

doi:10.3969/j.issn.1673-9833.2015.03.003

# 干混砂浆用纤维素醚溶液的黏度测试方法探讨

欧志华<sup>1,2</sup>, 毛泰威<sup>1</sup>, 刘锡军<sup>2</sup>, 王彦<sup>2</sup>

(1. 湖南工业大学 土木工程学院, 湖南 株洲 412007; 2. 湖南科技大学 土木工程学院, 湖南 湘潭 411201)

**摘要:** 黏度是干混砂浆行业选择纤维素醚的最基本指标, 测试纤维素醚溶液的黏度时, 存在纤维素醚溶液不均匀、溶液内存在气泡和溶液内温度不一致等问题。通过配制 MC、HEMC、HPMC 和 HEC 4 种常见的非离子纤维素醚溶液, 分析了影响纤维素醚溶液黏度测量结果的因素, 包括分散、冷却、搅拌、补水、恒温和黏度测试 6 个方面, 进而提出了测试纤维素醚溶液黏度时需要注意的环节, 包括选择容器的尺寸大小、纤维素醚粉末的分散方式、搅拌速度、停止搅拌的时间和恒温时间等, 以保证纤维素醚溶液黏度测试结果的可靠性。

**关键词:** 干混砂浆; 纤维素醚; 黏度; 测试

中图分类号: TV42\*3

文献标志码: A

文章编号: 1673-9833(2015)03-0015-05

## Investigation on the Viscosity Test Method of Cellulose Ether Solution Used in Dry-Mixed Mortar

Ou Zhihua<sup>2</sup>, Mao Taiwei<sup>1</sup>, Liu Xijun<sup>2</sup>, Wang Yan<sup>2</sup>

(1. School of Civil Engineering, Hunan University of Technology, Zhuzhou Hunan 412007, China;

2. College of Civil Engineering, Hunan University of Science and Technology, Xiangtan Hunan 411201, China)

**Abstract:** Viscosity is basic index of cellulose ether used in dry-mixed mortar. Some problems need to be solved when testing the viscosity of cellulose ether solution, which includes unhomogeneity of solution, air voids in solution and different temperature in solution. Through preparing four frequently-used non-ionic cellulose ether solutions of MC, HEMC, HPMC and HEC, analyzes the factors that influencing the viscosity test results of cellulose ether solutions, such as dispersal, cooling, mixing, water replenishing, constant temperature and viscosity test process, and advances some issues needed for attention in the process of testing the viscosity of cellulose ether solution so as to assure the dependability of viscosity test results of cellulose ether solution, which includes size of test container, dispersal mode of cellulose ether powder, mixing velocity, time of ceasing mixture and the time of constant temperature etc.

**Keywords:** dry-mixed mortar; cellulose ether; viscosity; test

## 1 研究背景

纤维素醚是天然纤维素通过醚化工艺合成的高分子化合物, 即纤维素分子中的 2, 3, 6 位 C 原子上的羟基被醚基团部分甚至完全取代后的化合物 (见图

1)。纤维素醚是一种优良的增稠剂和保水剂, 近年来被广泛地用于干混砂浆中, 应用最为广泛的是一些非离子纤维素醚, 包括甲基纤维素醚 (methyl cellulose, MC) (图 2a)、羟乙基纤维素醚 (hydro-

收稿日期: 2015-02-15

基金项目: 湖南省建设厅科技计划基金资助项目 (C10108)

作者简介: 欧志华 (1975-), 男, 湖南常宁人, 湖南工业大学高级工程师, 博士, 主要从事建筑材料方面的研究,

E-mail: zhihou@163.com

xyethyl cellulose, HEC)(图2b)、羟乙甲基纤维素醚(hydroxyethyl methyl cellulose, HEMC)(图2c)和羟丙基甲基纤维素醚(hydroxypropyl methyl cellulose, HPMC)(图2d)。它们的醚基团各不相同,其中MC、HEMC和HPMC的分子结构中都含有甲基,有时习惯将这3种纤维素醚统称为甲基纤维素醚,在实际应用中,应注意与只含甲基的纤维素醚(MC)区别开来。目前,建筑行业是我国非离子纤维素醚的最大消费领域,它被广泛用于干混砂浆等建筑材料中<sup>[1]</sup>。

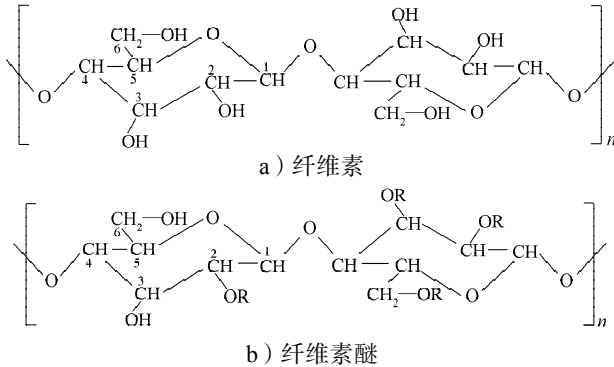


图1 纤维素和纤维素醚的分子结构

Fig.1 Molecular structure of cellulose and cellulose ether

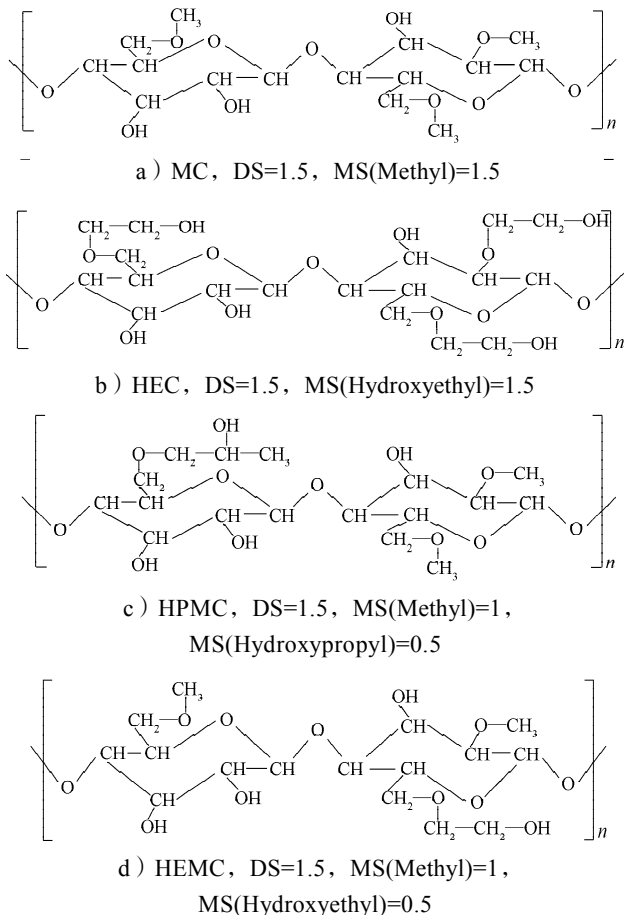


图2 干混砂浆中常用纤维素醚的分子结构

Fig.2 Molecular structure of frequently-used cellulose ether in dry-mixed mortar

具有增稠作用是纤维素醚在干混砂浆中得到广泛应用的一个重要原因。纤维素醚能够赋予湿砂浆优良的黏稠性,显著增加湿砂浆与基层的黏结能力,提高砂浆的抗下垂性能,因而被广泛地用于抹面灰浆、面砖粘结砂浆和外墙外保温系统中。纤维素醚的增稠效果还可以增加新拌水泥基材料的匀质性和抗分散能力,防止砂浆和混凝土的分层、离析和泌水,可用于水下混凝土和自密实混凝土中<sup>[2-3]</sup>。

黏度是评价纤维素醚增稠效果的一个重要指标,它是指一定浓度(如质量分数为2%)的纤维素醚溶液,在规定的温度(如20℃)和剪切速率(或旋转速率,如20 r/min)条件下,用规定的测量仪器(如旋转黏度仪)测得的黏度值。相同条件下,纤维素醚的黏度越高,其改性水泥基材料的黏稠性越大。除增稠效果外,黏度指标还能够反映纤维素醚的保水性和其分子属性,相同条件下,纤维素醚溶液的黏度越高,其保水性能越好<sup>[4]</sup>,分子量越大<sup>[5]</sup>。因此,黏度往往成为干混砂浆行业选择纤维素醚的最基本指标,纤维素醚溶液的黏度测试对纤维素醚的应用具有重要意义。

目前,研究纤维素醚溶液黏度测量方法的文献并不多,在我国只有一些标准和专著中规定了纤维素醚溶液黏度的测试方法<sup>[6-7]</sup>。已有纤维素醚溶液黏度的测试方法基本相似,对于含有甲基的纤维素醚(MC、HPMC、HEMC),都是按2%的质量分数配制纤维素醚溶液,并且在80~90℃的热水中进行搅拌分散,进而经过冰浴搅拌、静置、补水、恒温等过程之后,使用黏度计进行测量所得。对于HEC,则是在常温下搅拌,并且经过静置、恒温等处理过程后,使用黏度计测量所得。整个测量时间为1~2 h。但由于干混砂浆用纤维素醚的黏度通常比较高,在实际的黏度测量中,按照这些方法测量纤维素醚溶液的黏度时,经常会出现纤维素醚溶液不均匀、溶液内存在气泡和溶液内温度不一致等问题,导致测试数据非常离散。因此,本文针对这些问题,探讨了MC、HEMC、HPMC和HEC这4种纤维素醚溶液的黏度测试方法。

## 2 纤维素醚溶液的配制方法

配制出均匀稳定的纤维素醚溶液是准确测试纤维素醚溶液黏度的第一步。干混砂浆用纤维素醚一般呈粉末状,因而在水中的溶解速率很快。纤维素醚粉末与水接触时会迅速溶解而在颗粒外表面产生黏性,颗粒之间会因此粘连成团(如图3a),阻止水向颗粒内部扩散,从而阻碍溶解过程的继续进行,即

使是强力搅拌也无济于事,且强力搅拌还会在溶液中引入大量气泡。成团和引入气泡的纤维素醚溶液在常温下往往需要静置 12 h 甚至更长的时间,才能获得均匀稳定的溶液。为了尽快获得均匀稳定的纤维素醚溶液,对于不同的纤维素醚,在配制溶液时需要采取不同的配制方法。

### 2.1 含甲基纤维素醚溶液的配制

含甲基纤维素醚是指分子中含有甲基的纤维素醚,如 MC、HEMC 和 HPMC。因甲基具有疏水性,使得含甲基类纤维素醚溶液都具有热致凝胶性<sup>[7]</sup>,即它们不溶于温度高于其凝胶温度(约 60~80 ℃)的热水。为避免该类纤维素醚溶液配制时成团,可以将水加热到其凝胶温度以上,约 80~90 ℃,然后将纤维素醚粉末加入热水中,搅拌使其分散(如图 3b),持续搅拌并且冷却至设定温度,即可配制成均匀的纤维素醚溶液。

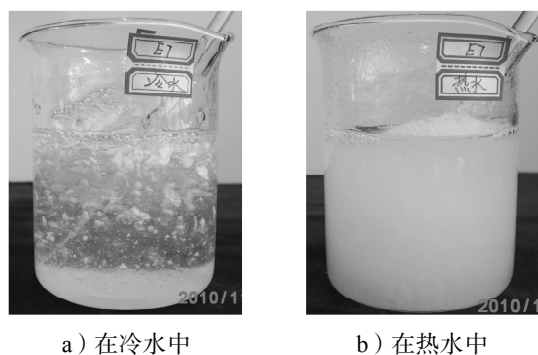


图3 未表面处理的含甲基纤维素醚的溶解性能( $t=2$  min)  
Fig. 3 Dissolution performance of non-surface treated methyl containing cellulose ether ( $t=2$  min)

为了避免纤维素醚在溶解过程中出现成团块现象,生产厂家有时会对粉末状的纤维素醚产品进行化学表面处理,以使其能够延迟溶解。对于纤维素醚的表面处理,一般采用二醛(如乙二醛、戊二醛等)作为交联剂,使一分子二醛与纤维素醚分子上的 2 个自由羟基反应,形成半缩醛,从而使纤维素醚适度交联。这种交联产物不溶于水,与水开始接触的时候,仅有少量的润胀,然后以稳定的速率水解直至交联键被破坏,之后,纤维素醚快速溶解,黏度急剧增大。

经过表面处理而具有延迟溶解性能的纤维素醚,其溶解过程发生在纤维素醚完全分散之后,因而可以直接分散在 pH 值为中性的冷水中而不成团(见图 4a)。不过,在配制这类纤维素醚溶液的过程中,必须持续搅拌以加快表面物质的溶解,否则,纤维素醚颗粒表面润胀后会沉淀到容器的底部,很长时间也不能得到均质的溶液。

溶液的 pH 值为 4~5 时,半缩醛结构最稳定,因此不宜将 pH 值调整在这个范围内,因为这会延长纤维素醚的溶解时间至几个小时。溶液的 pH 值越高,具有延迟溶解性能的纤维素醚的溶解时间越短,调节溶液 pH 值至较高,碱性会消除纤维素醚的延迟溶解性,导致纤维素醚溶解时成团(见图 4b),所以,应该在纤维素醚完全分散之后再提高或降低溶液的 pH 值。升高温度有利于提高纤维素醚的水解速率,但温度过高和 pH 值过低时,半缩醛会变为缩醛而产生不可逆的交联,导致纤维素醚彻底成为不溶物。

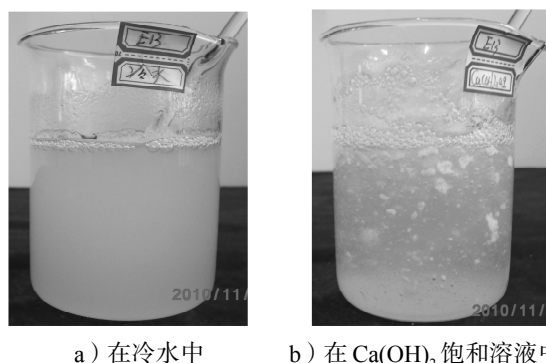


图4 经表面处理的含甲基纤维素醚的溶解性能( $t=2$  min)  
Fig. 4 Dissolution performance of surface treated methyl containing cellulose ether ( $t=2$  min)

### 2.2 羟乙基纤维素醚溶液的配制

羟乙基纤维素醚(HEC)溶液没有热致凝胶的性质,因此,未经表面处理的 HEC 在热水中也会成团结块。生产厂家一般会对粉末状的 HEC 进行化学表面处理而使其能够延迟溶解,使其可以直接分散在 pH 值为中性的冷水中而不成团(见图 5a);同样,在碱性较高的溶液中,HEC 也会因为延迟溶解性消失而成团(见图 5b)。

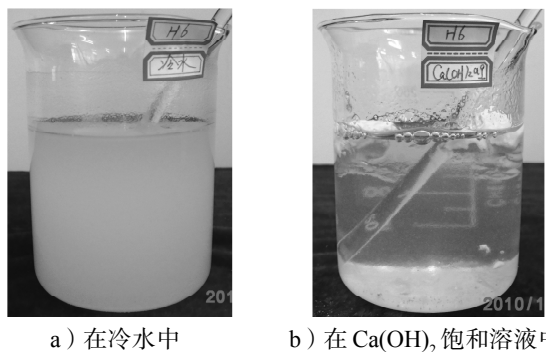


图5 经表面处理的 HEC 的溶解性能( $t=2$  min)  
Fig. 5 Dissolution performance of surface treated HEC ( $t=2$  min)

值得说明的是,在干混砂浆中,纤维素醚的掺量相对较少,水泥、砂或其它颗粒会将纤维素醚粉末分散开来,纤维素醚微粒会均匀地分布于干混砂浆中,因此不存在溶解成团的问题,只要混合均匀即

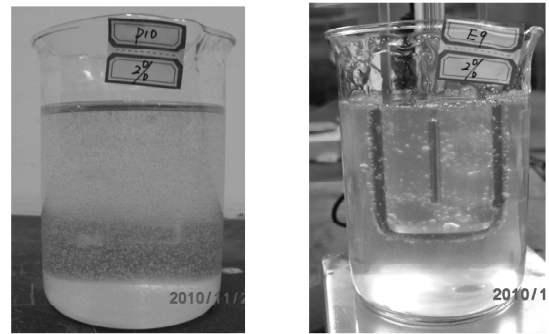
可。并且,由于水泥水化后浆体呈碱性,溶液的pH值在12~13之间,经过表面处理的纤维素醚在水泥浆中的溶解速率也很快。

### 3 影响纤维素醚溶液黏度测量结果的因素分析

1) 分散过程。如第2节所述,对未经延迟溶解处理的含甲基纤维素醚采用在热水中不断搅拌的分散方式;对经延迟溶解处理的含甲基纤维素醚和羟乙基纤维素醚,可以采用在冷水中不断搅拌的分散方式,但由于纤维素醚的表面处理物质在冷水中溶解很慢,在热水中溶解较快,为了避免表面处理物质因为溶解慢而对试验时间产生不利影响,统一试验条件,对经延迟溶解处理的含甲基纤维素醚和羟乙基纤维素醚,建议最好使用热水配制。有些含甲基的纤维素醚,其热致凝胶的温度可能超过80℃,为确保纤维素醚溶解时不成团,配制溶液的热水温度应为90℃以上。

2) 冷却过程。现行的标准规定,在热水中分散的纤维素醚,要在冰浴中搅拌冷却,其冷却速度很快。但在黏度测试过程中发现,当靠近容器壁周边的纤维素醚首先溶解形成一定黏度并逐渐变稠后,容器中间的纤维素醚溶解会滞后,即使继续搅拌也难以使容器中间与容器壁周边的纤维素醚溶液一起形成均匀溶液。因此,在热水中分散的纤维素醚,不宜在冰水中冷却,而应该在环境温度下搅拌冷却,以降低冷却速度,这需要延长试验时间。

3) 搅拌过程。纤维素醚加入热水中后,一定要持续搅拌,不能停止,否则纤维素醚粉末会沉淀聚集,待水温降低至凝胶温度以下后,仍然会粘连成团。当水温降至凝胶温度以下(对未经延迟溶解处理的含甲基纤维素醚),或者表面处理的交联剂水解以后(对经延迟溶解处理的纤维素醚),纤维素醚会开始溶解,溶液会逐渐变黏稠,此时应该降低搅拌速度,轻轻搅拌,并注意观察,若纤维素醚不会在水中产生沉淀和分层,则应停止搅拌。因为溶液达到一定的黏度后,纤维素醚大分子已经受到周边纤维素醚分子的约束,继续搅拌并不会使溶液更均匀。同时,纤维素醚是一种表面活性剂,若搅拌过快或者溶液达到一定的黏度后继续搅拌,溶液会产生大量的气泡(见图6)。而且,干混砂浆用纤维素醚的黏度比较高,当其质量分数为2%时,溶液非常黏稠,产生的气泡很难排出,往往需要静置10h以上,气泡才慢慢上浮到表面破灭、消失。



a) 纤维素醚溶液配制时形成气泡      b) 纤维素醚溶液黏度测试时形成气泡

图6 纤维素醚溶液中的气泡

Fig. 6 Air voids in cellulose ether solution

4) 补水过程。纤维素醚和水的质量要计量准确,尽量不要等溶液达到较高黏度后再去补水,因为此时补充的水难以在短时间内与原来黏稠的溶液再次形成均匀的溶液。当以热水配制纤维素醚溶液时,由于温度高水蒸发较快,需要补水,且应该在溶液开始形成黏度的时候进行。

5) 恒温过程。当纤维素醚溶液在空气中冷却并形成稳定的溶液后(此时溶液的颜色均匀),应将容器恒温水浴(通常是20℃),以测量溶液在规定温度下的黏度。与其它流体一样,纤维素醚溶液的黏度对温度非常敏感,测量时的温度一定要精确。已有研究表明,温度升高,测得的纤维素醚黏度会降低<sup>[8]</sup>。干混砂浆用纤维素醚溶液在其质量分数为2%时,往往非常黏稠,水浴时不易产生对流,传热能力较差。当温度接近规定温度时,由于温差太小,传热能力更差,根据笔者的经验,恒温时间需要2h左右,才能使容器周边和中心的温度一致。而实际测量黏度时,总的操作时间常只有1~2h,其中冰浴时间就需要40min,恒温时间往往不足30min,因而靠近容器壁的温度能够达到要求,而容器中心的温度达不到要求,影响测量结果。

6) 黏度测试。由于纤维素醚溶液具有触变性,测试其黏度时,旋转黏度计的转子插入溶液中时会扰动溶液,影响测量结果。因此,转子插入溶液后,应该静置一段时间(如5min)后再进行测试。此外,若转子的转动时间延长,则读数会逐渐变小,因此测试过程中,读数的时间要统一,如规定启动转子10s后开始读数。纤维素醚溶液黏度的测试结果受温度、浓度、转速和测量方法的影响很大,因此,纤维素醚生产厂家在注明黏度的同时,应该注明黏度的测量方法。此外,为了消除黏度测量中的末端效应<sup>[9]</sup>,还应该规定容器的大小。

## 4 结论

根据以上分析,测试干混砂浆用纤维素醚溶液的黏度时,应该遵循以下几点:

- 1) 统一测试容器的尺寸大小;
- 2) 对未经延迟溶解处理的含甲基纤维素醚,采用在热水中不断搅拌分散的方式,且水的温度应在90℃以上;
- 3) 对经延迟溶解处理的含甲基纤维素醚和羟乙基纤维素醚,可以采用在冷水中不断搅拌分散的方式,也可以使用热水配制;
- 4) 在热水中分散的纤维素醚,不宜在冰水中冷却,而应该在环境温度下搅拌冷却;
- 5) 控制分散时的搅拌速度,使用热水分散配制纤维素醚溶液的冷却过程中,当溶液开始形成黏度并不会再产生沉淀时,应立即停止搅拌,避免溶液中产生气泡;
- 6) 以热水配制纤维素醚溶液的补水,应在溶液开始形成黏度时进行;
- 7) 溶液冷却至颜色均匀时,应将溶液放入恒温槽中恒温至规定温度(如20℃),误差为 $\pm 0.1$ ℃,恒温时间不小于2h;
- 8) 测量纤维素醚的黏度时,应将旋转黏度计的转子插入溶液中至规定深度,静置5min后,用黏度计测定其黏度,黏度的测试结果应注明温度、浓度、转速和测量方法。

### 参考文献:

- [1] 卜新平.我国纤维素醚产业发展策略研究[J].化学工业,2014,32(1):11-17.  
Bu Xinping. Market Situation and Forecast of Cellulose Ether[J]. Chemical Industry, 2014, 32(1): 11-17.
- [2] 欧志华,马保国,蹇守卫.非离子纤维素醚在新拌水泥基材料中的作用及研究进展[J].硅酸盐通报,2012,31(1):96-98,110.  
Ou Zhihua, Ma Baoguo, Jian Shouwei. Effect of Non-Ionic Cellulose Ethers on Fresh Cement-Based Materials and Its Research Progress[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2012, 31(1): 96-98, 110.
- [3] 蹇守卫,马保国,苏雷,等.纤维素醚改性砂浆的研究进展[J].硅酸盐通报,2011,30(3):560-566.  
Jian Shouwei, Ma Baoguo, Su Lei, et al. Research Progresses of Cellulose Ether-Modified Mortar[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2011, 30(3): 560-566.
- [4] Johann Plank. Applications of Biopolymers and Other Biotechnological Products in Building Materials[J]. Applied Microbiology and Biotechnology, 2004, 66(1): 1-9.
- [5] Laetitia Patural, Philippe Marchal, Alexandre Govin, et al. Cellulose Ethers Influence on Water Retention and Consistency in Cement-Based Mortars[J]. Cement and Concrete Research, 2011, 41(1): 46-55.
- [6] 全国水泥制品标准化技术委员会. JC/T 2190—2013 建筑干混砂浆用纤维素醚[S].北京:中国建材工业出版社,2013:11-13.  
National Standardization Technical Committee of Cement Products. JC/T 2190—2013 Cellulose Ether for construction Dry-Mixed Mortars[S]. Beijing: China Building Materials Press, 2013: 11-13.
- [7] 邵自强.纤维素醚[M].北京:化学工业出版社,2007:246.  
Shao Ziqiang. Cellulose Ethers[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007: 246.
- [8] 李卓,田瑞泓.甲基纤维素、羧甲基纤维素钠和羟乙基纤维素溶液黏度的实验研究[J].邵阳师范高等专科学校学报,1999,21(5):44-45.  
Li Zhuo, Tian Ruihong. Experimental Investigation of the Viscosity of the Solution of Methyl Cellulose, Carboxyl Methyl Cellulose Sodium and Hydroxyl Ethyl Cellulose[J]. Journal of Shaoyang Teachers College, 1999, 21(5): 44-45.
- [9] 陈惠钊.粘度测量[M].北京:中国计量出版社,2003:69-74.  
Chen Huizhao. Viscosity Test[M]. Beijing: China Metrology Press, 2003: 69-74.

(责任编辑:廖友媛)