
***RTW-10* 型熔体物性综合测定仪**

东北大学

联系电话：024-83687722

目 录

目 录	2
1.软件组成及功能.....	3
2.软件的安装	3
3.测试系统的使用方法.....	3
3.1 软件概述	3
3.2 基本使用方法.....	4
3.2.1 参数设定和调整.....	4
3.2.2 温度控制.....	7
3.3 密度测定	10
3.3.1 测定原理.....	11
3.3.2 常数标定.....	12
3.3.3 熔体的密度测定.....	13
3.4 表面张力测定.....	14
3.4.1 基本原理.....	14
3.4.2 常数标定方法.....	15
3.4.3 熔体表面张力测定.....	16
3.5 粘度测定	18
3.5.1 测定原理.....	18
3.5.2 常数标定方法.....	20
3.5.3 连续降温过程测定粘度的方法.....	22
3.5.4 定点恒温测定方法.....	24
3.5.5 变转速测定粘度.....	25

1.软件组成及功能

本软件可以完成熔体粘度测定、密度测定、电导率测定、热重测定、结晶温度测定和表面张力测定等项功能。

本软件能够完成任意程序控温、等增电压升温（开环步进升温）、等减电压降温（开环步进降温）和手动控温。程序控温时能够任意转到某指定程序段控温，可以在任意温度下即时恒温。

2.软件的安装

将所配备的“安装程序”文件夹拷贝到硬盘的指定目录下，运行“安装程序”（可以按照默认安装）即可完成安装。设备发运前已完成软件安装调试，若重新安装软件，需先删除原安装程序，再重装安装。

3.测试系统的使用方法

3.1 软件概述

软件运行后首先显示主窗口，见图 1。通过主窗口根据需要可以转到其它窗口，进行相应操作。主窗口具有“显示”、“测粘度”、“测密度”、“测结晶温度”“测电导率”、“测表面张力”、“测热重”、“控温”、“参数调整”和“控制操作”菜单。屏幕上即时显示炉温、渣温、时间等。

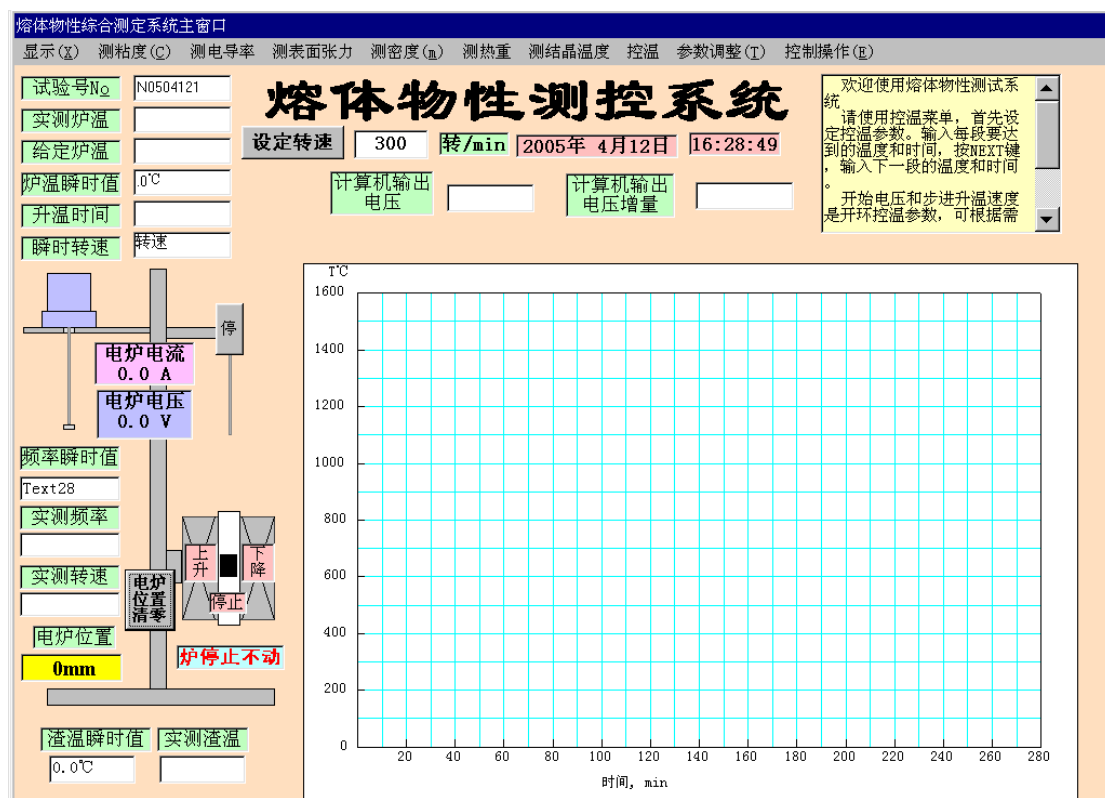


图 1

3.2 基本使用方法

基本使用方法包括：

1. 参数设定和调整；
2. 温度控制；
3. 记录周期设定；
4. 图表显示。

3.2.1 参数设定和调整

参数调整主要包括：

- 选择通道和测量范围；
- 程序控温参数（各段升降温速度、升降温时间、恒温温度和恒温时间等）；
- 控温 PID 参数（KP、KI、KD）等。

点击主窗口中的“参数调整”下拉菜单，并点击“参数调整”按钮进行上述三项的设定，见图 2。

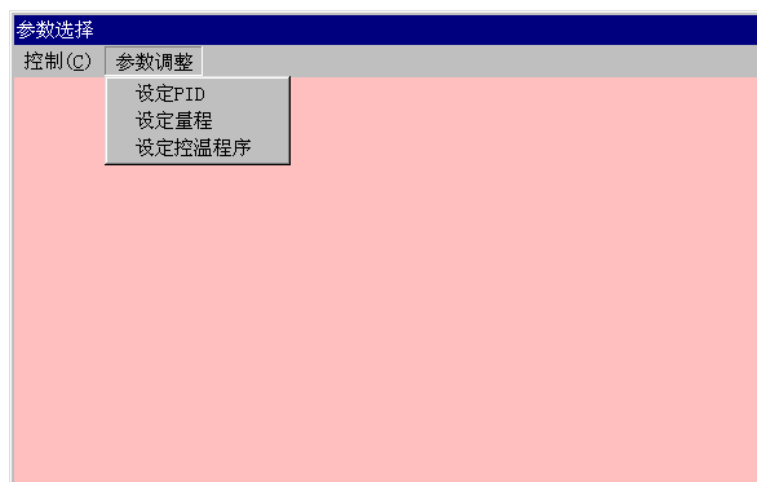


图 2

(1) 通道和测量范围的设定

点击“设定量程”，见图 3。



图 3

单击通道号前的小方框，选择或取消该通道。小方框上有对钩为选中。

通道量程设定方法是首先在下拉式列表上选择通道号。然后在下拉式列表上选择测量范围如：0-1600，小横前是对应于输入为零时的测量值，小横后是对应于输入为 5V 时的测量值。通道和量程设定后，单击储存，将参数保存在计算机中。单击完成，结束通道和量程的设定。

注意：通道选择和量程设定修改后立刻实行，所以应该在刚开始运行程序时进行设定，不能在自动控温时进行改变。出厂前已设定，一般不要改动。

(2) 程序控温参数的设定

设定程序控温参数时，选择“控温”菜单的“控温参数”项，出现“参数选择”窗口，其上有“设定程序控温参数”窗口，见图 4。也可以选择“参数调整”菜单的“参数调整”项，出现“参数设定窗口”，在该窗口选择“参数调整”菜单的“设定控温程序”项，出现“设定程序控温参数”窗口。

图 4

控温程序参数设定步骤为：

- 首先设定控温段数为零，温度、时间和升温速度为零。
- 按 NEXT 按钮，进入控温段数 1，设定目标温度（例如：800℃）及升降温速度（或到达目标温度的时间），软件自动计算出到达目标温度的时间（或升降温速度）。
- 按 NEXT 按钮，进入下一段。同样设定目标温度和升降温速度（或到达目标温度的时间）。
- 逐步设定各段目标温度和升温时间及升温速度，完成程序控温的参数设定。

如果目标温度等于前一段温度，则为恒温段，此时应该设定恒温时间，使升温速度为零。如果目标温度低于前一段温度，则为降温，升温速度为负值。

注意：各段的时间必须大于或等于零，不能为负值。

控温程序设定后，如果需要保存该控温程序，单击“存储”按钮，保存控温程序于计算机硬盘，下次运行程序时将按该程序控温。

完成控温程序设定后，单击“关闭”按钮，结束控温参数设定。此时会显示设定的控温程序（见图 5），检查设定无误后，可以关闭“参数选择”窗口。

参数选择			
控制(C)	参数调整		
控温段数	给定温度	给定时间	升温速
0	0	0	0
1	400	40	10
2	900	50	10
3	1000	10	10
4	1000	30	0
5	800	20	-10
6	100	14	-50
7	0	0	0

图 5

(3) 设定控温的 PID 参数

根据设备情况可以调整控温的 PID 参数 KP、KI、KD。PID 参数输入后立刻起作用，所以调整时必须注意，调整幅度不要太大。PID 参数调整好后，单击“存储”按钮，可以将新的 PID 参数保存到计算机硬盘上。如果不想保存 PID 参数，可以直接单击“关闭按钮退出 PID 设定。

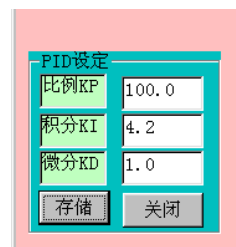


图 6

注意：通常 PID 参数出厂时已经调好，无特殊情况不要调整。

3.2.2 温度控制

本软件温度控制非常灵活，大体上可以分为开环控温和闭环程序控温。实验过程电炉的温度、样品温度（渣温）及给定温度都显示在“控温图”上。正常情况下，炉温和给定温度两条线重合，开始升温过程中渣温低于炉温。

■ 开环控温：

开环控温可以分为直接手动控温和步进控温。具体操作步骤为：

直接手动控温

1. 在主窗口单击“控温”菜单的“开环控温”项。出现“开环控温”窗口，见图 7。

2. 通过单击“增加”、“降低”按钮，可以增加、降低输出电压（计算机输出电压）。每单击一下“增加”、“降低”按钮，输出电压升降的幅度为“电压变动步长

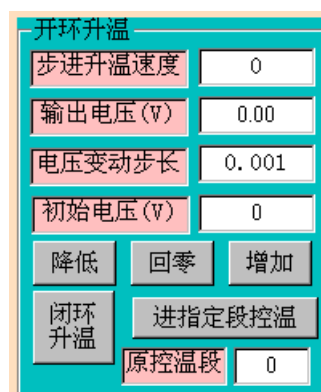


图 7

”显示的值。“电压变动步长”的值可以设定，但不宜太大，通常可以设定为“0.01”。

输出电压的值虽然也可以直接在“输出电压（V）”处设定，但由于该值输入过程直接输出到电炉的可控硅，非常容易造成输出过载，烧可控硅，所以不能直接修改设定，通常都是使用“增加”或“降低”按钮进行设定。当需要立刻使输出为零时，可以单击“回零”按钮使输出电压回零。

初始电压是刚开始启动开环控温时给出的输出电压值。该电压值是根据所采用的可控硅启动电压设置的，一般设置该值在可控硅尚未启动，但再加一点电压

就启动的状态。

步进升温

步进升温是通过设定“步进升温速度”的值实现的。

步进升温的实质是按一定的速度增加输出电压，使炉温升高。也可以采用步进升温方法降低输出电压，此时只需设定步进升温速度的值为负值。

在进行减电压控温时，炉温并不表现为线性降温。完全手动控温时，可以设置“步进升温速度”的值为0。

步进升温速度及初始电压的值在存储控温程序时得到保存。在下次启动程序时，自动使用存储的步进升温速度及初始电压的值。

■ 闭环控温及开环闭环的转换

闭环控温（程序控温）就是使温度按照预定的控温程序进行温度的升降及恒温。进入闭环控温的方法有两种，一种是单击“控温”菜单的“程序控温”项，进入闭环控温，此时开环控温窗口消失。另一种是单击开环控温窗口的“闭环控温”按钮，进入程序控温。

本程序可以做到开环控温与闭环控温之间转换时的平滑过度。为了保证平滑过度，在开环控温时，给定炉温值设定为实际炉温+0.5℃。当进入闭环控温时，程序自动从第一段开始查找目前炉温所处的控温段，进入该段开始程序控温。如果目前炉温可以属于两个温度段，则进入第一个找到的温度段。

如果希望直接进入某一段，可以在“原控温段”处输入该控温段数，单击“进指定段控温”按钮，直接进入该段控温。

在从程序控温进入开环控温时，在“原控温段”处显示转出的控温段数。

■ 即时恒温

系统在控温时，可以在任何时刻进行恒温。

方法是需要恒温时，单击“控温”菜单的“开始恒温”项，不论在开环控温还是程序控温状态，都立刻开始按照屏幕显示的给定炉温进行恒温。当需要结束恒温时，单击“控温”菜单的“结束恒温”项，结束恒温，恢复原控温状态。

注意：即时恒温操作优先于开环控温和程序控温，所以在即时恒温状态时，不论是开环控温还是程序控温都不起作用，只有结束即时恒温状态，开环控温或程序控温才能够进行。

■ 注意事项

通常应该在开环控温状态升温到 200℃ 以上再转到程序控温。

当程序控温时，发现温度严重波动、给定温度与实际炉温相差很大时，应该立刻转入开环控温，在进入开环控温状态后，通常至少应该 2 分钟以上再转到程序控温。

当高温状态发生程序退出重新启动软件时，至少应该保持开环控温状态 5 分钟，再转到程序控温。

不论开环控温还是闭环控温状态，升温过程应该密切注意电炉电流不应该超过允许的最大电流 50A。当电流过大时，应该转到开环控温，降低输出电压至电流低于允许最大电流。此后应该降低步进升温速度（开环升温状态）或升温速度（程序控温状态），保证升温过程电流不超过允许最大电流。

2) 各种显示和记录

软件主窗口屏幕上有“实验号”、“实验日期”等显示，还显示炉子升降状态、粘度测定装置转动状态等。屏幕即时显示时间、温度、转速等实验参数。在主窗口“显示”菜单上，有各种图的显示项，单击可以显示该图，也可以隐去该图。

在多幅图同时显示时，用鼠标右键单击显示的图时，该图转到最下层，这时露出最上层的图。当希望某图显示在最上层，可以通过单击主窗口“显示”菜单的相应项显示该图。

本软件对采集的温度等数据采取滤波处理，炉温滤波处理的时间宽度为 5 秒。对于渣温等数据采用的滤波处理时间宽度为 8 秒。

本软件可以记录采集到的数据。由于数据采集的速度很快，大约间隔 1 秒可以采集 1 组，采集到的数据量非常大。为了减少数据量，可以设定数据记录周期。使高速采集的数据只在屏幕上显示，只有符合记录周期的数据才被记录。方法是单击主窗口“控制操作”菜单的“设记录周期”项，此时出现“设定记录周期”窗口。在该窗口输入记录周期值（单位是秒），单击“改变”按钮，就可以完成记录周期的设定。本软件默认的记录周期是 6 秒。

在主窗口“控制操作”菜单中有“显示重量”项，这是显示实验装置的电子秤称量的重量值。单击该项时，屏幕上出现一个窗口，即时显示电子秤显示的重

量值。

3) 电炉动作控制及实验结束

在主窗口可以看到电炉模拟图，在电炉上有“上升”、“下降”和“停止”红框，单击它们可以控制电炉的升、降及停止。在炉下方有炉状态显示框，显示电炉运行状态。

在测定电导率、表面张力和密度的窗口也有控制电炉升、降和停止的按钮，可以操作电炉升降。不过这些窗口的升降和停止按钮还有与测定电导率、表面张力及密度有关的作用。

注意：由于电炉有上下限限制功能，当电炉到达上（下）限时，电炉自动停止，但由于计算机控制开关仍处于“上升”（下降）状态，此时应该单击“停止”红框，使电炉恢复到停止状态。

结束实验：

实验结束后，可以单击“控制操作”菜单的“结束实验”项，退出实验软件。但退出实验前一定要注意实验数据是否已经存储。防止未保存数据就退出，丢失实验数据。为了防止忘记存储数据，单击“结束实验”时会出现一个提示窗口，让您再次确定是否退出实验，此时单击“是”按钮，实验结束。如果单击“否”按钮，放弃退出实验，您可以继续进行实验或保存实验数据后再次退出实验。

■ 注意事项：

测定一个样品前，一定要确定其**试验号**，防止文件名重复，导致以前的文件被覆盖，特别是一天进行多个试验测定时。最好是定期将测定数据从“物性数据”文件夹中移动到其它文件夹中。

不要忘记单击“开始记录数据”，防止漏记数据。

不要忘记保存数据。

3.3 密度测定

本系统支持阿基米德法测定熔体的密度。本装置标准配备钨重锤测定熔体密度。如果需要测定氧化性气氛下熔体的密度，可以订购铂重锤或铂球进行测定。

3.3.1 测定原理

根据阿基米德原理，物体浸没在液体里受到的浮力，等于物体所排开同体积液体的重力。我们采用已知体积的重锤，测定其在空气和液体（或熔体）中重量的变化，就可以求出液体（或熔体）的密度。

测定所用重锤的体积 V_0 的测定：

- 先测定重锤在空气中的重量 m ；
- 再测定重锤在已知密度的液体中的重量 m_0 ；
- 利用下式求 V_0 ：

$$V_0 = \frac{m - m_0}{\rho_0}$$

式中： V_0 —— 重锤的体积；

m —— 物体在空气中的重量；

m_0 —— 物体在密度为 ρ_0 的液体中的重量。

通常我们采用纯水来标定重锤的常温体积。已知纯水在 10—35℃ 范围密度可按下式计算：

$$\rho = 0.9997 - 0.0001 \cdot (t - 10) - 0.000005 \times (t - 10)^2$$

式中： ρ — 纯水的密度 g/cm^3 ；

t — 纯水的温度℃。

在使用钨重锤测定高温熔体的密度时，常温下测定的钨重锤体积发生了变化，必须加以校正。本软件根据金属钨的热膨胀系数，对高温下钨重锤的体积进行了修正。

高温熔体的密度可以按下式求出：

$$\rho = \frac{m_0 - m}{V}$$

式中： ρ 为高温熔体的密度， g/cm^3 ；

m_0 —— 重锤在空气中的重量 g ；

m —— 重锤在高温熔体中的重量 g ；

V —— 经过校正的重锤体积 cm^3 。

3.3.2 常数标定

测定密度的常数实际上就是重锤的体积，标定方法如下：

- 接通测试装置电源，打开计算机，运行本软件。
- 在经过清洗的烧杯中加入纯水，将重锤吊挂在电子天平下部的挂钩上，使重锤对准烧杯。
- 单击主窗口“测密度”菜单的“测定开始”项，出现“测密度”窗口。见图 10。
- 在重锤编号栏中输入重锤编号，软件自动生成名为“MNo”加重锤编号的常数文件名。单击“测密度”菜单的“低温测定开始”项，出现“请输入液体温度”窗口。精确测定纯水的温度，输入“纯水温度”栏和“液体温度”栏中。
- 单击“测定初重”按钮，观察电子天平测定的重锤重量。当重量稳定后，单击“测定”按钮，电炉开始自动上升至重锤全部沉入熔体中。延时 30 秒后，电炉开始下降直至重锤拉出熔体。此时“最大减重”栏显示最大减重的值。单击“测锤体积”按钮，按钮旁边的栏内显示测定的锤体积。也可采用重锤插入溶液的高度方法，测定密度。
- 重复测定数次，至测定的体积值稳定后，单击“存体积”按钮，将重锤体积保存在“物性常数”文件夹中。测定完成后，单击“测密度”菜单的“结束低温测定”项和“测定完成”项，退出常数测定。

密度测定

重锤编号 3 标液密度 0.997075

纯水温度 25 常数文件名 MNo3

熔体温度 密度文件名

测锤体积 Text30 测定初重

熔体密度 最大减重

测定 读体积

存体积 存密度 炉上升 炉停止 炉下降

请输入液体温度

液体温度℃ 25

图 8.

3.3.3 熔体的密度测定

- 接通测试装置的电源，打开计算机运行本软件。

- 将样品放置在坩埚中置于电炉内，将炉温升至预定的温度恒温。搅拌样品使其均匀。安装好测试用重锤，打开电子天平。观察天平是否有重量值输出。

- 单击“测密度”菜单的“测定开始”项，出现“测密度”窗口，见图 8。在“密度文件名”栏内输入样品名称，作为该样品密度文件的名称。软件在测定过程将以该文件名加“.MD”的扩展名作为该样品的密度文件名进行储存，文件存在“物性数据”文件夹内。

- 在“重锤编号”栏内输入重锤编号或在“常数文件”栏内输入常数文件名（不带扩展名）后，单击“读体积”按钮，读入重锤体积，此时在“纯水温度”栏内显示标定重锤时的温度，在“标液密度”栏内显示标定温度下纯水的密度（ g/cm^3 ），在“测锤体积”按钮旁边的栏内显示重锤体积（ cm^3 ）。确认锤体积正确后，可以开始测定样品密度。

- 单击“测定初重”按钮，旁边的栏内开始出现重锤重量，观察重锤重量稳定后，单击“测定”按钮，装置开始自动测定样品密度。开始电炉上升，重锤进入样品中，至完全浸没后，电炉停止上升。延时 2 分钟后电炉开始下降，此时在“最大减重”栏内出现最大减重值（单位：克），在“熔体密度”栏内出现样品密度值（单位：克/毫升）。

- 反复测定样品密度数次，测定值稳定后，单击“存密度”按钮，软件将测定的密度值和样品温度值保存在“物性数据”文件夹中。继续测定数次，将测定的值保存在密度文件中。如果希望测定几个温度下的样品密度，可以调节温度至预定温度恒温后进行测定。

- 测定完成后，单击“测定完成”结束密度测定。

注意事项：

- 如果测定在炉外进行，在进行测定前，应该打开低温液体测定方式。单击“测密度”菜单的“低温测定开始”项，在“液体温度”栏内输入测定样品的温度。此后测定方法同高温熔体密度测定。

- 本装置标准配备钼、石墨重锤，必须在还原性气氛下进行测定。

如果希望在氧化性气氛下测定，可以使用铂重锤或铂球，此时应该在测定仪器常数和测定表面张力时都选择“测密度”菜单的“铂锤”项。铂重锤（或铂球）价格昂贵，需要在订设备时单独声明特殊选订。

■ 测定密度与设备的上升和下降速度有关，测试前，应该调整好装置的升降速度。

■ 测定过程如果发现不正常情况时，可以单击“炉停止”按钮使炉停止升降。然后通过“炉上升”、“炉下降”按钮，调节电炉位置。电炉位置调整好后，可以恢复测定。

3.4 表面张力测定

本系统使用拉环法测定液体的表面张力。测定过程是自动的，由于标定是在常温下进行，表面张力与拉环直径有关，本软件根据拉环材料的热膨胀系数，校正了拉环高温下的直径，保证了测定的表面张力值的准确性。

3.4.1 基本原理

将金属环（或金属筒）水平地放在液面上，然后测定将其拉离液面所需的力。金属环被拉起时，由于表面张力的作用，它将液体也连同带起，至拉起的液体重量与表面张力平衡时，带起的液体重量达到最大值。进一步拉起金属环，拉力超过表面张力的瞬间液体脱落，金属环脱离液体。为环所拉起的液体形状是 R^3/V 和 R/r 的函数，在 R 和 r 一定时，可以认为是常数。表面张力计算公式为：

$$\sigma = \frac{M_{\max} \cdot g}{4 \cdot \pi \cdot R} f\left(\frac{R^3}{V}, \frac{R}{r}\right) = \frac{M_{\max} \cdot g}{4 \cdot \pi \cdot R} \cdot C$$

式中 σ — 熔渣表面张力（ N/m ）；

R — 环的平均半径（ m ）；

r — 环线的半径（ m ）；

M_{\max} — 拉起液体的最大质量（ Kg ）；

g — 重力加速度（ $9.81m/s^2$ ）；

C — 常数；

V — 拉起液体的体积（ m^3 ）。

通过测定拉起已知环直径和环线直径的金属环时带起液体的最大质量，就可以求出该液体的表面张力。为了测定常数 C ，可以通过测定已知表面张力的液体在金属环拉起时的最大质量求得， C 的标定公式如下：

$$C = \frac{4 \cdot \pi \cdot R \cdot \sigma}{M_{\max} \cdot g}$$

式中： σ 为已知标准液体的表面张力，N/M；其余符号同上式。

由于表面张力值与金属环直径有关，测定时应该考虑到高温时金属环的热膨胀。软件根据金属钼和铂的热膨胀系数进行了校正。

3.4.2 常数标定方法

对于测定表面张力用的拉环（筒），在使用前都应该用标准液体进行标定。当使用过程中由于腐蚀等原因使拉环直径变化时，也应该重新进行标定。我们通常采用的标准液体是纯水。标定方法如下：

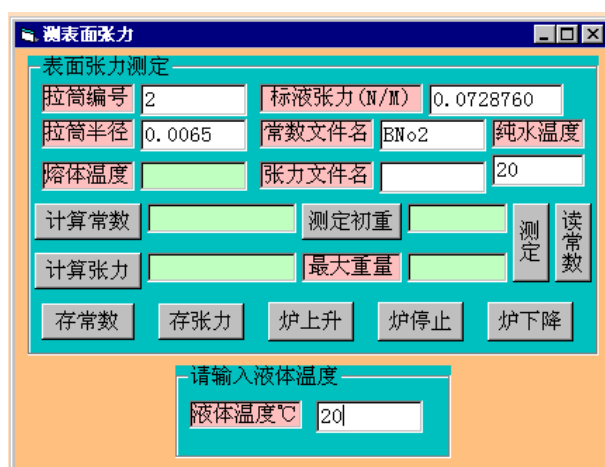


图 11

■ 打开熔体测定仪电源，打开计算机运行本软件。单击主窗口的“测表面张力”菜单的“测定开始”项，此时出现“表面张力测定”窗口，如图 11。

■ 在经过清洗的烧杯中加入纯水，注意烧杯一定要清洗干净，否则纯水中混入杂质会改变其表面张力，使测定的常数不准。将拉筒吊挂在电子天平底部的挂钩上，并使拉筒对准烧杯。打开电子天平，可以看到天平的称重值显示在计算机屏幕上。

■ 在“拉筒编号”旁边的栏中输入拉筒编号，在“拉筒半径”旁边的栏中输入拉筒半径（单位是：米），此时自动生成常数文件名“BNo”加拉筒编号值。

■ 精确测定纯水温度，在“纯水温度”下边的栏中输入纯水的温度，此时在“标液张力(N/M)”旁边的栏中出现标液的表面张力值。单击“低温测定开始”，出现“请输入液体温度”窗口，在窗口中输入纯水温度。

■ 待天平重量稳定后，单击“测定初重”按钮，观察按钮旁边栏内的初重值，稳定后单击“测定”按钮，测定开始自动进行。电炉首先上升，当拉筒与液面刚接触，电炉停止不动；延时 2 分钟后，电炉开始下降，拉筒开始拉起液面，直至将液面拉断，拉筒完全离开液体，此时电炉停止不动，在“最大重量”旁边的栏内显示出最大重量。

■ 单击“计算常数”按钮，程序计算出仪器常数，显示在按钮旁边的栏内。

■ 单击“存常数”按钮，将仪器常数保存在“物性常数”文件夹内。

■ 反复测定几次，直到常数稳定，再次将常数存储在“物性常数”文件夹内。

3.4.3 熔体表面张力测定

■ 接通测试装置的电源，打开计算机运行本软件。

■ 将样品放置在坩埚中置于电炉内，将炉温升至预定的温度恒温。搅拌样品使其均匀。安装好测试用拉筒，打开电子天平。

■ 单击“测表面张力”菜单的“测定开始”项，屏幕出现“测粘度窗口”。在“拉筒编号”栏内输入拉筒编号或在“常数文件名”栏内输入常数文件名称。单击“读常数”按钮，将仪器常数读入计算机，此时，在“拉筒半径”栏内显示该拉筒的半径，在“计算常数”按钮旁边的栏内显示常数值。确定常数值和拉筒半径值正确后，可以开始测定样品的表面张力。

■ 待电子天平显示的重量稳定后，单击“测定初重”按钮，按钮旁边栏内显示拉筒初重。待初重稳定后，单击“测定”按钮，开始自动测

定。电炉首先上升，当拉筒与液面刚接触，电炉停止不动；延时 2 分钟后，电炉开始下降，拉筒开始拉起液面，直至将液面拉断，拉筒完全离开液体，此时电炉停止不动，在“最大重量”旁边的栏内显示出最大重量。在“计算张力”按钮旁边的栏内显示出测定的表面张力值。

■ 反复测定数次直至测定值稳定。在“张力文件名”旁边的栏内输入样品表面张力文件名，单击“存张力”按钮，就样品的表面张力值保存在“物性数据”文件夹内，文件的扩展名是“.BZL”。

■ 测定过程中，炉温自动显示在“熔体温度”旁边的栏内，在存储数据时样品温度同时被保存在表面张力的文件中。

■ 如果是测定常温或不在电炉内的样品的表面张力，渣温（熔体温度）不是样品温度，此时应该进行“低温液体测定”。此时单击“测表面张力”菜单的“低温测定开始”项，在“请输入液体温度”窗口中输入样品温度。其余操作同高温样品测定。

注意事项：

■ 在自动测定过程，电炉上升至拉筒与液面接触后，延时 2 分钟，请耐心等待，延时的目的是使样品与拉筒充分接触，充分润湿。

■ 本装置标准配备钼拉筒，必须在还原性气氛下进行测定。如果希望在氧化性气氛下测定，可以使用铂拉筒，此时应该在测定仪器常数和测定表面张力时都选择“测表面张力”菜单的“铂拉环”项。铂拉环价格昂贵，需要在订设备时单独声明选订。

■ 测定表面张力与设备的上升和下降速度有关，测试前，应该调整好装置的升降速度。

■ 测定过程如果发现不正常情况时，可以单击“炉停止”按钮使炉停止升降。然后通过“炉上升”、“炉下降”按钮，调节电炉位置。电炉位置调整好后，可以恢复测定。

3.5 粘度测定

本系统可以完成熔体降温过程粘度的连续测定、恒温条件下粘度的定点测定以及改变粘度计测试头转速的粘度测定。根据测试装置的性能，测试粘度可以使用的转速范围是 150~450rpm。高转速有利于测定低粘度液体，粘度分辨率可以达到 0.002Pa.s 或更高。低转速有利于测定高粘度液体，最高粘度可以测定到 10Pa.s。

软件设有防止扭矩传感器超负荷自动保护功能，当测定的频率值（反映扭矩大小）超过零点频率值 5000 时（通常频率值在 15000 附近），粘度计会自动停转，停止测定。为了防止测定中断，当液体粘度较大，频率值较高时，应该及时降低粘度计转速。由于本装置粘度常数与转速无关，对于牛顿流体，改变转速不会影响测定的粘度值。

● 粘度计转速控制

通过改变“设定转速”按钮旁的栏内的数字可以改变测试头的转速。具体方法是首先在栏内输入给定的转速，然后单击“设定转速”按钮。在单击“设定转速”按钮前，测试头仍按照以前设定的转速转动。

3.5.1 测定原理

本测试装置采用旋转柱体法测定熔体的粘度。使柱体在盛有液体的静止的同心圆柱形容容器内匀速旋转，此时在柱体和容器壁之间的液体产生了运动，在柱体和容器壁之间形成了速度梯度。由于粘性力的作用，在柱体上将产生一个力矩与其平衡。当液体是牛顿液体且柱体转速恒定时，速度梯度和力矩都是一个恒定值，且符合下边的表达式：

$$M = \frac{4 \cdot \pi \cdot h \cdot \eta \cdot \omega}{\frac{1}{r^2} - \frac{1}{R^2}}$$

式中：r 为柱体的半径；

R 为盛液体的容器半径；

π 为圆周率；

h 为柱体浸入液体之深度；

ω 为柱体转动的角速度；

η 为液体的粘度。

由扭矩传感器精确的测定旋转柱体的扭矩和角速度，则液体的粘度可按下式计算，式中符号同上式。

$$\eta = \frac{\left(\frac{1}{r^2} - \frac{1}{R^2} \right)}{4 \cdot \pi \cdot h} \cdot \frac{M}{\omega}$$

在柱体半径、容器半径和柱体侵入深度都一定时，粘度式可以简化为下式：

$$\eta = K_n \frac{M}{\omega}$$

$$\text{式中： } K_n = \frac{\left(\frac{1}{r^2} - \frac{1}{R^2} \right)}{4 \cdot \pi \cdot h} \text{ 为常数，称粘度常数。}$$

由于柱体端面作用，柱体及容器表面的粗糙程度的影响，实际仪器的粘度常数 K_n 虽然是常数，但表达式较上边给出的还要复杂，通常采用已知粘度的液体进行标定。即在已知转速条件下测定已知粘度液体的扭矩，求出粘度常数 K_n 。本装置粘度常数由下式求得：

$$K_n = \eta_s \cdot \frac{N}{(Pl_s - Pl_0)}$$

式中： η_s 为标准液体的粘度值，Pa.s；

Pl_s 为测定标准液体时的频率值（代表扭矩），Hz；

Pl_0 为零点时测定的频率值（代表扭矩），Hz；

N 为粘度计转速，rpm。

本装置测定的粘度值 η 由下式求得：

$$\eta = K_n \cdot \frac{(Pl - Pl_0)}{N}$$

式中： η 是液体的粘度,Pa.s；

Pl 为测定液体获得的频率值（代表扭矩）， Hz；

Pl_0 为零点时测定的频率值（代表扭矩），Hz；

Kn 是粘度常数；Pa.s • rpm/ Hz；

N 为粘度计转速，rpm。

3.5.2 常数标定方法

粘度常数的标定通常在室温（使用蓖麻油）或恒温水浴（使用标准的液体）中进行。具体方法如下：

■ 使用蓖麻油进行标定

蓖麻油是一种很容易获得的试剂，由于其粘度值稳定，且粘度值与高炉渣接近，过去常常作为标定高炉渣的标准液体。根据其 5~30℃时，

室温范围蓖麻油粘度与温度的关系

温度℃	5	8	10	15	18	20	22	25	28	30
粘度 Pa.s	3.76	2.89	2.418	1.514	1.1625	0.986	0.834	0.651	0.521	0.451

粘度值与温度的关系，可以方便地在室温下标定粘度常数。

文献给出的蓖麻油粘度和温度的关系如上表。使用下边的公式可以获得室温时的蓖麻油粘度，并进行粘度常数的标定。

$$\eta = 5.678734 - 0.445362 * t + 0.012761 * t^2 - 0.0000586737 * t^3 - 0.00000368578 * t^4 + 0.0000000502169 * t^5$$

式中： η 是蓖麻油的粘度，Pa.s ； t 是蓖麻油温度，℃。

● 采用蓖麻油标定粘度常数的方法是：

✧ 启动计算机，运行“新熔体 2.exe”软件。

✧ 单击主窗口的“测粘度”菜单的“开始测粘度”项，此时主窗口屏幕的“频率瞬时值”显示测得的频率值，通常在 9900~10000Hz 范围。

✧ 安装好粘度测试转动机构和测试头。

✧ 在内径 $\Phi 40\text{mm}$ 的坩埚内加入 40mm 高度的蓖麻油。

✧ 准确地使测试头与坩埚同心，且使测试

图 12

头底部距坩埚底 10mm。

- ✧ 单击主窗口的“测粘度”菜单的“测粘度常数”项，此时出现“测定粘度常数”窗口，如图 12。
- ✧ 精确测定蓖麻油温度（精确到 0.1℃），将蓖麻油温度输入到“油温度”栏内，此时“油粘度 Pa.s”栏内显示蓖麻油的粘度值。
- ✧ 确认“设定转速”按钮旁的栏内设定的转速值为 300(rpm)，如果不是，将值设定为 300，然后单击“设定转速”按钮，设定给定转速。
- ✧ 确认“实测频率”栏内的频率值稳定后，单击“测零点”按钮，此时零点频率显示在“测零点”按钮旁的栏内。
- ✧ 单击主窗口粘度计模拟图上扭矩传感器的图标（显示着粘度计转动状态的“停”），粘度计开始旋转，转速逐渐达到约 300rpm。
- ✧ 当“瞬时转速”和“实测转速”都稳定在 300rpm 后，观察“频率瞬时值”和“实测频率”的值都稳定后，频率时间图显示频率值已经是良好直线后，单击“测常数”按钮，此时按钮旁的栏内显示测得的粘度常数值。
- ✧ 单击“存储”按钮，保存粘度常数。
- ✧ 单击主窗口粘度计模拟图上扭矩传感器的图标（显示着粘度计转动状态的“转”），粘度计停止转动。待“实测转速”恢复到 0 后，观察“实测频率”值是否恢复到零点值。待“实测频率”值稳定后，单击“测零点”再次测定零点频率。
- ✧ 单击扭矩传感器的图标使粘度计转动，到“实测频率”值稳定后，再次单击“测常数”，测定粘度常数。
- ✧ 如果粘度常数值稳定，单击“储存”按钮，保存粘度常数值。单击“退出”按钮，完成粘度常数测定。
- ✧ 如果粘度常数不稳定，请确认蓖麻油温度是否变化，坩埚与测试头是否对中，测试头是否摇摆，蓖麻油中是否混入杂物。调整好装置及校准蓖麻油温度后，重复上述测定工作，再次测定粘度常数值，直至粘度常数值稳定。保存测得的粘度常数值后，单击“退

出”按钮，完成粘度常数测定。

■ 使用标准粘度液体标定

近年来，我国各种标准逐渐与国际接轨，粘度标准也同样，室温粘度标定多使用粘度标准液。在采用粘度标准液进行粘度标定时，标定方法基本与使用蓖麻油相同。只是需要将盛标准液的坩埚置于恒温水浴中，保证标准液处于规定的温度。

在测定粘度常数时，不要在“油温度”栏内输入温度值，而是将粘度标准液的粘度值直接输入“油粘度”栏内。其它操作同使用蓖麻油标定粘度常数的方法。

■ 直接输入粘度常数

本软件也可以直接在“输入常数”按钮旁的栏内输入已知测试头的粘度常数，输入后单击“输入常数”按钮，就可以完成粘度常数的输入。

■ 注意事项

粘度常数主要与测试头直径、坩埚内径、测试头浸入深度、测试头端部距底面的距离有关。通常坩埚内径、测试头浸入深度、测试头端部距底面的距离都可以控制恒定，但测试头经过使用，受到腐蚀直径会变小，造成粘度常数变化，此时应该重新标定粘度常数。

测试过程应该注意保证测试头的浸入深度，防止产生误差。

3.5.3 连续降温过程测定粘度的方法

为了获得粘度温度曲线，通常采用在连续降温过程中测定熔体的粘度。测定方法如下：

- 测定粘度的石墨坩埚的规格是 $\Phi 52_{\text{外}} \times \Phi 40_{\text{内}} \times 80\text{mm}$ ，应该保证使样品熔化后的渣层高度为 40mm，根据经验每次使用样品约 140 克。
- 升温前，将石墨坩埚和石墨套筒放入炉内，要保证石墨坩埚盛炉渣部分位于炉子的恒温带内，必要时当炉温升至 400℃ 时开始从炉子的下部通入 Ar 或 N₂ 气进行保护。
- 运行本软件，开始升温。将炉温升到预定的温度后恒温 20 分钟。

对于高炉渣，一般是 1500~1550℃，如果渣粘度较低，可以使用更低的温度，如 1450℃。

- 待样品完全熔化后，用石墨棒搅拌样品并测定熔化的样品高度是否满足 40mm 高。样品过多可以用铁棒粘出，过少可以补加样品。高度满足要求且熔化均匀后，安装好测试头和转杆。点动炉升或炉降按钮使电炉高度满足测试头正好位于坩埚底部。将位移计数器清零，点动炉降按钮使电炉下降 10mm，使测试头位于距坩埚底部 10mm 的位置。
- 单击“测粘度”菜单的“开始测粘度”项，开始测定扭矩传感器测定的频率值。待频率值稳定后（频率值通常在 9800~10000 范围），单击“测粘度”菜单的“测零点”项，此时出现一个“测粘度零点”的小窗口。观察零点频率值稳定后，单击“测定”按钮，测定零点。单击“完成”按钮，完成零点测定。
- 零点测定完成后，单击主窗口粘度计模拟图上扭矩传感器的图标（显示着粘度计转动状态的“停”），使粘度计开始旋转，此时测定结果绘制在“粘度温度图”上。待转动速度给定转速后，单击“测粘度”菜单的“开始记录数据”项，计算机开始记录数据。
- 使炉温按规定速度降温（通常是每分钟降 2℃），直至到达预定的温度或粘度。粘度值较小时，可以使用较高的转速以提高测定精度。当粘度值较大时，可以降低粘度计转速，使粘度计可以测定较高的粘度。测定完成后，单击扭矩传感器图标，停止粘度计转动，单击“测粘度”菜单的“测粘度 OFF(&N)”项，结束粘度测定。
- 单击“测粘度”菜单的“结束记录数据”项，停止记录数据；单击“测粘度”菜单的“存储粘度温度数据”项，将数据保存在文件名为主窗口的试验号的内容的“.ND”文件中，该文件可以在硬盘的“物性数据”文件夹中找到。试验号内容通常由程序根据试验日期自动设定，在保存粘度数据前可以根据需要改变试验号内容，使粘度文件按照自己要求的名称进行保存。

- 当粘度测定过程中，由于粘度过高导致粘度计自动保护而停止转动时，说明该样品粘度在短时间内急剧升高，属短渣。此时显示的粘度值有时还不太高，甚至只有 0.5~0.6Pa.s。产生这种情况的原因是粘度测定的数据经过程序滤波处理，正式显示的数据是滤波处理后的值。为了保证在这种情况下能够保证获得必要的数据，程序在停止测定时保存了最后测定的未经滤波处理数据，包括导致粘度计停转的数据。在粘度计自动停止后，只要单击“测粘度”菜单的“存储粘度温度数据”项，就可以保持这些数据。这些数据保存在粘度数据文件的最后。
- 粘度测定完成后，快速将炉温升高直到样品粘度很低后，取出测试头，完成样品测试。
- 注意事项：
 - ✧ 测定一个样品前，一定要确定其 **试验号**，防止文件名重复，导致以前的文件被覆盖，特别是一天进行多个试验测定时。最好是定期将测定数据从“物性数据”文件夹中移动到其它文件夹中。
 - ✧ 不要忘记单击“开始记录数据”，防止漏记数据。
 - ✧ 不要忘记保存数据。

3.5.4 定点恒温测定方法

定点测粘度的样品的方法与降温测粘度相近，测试方法如下：

- 样品准备同降温测定。
- 将炉温升到预定温度并恒温，样品完全熔化后，用石墨棒搅拌样品。安装好测试头和转杆，准确地使测试头与坩埚同心且距坩埚的底面 10mm。
- 单击“测粘度”菜单的“开始测粘度”项和“定点测粘度 ON”项，此时出现“定点测粘度”窗口，如图 13。

图 13

- 在“渣文件名”处输入该样品的文件名，程序将以该文件名加“.ND”的文件名保存粘度数据。
- 待屏幕显示的频率数稳定后，单击“定点测粘度”窗口的“测零点”按钮。单击扭矩传感器图标，使粘度计测试头旋转。根据需要设定好测试头转速，低粘度渣用高转速，高粘度渣用低转速。待转速和频率数稳定后，单击“确定”按钮和“存储”按钮，测定样品粘度和保存粘度数据。
- 再次测定某点的粘度值时，首先单击扭矩传感器图标，使测试头停止转动。当转速变为零和频率稳定后，单击“测零点”按钮，测定零点频率。此后再次单击扭矩传感器图标，使测试头转动。单击“测定”按钮，使测得的频率值、转速和粘度值显示在“定点测粘度”窗口。当粘度值、转速和频率值稳定后，单击“确定”按钮和“储存”按钮，测定样品粘度和保存粘度数据。
- 为了保证测试数据的准确性，每个温度点可以测定几个值，在测定值稳定后，通过求其平均值来确定样品该温度的粘度值。

3.5.5 变转速测定粘度

当样品熔化后不符合牛顿液体时，液体的粘度与测试头的转速有关，可以通过改变测试头转速的方法测定不同转速下的粘度，求出恒温下样品粘度与转速的关系。测定方法为：

- 与定点测粘度方法相同准备试验样品和升温。
- 样品温度到达预定温度后恒温，搅拌样品使其均匀。

基本测定方法如定点测粘度，只是在测定一次零点后，以不同转速测定同一温度下样品的粘度，每个转速测定后保存一次数据。在不同转速下重复测定数次，最后就可以得到转速与粘度的关系。