

中华人民共和国国家标准

GB/T 32683.1—2016

塑料 用落球黏度计测定 黏度 第1部分：斜管法

Plastics—Determination of viscosity using a falling-ball
viscometer—Part 1: Inclined-tube method

(ISO 12058-1:1997, MOD)

2016-06-14 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 32683《塑料 用落球黏度计测定黏度》包括以下两个部分：

——第1部分：斜管法；

——第2部分：自由落球法。

本部分为 GB/T 32683 的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法，修改采用 ISO 12058-1:1997《塑料 用落球黏度计测定黏度 第1部分：斜管法》(英文版)。

本标准与 ISO 12058-1:1997 相比存在技术性差异，这些差异所涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示。

本标准与 ISO 12058-1:1997 的技术差异及其原因如下：

——把 ISO 12058-1:1997 中的脚注 6 做为本部分的正文；

——试验报告(第 11 章)中增加了“选择的落球编号”。原因是对于偏离牛顿流体行为的被测液体，选择不同的落球，试验结果可能存在差异。

为了便于使用，本部分还做了下列编辑性修改：

——关于规范性引用文件，为了适应我国的技术条件，本部分做了以下调整，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体如下：用等同采用国际标准的 GB/T 6750—2007 代替 ISO 2811-1:1997；

——删除了 ISO 12058-1:1997 的前言；

——增加了国家标准的前言；

——删除了 ISO 12058-1:1997 的脚注 1、脚注 2 和脚注 3；

——把 ISO 12058-1:1997 中的脚注 4、脚注 5 分别用本部分正文中的注代替；

——把 ISO 12058-1:1997 中的落球编号 1~6 分别使用本部分中的 1#球~6#球代替；

——将国际标准的精密度改为本部分的资料性附录 A。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会热固性塑料分技术委员会(SAC/TC 15/SC 11)归口。

本部分负责起草单位：常熟东南塑料有限公司

本部分参加起草单位：中蓝晨光化工研究设计院有限公司、沙县宏盛塑料有限公司、上海欧亚合成材料有限公司、山东圣泉化工股份有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分主要起草人：杨乐恩、丁梅、刘力荣、罗建峰、朱永茂、申宝祥、谢鹏。

塑料 用落球黏度计测定
黏度 第1部分:斜管法

1 范围

GB/T 32683 的本部分规定了使用落球黏度计测定乳化或悬浮态液体聚合物或树脂黏度的方法。适合本方法测定的流体应具有牛顿流体特征,测量的黏度范围为 0.6 mPa·s~250 000 mPa·s,测量的温度范围为-20℃~+120℃。如果流体行为与牛顿流体行为明显不同,那么使用不同的落球或不同形式的黏度计,例如毛细管黏度计或旋转黏度计,会得到不同的结果。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6750—2007 色漆和清漆 密度的测定 比重瓶法(ISO 2811-1:1997,IDT)

3 原理

在一个充满液体的倾斜的圆柱管中,通过观察在重力作用下固体小球的运动时间来测定液体的黏度。

4 被测物理量和单位

动力黏度,单位:mPa·s

5 测量范围和测量温度

黏度测量范围: 0.6 mPa·s~250 000 mPa·s

最小落球时间: 1#球 60 s

2#球、3#球、4#球 50 s

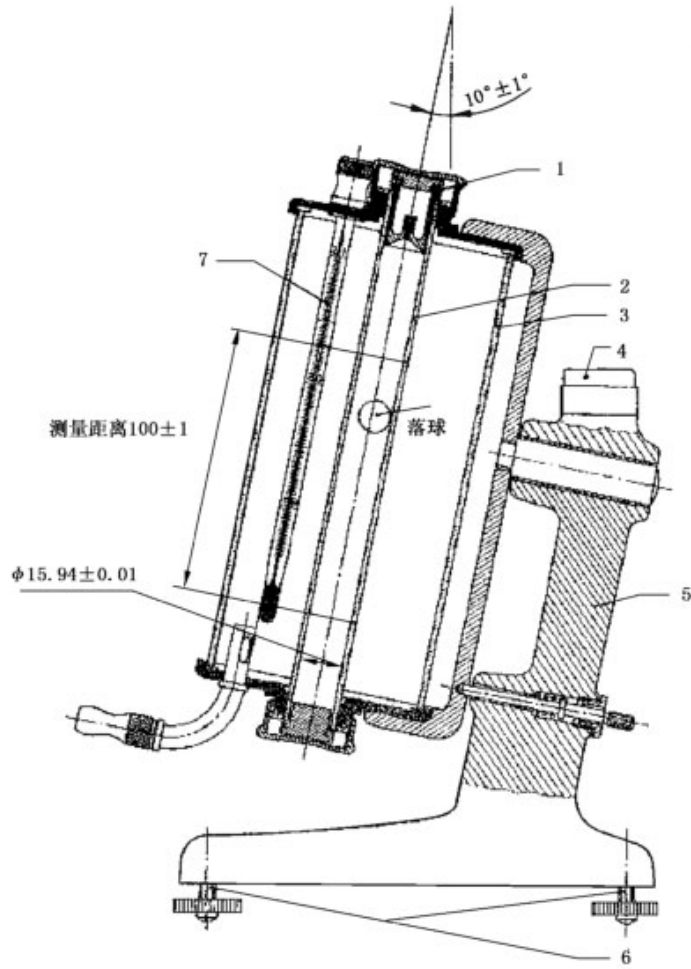
5#球、6#球 30 s

温度范围: -20℃~+120℃

6 仪器

6.1 落球黏度计(见图1)

整个仪器装置是由充满液体的测量管和6个落球组成。其中测量管是由硼硅酸盐玻璃精密制成,其线膨胀系数为 $3.3\times 10^{-6}\text{K}^{-1}$;落球的直径从11.0 mm~15.81 mm不等(见表1),其中1#球~4#球的膨胀系数与测量管膨胀系数相同。为使误差降至最小,测量管和球不应有瑕疵。



- 说明：
- | | |
|-------------|------------|
| 1——带毛细管的塞子； | 5——支架； |
| 2——测量管； | 6——水平调整螺钉； |
| 3——夹套管； | 7——温度计。 |
| 4——气泡水准仪； | |

图 1 落球黏度计

表 1 测量管内径为 15.94 mm ± 0.01 mm 的落球黏度计使用的落球规格

落球编号	材质	密度 ρ g/cm ³	直径 mm	不圆度 mm	常数 K mPa·s·cm ³ /(g·s)	动力黏度测量范围 mPa·s
1#	硼硅酸盐玻璃	2.4	15.81±0.01	±0.000 5	0.007	0.6~10
2#	硼硅酸盐玻璃	2.4	15.60±0.05	±0.000 5	0.09	7~130
3#	镍铁合金	8.1	15.60±0.05	±0.001	0.09	30~700
4#	镍铁合金	8.1	15.2±0.1	±0.001	0.7	200~4 800
5#	镍铁合金或钢	7.7~8.1	14.0±0.5	±0.001	7	1 500~45 000
6#	钢	7.7~8.1	11±1	±0.002	35	> 7 500

对于指定的落球,仪器校正常数 K 依赖于测量管的内径。表 1 中的数值适用于内径为 $15.94\text{ mm} \pm 0.01\text{ mm}$ 的测量管。

测量管上有两个圆圈标记,它们之间的距离为 $100\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ 。测量管被玻璃夹套包围着,玻璃夹套的作用是控制温度和固定测量管。测量管的轴向方向与垂直方向成 $10^\circ \pm 1^\circ$ 夹角。测量管和玻璃夹套可以一起绕支架上的固定点旋转而被倒置,使落球回到起始位置。测量管两端用塞子封闭,其中一端的塞子具有通过一根毛细管连通一个空腔的结构。这种结构的塞子可以防止出现过大的压力波动,也可以防止由于温度变化而使空气进入玻璃管。玻璃夹套内充满保温液体,测量管内充满被测液体。支架上配有气泡式水平仪,装有水平调节螺钉。玻璃夹套内装有温度计(见 6.2)。

注:倾斜角度不是 10° 的装置不适用于本部分。

每台黏度计都应当有生产商或第三方出具的检验证书,标明该台黏度计的常数。当使用新的测量管或落球时,应重新校正黏度计。或者,进行了较多量的测试后(例如,进行了一系列腐蚀性液体的测量),也应重新校正黏度计。

6.2 温度计:玻璃夹套中装有一支专用温度计。温度计的最小分度值应不大于 $0.1\text{ }^\circ\text{C}$,并应能测量至 $\pm 0.03\text{ }^\circ\text{C}$ 。温度计应在夹套内充满液体的情况下进行过校正。温度计读数应根据校正结果进行修正。在测量期间,应该避免温度计受热辐射的影响。

6.3 计时器:用于测量落球经过测量管两个圆圈标记之间的距离所需要的时间,可使用以下任一种计时器。

6.3.1 秒表:最小分度值不大于 0.1 s 。秒表应定期校正,24 h 内误差不应超过 15 s 。

6.3.2 电子计时器:基于频率计数或包含同步时钟的电子计时器。使用的频率稳定度应小于 10^{-4} 。

6.3.3 自动计时器:自动计时器应具有与秒表(6.3.1)相同的精确度。

6.4 恒温调节器:利用恒温调节器使玻璃夹套中液体的温度保持恒定。在 $10\text{ }^\circ\text{C} \sim 80\text{ }^\circ\text{C}$ 的温度区间内,波动不应超过 $\pm 0.03\text{ }^\circ\text{C}$;当超出此温度区间时,波动应在 $\pm 0.05\text{ }^\circ\text{C}$ 之内。仅可使用低热辐射的荧光灯作照明装置。

7 取样

根据被测液体试样的规格或标准抽取样品。

8 操作步骤

确认整个装置中与被测液体接触的部分洁净和干燥。

注:通常使用合适的溶剂将测量管漂洗干净。

将被测液体加入到测量管中,并放入落球。将带毛细管的塞子装在测量管的上端,并旋紧。落球上不能粘附有气泡,如果有气泡则可以让落球在测量管内滚动若干次去除。在进行测量之前,被测液体在规定的温度下保持至少 15 min ,如果被测液体具有高黏度,或者测量温度与室温相差超过 $20\text{ }^\circ\text{C}$,测量前的平衡时间则应超过 15 min 。先让落球沿测量管长度方向滚动一次以保证液体充分混匀,然后开始测量,记录落球通过测量管上两个圆圈标记之间的距离所需的时间(见图 1)。

每个样品至少重复测量三次。

如果被测液体的密度未知,应先按照 GB/T 6750—2007 的要求进行密度测量。

9 结果表示

动力黏度 η ,用式(1)计算:

$$\eta = K(\rho_1 - \rho_2)t \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- η ——动力黏度,单位为毫帕斯卡秒(mPa·s);
- K ——仪器的校正常数(见表 1 和 6.1);
- ρ_1 ——落球密度,单位为克每立方厘米(g/cm³)(见表 1);
- ρ_2 ——被测液体的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
- t ——落球经过测量管上两个圆圈标记之间的距离所消耗的运动时间,单位为秒(s)。

10 精密度

本部分暂无重复性和再现性。
ISO 12058-1:1997 的重复性和再现性相关内容参见附录 A。

11 试验报告

试验报告应该包含以下内容:

- a) 注明采用本部分;
- b) 被测样品的详细信息;
- c) 取样的日期;
- d) 测量温度,单位为摄氏度(℃);
- e) 选用的落球编号;
- f) 平均动力黏度,单位为毫帕斯卡秒(mPa·s);
- g) 与规定步骤的任何差异;
- h) 试验中观察到的异常现象;
- i) 试验日期;
- j) 试验人员签名。

附 录 A
(资料性附录)

ISO 12058-1:1997 给出的精密度

A.1 重复性(相同操作者,相同仪器,相同试验步骤)

如果在符合重复性试验条件下获得的两个试验结果偏差在附表 1 给定的范围内,试验结果视为有效。

A.2 再现性(不同操作者,不同仪器,相同试验步骤)

如果两个实验室在符合再现性试验条件下测得的两个试验结果偏差在表 A.1 给定的范围内,试验结果视为有效。

表 A.1 重复性限和再现性限

落球编号	重复性限 %	再现性限 %
1 #	1.0	2
2 # ~ 4 #	0.5	1
5 #	0.7	1.5
6 #	1.5	3
注:表中给出的数据是通过在德国进行的试验而确定的。这些试验是按照 DIN 53015:1978《黏度,用 Hoppler 落球黏度计测定黏度》规定的方法进行的。		

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

塑料 用落球黏度计测定
黏度 第1部分:斜管法

GB/T 32683.1—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

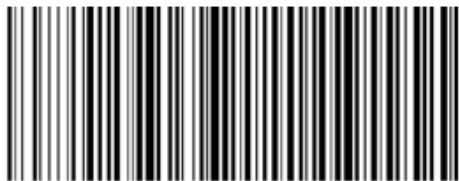
服务热线:400-168-0010

2016年7月第一版

*

书号:155066·1-52312

版权专有 侵权必究



GB/T 32683.1—2016