

中华人民共和国国家标准

GB/T 22770—2008/ISO 12644:1996

印刷技术 用落棒式粘度计测定 浆状油墨和连接料的流变性

Graphic technology—Determination of rheological properties
of paste inks and vehicles by the falling rod viscometer

(ISO 12644:1996, IDT)

2008-12-30 发布

2009-09-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
印刷技术 用落棒式粘度计测定
浆状油墨和连接料的流变性
GB/T 22770—2008/ISO 12644:1996

*

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 1 字数 24 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-36341

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

前 言

本标准等同采用 ISO 12644:1996《印刷技术 用落棒式粘度计测定浆状油墨和连接料的流变性》(英文版)。

为了便于使用,本标准对 ISO 12644:1996 仅做下列编辑性修改:

——删除 ISO 12644:1996 的前言。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国油墨标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:北京印刷学院、洛阳百林威油墨有限公司、浙江永在化工有限公司。

本标准主要起草人:魏先福、吴铁军、吴敏。

印刷技术 用落棒式粘度计测定 浆状油墨和连接料的流变性

1 范围

本标准规定了在常温条件下测定不会发生反应的浆状油墨和连接料的粘度和屈服值的测定方法。
本标准适用于表观粘度在 $2 \text{ Pa} \cdot \text{s} \sim 200 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 浆状油墨及其连接料的粘度和屈服值的测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

粘度 viscosity

流体发生流动时的内摩擦阻力。粘度通常定义为剪切应力(2.2)与剪切速率(2.3)的比值,可用式(1)表示。

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

式中:

η ——粘度,单位为帕秒($\text{Pa} \cdot \text{s}$);

σ ——剪切应力,单位为帕(Pa);

γ ——剪切速率,单位为每秒(s^{-1})。

2.2

剪切应力 shear stress

作用于单位面积、且与作用面平行的力,单位:Pa。

注1:对于落棒粘度计,剪切应力与棒和所加载荷的总重量成正比,可用式(2)表示。

$$\sigma = \frac{W}{A} = \frac{mg}{2\pi rl} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

σ ——剪切应力,单位为帕(Pa);

W ——棒和所加载荷的总重量,单位为牛(N);

A ——表观剪切面积,单位为平方米(m^2);

g ——重力加速度,单位为米每二次方秒(m/s^2);

m ——棒和所加载荷的总质量,单位为千克(kg);

r ——棒的半径,单位为米(m);

l ——圆环孔隙的有效长度,单位为米(m)。

注2:落棒粘度计的剪切孔深通常包括锥形孔深和圆孔深度。但是, A 不是实际的剪切面积,而是表观剪切面积。

2.3

剪切速率 shear rate

流体发生层流时各液层的速度梯度,单位 s^{-1} 。

注:对于落棒粘度计,剪切速率可用式(3)表示。

$$\gamma = \frac{L}{r \cdot \ln(R/r) \cdot t} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

γ ——剪切速率,单位为每秒(s^{-1});

L ——落棒下落距离(计时起始点和终止点间的距离),单位为米(m);

r ——棒的半径,单位为米(m);

R ——圆环孔隙半径,单位为米(m);

t ——下落时间(计时起始点和终止点间的时间),单位为秒(s)。

当落棒半径与孔隙半径之比固定不变时,式(3)可以简化为式(4):

$$\gamma = \frac{L}{st} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

s ——为孔隙半径与落棒半径之差,即附着在落棒表面的油墨厚度,单位为米(m)。

2.4

表观粘度 **apparent viscosity**

在给定剪切应力或剪切速率的条件下,剪切应力 σ 与剪切速率 γ 的比值,单位为 $\text{Pa} \cdot \text{s}$ 。

2.5

牛顿流体 **Newtonian liquid**

剪切应力 σ 与剪切速率 γ 成正比关系的流体。

2.6

非牛顿流体 **non-Newtonian liquid**

剪切应力 σ 与剪切速率 γ 不成正比关系的流体。

注1:有两类非牛顿流体:剪切增稠,粘度随着剪切速率的增加而升高;剪切变稀,粘度随着剪切速率的增加而降低。

注2:如果流体的粘度在受到稳定机械力作用下粘度下降,当外力除去后粘度重新升高,则这类流体称为触变性流体。

2.7

流动曲线 **flow curve**

剪切应力 σ 与剪切速率 γ 的关系曲线。

2.8

卡森模型 **Casson model**

随着剪切速率 γ 的增加,剪切应力 σ 呈非线性增加的流动模型,存在一个能够使流体开始发生流动的最小剪切应力 σ_0 ,见第 A.1 章。

2.9

宾汉模型 **Bingham model**

随着剪切速率 γ 的增加,剪切应力 σ 呈线性增加的流动模型,存在一个能够使流体开始发生流动的最小剪切应力 σ_0 ,见第 A.2 章。

2.10

幂律模型 **power law model**

流体的剪切应力 σ 与剪切速率 γ 的 N 次方成正比关系的流动模型,见第 A.3 章。

2.11

屈服值 **yield stress**

使流体开始发生流动所需要的最小剪切应力,单位:Pa。

2.12

假屈服值 **pseudo yield stress**

应用幂律模型时,在低剪切速率时的剪切应力,剪切速率一般为 2.5 s^{-1} 。

2.13

参考温度 reference temperature

所有结果的测试条件都应为 25 °C,单位:°C。

注:测试温度与此温度不同时需进行修正(见 6.2.2)。

2.14

测试温度 test temperature

测试过程中孔隙的实际温度,单位:°C。

2.15

短度 shortness ratio

屈服值或假屈服值与表观粘度的比值,单位 s^{-1} 。

3 测定方法

3.1 原理

测试原理是测试落棒与孔隙之间的相对速度。将棒的底端插入孔隙,落棒与孔隙的间隙填满待测流体,当落棒下落时,流体将受到剪切作用。

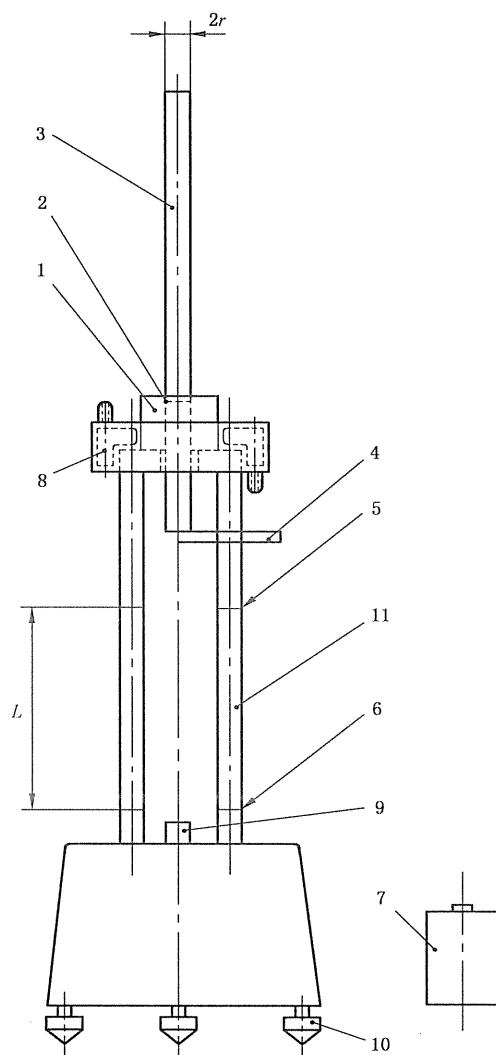
通过改变加载荷重获得不同的剪切速率,测试不同载荷的下落时间,采用线性回归的方法,计算流体的粘度和屈服值。

3.2 仪器

3.2.1 落棒式粘度计

粘度计包括:

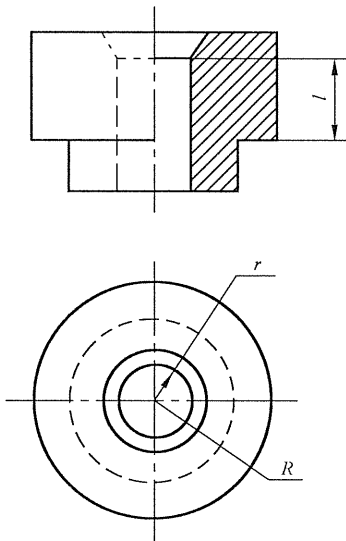
——由金属或其他硬质材料制成的圆柱棒(图 1,称为落棒)。为了获得合适范围内的剪切应力和产生的剪切速率,钢类落棒的质量应为 $(132 \pm 1)g$ 。



- | | |
|---------------|--------------|
| 1——金属环(圆环); | 8——循环水套; |
| 2——圆环孔隙; | 9——水平调节器; |
| 3——落棒; | 10——水平调节螺丝; |
| 4——支撑片; | 11——支柱; |
| 5——计时距离的上部标记; | r ——落棒的半径; |
| 6——计时距离的下部标记; | L ——测试距离。 |
| 7——加载荷重; | |

图 1 落棒式粘度计

——孔隙为锥型或柱型的金属环(图 2,称为圆环)。圆环固定在支撑物上,且温度可控。由于落棒和圆环的直径非常关键,所以要求其加工精度很高。尺寸可由制造商提供。为了减小可能出现的间隙误差,只能使用配套的落棒和圆环。



l ——孔隙有效长度；
 r ——落棒的半径；
 R ——孔隙半径。

图 2 圆环

——载荷加在落棒的顶端,载荷重量可设置若干系列,单位:g,其设置方式如下:

| | | | | | |
|----|-------|-------|-------|-------|-------|
| A: | 5 000 | 4 000 | 3 000 | 2 000 | 1 000 |
| B: | 3 000 | 2 000 | 1 500 | 500 | |
| C: | 1 500 | 1 000 | 800 | 500 | |
| D: | 800 | 600 | 400 | 200 | |
| E: | 400 | 300 | 200 | 100 | |
| F: | 200 | 100 | 50 | 0 | |

上述加载荷重的精度为 $\pm 0.2\text{ g}$ ；
——支架上应标记落棒下落的计时距离,精度为 $\pm 0.2\text{ mm}$,计时传感器置于标记处；
——水平调节器；
——计时器,精度为 $\pm 0.1\text{ s}$ (推荐使用精度为 $\pm 0.01\text{ s}$ 的计时器)。

3.2.2 温度控制

具有温度检测和控制的功能。

3.2.3 其他

不会损伤落棒的调墨刀。
标准粘度油(至少两种),用于校准。

注:标准粘度油,其粘度范围应在样品粘度范围内。这些油的粘度应该由权威机构提供。自备标准粘度物质只能做对比研究使用。

3.3 环境温度控制

测试应在温度可控的环境中进行。可以将粘度计放在恒温箱或在稳定室温下测试。
如在恒温箱内测试,恒温箱内的温度与测试温度的差别不应超过 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$,如在室温下测试,可以允许温度变化范围为 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。标准参考温度为 $(25\pm 0.2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.4 测试准备

将测试样品(约5 g)用调墨刀充分调匀并调至测试温度,样品应均匀且没有任何粗糙颗粒。加载荷重的选择应参照样品粘度。

注:最大加载荷重一般应使下落时间在4 s~10 s范围内。测试热固油墨时,最大加载荷重的下落时间可适当减少。

测试样品的用量要足够填满落棒和圆环孔隙的间隙,且要涂抹在棒的下部。开始测试前,旋转棒,使样品均匀分布。使用最大加载荷重进行一次测试,此时落棒和孔隙四周均被测试样品润湿。在测试开始之前,将落棒插入圆环孔隙至支撑片,使其静止。

3.5 测试过程

选择一系列加载荷重依次进行测试,最长下落时间不应超过60 s,每次操作完后,都要用调墨刀将落棒上的样品刮下,将其重新涂在棒的下部。测试中,不应添加其他液体。

测试前后都应检查样品温度。

对于高触变性样品,需先进行一次预操作。

3.6 清洗

测试完成后,要立刻用不起毛的抹布和适当的溶剂将仪器清洗干净。

4 校正

安装粘度计时,应将仪器固定在坚固的台面上,需放置在不通风的环境中。用水平调节器调整仪器至水平状态。计时器和两个传感器的距离在最初安装时就应校正好。计时器应经常进行校正。

校正需使用标准粘度油,并按3.5所述的过程进行。

4.1 卡森模型和宾汉模型的校正(见第A.1章和第A.2章)

假设标准粘度油是绝对牛顿流体,由式(1)、式(2)和式(4)可得到式(5)。

$$\eta = \frac{\sigma}{\gamma} = \frac{mg}{2\pi r l} \times \frac{st}{L} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- η ——粘度,单位为帕秒(Pa·s);
- σ ——剪切应力,单位为帕(Pa);
- γ ——剪切速率,单位为每秒(s^{-1});
- m ——质量,单位为千克(kg);
- g ——重力加速度,单位为米每二次方秒(m/s^2);
- r ——落棒半径,单位为米(m);
- l ——圆环孔隙的有效长度,单位为米(m);
- s ——油墨厚度(圆环孔隙与落棒的间隙),单位为米(m);
- t ——下落时间,单位为秒(s);
- L ——测试距离,单位为米(m)。

设:

$$\alpha = \frac{L}{s} \quad \dots\dots\dots (6)$$

和

$$\beta = \frac{g}{2\pi r l} \quad \dots\dots\dots (7)$$

α 、 β 为仪器参数, α 为无量纲, β 的单位为 Pa/kg。

则,剪切速率为

$$\gamma = \frac{\alpha}{t} \quad \dots\dots\dots (8)$$

剪切应力为

$$\sigma = \beta m \quad \dots\dots\dots (9)$$

改变加载荷重,测试标准粘度油的下落时间 t ,根据式(8)、式(9)计算出 γ 与 σ ,利用线性回归法找出 σ 与 γ 的直线关系,牛顿流体的粘度为直线的斜率。

如果测试的粘度相对标准粘度油标定粘度的变化量大于 20%,则仪器不能使用。如果差值较小,则可用修正因子 Φ 进行修正。 Φ 为

$$\Phi = \frac{\eta_{\text{标准}}}{\eta_{\text{测试}}} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$\eta_{\text{标准}}$ ——标准粘度,单位为帕秒(Pa·s);

$\eta_{\text{测试}}$ ——测试粘度,单位为帕秒(Pa·s)。

修正因子 Φ 只能用于特定的落棒和圆环,建议使用经过校正的落棒和圆环进行测试。

4.2 幂律模型校正

为了标定仪器参数 β (应力常数),需测试落棒半径和圆环孔隙长度,测试精度均应精确到 0.01 mm,并利用式(7)计算出 β 值。

式(6)中仪器参数 α 的值可以根据标准粘度油的下落时间标定,测试时至少使用两种标准粘度油,涵盖需要的粘度范围,下落测试需进行四次以上。改变加载荷重 m ,测试相应下落时间 t ,用标准粘度油的粘度除以下落时间 t 所得的商对加载荷重 m 作图。根据式(11),回归线斜率为仪器参数 β 、 α 的商。

$$\frac{\eta_{\text{标准}}}{t} = \frac{\beta}{\alpha} \cdot m \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

$\eta_{\text{标准}}$ ——标准粘度油粘度,单位为帕秒(Pa·s);

t ——下落时间,单位为秒(s);

m ——载荷质量,单位为千克(kg)。

通过上述方法,根据落棒和圆环的尺寸可以计算参数,从而得到。再根据式(8)、式(9)可求得剪切速率 γ 和剪切应力。

5 计算

5.1 卡森模型和宾汉模型的计算(见第 A.1 章和第 A.2 章)

卡森模型和宾汉模型的计算要求:

——测试四种加载荷重的下落时间;

——仪器参数 α 、 β ;

——修正因子 Φ ;

——测试开始和结束时的温度。

利用式(8)、式(9)和仪器参数 α 、 β ,计算 γ 和 σ 的值。对于卡森模型,如第 A.1 章所述, $\sqrt{\gamma}$ 与 $\sqrt{\sigma}$ 成直线关系,可以求得 η 。对于宾汉模型,如第 A.2 章所述, σ 与 γ 为直线关系, η 为直线的斜率。

相关系数必须通过具有重复精度的测试得出,应不小于 0.999,否则需重新测试。

5.2 幂律模型的计算(见第 A.3 章)

幂律模型的计算需要:

- 测试四种加载荷重的下落时间;
- 仪器参数 α 、 β ;
- 测试开始和结束时的温度。

利用式(8)、式(9)和仪器参数 α 、 β 计算 γ 和 σ 的值。这些值的线性回归在第 A.3 章的式(A.4)中是对数函数,用来确定 k 和 N 。由第 A.3 章中式(A.4)的值可求出表观粘度(η_{2500})、假屈服值($\sigma_{2.5}$),以及任意短度。回归线的相关系数应不小于 0.999。温度修正见 6.2.2。

6 修正

6.1 卡森模型和宾汉模型的校正

6.1.1 粘度校正(见 4.1)

通过修正过程,粘度修正见式(12):

$$\eta = \eta_{\text{测试}} \Phi \dots\dots\dots (12)$$

6.1.2 温度修正

粘度和温度密切相关。因此,测试前后都应测试温度。测试温度应取这些值的算术平均值,并控制在 $(25 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ 。如果测试过程中,温度变化超过 1°C ,则需重新测试。如果温度变化在此范围内,则可用式(13)修正在参考温度 25°C 下的下落时间:

$$t = t_{\text{测定}} [1 + \delta(T - 25)] \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- t ——下落时间,单位为秒(s);
- T ——测试温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);
- δ ——与粘度的温度梯度成正比,通常印刷油墨的 $\delta = 0.1^\circ\text{C}^{-1}$ 。

6.2 幂律模型的修正

6.2.1 粘度修正

同 6.1.1 所述。

6.2.2 温度修正

粘度和温度密切相关。因此,测试前后都应测试温度。温度应取这些值的算术平均值,并控制在 $(25 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ 。如果测试过程中,温度变化超过 1°C ,则需重新测试。如果温度变化在此范围内,则可用式(14)修正在参考温度 25°C 下的下落时间及相应粘度。

$$\eta = \eta_{\text{校正}} [1 + \delta(T - 25)] \dots\dots\dots (14)$$

式中:

- η ——粘度,单位为帕秒($\text{Pa} \cdot \text{s}$);
 - T ——测试温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);
 - δ ——与粘度的温度梯度成正比,通常印刷油墨的 $\delta = 0.1^\circ\text{C}^{-1}$ 。
- 此方程同样可用于修正假屈服值,但 $\delta = 0.05^\circ\text{C}^{-1}$ 。

7 测试报告

测试报告应包括以下内容:

GB/T 22770—2008/ISO 12644:1996

- 参考温度 25 °C 下的粘度值；
- 样品名称；
- 测试温度(若不为 25 °C)；
- 用于计算的流动模型；
- 粘度计型号；
- 落棒材质(若不为钢)；
- 任何偏离本标准的偏差；
- 测试日期；
- 测试者。

附录 A

(规范性附录)

流动模型

附录 A 中所有的模型都适用于对油墨流变行为的描述。具体模型可根据实际经验选择。
每个流变参数都与所选的流动模型密切相关。没有公式能够在模型之间进行结果的相互转换。
三种主要的流动模型(第 A.1 章~第 A.3 章)可用来描述浆状油墨和连结料的流变行为。

A.1 卡森模型

卡森模型假定:

- 剪切速率 γ 随剪切应力 σ 呈非线性增长;
- 存在一个能够使流体开始发生流动的最小剪切应力 σ_0 。

此模型的流动状态可称为非线性塑性流动,用式(A.1)表示。

$$\eta = \frac{(\sqrt{\sigma} - \sqrt{\sigma_0})^2}{\gamma} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- η ——粘度,单位为帕秒(Pa·s);
- γ ——剪切速率,单位为每秒(s^{-1});
- σ ——剪切应力,单位为帕(Pa);
- σ_0 ——最小剪切应力(屈服应力),单位为帕(Pa)。

实际上, σ_0 是通过 $\sqrt{\gamma}$ 与 $\sqrt{\sigma}$ 作图得到的直线的截距 $\sqrt{\sigma_0}$ 的平方而获得(见图 A.1),直线的斜率为 $\sqrt{1/\eta}$ 。

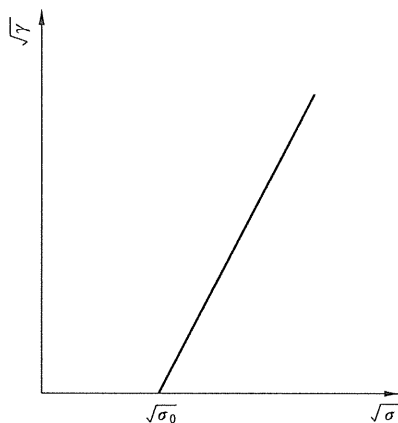


图 A.1 卡森模型

A.2 宾汉模型

宾汉模型假定:

- 剪切应力 σ 随剪切速率 γ 的增加呈线性增加;
- 存在一个能够使流体开始发生流动的最小剪切应力 σ_0 。

此模型的流动状态可称为理想塑性流动,用式(A.2)表示。

$$\eta = \frac{\sigma - \sigma_0}{\gamma} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

γ ——剪切速率,单位为每秒(s^{-1});

σ_0 ——最小剪切应力(屈服应力),单位为帕(Pa);

η ——粘度,单位为帕秒($Pa \cdot s$)。

实际上,当 γ 和 σ 对应时, γ_0 是由线性回归直线的横坐标截距 σ_0 求得,图 A.2 的斜率为 $1/\eta$ 。

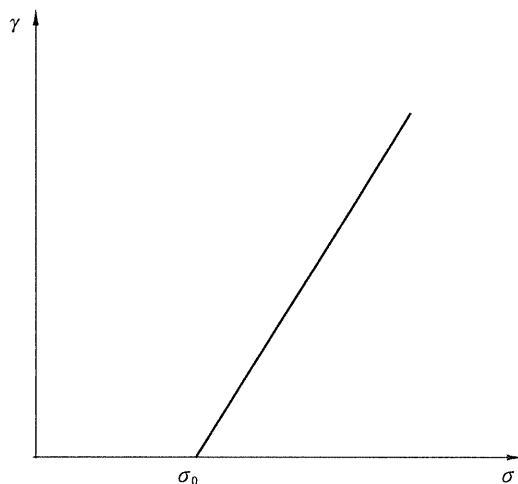


图 A.2 宾汉模型模型

A.3 幂律模型

幂律模型假定:剪切应力 σ 随剪切速率 γ 呈指数函数关系变化,用式(A.3)表示。

$$\sigma = k\gamma^N \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

k ——与流体粘度有关的常数;

N ——描述剪切应力随剪切速率的变化速度的常数。

N 具有下列三种情况:

$N < 1$ ——剪切变稀流体;

$N = 1$ ——牛顿流体;

$N > 1$ ——剪切增稠流体。

对式(A.3)两边取对数,则有:

$$\log \sigma = \log k + N \log \gamma \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

N 和 k 的值可通过图 A.3 所示的直线斜率 N 和截距 $\log k$ 获得。应用式(A.3)和(或)式(A.4),可求得任何剪切速率下的 σ 值。

测试报告应包括以下信息:

—— $2\,500\,s^{-1}$ 下的表观粘度;

——非牛顿流体的 N 值;

—— $2.5\,s^{-1}$ 下的假屈服值(任意选择);

——墨丝短度(任意选择)。

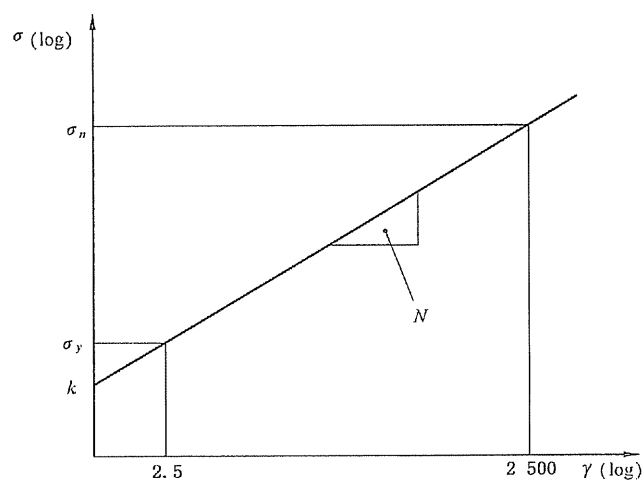
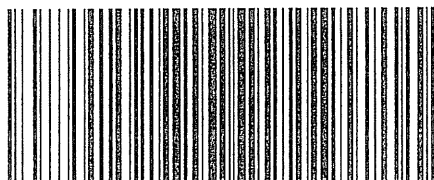


图 A.3 幂律模型



GB/T 22770-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-36341