



名称: D2196-15

## 标准测试方法—通过旋转黏度计测试非牛顿材料的流变性<sup>1</sup>

本标准以固定的名称 D2196 发布; 在名称之后跟随的数字表明最初采用的年份, 或在修订情况下最新修订的年号。括号内的数字表明最近复审的年号。上角标(ε)表明自从最近修订 复审后有编辑型的改变。

本标准已经被美国国防部核准使用。

### 1.范围

- 1.1 这些测试方法包括使用旋转黏度计操作在液体的“无限”维度, 确定表观黏度和在剪切速率从 0.1 到  $50\text{s}^{-1}$  的剪切范围内非牛顿材料的剪切变稀及触变性能。
- 1.2 以国际标准单位表明的数值被认为是标准。括号内的数值仅供参考。
- 1.3 本标准并不旨在解决安全问题, 如果有的话, 与它的使用相关。在使用前建立适当的安全和健康的做法, 确定适用性的准则是本标准的用户的责任。

### 2.测试方法总结

- 2.1 测试方法 A 包括确定涂料和相关材料的表观黏度, 通过测量在相应材料中以恒定速率旋转的转子的扭矩来确定。
- 2.2 测试方法 B 和测试方法 C 包含确定材料的剪切变稀和触变(时间依赖性)流变性能<sup>2</sup>。此类材料黏度通过一个旋转型黏度计的一系列规定的速率在液体的“无限”维度中操作得以确定。黏度测量前对材料的搅拌需要谨慎控制。

### 3.意义与使用

- 3.1 测试方法 A 是用来确定给定转速下的表观黏度, 但对于非牛顿材料, 通过两个或者更多转速测量黏度要比通过单一转速测量黏度给出更好的表征。
- 3.2 使用测试方法 B 和测试方法 C, 可以通过黏度随转速的增加而降低来表明剪切变稀的程度。触变程度通过增加和减小转速黏度值的比较(测试方法 B), 或黏度回复的比较(测试方法 B), 或高剪切前后的黏度的比较(测试方法 B 和测试方法 C 的组合)。测试方法 C 中高剪切处理接近涂料应用中的剪切。在高剪切后的黏度性能测量是涂料应用后特性的表现。

### 4.仪器

- 4.1 旋转黏度计——最基本的仪器, 要求提供最小旋转黏度计的分析能力, 在本方法中包括:
  - 4.1.1 驱动马达, 对试样采用单向旋转移位, 至少转速在  $0.05\text{rad/s}$  和  $6\text{rad/s}$  ( $0.5\text{r/min}$  和  $60\text{r/min}$ ) 之间恒定在 1%。
  - 4.1.2 受力传感器, 测量由试样引起的旋转元件的旋转位移的形成的扭矩, 稳定在 1%内。
  - 4.1.3 联轴器, 或者其他同等, 用来从马达向旋转原件转移旋转位移。
  - 4.1.4 旋转原件, 转子, 或工具, 如图 1 中所示的圆柱形, 在驱动轴和固定位置间定位在试样中。

注 1——每个旋转元件覆盖的黏度范围大约为 1.5decades。旋转元件是可选的，以便于测量黏度（或扭矩）在旋转元件 10%到 90%之间的范围内。



图 1 圆柱形旋转元件配置

4.1.5 数据收集设备，提供一种测量或计算信号的获取、存储和显示的方法，或两者兼具。旋转黏度的最小的输出信号要求是扭矩，旋转速率，温度和时间。

注 2——人工观测及记录数据是可接受的。

4.1.6 平台，用来支撑，水平，并调整驱动马达、联轴器和旋转元件的高度。

4.1.7 水平仪，用来指示驱动马达，联轴器和旋转元件的水平垂直度。

4.1.8 辅助仪器，在执行本方法时被认为有用的包括：

4.1.8.1 提供黏度，压力或其它来自测量信号的有用参数数据分析能力。

4.2 温度测量及记录装置，以提供试样中靠近旋转元件附近的液体温度，范围为 20°C 到 70°C，精度为 0.1°C（见注 2）。

4.3 圆柱形容器，容积为 0.5L (1-pt)，直径为 85mm ( $3\frac{3}{8}$ in.)，或 1L (1-qt)，直径为 100mm (4in.)，用于测试期间容纳测试样。

4.4 振动筛，或等效，能够大力摇晃待测样。

## 5.材料

5.1 黏度标准油，使用绝对黏度校准， $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。

## 6.仪器校准

6.1 选择至少两种标准油，黏度差异至少为 0.5 $\text{Pa} \cdot \text{s}$  (5P)，需在待测材料的黏度范围内，且在黏度计的量程内。将标准油盛在 0.5L (1pt) 的容器内置于 25°C ± 0.5°C (或其它协商的温度下) 下 1h。测量标准油的黏度，如方法 B (12 节) 中描述仅当增加转速时读取数值。

注 3——在进行测量前确保转子位于容器的中央。

注 4——结合黏度计的公差 (±1%，等同于转子/转速的校正因子) 和温度控制的公差 (一般地，25°C 时 ± 0.5°C) 如果校正黏度值在示值的 ± 5% 范围内，则合理的假设黏度计是被校正过的。

注 5——标准油展示黏度变化为 7%/°C。如果测量不是在 25°C，则示值黏度应当校正到测量的温度。

6.2 如果在 6.1 中确定的黏度超出了黏度标准的 5%，根据以下公式为每个转子/转速校正新的校正因子：

$$f = V/s \quad (1)$$

其中：

$f$ =读取黏度转化比例的新因子， $\text{mPa} \cdot \text{s}$  (cP);

$V$ =标准油的黏度， $\text{mPa} \cdot \text{s}$ ;

$s$ =黏度计的读数。

6.3 准备一个新校准因子的表格，与 6.2 中黏度计的转子/转速结合提供。转子/转速因子

与转速的变化成反比。

## 7.试样的准备

7.1 用 0.5L (1pt) 或 1L (1qt) 的容器装满样品，样品顶部预留 25mm (1in.) 的空间，在测试前将容器放置在 25°C ± 0.5°C 或其它协商的温度下。

7.2 在振荡器或者等效设备中大力震荡试样 10min，然后从振荡机中取出，在测试前维持原状在 25°C 恒温 60min。开始测试时间不要迟于自振荡器中取出后 65min。不要从震荡的容器中将试样取出。

注 6——如果有必要，可将震荡时间缩短，或在采购方和制造商协商同意基础上缩短时间，但是，任何情况下，不应低于 3min。

## 测试方法 A——表观黏度

### 8.程序

8.1 确保所有的测量设备在 25°C ± 0.5°C，或其它协商一致的温度。

8.2 将设备放置在调整平台上。调整黏度计高度，使转子能够浸没到预定的深度。调整仪器的水平。

8.3 倾斜转子（注 3），将转子的一面插入待测材料表面的中心，将转子装到设备上。

注 7——当转子连接到黏度计时避免过度的侧压力可能会影响对齐。过程中避免旋转转子以防止黏度计示值触碰到量程的顶端。

注 8——选择转子/速率组合将会给出一个最小的度数的 10%，但是可能会在量程的中间位置或靠上的位置。速率和转子的使用如果与此不同，需要在使用者和生产者之间协商。

8.4 降低黏度计直到联轴器上的浸没标记恰好接触到试样。如果有必要调整黏度计的水平。在水平平面上缓慢地移动容器直到转子位置接近于容器的中央。

8.5 使转子开始旋转。调整转速以便于使扭矩读数位于全量程的 10% 到 90% 之间。使黏度计运行至读数稳定。记录扭矩和黏度读数。

注 9——在触变涂料中，读数不总是稳定的。偶然地会达到峰值，然后随着结构破坏掉读数会逐步降低。在此种情况下，旋转的时间或在读数前变动的次数应当在使用者和制造商之间达成一致。

### 9.校正（刻度盘读数黏度计）

9.1 在每个转速校正表观黏度，如下：

$$V = f s \quad (2)$$

其中：

V=试样的粘度值， $\text{mPa} \cdot \text{s}$ ；

f=随设备或在第 6 部分中提到的校正因子；

s=黏度计读数。

### 10.报告

10.1 报告以下信息：

10.1.1 黏度计制造商，型号以及转子。

10.1.2 所采用的转子和转速的黏度。

10.1.3 试样温度，°C。

10.1.4 如果不同于规范，报告震荡时间和间隔期。

### 11.精度和偏差

11.1 精度——见第 22 部分，包含固定转速下的测量。

11.2 偏差——在本测试方法中没有必要声明偏差。

## 测试方法 B——改变转速条件下的黏度，剪切变稀度以及触变性

### 12.程序

12.1 所有的黏度（或扭矩）测量温度为  $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，或其它协商一致的温度。

12.2 遵照 8.2 到 8.4 所描述调整设备并连接转子。

12.3 将黏度计设置到最低的旋转速率（注 9）。启动转子旋转并在十次变化后记录读数（或其它协商一致的变化次数）。

注 10——较高的启动转速由生产者和使用者协商一致后使用。

12.4 逐步地增加旋转速率并在十次变化（或每个转子/转速结合的等同的时间）后记录读数。在最高转速观测后，逐步降低转速至最低速率，在每个转速下十次变化（或等同时间）后记录读数。

注 11——最好在马达运转中改变转速。

12.5 在最低转速读取最后的读数后，停止旋转并将试样放置在协商一致的间隔期内静置，一般为 1min。在间隔期结束后，在最低转速开始转子旋转，在十次变化（或其它协商一致的变化次数）后记录读数。

### 13.结果的校正和解释

13.1 如同第 8 部分中描述在每个转速下校正表观黏度。

13.2 如果需要，通过以下方法确定剪切变稀度：

13.2.1 剪切变稀指数（有时候错误地称为触变指数）——通过在低转速的表观黏度和十倍于低转速的表观黏度来确定。一般地，速率结合为  $0.2\text{rad/s}$  和  $2\text{rad/s}$  ( $2\text{r/min}$  和  $20\text{r/min}$ )， $0.5\text{rad/s}$  和  $5\text{rad/s}$  ( $5\text{r/min}$  和  $50\text{r/min}$ )， $0.6\text{rad/s}$  和  $6\text{rad/s}$  ( $6\text{r/min}$  和  $60\text{r/min}$ )，但是选择必须经过生产者和使用者协商一致。所得到的黏度的比率即为相应旋转速率范围内的剪切变稀度的指数，高比率即为较大的剪切变稀度。

13.2.2 一个黏度随转速变化的规则或点-点曲线图在表征材料的剪切变稀行为中是有用的。此图可以用来比较涂料与其它材料。

13.3 如果需要，从以下选取一个方法评估触变度（在限制剪切结构条件下）：

13.3.1 用递减的方法，校正最低转速下的黏度和增加转速下的黏度的比率。比率越高，触变性越大。

13.3.2 校正在间隔期后最低转速下的黏度和间隔期前最低转速下的黏度。比率越高，触变性越大。

### 14.报告

14.1 报告以下信息：

14.1.1 黏度计制造商，型号和转子；

14.1.2 增加和减小转子转速的黏度；

14.1.3 间隔期时间和间隔期结束的黏度；

14.1.4 试样温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

14.1.5 如果不同于规定，报告震荡时间。

14.2 可选报告项：

14.2.1 剪切变稀度——剪切变稀指数和所采用测量的速率（13.2）。

14.2.2 触变度评估（在剪切结构条件下）——最低转速的黏度的比率，递增转速和递减转速下；或在间隔期前后最低转速下的黏度比率，以及采用的转速（13.3）。

### 15.精度和偏差

15.1 精度——见第 22 部分精度的描述，包含剪切变稀指数的测量（在 0.5rad/s 和 5rad/s (5r/min 和 50r/min) 下黏度的比率）。不太可能设计一个方法去确定在递增转速和递减转速时的黏度作为一个独立的测量方法。不要试图确定触变度的测量的精度，因为此参数取决于材料，测试时间和其它可变量。

15.2 偏差——在本测试方法中没有必要声明偏差。

## 测试方法 C——剪切材料的黏度和剪切变稀

### 16.仪器

16.1 实验室用高速搅拌，至少 200rad/s (2000r/min)，配备有一个 50mm (2in) 直径的分散片。<sup>3</sup>

### 17.试样的制备

17.1 将 50mm (2in) 分散片插入到容器 (7.1) 的中心，保持叶片距底部大约 25mm (1in)。启动搅拌器，保持 200rad/s (2000r/min) (注 12) 1min。

注 12——材料可以使用其它尺寸的分散片在其它转速进行剪切，必须通过生产者和使用者的一致同意。

### 18.程序

18.1 按照测试方法 B 中立即将转子插入剪切材料，步骤如同第 8 部分。

18.2 根据测试方法 B 将转子以最高转速启动 (12.5)。在十次变化后记录读数 (或其它协商一致的变化数)。

18.3 根据测试方法 B 逐步递减转速 (注 11) 并记录每个转速的读数，直至最低转速，在十次变化后记录读数 (或其它协商一致的变化数)。

### 19.结果计算和解释

19.1 如同测试方法 B，计算每个递减转速的黏度。

19.2 如果有必要，通过测试方法 B 中，13.2 给出的方法计算剪切变稀度。对于涂料在应用后的变稀是最基本的是在剪切后测量黏度 (无视固体的变化)。

19.3 如果有必要，通过计算剪切前后最低转速黏度的比率来评估触变度 (在完全结构剪切的条件下)。在剪切前最低转速下的黏度依据测试方法 B，13.1，以最低转速递增。剪切后的最低转速黏度根据 19.1 进行。比率越高，触变性越大。

### 20.报告

20.1 报告以下信息：

20.1.1 黏度计制造商，型号和转子；

20.1.2 在递减转子转速的黏度；

20.1.3 试样的温度，°C；

20.1.4 如果与本方法不同，须报告高速混合器的转速，桨叶尺寸，混合时间。

20.2 可选报告项：

20.2.1 剪切变稀度——剪切变稀指数和测量所采用速率 (13.2)。

20.2.2 评估触变性——剪切前后最低转速黏度的比例，以及测量所采用的转速。

### 21.精度和偏差

21.1 精度——单个黏度测量的精度如同测试方法 A 中第 22 部分。不要尝试确定测试方法 C 中 15.1 给出剪切变稀度指数和触变度的精度。

21.2 偏差——在本测试方法中没有必要声明偏差。



## 22.精度概述

22.1 在对测试方法 A 和测试方法 B 的实验室学习中, 来自六个实验室的八个操作者使用来自同一供应商 (Brookfield Engineering) 的刻度盘读数仪器, 在两天内测量了四个建筑涂料的黏度, 分别是乳胶平板, 乳胶半光漆, 水性瓷漆和醇酸半光漆, 覆盖了一个合理的黏度范围, 并且是剪切变稀。测量以递增转速 0.5rad/s, 1.0 rad/s, 2.0 rad/s 和 5.0 rad/s (5r/min, 10 r/min, 20 r/min 和 50 r/min) (等同于八个操作者测试 16 个样品), 用来得到测试方法 A 的精度。测试方法 A (单一转速) 的实验室内部变化系数为 2.5%, 自由度 121, 测试方法 B (剪切变稀指数) 的实验室内部变化系数为 3.3%, 自由度 31。相应的, 在实验室之间变化系数分别为测试方法 A7.7%, 自由度 105, 测试方法 B7.6%, 自由度 27。基于这些系数, 以下标准将用来判断在 95%以上置信度的结果的可接受度:

22.1.1 重复性——在不同时间由同一操作者获取的两个结果, 针对单一转速黏度差异超过 7.0%则认为是可疑的, 针对剪切变稀指数差异超过 9.5%则认为是可疑的。

22.1.2 再现性——在不同实验室的操作者获取的两个结果, 如果差异超过 22%则认为是可疑的, 两个测试方法通用。

注 13——由同一供应商的数字显示设备或其它供应商的设备的测量可以有不同的精度。

## 23.关键词

23.1 非牛顿; 流变性; 流变学; 旋转黏度计; 旋转黏度; 剪切变稀; 触变性地; 触变性; 黏度计; 黏度

<sup>1</sup> 本测试方法在 ASTM 委员会 D01 的管辖权内, 涂料和相关涂层, 材料, 和应用和小组委员会的 D01.24 在液体涂料&涂层材料的物理性质的直接反应上。

现行的版本在 2015 年 2 月 15 日批准。2015 年 4 月公布。原始版本在 1963 年批准。最近的上一版本在 2010 年批准, 作为 D2196-10。DOI:10.152/D2196-15。

<sup>2</sup>Pierce, P.E., “使用 Brookfield 黏度计对触变性有机涂料和树脂流变性的测量”, *Journal of Paint Technology*, 43 卷, 557 号, 1971,35—43 页。

<sup>3</sup>Cowles 或 Shar 型搅拌器/分散器。