



中华人民共和国国家标准

GB/T 24148.4—2009

塑料 不饱和聚酯树脂(UP-R) 第4部分:黏度的测定

Plastics—Unsaturated polyester resin—Part 4: Determination of viscosity

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

2009-06-15 发布

2010-02-01 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 24148《塑料 不饱和聚酯树脂(UP-R)》分为以下 9 部分:

- 第 1 部分:命名系统;
- 第 2 部分:试样制备和性能测定;
- 第 3 部分:技术要求;
- 第 4 部分:黏度的测定;
- 第 5 部分:固体含量测定;
- 第 6 部分:130℃反应活性测定;
- 第 7 部分:室温条件下凝胶时间测定;
- 第 8 部分:铂钴比色法测定颜色;
- 第 9 部分:总体积收缩率测定。

本部分为 GB/T 24148 的第 4 部分,修改采用 ISO 3219:1993《塑料 液态或乳液态或分散状的聚合物/树脂 使用规定剪切速率的旋转式黏度计测定黏度》(英文版),附录 C 列出了本部分章条编号与 ISO 3219:1993 的章条编号对照表。

本部分做了如下技术性修改:

- 范围仅适用于液态不饱和聚酯树脂(见第 1 章);
- 对操作步骤做了较详细的说明(见第 7 章);
- 把“规范性引用文件”一章所列的国际标准用对应的我国国家标准代替。

为便于使用,本部分作了下列编辑性修改:

- 把“本国际标准”一词改为“本部分”,把“ISO 3219 本部分”改为“GB/T 24148 本部分”或“本部分”;
- 删除了 ISO 3219:1993 的前言;
- 增加了国家标准的前言;
- 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”。

本部分的附录 A 和附录 B 为规范性附录,附录 C 为资料性附录。

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:浙江天和树脂有限公司、天津合材树脂有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分参加起草单位:广东省番禺福田化工有限公司、江苏亚邦涂料股份有限公司、华东理工大学华昌聚合物有限公司、江苏富菱化工有限公司、常州天马集团有限公司。

本部分主要起草人:张鹏升、李增敏、肖淑红、王绪江、王建东、赵平、辛智敏、侯锐钢、杨晨、朱锐、徐大云。

塑料 不饱和聚酯树脂(UP-R)

第4部分:黏度的测定

1 范围

GB/T 24148 的本部分规定了不饱和聚酯树脂黏度测定方法。

本部分适用于采用具有规定剪切速率的旋转黏度计测定液态不饱和聚酯树脂黏度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 24148 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/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(idt ISO 291:1997)

GB 3102.3—1993 力学的量和单位(eqv ISO 31-3:1992)

3 原理

用具有规定特性的旋转黏度计根据所用的剪切速率和得到的剪切应力测量液态样品的黏度。

黏度 η 用式(1)定义:

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

式中:

η ——黏度,单位为帕斯卡秒(Pa·s);

τ ——剪切力,单位为帕斯卡(Pa);

$\dot{\gamma}$ ——剪切速率,单位为每秒(s^{-1})。

根据国际单位制(SI)黏度的单位为帕斯卡秒(Pa·s)

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

注1:符号与 GB 3102.3—1993《力学的量和单位》一致。

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

4 仪器

4.1 旋转黏度计

4.1.1 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。其中一个表面以恒定角速度旋转,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流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和锥板系统。

测量系统的尺寸应满足附录 A 和附录 B 规定的条件,其设计可确保所有测量类型 and 所有通用型号仪器的测量区域具有相似的几何尺寸。

4.1.2 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(逐级地或连续地变化),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量程的2%以内。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,其最小范围为 $(10^{-2} \sim 10^3) \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。

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 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 $\pm 0.1^\circ\text{C}$)。

4.3 温度计

温度计的精度应为 $\pm 0.05^\circ\text{C}$ 。

5 取样

取样方法,包括样品的任何特殊制备和加入黏度计的方法应在所测产品的试验标准中规定。

样品中不应含有任何可见杂质和气泡。

如样品易吸潮或含有挥发性成分,应密闭样品容器以尽量减少对黏度测量的影响。

6 试验条件

6.1 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参考流体(牛顿型流体)。如果在方法的精确度范围内,通过参考流体的测定值的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。

6.2 试验温度

由于黏度与温度相关,对比试验应在相同的温度下进行。如果需要在室温条件下进行测定,测定温度应选择 $23.0^\circ\text{C} \pm 0.2^\circ\text{C}$ 。

更进一步的细节应在所测产品的测试标准中规定。

注1: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 $\eta \cdot \dot{\gamma}^2$ (单位 W/m^3)给出,并且可能引起样品温度升高。

6.3 剪切速率的选择

对于所有牛顿型产品规定一个剪切速率,非牛顿型产品采用4个剪切速率,绘出黏度对剪切速率的坐标图。

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}

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,测量应从低剪切速率开始,逐渐增加速度直至达到最大速度,然后降低速度,再

在低的剪切速率下进一步测定。

注2：以这种方式可以确定触变性和震凝性，虽然只是定性的。

对触变性和震凝性流体，测定条件应在所测产品的标准中规定。

测定前，在黏度计中的试料应有足够的时间恢复任何触变性结构，这个时间依特定样品的性质而定。

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。如果观察到稳定的变化，对于触变性体系，两个值都应记录。

7 操作步骤

除非所测产品的测试标准另有规定，应根据附录A或附录B进行三次测定，每次使用同一样品的新部分。

对于测定黏度的计算，见附录A或附录B。

7.1 按需要的剪切速率选择固定筒、转筒(子)及转速。

7.2 把试样装入固定筒，将温度调到23℃，然后把固定筒放入温度为23.0℃±0.2℃的恒温浴中，(或将试样倒入黏度计的测定容器，容器连接23.0℃±0.2℃的恒温装置)浴面应比试样面略高。

7.3 将黏度计转筒(子)垂直浸入试样中心，浸入深度应符合黏度计的规定，同时开始计时。

7.4 在整个测定过程中，应将试样温度控制在23.0℃±0.2℃，当转筒(子)浸入试样中达8 min时，开启马达，转筒(子)旋转2 min后读数，读数后关闭马达，停留1 min后再开启马达，旋转1 min后第二次读数。

7.5 每测定一个试样后，应将黏度计转筒(子)等用溶剂清洗干净。

8 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Pa·s表示。计算三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和剪切速率，例如：

$$\eta(23\text{ }^{\circ}\text{C}, 1\ 600\ \text{s}^{-1}) = 4.25\ \text{Pa} \cdot \text{s}$$

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。

9 精密度

由于尚未得到实验室间试验数据，故未知本试验方法的精密度。如果得到上述数据，则在下次修订时加上精密度说明。

10 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 注明采用本部分；
- 所测样品的必要标识；
- 取样日期；
- 测试的温度；
- 样品制备说明；
- 所用黏度计测量系统的描述；
- 由所有的以帕(Pa)表示的剪切力 τ 和以秒的倒数表示的剪切速率 $\dot{\gamma}$ 的对应值绘制的黏度曲线；
- 在单点测量情况下的黏度(包括进行测定时的温度和剪切速率)(见第8章)；

- i) 在触变性和震凝性流体的情况下的条件(如斜坡时间和总剪切力);
- j) 测量时间(即达到所需剪切力后并在连续读数之前的时间段);
- k) 每个单独的黏度测定结果,以帕斯卡秒($\text{Pa} \cdot \text{s}$)或毫帕斯卡秒($\text{mPa} \cdot \text{s}$)表示,及这些结果的算术平均值;
- l) 任何采用本部分但与本部分有区别的试验条件。例如使用了不同尺寸的测量系统;
- m) 测试日期。

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_o 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_{av} 和 $\dot{\gamma}_{av}$ 。其非常近似的描述了局限幂律指数(local power law index)范围为 0.3~2 的流体的流动特性。

剪切力以帕斯卡(Pa)表示,根据在内筒(即在半径 r_i)或外筒(即在半径 r_o)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:

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

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

其中:除上述所提到的量外,

M ——扭矩,单位为牛顿米(N·m);

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必须进行实验测定);

δ ——外筒与内筒半径之比;

表观剪切速率以弧度每秒表示,按式(A.3)计算:

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

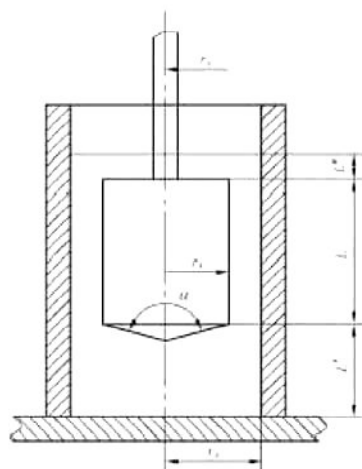
其中 ω 为角速度,以弧度每秒表示。

如果旋转频率 n 以转每分表示则:

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

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:



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

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

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

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

$$\frac{r_o}{r_i} = 0.3$$

$$\alpha = 120^\circ$$

δ ——外筒与内筒半径之比；

r_o ——外筒半径；

r_i ——内筒半径；

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_b ——轴半径；

α ——内筒底部圆锥角。

注1：内筒底部的圆锥应能轻易插入装满待测液体的称筒中，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

样品的体积只与半径 r_i 有关，由式(A.3)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，底部效应校正系数 C_b 与半径 r_i 无关，对牛顿型流体：

$$C_b = 1.10$$

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

注3：对于膨胀流体的剪切，在一定剪切速率下 C_b 可以达到1.2。对于黏弹性流体存在一个黏变值，在低剪切速率下 C_b 值可达1.28。

采用 $C_b = 1.10$ (牛顿型流体)， $\delta^2 = 1.17657$ 和 $\tau_{c0} = 0.925r_i = 1.088r_o$ ，如果表观剪切力 τ_{c0} 以 Pa 表示，扭矩 M 以牛·米 (N·m) 表示，表观剪切速率 $\dot{\gamma}_{c0}$ 和角速度 ω 以弧度每秒表示，内径 r_i 以米表示，

而旋转频率以分钟的倒数表示,则得到以下数学关系式:

$$\tau_{100} = 0.0446 \times \frac{M}{r_i^3} \quad \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

$$\dot{\gamma}_{100} = 12.33\omega = 1.291n \quad \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

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,应满足以下要求:

$$\begin{aligned} \delta = \frac{r_1}{r_i} &\leq 1.2 \\ \frac{L}{r_i} &\geq 3 & \frac{L'}{r_i} &\geq 1 \\ 90^\circ &\leq \alpha \leq 150^\circ \end{aligned}$$

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

注 4: 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实值仅有微小差异($\leq 3.5\%$)。对于标准的几何结构,通常误差更小。

A.5 结果的处理

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 和 $\dot{\gamma}$ 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。

所有测量值和计算值修约至三位有效数字,如

$$\begin{aligned} \dot{\gamma} &= 42.8 \text{ s}^{-1}; \eta = 0.318 \text{ Pa} \cdot \text{s}; \\ \tau &= 13.6 \text{ Pa}; \theta = 23.0^\circ \text{C} \end{aligned}$$

附录 B
(规范性附录)
锥板系统

B.1 系统特征

测量系统包括一个旋转锥体, 旋转轴和静止板(如图 B.1)。锥体与底平面的夹角 α 应尽可能得小, 最好不要超过 1° , 但绝不能超过 4° , 当角度超过 1° 时, 在测试报告中应予以指出, 锥板系统的优势在于: 在这样一个小的角度中沿锥形间隙里的剪切速率可认为是恒定的。

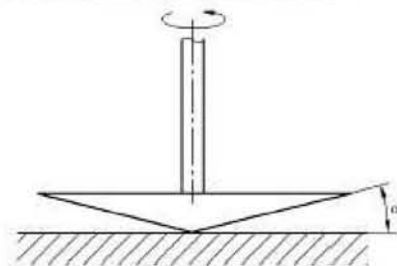


图 B.1 锥板系统

B.2 计算方法

如果 $\alpha \leq 0.05 \text{ rad}$ (即 $\alpha \leq 3^\circ$), 式(B.1)和式(B.2)可用于计算剪切力 τ 和剪切速率 $\dot{\gamma}$ 。

$$\tau = \frac{3M}{2\pi r^3} \quad \text{.....(B.1)}$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega}{\alpha}; \quad \text{.....(B.2)}$$

式中:

M ——转矩, 单位为牛·米($\text{N} \cdot \text{m}$)

r ——锥形半径, 单位为米(m)

α ——锥体与板夹角($1 \text{ rad} = 180^\circ/\pi$)

ω ——角速度(rad/s)

为了避免锥形体与板接触产生摩擦, 可以使用平头锥。如果待测流体包含有固体粒子时, 这个结构也适合使用。

锥板系统要求垂直于板的锥形轴准确对准, 同时也要求锥的顶点与板准确接触(或在平头锥的情况下, 间隙要精确安放)。

锥与板的间隙充分填充结合也很重要(既不要填充过度也不要填充不足)。

注: 需考虑间隙长度随温度的变化。

附 录 C
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 3219:1993 的章条编号对照

表 C.1 给出了本部分章条编号与 ISO 3219:1993 的章条编号对照一览表。

表 C.1 本部分章条编号与 ISO 3219:1993 章条编号对照

本部分章条编号	对应的 ISO 3219:1993 标准章条编号
1 范围	1 范围
2 规范性引用文件	2 规范性引用文件
3 原理	3 原理
4 仪器	4 仪器
4.1~4.3 黏度计、温度控制装置、温度计	4.1~4.3 黏度计、温度控制装置、温度计
5 取样	5 取样
6 试验条件	6 试验条件
6.1~6.3 校准、试验温度、剪切速率的选择	6.1~6.3 校准、试验温度、剪切速率的选择
7 操作步骤	6.4 操作步骤
7.1~7.5	—
8 结果表示	7 结果表示
9 精密度	—
10 试验报告	8 试验报告
附录 A	附录 A
附录 B	附录 B
附录 C	—