



中华人民共和国国家标准

GB/T 12008.7—2010
代替 GB/T 12008.8—1992

塑料 聚醚多元醇 第 7 部分：黏度的测定

Plastics—Polyether polyols—
Part 7: Determination of viscosity

[ISO 3219:1993(E), Plastics—Polymers/resins in the liquid state or
as emulsions or dispersions—Determination of viscosity using
a rotational viscometer with defined shear rate, NEQ]

2010-09-26 发布

2011-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 12008《塑料 聚醚多元醇》共分为 7 个部分：

- 第 1 部分：命名系统；
- 第 2 部分：规格；
- 第 3 部分：羟值的测定；
- 第 4 部分：钠和钾的测定；
- 第 5 部分：酸值的测定；
- 第 6 部分：不饱和度的测定；
- 第 7 部分：黏度的测定。

本部分为 GB/T 12008 的第 7 部分，与 ASTM D4878:2003《聚氨酯原材料的标准测试方法：多元醇中黏度测定》和 ISO 3219:1993《塑料 液态或乳液态或分散体系聚合物/树脂 用旋转黏度计在规定剪切速率下黏度的测定》的一致性程度均为非等效。

本部分代替 GB/T 12008.8—1992《聚醚多元醇的黏度测定》。

本部分与 GB/T 12008.8—1992 相比主要差异如下：

- 更改了标准名称；
- 修改了范围；
- 增加了方法 B；

本部分附录 A 为规范性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会塑料树脂通用方法和产品分会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本部分负责起草单位：中国石化集团资产管理有限公司上海高桥分公司。

本部分参加起草单位：江苏省化工研究所有限公司、中国石化集团资产管理有限公司天津石化分公司、江苏省钟山化工有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分主要起草人：徐一东、陆巍、刘蓉、刘晓燕、杜新蕾、戚莉、王建东。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12008.8—1992。

塑料 聚醚多元醇

第7部分：黏度的测定

1 范围

GB/T 12008 的本部分规定了聚醚多元醇黏度的测定方法。

方法 A 为 Brookfield 黏度方法。本测试方法适用于在 25 ℃ 或 50 ℃ 时测定黏度范围为 $(10 \sim 10^5)$ mPa·s 的聚醚多元醇的黏度。同时还能适用于能溶解于乙酸正丁酯的更加黏稠样品的黏度测定。

方法 B 为旋转式黏度方法。本测试方法适用于在 25 ℃ 时测定黏度范围为 $(10 \sim 10^6)$ mPa·s 的聚醚多元醇的黏度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 12008 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB 3102.3 力学的量和单位

3 方法 A——Brookfield 黏度方法

3.1 原理

聚醚多元醇的黏度是在 (25 ± 0.1) ℃ 时测定转子以恒定速度在液体中旋转的扭矩来测定的。黏度在 50 ℃ 仍超过 10^5 mPa·s 的样品将用乙酸正丁酯(或是其他溶剂)溶解,并在 (25 ± 0.1) ℃ 时测定其黏度。

3.2 仪器

3.2.1 恒温浴,使用能控制温度的恒温浴。水、水和甘油或者油等可作为加热介质,恒温浴需要有加热、搅拌和温控设备。

3.2.2 恒温浴和样品的温度计,分度值为 0.1 ℃,作为标准使用应精确至 0.01 ℃。

3.2.3 Brookfield 黏度计或具备相同性能的其他黏度计。样品应用标准的方法加热或溶解以保持测试的黏度低于 10^5 mPa·s,这样就可以在不同实验室相同条件下重现测试。

3.3 试剂

乙酸正丁酯,化学纯。

3.4 样品准备

3.4.1 许多多元醇是吸湿性的,因此在取样过程中应尽量少地暴露在大气湿气中。

3.4.2 均匀样品的制备在黏度测试中是最主要的。应避免温度分布不均匀、出现气泡和存在微量杂质。树脂不易在既定的温度下制备得很均匀,因此,在测定黏度前样品应充分混合均匀,并在若干位置测定样品的温度。

3.5 仪器准备

把黏度计放置在支架上。在支架底部调节支撑腿直到气泡位于黏度计水平仪的中间位置,装上(3.7)所述的适用于样品黏度范围的转子。

3.6 温度选择

液体样品,黏度在 25 ℃ 时低于 $10^5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 应在这个温度测定。如果样品满足从 25 ℃ 加热到 50 ℃ 的要求,并且样品黏度仍低于 $10^5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$,样品可在 50 ℃ 时测定。如果样品黏度在 50 ℃ 时超过 $10^5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$,样品可以用乙酸正丁酯(70%或 35%固含量)溶解,此时,溶液的黏度在 25 ℃ 测定。

3.7 转子和转速选择

3.7.1 建议根据黏度计使用说明书选择合适转子和转速。对于非牛顿型液体,改变这些因素会导致得出的结果产生变化。

3.7.2 选取的转子和转速组合要使黏度计的扭矩处于中间位置。

3.7.3 为了削弱某些类型的非牛顿型因素,应选用(3.7.2)给出的最低可能转速。

3.7.4 如果以上这两个建议有冲突,则优先选择(3.7.2)给出的要求。

3.8 步骤

3.8.1 将足够的能达到黏度计转子标记线的样品放入烧杯或是适宜的容器中,用表面皿盖住烧杯,放入能浸没样品的恒温浴中。在不产生气泡的情况下不时地搅拌。在烧杯的不同位置测定温度,确保温度达到均匀。

3.8.2 在整个样品的温度达到既定温度 10 min 后,装上黏度计转子并使样品达到转子标记线。在装转子时要非常小心,避免产生气泡。如果发现有气泡,卸下转子,将其浸没在样品中,搅拌直至气泡消失,重新装上转子。

3.8.3 开启测定开关,待黏度计显示数据稳定后直接读数,关闭测定开关,停止测定。

3.8.4 重复上述步骤,进行 3 次黏度测定。对于每次重复测定,可能的话应采用新试料,取 3 次读数的算术平均值,并精确至个位。

4 方法 B——旋转黏度法

4.1 原理

本测试方法规定了聚醚多元醇采用具有标准几何结构的旋转黏度计在规定的剪切速率下黏度测定的一般原则。依据本测试方法进行黏度测定是由确定剪切力和剪切速率之间的关系构成的。根据本实验方法采用不同仪器得到的结果是可比的,并且既可以调节测试仪器也可以控制剪切力。

黏度 η 用式(1)定义:

$$\eta = \tau / \dot{\gamma} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

τ ——剪切力;

$\dot{\gamma}$ ——剪切速率。

根据国际单位制(SI),黏度的单位为毫帕斯卡秒($\text{mPa} \cdot \text{s}$)。

$1 \text{ mPa} \cdot \text{s} = 0.001 \text{ N} \cdot \text{s}/\text{m}^2$

注 1: 符号与 GB 3102.3 一致。

注 2: 如果黏度依赖于测定所用剪切速率,即 $\eta = f(\dot{\gamma})$,液体被称为呈非牛顿性。液体所具有的黏度与剪切速率无关则称为呈牛顿性。

4.2 仪器

4.2.1 旋转黏度计

4.2.1.1 测量系统

测量系统应包括两个刚性对称的同轴表面,其间放入待测黏度的流体。其中一个表面再以恒定角速度下旋转,而另一表面则保持静止,测量系统应能确定每次测量的剪切速率。

扭矩测量装置应与其中一个表面连接,这样可以测定为克服液体的黏滞阻力所需的扭矩。

适宜的测量系统为同轴圆筒系统。

测量系统的尺寸应满足附录 A 规定的条件,其被设计成可保证对所有测量类型和所有通用型号基础仪器形体相似的流动区域。

4.2.1.2 基础仪器

基础仪器应设计成能安装可供选择的转子和定子,以形成一系列规定的旋转频率(逐步地或连续地变化),并且能测定与之对应的扭矩,反之亦然(即:产生一个规定的扭矩并测量与之对应的旋转频率)。

仪器的扭矩测定精度应在满刻度计数的 2% 内,在仪器的正常工作范围内,仪器的旋转频率精度应在测定值的 2% 以内。黏度测定的重复性应在 $\pm 2\%$ 。

注:就所使用的不同测量系统和旋转频率来说,大多数商品仪器都有一个黏度测量范围,其最低限度为 $(10 \sim 10^6) \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

不同仪器的剪切速率的范围差别很大,应根据所需测量的黏度和剪切速率的范围来选择一个特定的基础仪器和适合的测量系统。

4.2.2 温度控制装置

液体循环浴的温度或电加热器的温度在 $(0 \sim 50)^\circ\text{C}$ 范围内时,应能保持恒定在 $\pm 0.2^\circ\text{C}$,在超过这个温度范围时,应能保持恒定在 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

更精确的测量则需要更高的准确度(如 $\pm 0.1^\circ\text{C}$)。

4.2.3 温度计

温度计的准确度应为 $\pm 0.05^\circ\text{C}$ 。

4.3 取样

样品不应含有任何可见杂质和气泡。

如样品易吸潮或含有任何挥发性成分,应密闭样品容器以使对黏度的任何影响减至最低程度。

4.4 试验条件

4.4.1 校准

黏度计应定期校准,例如通过测量扭矩参数或采用已知黏度的标准流体(牛顿型流体)。如果在方法的精确度范围内连接标准立体的测定点的最佳直线不通过坐标系的原点,应根据制造商的说明书更彻底地检查操作步骤和仪器。

用于校准的标准流体的黏度应在待测样品的黏度范围内。

4.4.2 试验温度

由于黏度与温度相关,应在相同的温度下进行对比测定。

注:在测量期间热被释放到样品中。牛顿型流体在绝热试验条件下,热分散速率由 $\eta \cdot \dot{\gamma}$ (单位为 W/m^3) 给出,并且可能引起样品温度升高。

4.4.3 剪切速率的选择

对于所有牛顿型流体产品是有利的,而在非牛顿型产品的情况下,推荐根据所使用的基础仪器允许的旋转频率(或者固定剪切力仪器的情况下的扭矩)的设置和程序,采用尽可能多的剪切速率(至少 4 个)和较宽的剪切速率范围来进行测量,以便于绘出黏度对剪切速率的综合标绘图。

为了能比较由不同仪器测定的黏度,推荐从以下数据组成的系列中选择剪切速率。

1.00 s^{-1} 2.50 s^{-1} 6.30 s^{-1} 16.0 s^{-1} 40.0 s^{-1} 100 s^{-1} 250 s^{-1}

或

1.00 s^{-1} 2.50 s^{-1} 5.00 s^{-1} 10.0 s^{-1} 25.0 s^{-1} 50.0 s^{-1} 100 s^{-1}

以及以这些值乘以或除以 100 的数据。

如果给定的基础仪器不容许选择这些值,则应从黏度曲线上选择剪切速率值。

对于非牛顿型流体,测定应从剪切速率逐渐增加开始,即增加速率直至达到最大速率,然后降低速率,再于降低的剪切速率下进一步测定。

如果在增加和降低剪切速率下的读数呈无规则变化,可以取两个读数的平均值。

4.4.4 步骤

除非所测产品的测试标准另有规定,应进行3次测定,每次应用同一样品的新试料。

如果特殊产品的黏度需要在不同温度下测定,只要所选的测量系统的尺寸适宜,应使用样品的同一试料在每个温度下测定黏度曲线(事实上,黏度随温度的变化意味着可能需要改变测量系统)。对于每次重复测定,应采用新试料,并且从升温开始测定黏度,接着降温测定黏度。

测定前,黏度计中的试料应有充分的时间以达到所需温度。

4.5 结果表示

使用仪器附带的操作手册或明细表或计算图给出的关系计算黏度 η ,以 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 表示。计算3次测定结果的算术平均值。

当表述黏度值时,在括号内给出黏度测定所用的温度,数值精确至个位,例如式(2):

$$\eta(23\text{ }^{\circ}\text{C}) = 4\,250\text{ mPa} \cdot \text{s} \quad \dots\dots\dots(2)$$

当采用不同温度和剪切速率测定黏度时,用坐标曲线表示这些关系。

5 试验报告

报告应包含如下内容:

- a) 标明采用本部分;
- b) 完整鉴别样品所需的所有细节;
- c) 测试温度;
- d) 如样品是被溶解的,则注明固含量和溶剂;
- e) 黏度计型号;
- f) 旋转速度;
- g) 转子型号;
- h) 黏度测定结果,以 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 为单位。

附录 A

(规范性附录)

同轴圆筒黏度计

A.1 系统特性

测量系统包括一个杯(即封底的外筒)和一个悬锤(即如图 A.1 所示的带轴的内筒悬锤)可以作为转子,而杯作为定子,反之亦可。

A.2 计算方法

剪切力 τ 和剪切速率 $\dot{\gamma}$ 在同轴圆筒旋转黏度计的环状截面上不是常数,而是从里到外降低(Searle 型)或与之相反(Conette 型)。此外, $\dot{\gamma}$ 的变化也依赖于测试材料的流变性。

作为“表观”值计算 τ 和 $\dot{\gamma}$ 是非常方便的。表观值不会发生在测量系统本身的表面(即:在外半径 r_e 或内半径 r_i),而是发生在一定距离的环形区域内。其表现为(理论和经验两者)以式(A.2)和式(A.3)叙述计算的表观值 τ_{rep} 和 $\dot{\gamma}_{rep}$ 。其非常近似地描述了局限幂律指数范围为 0.3~2 的流体的流动特性。

剪切力以 Pa 表示,根据在内筒(即在半径 r_i)或外筒(即在半径 r_e)测量的扭矩 M 采用式(A.1)和式(A.2)计算。这两个半径以米表示:

$$\tau_i = \frac{M}{2\pi L r_i^2 C_L} \quad \tau_e = \frac{M}{2\pi L r_e^2 C_L} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

$$\tau_{rep} = \frac{\tau_i + \tau_e}{2} = \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2} \times \tau_i = \frac{1 + \delta^2}{2} \times \tau_e = \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2} \times \frac{M}{2\pi L r_i^2 C_L} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

M ——扭矩,单位为牛顿米(N·m);

δ ——外筒与内筒半径之比;

L ——内筒长度,单位为米(m);

C_L ——用于计算测量系统底表面扭矩效应的底部效应校正系数(该校正系数依赖于测量系统的几何结构和流体的流变性,而且对于每一个测量系统的几何结构类型都应进行实验测定)。

表观剪切速率以弧度每秒表示,按式(A.3)计算:

$$\dot{\gamma}_{rep} = w \times \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

w ——角速度,单位为弧度每秒(rad/s)。

如果旋转频率 n 以转每分表示则:

$$w = \frac{2\pi n}{60} = 0.1047n$$

A.3 标准几何结构(见图 A.1)

与一个给定黏度计配套的测量系统类型的尺寸应根据以下比值,以保证对所有的操作和基础仪器形体相似的流动区域:

$$\delta = \frac{r_e}{r_i} = 1.0847$$

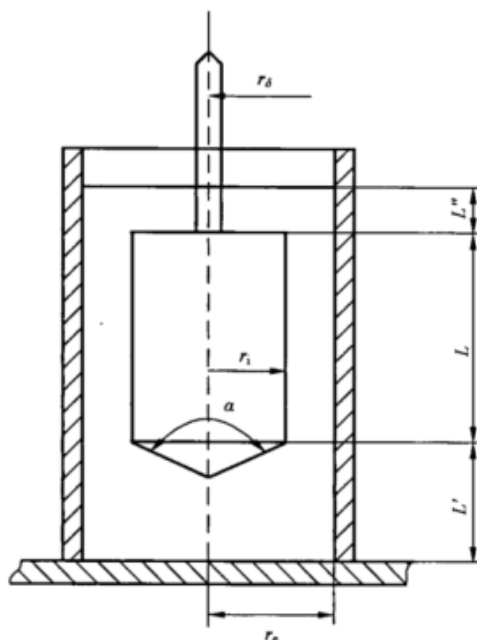
$$\frac{L}{r_i} = 3$$

$$\frac{L'}{r_i} = 1$$

$$\frac{L''}{r_i} = 1$$

$$\frac{r_\delta}{r_i} = 0.3$$

$$\alpha = 120^\circ$$



δ ——外筒与内筒半径之比；

L ——内筒长度；

L' ——内筒的底边与外筒底部的距离；

L'' ——轴插入部分的长度；

r_i ——内筒半径；

r_e ——外筒半径；

r_δ ——轴半径；

α ——内筒底部圆锥顶角。

注1：内筒底部的圆锥应能轻易插入装满待测液体的杯筒中，并且不能形成气泡。

注2：同轴圆筒系统需要精确地调整内外筒的轴线。

图 A.1 同轴圆筒系统标准几何结构

样品的体积(V)只与半径 r_i 有关,由式(A.4)给出:

$$V = 8.17r_i^3 \quad \text{.....(A.4)}$$

对于具有这种标准几何结构的测量系统,底部效益校正系统 C_L 与半径 r_i 无关,对牛顿型流体:

$$C_L = 1.10$$

可作为一个经验值。对于非牛顿型流体, C_L 不是常数,但与剪切速率 $\dot{\gamma}$ 和流体的流变性有关。

注:对于细薄流体的剪切,在一定剪切速率下 C_L 可以达到1.2。对于黏塑性流体存在一个塑变值,在低剪切速率下 C_L 值可达1.28。

采用 $C_L = 1.10$ (牛顿型流体), $\delta^2 = 1.17657$ 和 $\tau_{rep} = 0.925r_i = 1.086r_\delta$, 如果表观剪切力 τ_{rep} 以帕斯卡表示,扭矩 M 以牛顿米表示,表观剪切速率 $\dot{\gamma}_{rep}$ 和角速度 ω 以弧度每秒表示,内径 r_i 以米表示,而旋转频率以每分表示,则得到式(A.5)和式(A.6):

$$\tau_{rep} = 0.0446 \times \frac{M}{r_i^3} \quad \text{.....(A.5)}$$

$$\dot{\gamma}_{rep} = 12.33\omega = 1.291 n \quad \text{.....(A.6)}$$

A.4 其他几何结构

如果由于任何原因导致无法使用标准几何结构,也可以选择其他尺寸的测量系统。为了使用 A.2

给出的计算方法,应满足以下条件:

$$\begin{aligned}\delta &= \frac{r_s}{r_i} \leq 1.2 \\ \frac{L}{r_i} &\geq 3 \\ \frac{L'}{r_i} &\geq 1 \\ 90^\circ &\leq \alpha \leq 150^\circ\end{aligned}$$

底部效应校正系数 C_L 与具有标准几何结构的 C_L 有所不同(通常较高)。

注:选择窄环(如 $\delta \leq 1.2$),可保证简单且容易量化的表观黏度非常接近,其显示为在对应的剪切速率下表观黏度值与真值仅有微小差异($\leq 3.5\%$)。对于标准的几何结构,通常误差更小。

A.5 结果处理

在具有线性刻度的矩形坐标系内,绘制从仪器读取的扭矩与对应的旋转频率 n 的平面图。绘出一条经过坐标原点的光滑曲线,读取曲线上扭矩和旋转频率值并且用以下公式将它们转化为对应的剪切力和剪切速率值:

式(A.2)或式(A.5)用于剪切力 τ ;

式(A.3)或式(A.6)用于剪切速率 $\dot{\gamma}$ 。

如有可能,选择这些 τ 或 $\dot{\gamma}$ 值以形成一个几何级数,这些量对应为曲线 $\tau = f(\dot{\gamma})$ 。

如果该曲线为通过原点的直线,黏度可以表示为由斜率给出的单值,即任意一对值 $(\tau, \dot{\gamma})$ 的比率 $\tau/\dot{\gamma}$ 。

如果曲线为非线性,可以读取 τ 和 $\dot{\gamma}$ 的对应值,并且将比值 $\tau/\dot{\gamma}$ 绘成对应 τ 或 $\dot{\gamma}$ 的剪切力-黏度或剪切速率-黏度[黏度函数 $\eta(\tau)$ 或 $\eta(\dot{\gamma})$]曲线。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑 料 聚 醚 多 元 醇
第 7 部分：黏度的测定
GB/T 12008.7—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*

书号：155066·1-40898 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 12008.7—2010