的比率相当于表观粘度。

7.2 在特定的剪切速率、剪切应力条件下粘度的表示

$$\eta = F \cdot A \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中: η ——粘度, $mPa \cdot s$;

F ——转筒因子;

A ——刻度读数。

8 测试精度

测试误差应小于 $\pm 3\%$ (牛顿型)。

9 试验报告

试验报告应包括下列几方面:

9.1 完全鉴别样品所需的所有资料;

- 9.2 使用方法的参考；
- 9.3 所得的结果及其表示方式；
- 9.4 试验条件：
 - a. 样品的均匀性数据；
 - b. 试样以及样品制备说明；
 - c. 试验温度；
 - d. 测量体系，所用的测量单元的细节，圆筒的直径的比率以及圆筒间隙的长度；
 - e. 剪切程序、设置的旋转频率，在每种设置下测量的时间、总的剪切时间。
- 9.5 任何本标准中未规定的或任选的操作细节，以及任何会影响结果的情况。

附录 A
流体典型流动规律示意图
(补充件)

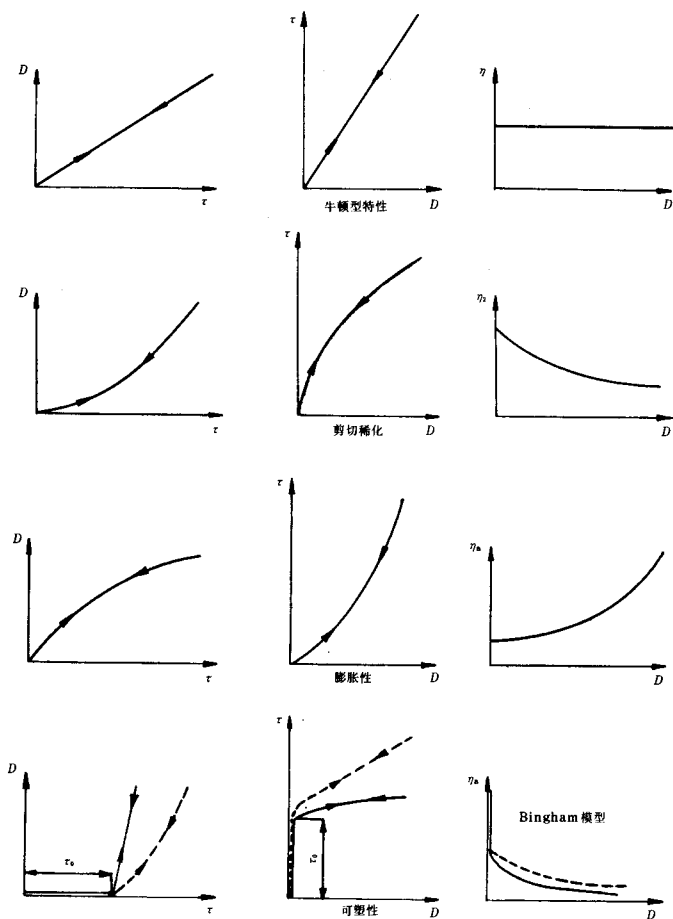


图 A1 在恒定的剪切应力 [$D=f(\tau)$] 或恒定的剪切速率 [$\tau=f(D)$] 下流体典型流动规律

附录 B
流变滞后曲线示意图
(补充件)

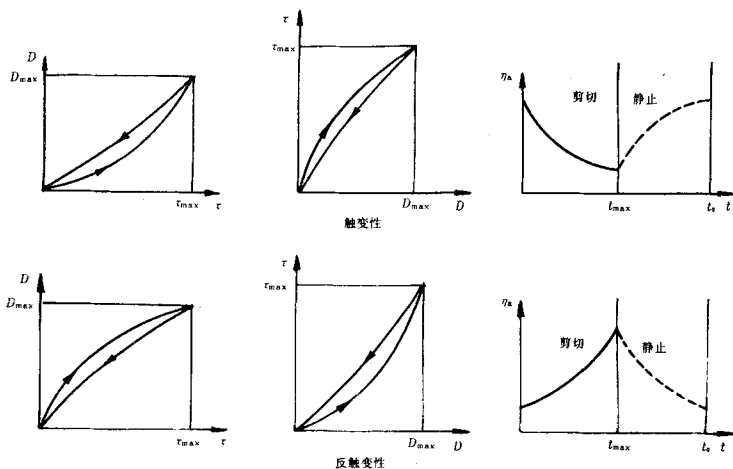


图 B1 流体的流变特性受剪切应力作用
时间长短强烈影响的滞后曲线

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由上海市染料研究所归口。

本标准由上海市染料研究所负责起草。

本标准主要起草人吴惊雷、凌佩江、肖毅。