

## 一种测试冶金熔体流变特性的方法

吴 铿 潜 伟 储少军 王 颖

北京科技大学冶金学院,北京 100083

**摘 要** 提出了采用可改变转速的高温粘度计,测试冶金熔体中熔渣和熔盐流变特性的方法.这种高温粘度计只对较为普遍采用的高温粘度计进行少量的改进.提出利用这种高温粘度计确定所测熔体的流变参数的方法,并给出修正后的本构方程.

**关键词** 非牛顿流;冶金熔体;本构方程;旋转温粘度计

**分类号** O 373

近年来,采用泡沫渣进行强化冶炼新工艺和生产新兴功能泡沫金属材料发展很快,在这些工艺中出现了很难用牛顿流体的规律来解释的现象<sup>[1~5]</sup>.这大大地促使人们对冶金熔体泡沫化的基理论和进行深入地研究,其中冶金熔体的非牛顿流体流变特性格外引人注目.确定流变学状态方程(本构方程),即剪应力和剪切速率的关系,是流变学(rheology)研究的一个主要内容.冶金熔体在完全熔化时流动性较好,其粘度系数在0.001~0.005 Pa·s之间.关于流动性较好的高温熔体本构方程测定目前尚未见报道.本文是在对高温旋转粘度计进行改进的基础上,采用可变转速的测量方法得到冶金熔体的本构方程.

## 1 实验原理

旋转法的测量粘度是基于浸入流体中的物体(如圆筒、圆锥、圆板、球及其他形状的刚性体)发生旋转,或当这些物体静止而使周围的流体旋转时,它们将受到流体粘性力矩的作用,粘性力矩的大小与流体的粘度成正比.选定某一固定转速可测得该转速流体的表观粘度 $\eta_a$ ,其计算公式为:

$$\eta_a = K \times \Delta t \quad (1)$$

其中, $K$ 为仪器常数; $\Delta t$ 为偏转 $\alpha_1$ 角度所需时间( $\alpha_1$ 为测量时吊丝下端的感应片滞后于吊丝上端的感应片的角度, $\alpha_1 = \omega \cdot \Delta t$ 为角速度).

牛顿流体剪切速率 $D$ 和剪切应力 $\tau$ 的关系曲线,是通过原点的直线,其斜率的大小与流体粘度有关,如图1中的a线.非牛顿流体的粘度是随

剪切速率而变化,即剪切速率和剪切应力的关系曲线不通过原点或通过原点而不是直线,如图1中的其他线所示.显然对于非牛顿流体,其表观粘度 $\eta_a$ 与真实粘度 $\eta$ (或叫微分粘度)是有所区别的,如图2所示.对于不同的剪切速率下的表观粘度是不同的.2种粘度的表达式分别如下所示:

$$\eta_a = \operatorname{tg} \alpha = \tau_i / D_i \quad (2)$$

$$\eta = \operatorname{tg} \theta = (d\tau / dD)|_{D=D_i} \quad (3)$$

式中, $i$ 表示关系曲线中任意一点.

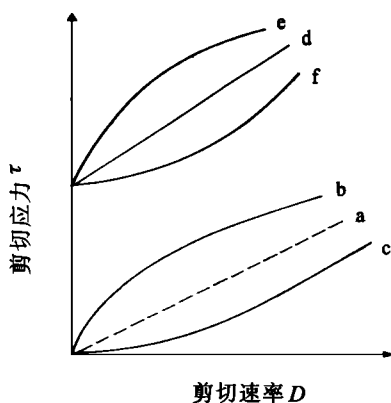


图1 牛顿液体(曲线a)和非牛顿液体的流变特性曲线

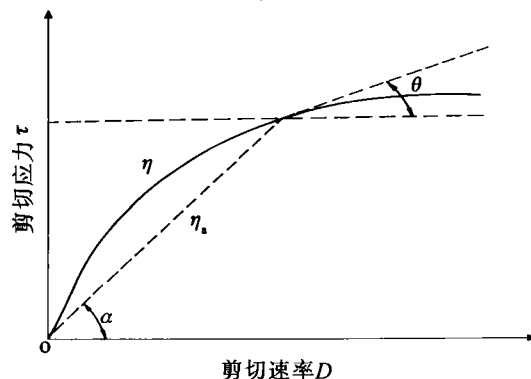


图2 表观粘度和实际粘度的关系图

内旋转法测量熔体的流变曲线,是将未知流变特性的熔体先按牛顿流体处理,在某一固定转速下可测得该转速熔体的表观粘度(见公式 1)。在旋转法测量粘度中,旋转运动产生的剪切速率只是转速和容器尺寸(坩埚和测头)的函数<sup>[6]</sup>。容器的尺寸确定后它仅与转速有关;然后根据不同的转速,可求得不同的剪切速率。实际在测得 $\Delta t$ 值后,又已知仪器常数 $K$ 值的情况下,由公式(3)可求得这一转速下的 $\eta_a$ 值。根据公式(2)可求得 $\tau_r$ 值;再根据不同 $D$ 值的 $\tau$ 值,作出流体的 $\tau$ - $D$ 曲线,即流体的流变特性曲线,进而求出流体的本构方程。按牛顿流体的定义可判断熔体是否为牛顿流体。根据本构方程的形式和 $D$ 的指数 $n$ 的大于或小于1,进而判断为哪类非牛顿流体。

严格来讲,采用按牛顿流体处理方法测出的非牛顿流体的表观粘度与真实粘度是存在少许的差别的。粘性流体的偏差系数可由有关的文献进行计算<sup>[6]</sup>。偏差系数仅与测头直径和坩埚内径有关,如果两者越接近,其偏差系数越接近于1,测试精度越高。判断由实验得到本构方程的形式和 $D$ 的指数 $n$ ,用来确定是否为非粘度流体。因此,研究高温非牛顿流体流变特性的问题就转换成了所熟悉的普通高温旋转法测量流体粘度的问题。

## 2 实验装置

将普通高温旋转式粘度计原有的固定转速系统改成变速系统。变速系统包括一个步进式电动机和与其配套的电机控制器。步进式电机由北京微电机厂生产,型号7DBFI-3,额定电压27V,额定电流3A,步距角为3/15;一套湖南冷水江无线电一厂生产的BK-5型步进式电机控制器。采用步进式电机进行调速,可获得不因负载大小而变的稳定转速,根据本实验所需,选定调速范围

表1 调速范围

档次序号	每转时间 s	转速 $r \cdot \text{min}^{-1}$	脉冲测速 $r \cdot \text{min}^{-1}$	旋转角速度 $\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$
1	88.762	0.676	0.677	0.071
2	73.689	0.814	0.812	0.085
3	22.630	2.651	2.649	0.278
4	12.319	4.870	4.879	0.510
5	8.867	6.767	6.923	0.708
6	8.285	7.247	7.190	0.758
7	2.929	20.846	20.591	2.145
8	2.669	22.480	22.634	2.354

可分为8个档次,分别用电动机脉冲显示和感应计时器测得电机转速,并计算出旋转角速度,如表1示,得调速精度为0.998。

测杆和测头是本实验的消耗件,采用石墨测杆和测头,测头的尺寸为圆柱型 $20 \times \phi 8 \text{ mm}$ 测杆长度主要根据炉膛尺寸来确定;测头要求表面平滑,不能有明显的裂痕和缺陷。

## 3 仪器常数和系统误差

实验选用高温粘度计的常温标定法。采用中国计量科学研究所的一级粘度标准油 $40^\#$ , $100^\#$ ,和 $1000^\#$ 3种,其动力粘度值分别为0.034 47,0.086 81和0.951 8 Pa·s。表2给出了在不同转速下所测量的仪器常数值和时间差。时间差 $\Delta t = t - t_0$ , $t$ 为测量不同标准油时感应计时器的读数, $t_0$ 为空转条件下的读数。

表2 仪器常数 $K$ 和时间差 $\Delta t$

仪器转 速档次	40 <sup>#</sup> 标准油		100 <sup>#</sup> 标准油		1000 <sup>#</sup> 标准		仪器常 数 $K$
	$\Delta t_1/s$	$K_1$	$\Delta t_2/s$	$K_2$	$\Delta t_3/s$	$K_3$	
1	0.097	3.554	0.221	3.983	2.491	3.821	3.768
2	0.104	3.314	0.227	3.824	2.545	3.740	3.626
3	0.095	3.628	0.203	4.276	2.512	3.789	3.898
4	0.110	3.134	0.226	3.841	2.609	3.651	3.542
5	0.111	3.105	0.233	3.721	2.635	3.614	3.480
6	0.108	3.192	0.213	4.076	2.346	4.057	3.775
7	0.083	4.154	0.193	4.498	2.283	4.169	4.273
8	0.089	3.873	0.208	4.174	2.169	4.388	4.145

根据多组实验数据的统计,所得数据的平均方差 $\sigma$ 为0.013 5,说明本实验装置的可靠性是较好的。从表中可见,在转数较大的情况下(7和8档的转速), $K$ 值与其他较小转速的(1~6档转速的)相差较大,这是由于7和8档的转速非常接近产生湍流的极限速度的缘故。

内旋式的高温粘度计,因内侧流体受离心力作用产生径向流动,易产生湍流。Couette通过研究给出了由其层流转为湍流的极限雷诺数 $Re_{lim}$ 和它与容器尺寸(液体的物性和旋转速度的计算公式<sup>[6]</sup>。将本实验的已知条件代入Couette的公式进行计算,可得到极限角速度 $\omega_{lim} = 2.423 \text{ rad/s}$ ,即极限旋转速度 $n_{lim} = 23.147 \text{ r/min}$ ,此值接近于第7和8档的转速,这也解释了在此转速条件下,能够出现因熔体的湍流现象而使测出的仪器常数 $K$ 值偏高。考虑到流体的层流和湍流之间存在一个过渡区,为避免测量过程中发生湍流现

象, 试验时选择1~6 档的转速.

末端效应是由于内转子上下端的液体作用于圆筒端的附加粘性力矩而产生, 其效果相当于内圆筒延长了 $\Delta h$ 的长度, 它的大小与内筒的浸入深度、内外筒的底距、内筒直径、内外筒间隙、液体的粘度等有关. 如能保证转子与坩埚底距在1~2 cm 以上, 选用合适的几何形状的转子, 末端效应产生的附加力矩都非常小, 可以包括在仪器常数中.

液面至转子顶部的距离如果有变化, 转子上面的液体产生的附加力矩也有不同, 会给测量带来误差; 一般利用立杆的标尺来控制转子插入液面的深度, 测量误差为 2 mm. 坩埚由于放置的位置有误差, 加上转子的定位误差, 使得坩埚与转子产生偏心现象. 本实验的最大偏心度为 3 mm, 能带来 0.5% 的误差. 此外, 旋转轴的摩擦和热膨胀带来的误差等都可归入仪器常数  $K$  值中.

测量的系统误差可分为两类: 一类是由前面测量标准油粘度时所得的标准方差 $\sigma$ 值可知的随机不确定度; 另一类即系统不确定度, 包括粘度计或标准油的误差、计时设备的误差等. 表 3 给出了测量流变特性系统误差分析情况, 测温系统的误差是由所用高温炉决定的. 测定熔渣和熔盐的系统总体最大误差分别为  $\pm 3.975\%$  和  $\pm 4.02\%$ .

表3 测量系统误差分析

误差来源	绝对误差	相对误差/%
标准油	—	0.00
计时设备	0.001 s	$\pm 0.5$
液面位置	2 mm	$\pm 1.0$
偏心度	3 mm	$\pm 0.5$
$K$ 值的随机度	—	$\pm 1.35$
熔渣测温系统	10℃	$\pm 0.625$
熔盐测温系统	6℃	$\pm 0.67$

### 4 测试试验

冶金熔渣的试验是在高温钼丝炉内进行的, 其刚玉管的直径为 65 mm, 恒温带长约 60 mm,  $\pm 3^\circ\text{C}$ . 控温仪采用 JWT-702 和双铂铑的热电偶, 总体控温精度如表 3 所示. 坩埚为石墨坩埚, 其内径为 4 cm, 高为 12 cm. 为防止石墨与炉渣中的氧化物发生反应, 采用内衬钼片的方法, 钼片的厚度为 0.10 mm. 垫钼片一定要保证坩埚周壁和底的严实性, 以防止出现氧化萎缩现象. 炉内管通氩气保护, 通过预试验发现使用后的钼片衬和坩

埚完好, 可见内衬钼片的方法切实可行.

熔渣成分为 37.2%CaO-33.8%SiO<sub>2</sub>-18%MgO-11%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 由分析纯化学试剂配制而成. 入炉前熔渣都要烘烤干燥 (温度为 130℃), 然后放入干燥皿中, 实验时取出称量. 实验采用粒度为 200 目和 3 mm 的焦炭作为添加剂, 每包重 0.5 g 并用锡箔纸包好.

熔盐为无水硼酸盐 Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>, CaO 为添加物. 试验在 SG2A 电阻炉中进行, 控温仪是 TDW 系列 2001 型和双铂铑热电偶, 总体控温精度为表 3 所示. 采用熔渣试验相同的石墨坩埚 (无钼片内衬) 和同样的测量粘度设备.

将试样从干燥器中取出, 称量 120 g 干料; 先将内衬坩埚装满, 待升温化清第 1 批料后, 用预热过的刚玉管将剩余的渣料加入, 升温至试样温度均匀. 当坩埚中静态熔体高度为 4 cm 时, 将粘度计的测头降下, 浸入熔体中且和坩埚底保持 2 cm 的距离, 并且保证坩埚与测杆同轴. 启动粘度测量系统的调速电机, 使测头保持恒定旋转, 测出不同转速下的上下感应片时间差 $\Delta t$  每隔 5 min 测量 1 组时间差的数据, 共作 3 组. 换用不同的转速档次, 重复上述操作. 按实验方案要求进行上述测量.

### 5 试验结果和数据处理

熔渣和硼酸盐熔体的试验温度和添加物如表 4 所示. 将测定结果作出  $\tau$ - $D$  对数曲线, 并由此回归得到对数形式的本构方程 (试验).  $\ln\tau = A + n\ln D^n$ , 相关系数在 0.988~0.999 之间或指数形式,  $\tau = AD^n$  的本构方程 (试验). 方程为幂律型, 表明试验中的熔体都为粘性流体. 本构方程列于表 4.

从所得本构方程的形式可知, 熔渣为粘性流体. 对于粘性流体, 在剪切速率  $D$  很小或很大时熔体会表现出牛顿流体的特性<sup>[6]</sup>. 为避免测量过程中发生湍流现象, 没有选择剪切速率很大转速进行测量, 实验中  $D$  的值为最大为 (2.008 s<sup>-1</sup>). 表 4 给出相对误差是由实验所得到本构方程中的  $\tau$  值与所对应的本构方程  $D$  的指数  $n$  为 1 时  $\tau$  值的相对误差. 计算公式为:  $[(D^n - D^{1.000})/D^{1.000}] \times 100\%$ , ( $D$  值取 2.008 s<sup>-1</sup>).

表 4 中序号 1 和 2 的本构方程与牛顿流体的相对误差分别为 3.40% 和 1.62%, 均小于测试过程系统最大可能误差  $\pm 3.975\%$ ; 序号 5 和 6 的相

表4 熔渣和熔盐的本构方程

序号	试样	温度/℃	添加剂	本构方程(试验)	相对误差/%	本构方程(修正后)
1	熔渣	1 550	不加	$\tau = 0.2069 D^{1.048}$	3.40	$\tau = 0.2069 D^{1.000}$
2	熔渣	1 500	不加	$\tau = 0.3140 D^{0.977}$	1.62	$\tau = 0.3140 D^{1.000}$
3	熔渣	1 500	3 mm焦	$\tau = 0.3743 D^{0.869}$	9.56	$\tau = 0.3743 D^{0.869}$
4	熔渣	1 500	200目焦	$\tau = 0.7228 D^{0.709}$	15.04	$\tau = 0.7228 D^{0.709}$
5	熔盐	900	不加	$\tau = 0.7582 D^{0.986}$	0.97	$\tau = 0.7582 D^{1.000}$
6	熔盐	900	16.7CaO%(摩尔分数)	$\tau = 0.3635 D^{0.978}$	1.56	$\tau = 0.3635 D^{1.000}$

对误差分别为 0.97% 和 1.56%，均小于系统的最大可能误差  $\pm 4.02\%$ 。可以认为这些序号所对应熔体为牛顿流体，即将所对应的本构方程的  $n$  值修正为 1.000。而序号 2 和 3 所对应的相对误差都大于系统的最大可能误差的值，所以这些熔体为非牛顿流体。

对于牛顿流体因其本构方程的  $n$  值为 1，其表观粘度即为实际粘度。表 4 中序号 2 的熔渣实测的粘度为  $0.314 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ，从文献所给出的该条件下的粘度值为  $0.41 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ，两者非常接近；纯  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  熔体在  $900^\circ\text{C}$  时所测的粘度为  $0.759 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ，这与 Kaiura 等人所测定的数据 ( $1 \sim 2 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ) 接近<sup>[7]</sup>。随着熔体中碱性氧化物 CaO 含量不断增加，其粘度值下降，这与 Shartsis 和 Dimitrev 等人研究  $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3$  和  $\text{BaO}-\text{B}_2\text{O}_3$  熔体的性质的结果相似<sup>[8]</sup>。上述结果表明本实验方法具有较高的可靠性。

## 7 结论

将较为普遍的定转数高温旋转粘度计改造成可变转数，可以测定在高温下流动性能较好的

冶金熔体的本构方程。试验所测定熔渣和熔盐的结果与前人吻合得很好，证明此试验方法是可行和可信的。

## 参 考 文 献

- 1 吴铿, 潜伟, 储少军, 等. 制备泡沫铝时增粘过程的基础研究. 中国有色金属学报(材料科学与工程专辑), 1998(8): 80
- 2 潜伟, 吴铿, 储少军, 等. 搅拌扭矩研究熔融铝合金的流变特性. 北京科技大学报, 1998, 20(1): 27
- 3 储少军, 牛强, 吴铿, 等. 冶金熔体泡沫分类的研究. 化工冶金, 1998, 19(2): 179
- 4 吴铿, 潜伟, 储少军, 等. 冶金熔体流变性与泡沫化的关系及泡沫冶金的概念. 中国稀土学报, 1998, 16(8): 599
- 5 储少军, 王颖, 吴铿, 等. 硼酸盐熔体发泡行为的研究. 金属学报, 1998, 34(8): 875
- 6 陈惠钊. 粘度测量. 北京: 中国计量出版社, 1994
- 7 Kaiura G H, Toguri J M. The Viscosity and Structure of Sodium Borte Melts. Phys Chem Glass, 1976, 17: 62
- 8 Dimitriev Y. Phase Separation in Tullurite Glassforming Systems Containg  $\text{Be}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{CaO}$   $\text{NiO}$  and  $\text{CdO}$ . J Mater Sci, 1981, 16: 3045

## Measurement Method for Rheological Characteristic of Metallurgical Melt

Wu Keng, Qian Wei, Chu Shaojun, Wang Yin

Metallurgy School, UST Beijing, Beijing 100083, China

**ABSTRACT** A measurement method for the rheological characteristic of metallurgical melt by means of a modified rotational viscometer with variable speed used at high temperature was proposed. The rheological characteristic of molten slag measured with the modified viscometer has been investigated. Therefore, revisory method of the rheological parameters has been put forward and the revisory constitutive equations have also been carried out.

**KEY WORDS** non-newtonial fluid; measurement method; metallurgical melt; constitutive equation; rotational viscometer