



中华人民共和国国家标准

GB /T 26930.11—201X/ISO 8003 : 1985

原铝生产用炭素材料 煤沥青 第 11 部分：动态粘度的测定

Carbonaceous materials used in the production of aluminium —
Coal pitch —Part 11: Determination of dynamic viscosity

(ISO 8003 : 1985, IDT)

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××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/T26930《原铝生产用炭素材料 煤沥青》共有 13 部分：

- 第 1 部分：水分含量的测定 共沸蒸馏法；
- 第 2 部分：软化点的测定 环球法；
- 第 3 部分：密度的测定 比重瓶法；
- 第 4 部分：喹啉不溶物含量的测定；
- 第 5 部分：甲苯不溶物含量的测定；
- 第 6 部分：灰分的测定；
- 第 7 部分：软化点的测定 Mettler 法；
- 第 8 部分：结焦值的测定；
- 第 9 部分：氧弹法测定硫含量；
- 第 10 部分：仪器法测定硫含量；
- 第 11 部分：动态粘度的测定；
- 第 12 部分：挥发物的测定；
- 第 13 部分：喹啉不溶物中 C/H 原子比的测定。

本部分为第 11 部分。

本部分按照 GB/T1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 8003：1985《铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 动态粘度的测定》。本部分等同采用 ISO 8003：1985 时，删除了其前言。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T26297.5 铝用炭素材料取样方法 第 5 部分：煤沥青（ISO 6257：2002, MOD）。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分负责起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分参加起草单位：XXX XXX XXX。

本部分主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX。

原铝生产用炭素材料 煤沥青

第 11 部分：动态粘度的测定

1 范围

本部分规定了原铝生产用炭素材料煤沥青动态粘度的 2 种测定方法。对于符合牛顿流体性能的沥青，这 2 种测定方法是同样有效的，也是可以互换的。

方法 A：球位移法

方法用于符合牛顿流体性能沥青，如没有外加材料的沥青软化点的测定，测定在高于软化点但低于 180℃ 的温度下进行。测定范围： $10^2\text{mPa}\cdot\text{s}\sim 10^4\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。

方法 B：圆柱体旋转法

方法既适用于符合牛顿流体性能沥青、也适合于不符合牛顿流体性能沥青粘度的测定，它们要么在高温下处理过（存在中间相），要么需要在较高的温度下测量（高于 180℃）。方法可以辨别出不符合牛顿流体性能的沥青。测定范围： $\leq 3\times 10^6\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO 6257 原铝生产用炭素材料 — 电极用沥青 — 取样。

ISO 6388 表面活性剂 — 使用旋转的粘度计测定流动性能。

3 方法 A

3.1 原理

在给定的温度下测定沥青的粘度，是通过测定钢球在给定的力的作用下、通过由融化的沥青填满测试管一段固定距离的时间得到的。

动态粘度测定结果以绝对单位毫帕·秒($\text{mPa}\cdot\text{s}$)给出。

3.2 装置和材料

3.2.1 粘度计（见图）

粘度计设计成类似双臂天平的结构，包括以下部分：

- 顶部有刀刃轴承的支撑架（15）；
- 直径为 $15.00\text{mm}\pm 0.02\text{mm}$ 的不锈钢球（2），（成分为： $\text{C}\leq 0.07\%$ ， $\text{Si}\leq 1.00\%$ ， $\text{Mn}\leq 2.00\%$ ， $\text{P}\leq 0.045\%$ ， $\text{S}\leq 0.03\%$ ， $17.00\%\leq \text{Cr}\leq 20.00\%$ ， $8.50\%\leq \text{Ni}\leq 10.00\%$ ，线膨胀系数小于 $17\times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ ）；
- 直径 2mm 的不锈钢棒（13），成分与不锈钢球（2）相同；
- 不锈钢测量管（1），内径 $16.15\text{mm}\pm 0.05\text{mm}$ ，外径 20mm，长度 200mm，成分与不锈钢球（2）相同；
- 1 根带有温度校准、调节装置的不锈钢套管（14），内径 90mm，成分与不锈钢球（2）相同；
- 带有入口和出口的喷管（11）；
- 带有塞子的螺帽（12）；
- 两根精密温度计（8），温度范围分别为 $99^\circ\text{C}\sim 151^\circ\text{C}$ ； $149^\circ\text{C}\sim 201^\circ\text{C}$ ，精确到 0.1°C 。被浸没部分的长度： $140\text{mm}\pm 5\text{mm}$ ；
- 有刀刃支撑的平衡杠杆（4）；
- 称量盘（3）；
- 长度至少为杠杆臂长度两倍的指针（5），这样选择的目的是为了指针能达到的距离为球能达到距离的两倍；
- 带有反射背景，分度级达到 1mm 的刻度盘（6），刻度盘最左边的刻度距零点 100mm，这个量程对应球的量程为 50mm，刻度盘量程的一半对应刻度盘的垂直点。
- 水平仪（7）；
- 水平螺丝（10）；
- 1 个可以移动到刻度 S 的可调标示（9）。

3.2.2 恒温浴 (16): 最高操作温度 250℃, 控制精度±0.1℃, 容积至少 3L, 充满载热油 (例如硅油)。

3.2.3 秒表: 精度 0.1s。

3.2.4 一套砝码: 质量从 5g 到 500g。

3.2.5 铅粒: 用来配重。

3.2.6 校准液: 50mL 符合牛顿流体性能的液体, 动力粘度为 1Pa·s~30Pa·s。

3.3 取样

按照 ISO 6257 的规定取样。

3.4 测定步骤

3.4.1 准备

清洁、干燥整个装置 (3.2.1), 用水平仪 (7) 和水平螺丝 (10) 把平衡杠杆 (4) 固定在垂直的位置, 把温度计 (8) 放入套管 (14) 内, 将恒温浴 (16) 与喷管 (11) 的入口相连 (喷管的出口没有标示)。升高恒温浴的温度到测量温度, 加热沥青样品到测量温度, 当温度计显示沥青的温度达到测量温度时, 把沥青灌入测量管 (1) 中距灌管子上沿下大约 25mm 处, 预热不锈钢球 (2) 和不锈钢棒 (13), 然后放入测量管 (1) 中, 继续循环加热装置大约 30min。

不断的上下移动球以加快温度调节, 在循环加热的后 10min, 保持温度稳定在测量温度±0.1℃, 把可调标示 (9) 调整到刻度 S 的位置。

3.4.2 天平配重

循环加热 30min 后, 把铅粒 (3.2.5) 放入称量盘 (3) 中, 使其达到必要的平衡: 指针 (5) 达到垂直的位置, 也就是刻度盘量程一半的位置。

达到平衡需要的时间, 也就是球通过装满已知粘度液体的测量管中两标记之间距离的时间, 要大于测量的时间。

3.4.3 测量

为了测量, 放置砝码 (3.2.4) (质量在 5g~500g 之间) 到称量盘中, 具体砝码质量的选择是放置的砝码能使指针从零点到 S 标记这段距离的时间为 20s 到 60s。

测量前, 把球和棒放入测试管中, 使指针的位置距离在零点左边 20mm 处。加砝码使球上升通过液体样品, 用秒表记录下指针通过刻度盘上两个标记之间距离的时间, 重复测试 5 次。

3.4.4 检测结果的计算

计算 5 次测量时间的平均值, 然后按照下式计算沥青的动态粘度, 以毫帕·秒表示。

$$\eta = F \cdot m \cdot t_m$$

式中:

η — 沥青的动态粘度, 单位为毫帕·秒 (mPa·s);

F — 系数, 单位为 1 毫牛每克平方米 (1mN/(g·m²));

m — 砝码的质量, 单位为克 (g);

t_m — 5 次测定结果时间的平均值, 单位为秒 (s)。

使用不同质量的砝码, 在相同的温度下测定同一沥青试样的粘度, 结果可能会有所不同, 但偏差不能超过±1%。

3.6 清洗设备

3.6.1 清洗测量管

取下带有塞子的螺帽 (12), 用烧杯收集液体沥青。用带有直径为 16.5mm 橡胶盘的活塞拉过测量管, 用溶剂清洗测量管壁上的沥青。

3.6.2 清洗球和棒

趁热用软布擦拭球和棒, 不用用硬的东西擦, 即使是轻微的划伤也会影响球质量的准确性。

3.7 校准

用已知粘度 η_0 的液体, 这个粘度值应在测试沥青试样的粘度值范围之内, 按照 3.4 描述的步骤进行测量, 设置可调标示在 70mm 处。

按下式计算标度值 S, 以 mm 表示。

$$S = \frac{\eta_0 \times 70}{F \cdot m \cdot t_m}$$

式中:

F, m, t_m 的意义同 3.5 中;
S — 标度值, 单位为毫米 (mm);
 η_0 — 为校准液体的粘度, 单位为毫帕·秒 (mPa·s)。

3.8 精密度

本方法的最大允许误差±1%。

4 方法 B

4.1 定义和符号

在两平行平板之间流体的剪切粘度, 即在一块板上的移动相对于另外一块板是线性的类似运动, 由以下牛顿方程定义。

$$\eta = \frac{\tau}{D}$$

式中:

η — 表示动态粘度;

τ — 表示剪切应力;

D — 表示剪切速率, 按下式得到:

$$D = \frac{dv}{dz}$$

式中:

v — 表示一平板相对另一平板的速率,

z — 表示两平板之间的垂直坐标。

带入牛顿方程, 动态粘度变为:

$$\eta = \frac{\tau}{D} = \frac{\tau}{\frac{dv}{dz}} = \frac{\tau}{dv} \cdot dz$$

动态粘度的单位以帕·秒或毫帕·秒表示。

4.2 原理

借助物质在圆柱形的容器内进行圆锥形的旋转这么一个系统, 来测量一定温度下、以选择的转速进行旋转的物质的剪切应力。

4.3 仪器设备

4.3.1 旋转粘度计, 包括的主要部件如下:

- 速率可调的电驱动电机, 可以将旋转运动传递到浸在液体里的转子上, 转子与盛液体的器皿应该是同轴的。还应该带有一个浸在液体里的转子的旋转速度的指示器;
- 1套四个锥型的构件, 每个都具有适当的耦合装置, 以能驱动电机;
- 加热套和热电偶;
- 1个为设备专用自带的计算表。

注: 由于可用的市售粘度计, 虽然它们的原理相同, 但结构有所不同, 所以很难给出更详细的操作说明。(可参考 ISO 6388)

4.3.2 恒温浴: 具有温度自动调节功能, 充满合适的油 (例如硅油)。

4.4 取样

按照 ISO 6257 的规定取样。

4.5 测定步骤

4.5.1 试料

在接近测定的温度下降 150g 试样样品加热熔化, 注入圆柱型的容器中。

4.5.2 测试

将跟预测粘度特征相近的转子放入加了融化样品的容器中。

预先将恒温浴 (4.3.2) 的温度调整到测定的温度。

把热电偶插入融化的样品中, 允许系统达到选择的温度并在这一温度下保持一段时间, 保持时间的长短由沥青的软化点决定, 但不能少于 1h。

取出热电偶, 避免测定过程中的任何损坏。

选择合适的旋转速度。

调整转子在设定的转速下运动。

按照规定的间隔，从电机的指示器上读取转动的速率。

结果至少是两个连续读数的平均值。

注：设备带有操作注意事项，考虑的比较详细，即使如此，实际所有的操作也必须符合上述步骤的原理。

4.6 测定结果的表述

按照 4.1 的计算关系式，从设备所带的计算表给出的每个测定试样的转速，计算出用于粘度计算需要的系数，或者直接计算出用帕·秒表示的粘度值。

4.7 精密度

本方法的最大允许误差±1%。

5 检测报告

检测报告应该包括以下内容：

- a) 试样的标识；
- b) 所采用的标准；
- c) 检测结果和方法表述；
- d) 测定的温度；
- e) 测定过程中发现的任何异常情况；
- f) 本标准或者在本标准引用文件中没有涉及的操作或被认为可以选择的操作。

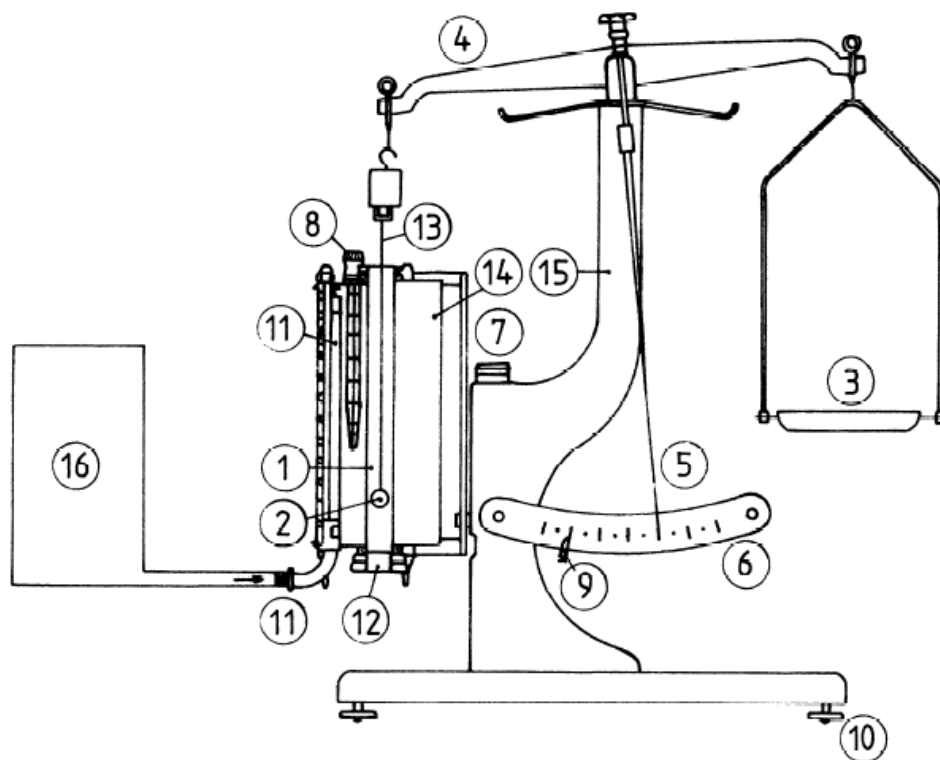


图 1、方法 A 的仪器