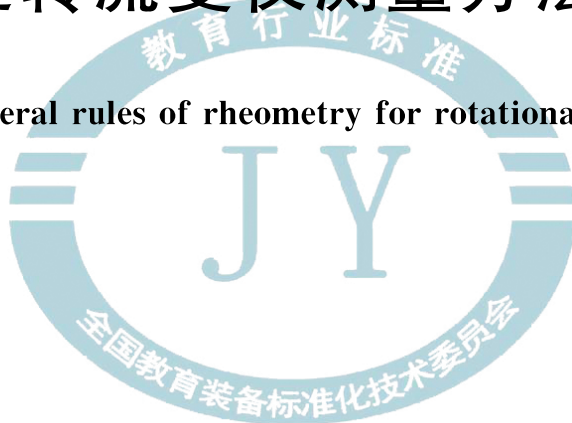


中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0590—2020

旋转流变仪测量方法通则

General rules of rheometry for rotational rheometer



2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 术语和定义	1
3 旋转流变仪测量原理	3
4 仪器	4
5 环境条件	5
6 样品	5
7 操作方法	6
8 结果报告	7
9 安全注意事项	7
参考文献	8





前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位:东华大学、中国科学院宁波材料所、西南科技大学、海南大学。

本标准主要起草人:闫伟霞、张若愚、张红平、刘艳凤、杨明、霍冀川。





旋转流变仪测量方法通则

1 范围

本标准规定了旋转流变仪测量方法的原理、仪器、环境条件、样品、操作方法、结果报告和安全注意事项。

本标准适用于使用具有各种测量转子系统的旋转流变测量仪对固体、液体(溶液、熔体等)物质进行流变性能的测试。

2 术语和定义

GB/T 2035—2008 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

2.1

流变仪 rheometer

在设定的参数条件下(如:温度、剪切速率、剪切应力、角频率、应变、时间等),测量物质流变学性质的仪器。

2.2

流变测量法 rheometry

在设定温度、剪切速率或剪切应力(应变)等条件下,测量物质的黏度、储能模量、损耗模量、力学损耗等流变函数随温度、时间、剪切速率或剪切应力(应变)变化的技术方法。

2.3

稳态流变测试 steady rheological test

对样品施加恒定的剪切速率,在剪切流动达到稳态即应力响应对时间基本不变时,测量维持该稳态流动产生的应力。

2.4

动态流变测试 dynamic rheological test

对样品施加周期性振荡应变或应力并测量响应的应力或应变,进而得到储能模量、损耗模量和损耗角正切等黏弹性参数。

2.5

剪切应力 shear stress

在简单剪切流动中,样品剪切面单位面积上的应力,以 τ 表示,其单位为 Pa。

2.6

剪切速率 shear rate

在简单剪切流动中,垂流方向的速度梯度,以 $\dot{\gamma}$ 表示,其单位为 s^{-1} 。

2.7

法向应力 normal stress

垂直于流体作用面的应力分量,以 S 表示,单位为 Pa。

2.8

屈服应力 yield stress

对于某些非牛顿流体,施加的剪切应力较小时流体只发生变形,不产生流动,当剪切应力增大到某一

定值时流体才开始流动。流体发生流动的临界剪切应力,为屈服应力。

2.9

黏度 viscosity

流体剪切应力 τ 对剪切速率 $\dot{\gamma}$ 的比值为黏度,以 η 表示,单位为 $\text{Pa} \cdot \text{s}$ 。

2.10

牛顿黏度 Newtonian viscosity

牛顿型流体的黏度,为常数,与剪切速率无关。

2.11

表观黏度 apparent viscosity

非牛顿流动剪切应力与剪切速率的比值,随剪切速率变化,不为常数。

2.12

剪切应变 shear strain

物体在剪切应力作用下产生的单位形变,以 γ 表示。

2.13

线性粘弹行为 linear viscoelastic behavior

当对样品施加的应变或应力在一定范围内时,样品的结构不发生变化,形变结构是完全可逆的。在动态测量模式下,其应变、应力符合如下正弦波规律:

$$\gamma(t) = \gamma_A \cdot \sin \omega t \dots\dots\dots (1)$$

$$\tau(t) = \tau_A \cdot \sin(\omega t + \delta) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\gamma(t)$ ——施加的应变信号;

$\tau(t)$ ——反馈的应力信号;

ω ——角频率;

δ ——应力与应变之间的相位差;

γ_A ——应变幅度;

τ_A ——应力幅度。

2.14

非线性粘弹行为 nonlinear viscoelastic behavior

当对样品施加的应变或应力超出一定的范围,样品会产生不可逆的结构破坏。在动态测量模式下,样品响应的应力或应变信号不会再保持式(1)、式(2)所述的正弦波规律。

2.15

复数剪切模量 complex shear modulus

剪切应力与剪切应变的比值,常用 G^* 表示,单位为 Pa 。

2.16

储能模量 storage modulus

与剪切应变同相位的应力与应变值之比,常用 G' 表示,单位为 Pa 。

2.17

损耗模量 loss modulus

与剪切应变相位相差 90° 的应力与应变值之比,常用 G'' 表示,单位为 Pa 。

2.18

损耗因子(损耗角正切) $\tan\delta$

损耗模量与储能模量的比值,无量纲。

2.19

复数剪切黏度 complex shear viscosity复数剪切应力与复数剪切应变的比值,常用 η^* 表示,单位为 $\text{Pa}\cdot\text{s}$ 。

2.20

动态剪切黏度 dynamic shear viscosity复数剪切黏度的实数部分,常用 η' 表示,单位为 $\text{Pa}\cdot\text{s}$ 。

2.21

虚数剪切黏度 out of phase component of the complex shear viscosity复数剪切黏度的虚数部分,常用 η'' 表示,单位为 $\text{Pa}\cdot\text{s}$ 。

2.22

应力松弛 stress relaxation

保持材料应变恒定,应力随时间的延长而减小。

2.23

蠕变 creep

对材料施加恒定应力时,应变随时间的延长而增加。

2.24

重复性 repeatability

在相同条件下(同一操作者、相同仪器、同一实验室和短的时间间隔内),对同一受试材料用相同试验方法测得的连续多次试验结果之间接近一致的程度。

[GB/T 2035—2008,定义 2.844]

2.25

再现性 reproducibility

在同一或不同的实验室,由不同的操作人员使用相同类型的不同设备,按相同的测试方法,对同一被测量独立进行多次测定的精密度;在同一实验室,由同一操作人员使用同一设备或相同类型的不同设备,按相同的测试方法,在不同时间内对同一被测量独立进行多次测定的精密度,也视为再现性。

3 旋转流变仪测量原理

3.1 旋转流变仪分类

旋转流变仪一般是通过一对测量转子系统的相对运动来使中间的样品产生流动。根据控制方式不同,旋转流变仪通常可以分为应力控制型旋转流变仪和应变控制型旋转流变仪。

3.2 应力控制型旋转流变仪测量原理

应力控制型旋转流变仪的驱动马达与扭矩传感器都在样品的上方。它通过直接控制驱动马达使样品达到一定扭矩并产生法向应力。应力控制型流变仪的结构和测量原理见图 1。对于应力控制型旋转流变仪,使用应力控制指令,需要不断反馈应力大小给控制中心,不断调整应变大小直至达到某个应力为止。

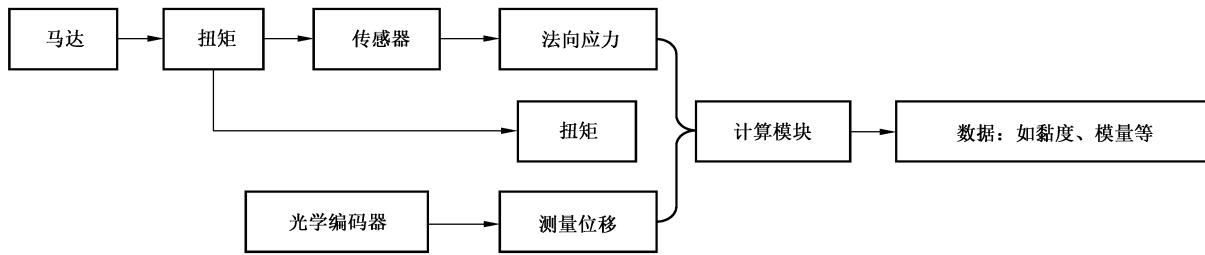


图 1 应力控制型旋转流变仪的结构和测量原理

3.3 应变控制型旋转流变仪测量原理

应变控制型旋转流变仪的驱动马达在样品下方，而扭矩传感器在样品的上方。它通过直接控制驱动马达的旋转使样品产生一定的应变并产生扭矩和法向应力。应变控制型流变仪的结构和测量原理见图 2。对于应变控制型旋转流变仪，使用应变指令，会让流变仪直接准确的达到所需应变。

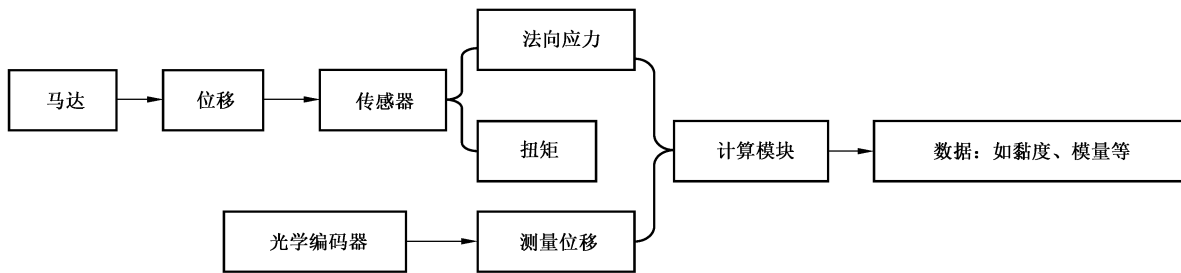


图 2 应变控制型旋转流变仪的结构和测量原理

4 仪器

4.1 流变测量系统

流变测量系统主要包括变形驱动马达、轴承、扭矩传感器、光学编码器、法向力传感器和测量转子系统等。

4.1.1 变形驱动马达

变形驱动马达的作用是对测量样品施加间歇变形或连续变形。

4.1.2 轴承

轴承的作用是将流变仪驱动轴杆固定于特定位置并保证其能自由转动，为了保证驱动切换更为快捷且噪音尽可能最小，通常采用磁浮或压缩空气做支撑。

4.1.3 光学编码器

由光源、光栅和接收器组成。激光光源发出的光线经聚光后，穿过光栅，然后被接收器接收；其中光栅与马达主轴相连，当马达发生转动时，光栅产生同步位移，由接收器读取光栅的位移数据。光栅精度非常高，可解析到纳弧度(nano-radian)级别的角位移，从而精确计算应变和剪切速率。

4.1.4 法向力传感器

测量轴向上样品对轴承的作用力。

4.1.5 扭矩传感器

扭矩传感器用来测量样品形变下产生的扭矩。

4.1.6 测量转子系统(样品台或夹具)

用于放置测试样品的部件,常见的测量转子系统包括平行平板、平板-锥板以及同心圆筒等。

4.2 空气压缩机

为流变测量系统提供压缩空气以供空气轴承的刚性支撑。

4.3 温控系统

温控系统可选强制空气对流炉加热控温、液氮控温、半导体控温、流体浴控温等。

4.4 数据处理系统

数据处理系统包括控制流变仪工作电脑、仪器操作软件和必要的数据处理软件。

4.5 保护气体

流变测试实验过程中根据测试需要(通常对容易氧化或降解样品)进行气体(常用氮气)保护。

4.6 仪器检定或校准

旋转流变仪在使用前及使用过程中,应采用检定或校准等方式,对检测分析结果的准确性或有效性有显著影响的部件(如马达和传感器等)有计划地实施检定或校准,以确认其是否满足测量的要求。检定或校准应按有关检定规程、校准规范或校准方法进行。

5 环境条件

5.1 仪器工作的环境温度和湿度应符合各仪器使用说明书的要求。

5.2 应避免外部振动对仪器的干扰。仪器室应保持良好的通风,实验过程中挥发的溶剂或高温分解的组分应及时排除。

6 样品

6.1 液体样品

一般情况下,制备好的液体样品需经过脱泡后装入流变仪测量转子系统进行测试,应保证样品均匀性和代表性。若液体样品含溶剂,测试过程中应尽可能减少溶剂挥发,可在样品边缘涂覆与样品不混溶且不反应的低粘度、高沸点硅油等物质。测量转子系统可以选择平行平板、平板-锥板或同心圆筒。为保证测量时产生的扭矩在仪器测定范围,通常黏度大或剪切速率高的样品应选择使用有效剪切表面小的转子系统;黏度小或剪切速率低的样品应选择有效剪切表面大的转子系统。

6.2 熔体样品

熔体样品测试时一般采用平行平板或平板-锥板测量转子系统,样品制备建议采用加热模压或注塑法制成与流变仪测量转子系统同尺寸的均匀样片(对于易吸水或易分解样品需预先真空干燥)。样片测试前需再次根据样品特点进行干燥或真空干燥。

6.3 胶体和固体样品

胶体和固体样品要根据样品台尺寸制备,胶体样品取样时尽量不要破坏样品,对于难于取样的样品可以直接在样品台上凝胶成型。

6.4 特殊样品

对于不稳定样品,如发泡样品、悬浮体系等,应尽可能保证样品的均匀性。对于腐蚀性样品需要使用专用样品台。对于打滑样品可以选用表面锯齿状的特制样品台。

7 操作方法

7.1 测量准备

按照仪器使用说明书使用仪器。仪器开启前,应确保空气压力达到标注值,确认没有异常后,接通电源,开启仪器。

7.2 测量步骤

7.2.1 安装实验需要的测量转子系统,设定测量转子系统的几何和物理参数。

7.2.2 选择温控方式,设定起始温度。待温度稳定后,确认样品台无任何样品,手动或自动调节上下样品台(夹具)刚好接触,设定为零位。

7.2.3 根据需要选择实验气氛,开启马达。

7.2.4 装载测试样品,调整间距,确保测量系统间隙中样品完全填充,(平行平板或锥板夹具)刮掉边缘多余样品(对于溶液样品,为减少样品挥发可对样品液封)。

7.2.5 根据加工、使用条件或研究需要,选择如下测量模式:

- a) 稳态测量模式,用连续的旋转方式以得到恒定的剪切速率,在剪切流动达到稳态应力响应对时间基本不变时,测量由于形变而产生的应力和黏度等参数;
- b) 动态(振荡)测量模式,在固定的或线性升降温过程中,对样品施加周期振荡应变或应力,测量样品、模量、损耗角等参数。动态测量模式常用的测量方式有:动态应变(应力)扫描、动态频率扫描、动态温度扫描、动态时间扫描等;
- c) 瞬态测量模式,通过施加瞬时改变的应变(速率)或应力,来测量样品的应力或应变响应随时间的变化。常用的测量方式有:阶跃应变速率测试、应力松弛实验、蠕变实验、触变实验等。

7.2.6 设定测量参数(如温度、时间、剪切速率、应变、应力、频率等),根据需要设定恒温等待时间和预剪切,选择线性采点或对数采点。

7.2.7 通过操作软件开始实验,自动或手动保存数据。

7.2.8 实验结束,关闭马达,卸载样品,清理样品台;关闭流变仪主机。

7.3 数据处理

7.3.1 稳态测量数据

稳态测量数据如下:

- a) 稳态黏度 η ;
- b) 剪切应力 τ 等。

7.3.2 动态、瞬态测量数据

通常动态、瞬态测量数据如下:

- a) 储能(弹性)模量 G' ;
- b) 损耗(粘性)模量 G'' ;
- c) 损耗因子 $\tan\delta$;
- d) 复数剪切模量 G^* ;
- e) 复数剪切黏度 η^* ;
- f) 动态剪切黏度 η' , 虚数剪切黏度 η'' , 等。

7.3.3 作图

根据需要,将模量、损耗因子、黏度等流变参数对所需的控制参数(如:频率、应变、温度或时间等)作图。

8 结果报告

8.1 基本信息

至少应包括:委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、检测方法(标准)、检测人、检测日期等。

8.2 测量结果

包括所选测量转子系统、测量模式和设定参数及其相应的数据和曲线。

9 安全注意事项

- 9.1 使用氮气或液氮钢瓶时应遵守相应的安全规范。
- 9.2 操作时应注意不要施加过大的作用力,避免传感器和马达受到损坏。
- 9.3 测量转子系统要轻拿轻放,避免表面损伤。
- 9.4 高温操作时应佩戴隔热手套,避免烫伤。

参 考 文 献

- [1] GB/T 2035—2008 塑料术语及定义
-

