



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX/ISO 2431:2019

代替 GB/T 6753.4-1998

色漆和清漆 用流出杯测定流出时间

Paints and varnishes—Determination of flow time by use of flow cups

(ISO 2431:2019, IDT)

(征求意见稿)

(本草案完成时间：2024.6.27)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 6753.4—1998《色漆和清漆 用流出杯测定流出时间》，与GB/T 6753.4—1998相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了温度条件（见第4章，1998年版的第4章）；
- b) 更改了校准曲线，更改了流出杯的测量范围和流出时间与运动黏度的换算（见第5章；1998年版的第5章）；
- c) 删除了秒表或其他适用的计时器的精度要求（见5.2.5；1998年版的5.2.5）；
- d) 增加了试验结果的标识（见第8章）；
- e) 更改了附录A（见附录A；1998年版的第5章）；

本文件等同采用ISO 2431:2019《色漆和清漆 用流出杯测定流出时间》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业协会联合会提出。

本文件由全国涂料和颜料标准化技术委员会（SAC/TC5）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——1998年首次发布为GB/T 6753.4—1986，1998年第一次修订；

——本次为第二次修订。

色漆和清漆 用流出杯测定流出时间

1 范围

本文件描述了一种测定色漆、清漆和相关产品流出时间的方法，这种方法能用于控制黏度。

本文件规定了尺寸相似而流出孔径分别为3mm、4mm、5mm和6mm的四种流出杯，并提供了两种检查流出杯磨损的方法（见附录A）。

本文件不包含带可更换流出孔的流出杯，因为流出孔材料不满足试验要求的公差。

本文件不包含常用的浸入式流出杯。

注：由于这种流出杯的制造公差大于本文件中规定的流出杯的制造公差，用浸入式流出杯获得流出时间的精度低于用本文件中规定的流出杯获得流出时间的精度（见第9章）。

本文件描述的方法适用于可准确判定自流出杯的流出孔流出的液流断点的试验材料。由于减速效应的影响，对于流出时间接近测试范围上限（100s）的材料，断点难以判定和再现。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 1513 色漆和清漆 试样的检查和制备（Paints and varnishes—Examination and preparation of test samples）

注：GB/T 20777—2006 色漆和清漆 试样的检查和制备（ISO 1513:1992, IDT）。

ISO 4618 色漆和清漆 术语和定义（Paints and varnishes—Terms and definitions）

注：GB/T 5206—2015 色漆和清漆 术语和定义（ISO 4618:2014, IDT）。

ISO 15528 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样（Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes—Sampling）

注：GB/T 3186—2006 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样（ISO 15528:2000, IDT）。

3 术语和定义

ISO 4618界定的术语和定义适用于本文件。

ISO和IEC在以下地址维护用于标准化工作的术语数据库：

——ISO在线浏览平台：可从<https://www.iso.org/obp>获取；

——IEC电工百科：可从<http://www.electropedia.org/>获取。

3.1

流出时间 flow time

t

受试材料自装满的流出杯开始流出的一瞬间至接近流出孔处材料流束最初中断的一瞬间所经过的时间。

3.2

牛顿型流动 Newtonian flow

剪切黏度与剪切速率、剪切应力和时间无关的特性。

3.3

非牛顿型流动 non-Newtonian flow

剪切黏度取决于剪切速率和剪切应力，或剪切速率、剪切应力和时间的特性。

3.4

运动黏度 kinematic viscosity

ν

剪切黏度与液体密度的比值。

注：运动黏度 ν 的单位是平方米每秒 (m^2/s)。

4 温度条件

温度和湿度是影响试验结果的重要因素。偏离规定的要求可能导致结果不可比较。但是相关方可以就替代参数进行商定，并在报告中注明。

温度对流出时间的影响，对施工性影响是非常明显的，并随产品的类型而改变。

本文件中规定试验温度为 $(23.0 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ ，该温度仅供参考。由于实际的温度条件，在一些其他商定的温度（如 25°C ）下进行对比试验，试验可能会更便利（见附录B）。

为控制流出时间，应将试样和流出杯调节至规定或商定的温度，并且应保证测试期间温度变化不超过 0.5°C 。流出杯应放置在不气流的地方测试。

如测试是在通风柜中进行的，且吸风口未关闭，应在测试报告中注明。

5 仪器

5.1 流出杯

5.1.1 尺寸

ISO 流出杯的尺寸及制造中所允许的公差应如图 1 所示。

注：要求最严格的公差是流出杯的流出孔内径，因为流出时间与该尺寸（内径）的四次方成反比。

5.1.2 材料

流出杯的流出孔应由不锈钢或硬质合金制成，杯体应由耐腐蚀和不受试验材料影响的材质制成。

5.1.3 结构

如壁厚等未规定的尺寸，流出杯在使用过程中不应发生形变。流出杯外形最好如图1所示。但为使用或制造上的方便，可作适当调整，前提是通过外部保护套尽可能的防止流出孔意外损坏，该保护套不应紧邻流出孔，以防止毛细作用发生。

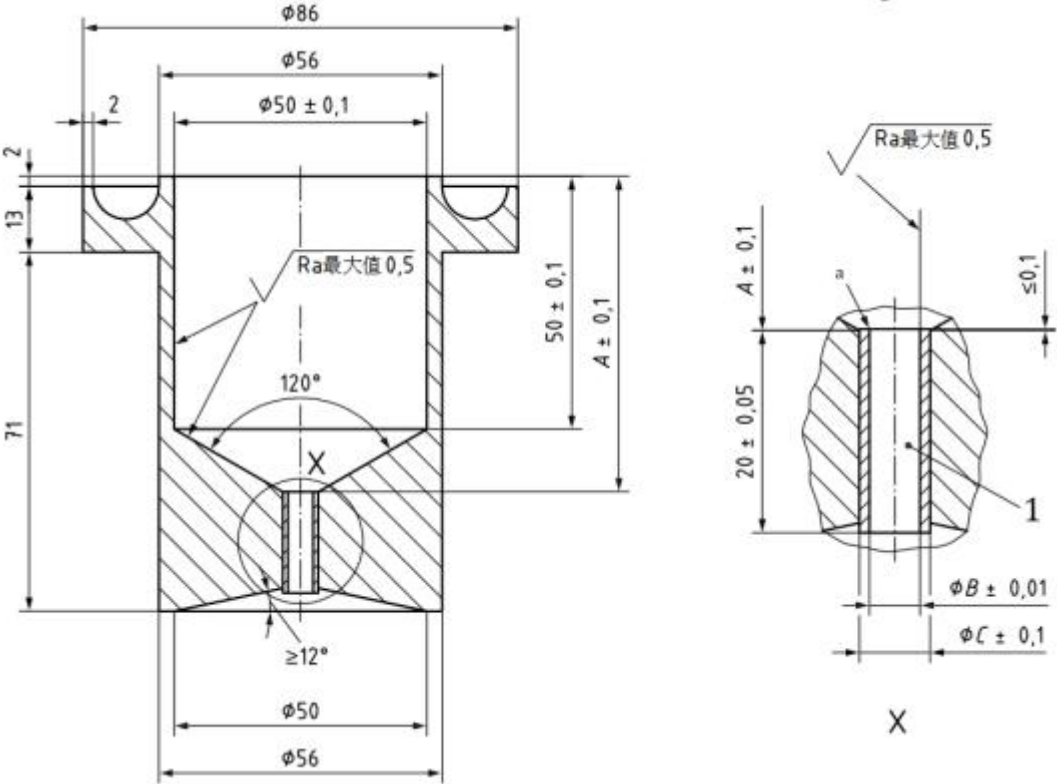
优先选用具有温度控制夹套的流出杯。

5.1.4 光洁度

流出杯（包括流出孔）的内表面应当光滑，没有切削痕迹、裂缝、突出部分和毛刺，因为这些会引起不规则流出、样品或清洗材料残留。

所要求的光洁度标准相当于最大粗糙度Ra不超过0.5 μm（如ISO 4287中规定）。

单位为毫米
粗糙度单位为微米



标引序号说明：
1——流出孔；
a——边缘（无圆角）。

尺寸	给定流出杯的值 ^b			
	3mm (No 3) 流出杯	4mm (No 4) 流出杯	5mm (No 5) 流出杯	6mm (No 6) 流出杯
A	63	62.7	62.4	62.1
B	3	4	5	6
C	5	6	7	8

^b公差见流出嘴的放大截面图。

图 1 流出杯示意图

5.1.5 测量范围

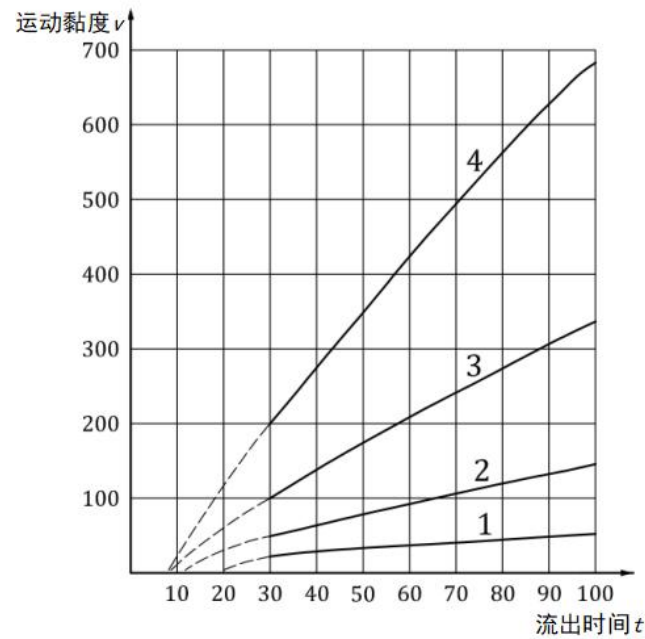
流出杯应在表1给出的测量范围内使用。只有在这个范围内才可获得有效的数据。此外，流出时间和运动黏度的换算应采用表1中给出的公式进行计算。

表 1 流出杯的测量范围和流出时间与运动黏度的换算

流出杯	流出时间 t (s)	运动黏度 ν (mm^2/s)	测量范围 (s)
No 3	$t = \frac{\nu}{0.89} + \sqrt{451.5 + \left(\frac{\nu}{0.89}\right)^2}$	$\nu = 0.443 \times t - \frac{200}{t}$	$30 \leq t \leq 100$
No 4	$t = \frac{\nu}{2.74} + \sqrt{146.0 + \left(\frac{\nu}{2.74}\right)^2}$	$\nu = 1.37 \times t - \frac{200}{t}$	$30 \leq t \leq 100$
No 5	$t = \frac{\nu}{6.56} + \sqrt{67.1 + \left(\frac{\nu}{6.56}\right)^2}$	$\nu = 3.28 \times t - \frac{200}{t}$	$30 \leq t \leq 100$
No 6	$t = \frac{\nu}{13.8} + \sqrt{82.6 + \left(\frac{\nu}{13.8}\right)^2}$	$\nu = 6.90 \times t - \frac{570}{t}$	$30 \leq t \leq 100$

对应的表1中给出的公式曲线见图2。

注：曲线仅供参考。



标引序号说明：

1——3mm流出杯；

2——4mm流出杯；

3——5mm流出杯；

4——6mm流出杯；

t ——流出时间，s；

ν ——运动黏度， mm^2/s 。

图 2 3mm、4mm、5mm 和 6mm 流出杯的变换曲线

5.1.6 标志

每一个流出杯都应有下列永久性、清楚的标号：

- a) 流出杯的名称：ISO 2431 流出杯 3 号、4 号、5 号或 6 号；
- b) 制造厂识别号；
- c) 制造厂名称或商标。

5.1.7 流出杯的维护和检查

流出杯在使用后、试样变干之前，应立即用适宜的溶剂对其进行清洗。决不能使用金属清理工具或金属丝进行清洗。如果流出孔被干沉积物沾污，应用适宜的溶剂使之变软，再仔细清洗，例如用软布穿过流出孔拉擦清洗。

使用一种附录A中规定的方法定期检查流出杯的磨损情况。

5.2 辅助器具

5.2.1 温度计：分度为 0.2℃或更小。

5.2.2 支架：用于放置流出杯，并装有调节水平的螺丝。

5.2.3 水平仪：最好是圆形。

5.2.4 带圆边玻璃或直边刮板。

5.2.5 秒表或其他适用的计时器：分度为 0.2s 或更小。

5.2.6 控温室或控温箱：可使流出杯和试样保持在规定或推荐的恒定温度（见第 4 章）。

注：如果流出杯具有控温夹套，就不需要控温室或控温箱。

6 取样

按ISO 15528中的规定取待测试材料的代表性样品。按ISO 1513中的规定，检查和制备试验样品。150mL试样足以进行一次测试。材料务必充分混匀，同时应避免溶剂的挥发损失。

7 操作步骤

7.1 牛顿型流动的初步检查

7.1.1 选择某一标号的流出杯，使其对于受试材料能得到 30s~100s 之间的流出时间。

7.1.2 按 7.2 的规定测定流出时间。

7.1.3 重复进行测定，但这次应使材料在流出杯中保持 60s 后松开堵住流出孔的手指（见 7.2.4）。

7.1.4 如果第二次结果与第一次结果之差大于 10%，则应认为该材料是非牛顿型的，因而不适宜用本方法来控制黏度。

7.2 流出时间的测定

7.2.1 流出杯的选择

选择某一标号的流出杯，使其对于受试材料能得到30s~100s之间的流出时间。

7.2.2 温度的调节

将样品和流出杯的温度调节至 $(23.0 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 或另一商定的温度（见第4章）。

如果使用控温箱（5.2.6），在使用前将流出杯和样品放入控温箱中进行调节。

当准备过程中产生的所有气泡都消散后，则认为样品已准备好可立即进行测试。在充灌流出杯之前，进行最后一次检查，确保样品的温度在约定的测试温度 0.5°C 以内。

7.2.3 流出杯的准备

将流出杯放在支架（5.2.2）上，置于无气流处，用水平仪（5.2.3）和调节支架的水平螺丝，确保流出杯的上边缘处于水平位置。

7.2.4 充灌流出杯

用一手指堵住流出杯的孔，将搅拌均匀后的无气泡试样，缓慢灌入流出杯，以避免产生气泡。若有起泡形成则使其浮至表面，然后除去。

注：如果流出杯已调整呈水平状态，样品就会均匀地经边缘溢流至沟槽中。

用直边刮板（5.2.4）沿流出杯上边缘平刮；或者用带圆边玻璃（5.2.4）（使之不会在玻璃或试样表面之间产生气泡）滑过整个边缘来除去所形成的半月面，水平地将玻璃板拉过流出杯的边缘，使试样的水平面与流出杯的上边缘处于同一水平位置，即可进行测定。

7.2.5 流出时间的测定

将一适宜的容器放在流出杯下方，与流出孔距离应不小于100 mm。移开手指时，同时启动计时器（5.2.5）。待流出孔的流束首次中断时就立即停止计时器，记录流出时间，精确至0.5s。

7.2.6 重复测定

对另一份试样进行第二次测定，并仔细检查试验温度是否在规定范围内。记录流出时间，精确至0.5s。计算两次测定的平均值。

如果两次测定值之差大于5%，则进行第三次测定。如果第三次测定值和前两次测定值任何一次之差小于等于平均值5%，则舍弃超过要求的一次测定值，计算两次可接受测定值的平均值作为结果。

如果第三次测定仍不能得到符合要求的测定值，则是由于该样品具有非牛顿型流动的特性而不适用于本方法，应考虑使用别的试验方法，如用旋转黏度计测定黏度。

8 试验结果的标识

按如下给出的标识代码来表示试验结果。

如果做了这样的标记，应包括对本文件的引用，所使用的流出杯的编号和流出时间，单位为秒。例如：

GB/T XXXX-5-65

其中：

GB/T XXXX——本文件的编号；

5——使用流出杯的编号；

65——流出时间，单位为秒。

9 精密度

9.1 总则

按ISO 5725-2中的要求，计划并实施了实验室间的测试，并对结果进行了评估。11家实验室参加了测试。液体测试使用4mm和6mm的流出杯。除使用6mm流出杯测试的清漆外，液体均显示牛顿型流动特性。当使用6mm流出杯测试时，清漆的流动特性接近牛顿型，但是，当在7.1中规定的初步检查进行过程中，第二个结果与第一个结果相差没有超过10%（见7.1.4）。

9.2 重复性限 r

由同一操作者在同一实验室中，对同一材料使用标准试验方法，在短时间间隔内得到的两个单一试验结果（每一结果均是一式两份试样平行测定的平均值）之差的绝对值不超过2s时，可预期其概率为95%。结果详情见表2。

表2 重复性限 r

试验液	空孔直径 (mm)	流出时间平均值 (s)	重复性限 r (s)
机油	4	55	1.7
基于有机溶剂的清漆	4	56	1.7
机油	6	60	2.6
基于有机溶剂的清漆	6	43	1.7

9.3 再现性限 R

由不同的操作者在不同的实验室中，对同一材料使用标准试验方法得到的两个单一试验结果（每一结果均是一式两份试样平行测定的平均值）之差的绝对值，对于4mm流出杯，不超过3s，对于6mm流出杯，不超过6s时，可预期其概率为95%。

结果详情见表3。

表3 再现性限 R

试验液	空孔直径 (mm)	流出时间平均值 (s)	再现性限 R (s)
机油	4	55	2.2
基于有机溶剂的清漆	4	56	3.2
机油	6	60	3.9
基于有机溶剂的清漆	6	43	5.5

10 实验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- 识别受试产品所需要的全部细节；
- 注明本文件编号（GB/T XXXX—XXXX）和所采用流出杯的规格（3号、4号、5号或6号）；
- 所用流出杯制造厂的识别号；
- 试验温度；

- e) 流出时间（对于仲裁试验，还应报告出每个测定值）；
- f) 因商定的或其他原因造成的与本试验程序的任何不同之处；
- g) 试验过程中观察到的异常现象；
- h) 试验日期。

附 录 A (规范性) 检查流出杯的磨损情况

A.1 总则

为了监测磨损情况，应在规定的时间间隔内，用以下两种方法中的一种定期检查流出杯，例如每六个月检查一次。在方法A中，通过使用有证参考物质(CRM)或参考物质(RM)来检查流出杯(见ISO Guide 30)。在方法B中，通过已经检定的流出杯来检查流出杯。

A.2 标准要求

A.2.1 有证参考物质(CRM)，由已知运动黏度和已知保质期的标准牛顿油组成。

A.2.2 参考物质(RM)，包括例如商用发动机机油或其他物质，其运动黏度通过至少三次测试代表性子样本来确定，使用之前使用CRM验证的仪器，对结果进行统计分析，并在去除任何异常值后，计算结果的算术平均值。

将参考物质储存在温度不超过10℃的容器中，避免阳光直射，保持参考物质的完整性。

参考物质最多可使用三次。然后应对其进行处理，并静置去挥发物至少3h。

A.2.3 流出杯，经检定的。

A.3 方法A——通过有证参考物质(CRM)或参考物质(RM)进行检查

在(23±0.2)℃条件下，用已知运动粘度的有证参考物质(CRM)或参考物质(RM)来检查一个特定的流出杯。对于相关的流出杯，选择流出时间在30s~100s之间的有证参考物质(CRM)或参考物质(RM)，最好接近该范围的中点。

在(23±0.2)℃的温度下调节有证参考物质(CRM)或参考物质(RM)以及待检查的流出杯至少2h。按照第7章规定的程序，测定有证参考物质(CRM)或参考物质(RM)的流出时间，精确至0.2s。

平行测定三次。计算三次结果的平均值，并使用表1中的适当公式计算流出杯给出的液体运动黏度。用公式(A.1)计算已检定黏度和测量黏度之间的偏差：

$$\Delta v = \frac{(v_m - v_{ce}) \times 100}{v_{ce}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

Δv ——已检定黏度和测量黏度之间的偏差，%；

v_m ——根据测量的流出时间计算的黏度，单位为平方毫米每秒(mm²/s)；

v_{ce} ——有证参考物质(CRM)或参考物质(RM)的黏度，单位为平方毫米每秒(mm²/s)。

如果计算得到的运动黏度的两个值相差不超过3%，则认为流出杯满足使用要求。

注：使用参考物质(RM)时，无需计算运动黏度，测量的流出时间可以直接用于计算偏差，用 Δt 表示[见公式(A.2)]。

A.4 方法B——使用经过检定的流出杯进行检查

检查一个特定的流出杯，使用相同型号经检定的参考流出杯。对于相关的流出杯，选择流出时间在30s~100s之间的参考物质(RM)，最好接近该范围的中点。

将经检定的参考流出杯、待检查的流出杯和参考物质(RM)置于温度在20℃和25℃之间的温控室中至少2h。在此调节和随后的流出时间测量过程中,温度应保持恒定在±0.2℃的范围内。按照第7章规定的程序,测定参考物质(RM)的流出时间,精确到0.2s。

平行测定三次。计算三次结果的平均值。

用公式(A.2)计算经检定参考流出杯给出的流出时间与被检查流出杯给出的流出时间之间的偏差:

$$\Delta t = \frac{(t_{ch} - t_{ce}) \times 100}{t_{ce}} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

Δt ——经检定流出杯给出的流出时间与被检查流出杯给出的流出时间之间的偏差, %;

t_{ch} ——被检查流出杯测定的流出时间, 单位为秒(s);

t_{ce} ——经检定参考流出杯测定的流出时间, 单位为秒(s)。

如果获得的两个流出时间值相差不超过3%, 则认为流出杯满足使用要求。

附录 B

(资料性)

从一个温度到另一个温度的流出时间换算

如果不能在规定的温度下测量流出时间，则应将其从测量温度进行换算。本附录描述了一种内插方法的换算。该方法不适用于规定温度范围外的数据推算。

Vogel方程是一个经过充分验证且经常使用的涂料黏度/温度特性近似值。对于流出时间 t ，由公式(B.1)给出：

$$\ln t = A + \frac{B}{T+C} \quad (\text{B. 1})$$

其中常数 A 、 B 和 C 由公式(B.2)至(B.4)给出：

$$C = \frac{(\ln t_1 - \ln t_3)(T_1 - T_2)T_3 - (\ln t_1 - \ln t_2)(T_1 - T_3)T_2}{(\ln t_1 - \ln t_2)(T_1 - T_3) - (\ln t_1 - \ln t_3)(T_1 - T_2)} \quad (\text{B. 2})$$

$$A = \frac{(T_1 + C) \ln t_1 - (T_2 + C) \ln t_2}{(T_1 - T_2)} \quad (\text{B. 3})$$

$$B = (T_2 + C)(\ln t_2 - A) \quad (\text{B. 4})$$

式中：

T ——温度，单位为摄氏度(℃)；

t_l ——流出时间，单位为秒(s)，温度是 T_l ；

t_s ——流出时间，单位为秒(s)，温度是 T_s ；

T_l ——温度下限，单位为摄氏度(℃)；

T_2 ——中间温度，单位为摄氏度(℃)；

T_3 ——温度上限，单位为摄氏度(℃)；

t_s ——流出时间，单位为秒(s)，温度是 T_s 。

从一个温度到另一个温度的流出时间转换只有在以下条件下才能给出可靠的结果：

——所选的温度范围 $T_s - T_l \leq 20^\circ\text{C}$ ；

——换算不涉及测定温度范围外的推算。

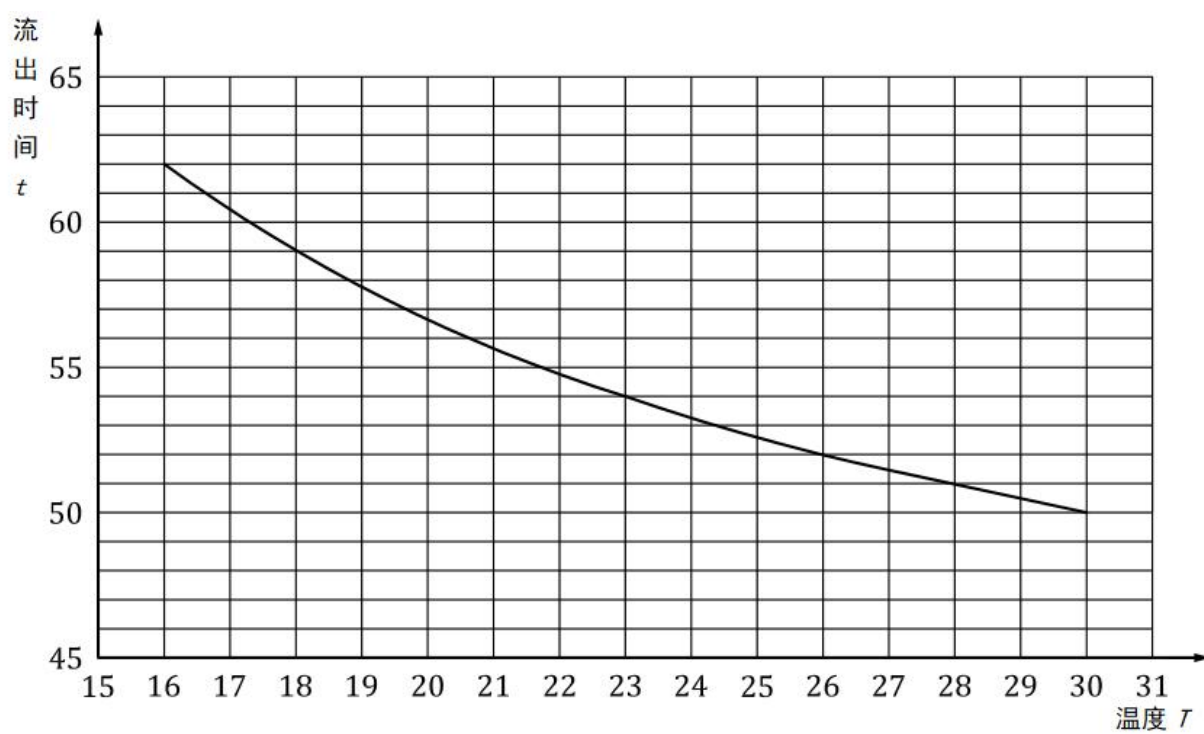
如果已知常数 A 、 B 和 C (如表B.1所示)，则可使用公式(B.1)计算 T_l 至 T_3 区间内的内插数据，并将其制成表格(如表B.2所示)。此外，数据可以绘制成内插曲线(如图B.1所示)。

表 B.1 常数 A 、 B 和 C 的计算

温度 (℃)		流出时间 (s)		A 、 B 和 C 的计算值	
T_l	16	t_l	T_l	16	t_l
T_2	23	t_2	T_2	23	t_2
T_3	30	t_3	T_3	30	t_3

表 B.2 三个基准值之间的流出时间内插值

温度 (°C)	流出时间 (s)
16	62.0
17	60.4
18	59.0
19	57.8
20	56.7
21	55.7
22	54.8
23	54.0
24	53.3
25	52.6
26	52.0
27	51.4
28	50.9
29	50.4
30	50.0



标引序号说明：

t ——流出时间，s；

T ——温度，°C。

图 B.1 流出时间 t 和温度 T 之间的关系

参 考 文 献

- [1] ISO 4287 Geometrical Product Specifications (GPS)—Surface texture: Profile method—Terms, definitions and surface texture parameters
 - [2] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
 - [3] ISO Guide 30 Reference materials—Selected terms and definitions
-