

ОГЛАВЛЕНИЕ

Глава 1	5
1.1 Зачем измерять реологические характеристики?	5
1.2 Рео-Логическое мышление	5
1.3 Три школы в области измерения вязкости	6
1.3.1 Прагматическая школа.....	6
1.3.2 Теоретическая школа	6
1.3.3 Академическая школа	6
Глава 2	7
2.1 Оборудование для конкретных ситуаций.....	7
2.2 Вискозиметры.....	7
2.3 Реометры	8
2.4 Геометрия шпинделей	8
2.4.1 Дисковые шпиндели.....	9
2.4.2 Цилиндрические шпиндели	9
2.4.3 Коаксиальные цилиндры.....	9
2.4.4 Конус/плита.....	9
2.4.5 Т-образные шпиндели	9
2.4.6 Лопастные шпиндели	9
2.5 Контроль температуры	10
2.5.1 Жидкостные термостаты	10
2.5.2 Система Thermosel.....	10
2.5.3 Система на базе элементов Пельтье.....	10
2.6 Малый объем образца.....	10
2.6.1 Адаптер SS.....	10
2.6.2 Адаптер UL	11
2.6.3 Адаптер DIN.....	11
2.6.4 Система Thermosel.....	11
2.6.5 Системы конус/плита	11
2.7 Низкая вязкость	11
2.7.1 Адаптер UL	11
2.7.2 Адаптер SS.....	11
2.7.3 Система Thermosel.....	11
2.7.4 Система конус/плита.....	12
2.8 Высокая температура.....	12
2.8.1 Система Thermosel.....	12
2.8.2 Жидкостные термостаты	12
2.8.3 Система конус/плита со встроенным нагревателем.....	12
2.9 Скорость сдвига	12
2.10 Высокая скорость сдвига.....	13
2.10.1 Вискозиметры и реометры с геометрией конус/плита	13
2.10.2 Вискозиметры и реометры CAP.....	13
2.10.3 Реометр R/S.....	14
2.10.4 Реометр PVS	14
2.11 Определение напряжения сдвига	14
2.12 Нетекучие материалы	14
2.12.1 Стойка спирального движения	14
2.12.2 Спиральный адаптер	15
2.12.3 Лопастные шпиндели	15
2.13 Специальные аксессуары	15
2.13.1 Быстрое соединение.....	15
2.13.2 Удлинитель шпинделя.....	15

2.14	Дымы и опасные условия.....	15
2.14.1	<i>Штуцер продувки</i>	15
2.14.2	<i>Взрывозащищенная конструкция(только аналоговая модель)</i>	16
Глава 3	16
3.1	Зачем читать эту главу?.....	16
3.2	Как работает вискозиметр Брукфильда	16
3.3	Технология измерения вязкости.....	17
3.3.1	<i>Регистрация условий измерения</i>	17
3.3.2	<i>Шпиндель и защитная рамка</i>	17
3.3.3	<i>Выбор скорости вращения</i>	18
3.3.4	<i>Размер сосуда</i>	19
3.3.5	<i>Пробоподготовка</i>	19
3.3.5	<i>Погружение шпинделя</i>	19
3.3.8	<i>Точность и повторяемость измерений</i>	19
3.3.8	<i>Считывание результатов</i>	20
3.3.9	<i>Проверка калибровки</i>	20
3.3.10	<i>Перекалибровка вискозиметра</i>	21
3.4	Обслуживание вискозиметра	22
3.5	Поиск и устранение неисправностей	23
Глава 4	24
4.1	Введение в реологию	24
4.2	Вязкость	24
4.3	Ньютоновские жидкости	25
4.4	НеНьютоновские жидкости	25
4.5	Тиксотропные и реопексные флюиды	27
4.6	Ламинарное и турбулентное течение.....	28
4.7	Предел текучести	28
4.8	На что влияют реологические характеристики?.....	29
4.8.1	<i>Температура</i>	30
4.8.2	<i>Скорость сдвига</i>	30
4.8.3	<i>Условия измерения</i>	31
4.8.4	<i>Время</i>	31
4.8.5	<i>Давление</i>	31
4.8.6	<i>Пробоподготовка</i>	31
4.8.7	<i>Состав и добавки</i>	32
4.8.8	<i>Особые свойства дисперсий и эмульсий</i>	32
Глава 5	32
5.1	Более совершенные методы реологического анализа	32
5.2	Определение рабочих параметров шпинделей	33
5.2.1	<i>Цилиндрические шпиндели</i>	33
5.2.2	<i>Коаксиальные цилиндры</i>	33
5.2.3	<i>Конус/плита</i>	34
5.2.4	<i>Дисковые и Т-образные шпиндели</i>	34
5.2.5	<i>Шпиндель спирального адаптера</i>	34
5.2.6	<i>«Лопаточные» шпиндели</i>	34
5.2.7	<i>Лопастные шпиндели</i>	35
5.2.8	<i>Другие специальные шпиндели</i>	35
5.3	Анализ неНьютоновских материалов (не зависящих от времени)	35
5.3.1	<i>Методы отношений</i>	35
5.3.2	<i>Графические методы</i>	35
5.3.3	<i>Метод шаблонов</i>	36
5.3.4	<i>Определение динамического предела текучести</i>	36

5.4	Определение статического предела текучести	37
5.5	Анализ неНьютоновских материалов (зависящих от времени)	38
5.6	Зависимость вязкости от температуры	39
5.7	Математические модели.....	39
5.8	Программное обеспечение	40
5.9	Другие методы.....	40
Глава 6	41
6.1	Измерение по одной точке	41
6.2	Измерение с увеличением скорости.....	41
6.3	Измерение с увеличением и уменьшением скорости.....	41
6.4	Измерение временной зависимости	42
6.5	Измерение температурной зависимости.....	42
6.6	Комбинированный метод	43
6.7	Статический предел текучести	43
6.8	Динамический предел текучести.....	44
6.9	Изучение процесса восстановления	44

Глава 1

1.1 Зачем измерять реологические характеристики?

Каждый человек, постигающий искусство мыслить Рео-Логически, должен задать себе вопрос: «А зачем мне измерять вязкость?». Ответ заключается в опыте многих тысяч людей, выполнявших такие измерения и убедившихся, что результаты позволяют получить очень полезную информацию о характеристиках материалов и динамике их изменения, а также узнать о эффектах обработки, изменения состава, старения и т.п.

Очень часто измерение реологических характеристик выполняется с целью контроля качества, когда требуется получать сырье одинаковой консистенции. Характеристики течения как раз являются непрямой мерой консистенции и качества.

Кроме того, изучение характеристик течения позволяет напрямую оценить технологичность продукта. Например, более вязкие материалы труднее прокачивать, поэтому реологические характеристики необходимы при проектировании насосных и трубопроводных систем.

Известно, что реология является наиболее чувствительным методом для комплексного описания материалов, поскольку характеристики течения тесно связаны с такими важными параметрами, как молекулярный вес и распределение молекулярных весов. Это соотношение очень важно, например, при синтезе полимеров, поскольку позволяет оценить относительные изменения, не выполняя измерение молекулярного веса. Также реология очень полезна при отслеживании химических реакций, позволяя выполнять мониторинг процесса и контроль качества.

Реологические характеристики используются для изучения процессов химической, физической и термической обработки, исследования влияния добавок и отслеживания химических реакций. Они позволяют предсказывать и контролировать различные свойства продукта.

1.2 Рео-Логическое мышление

В первую очередь следует задать себе вопрос: «Могут ли какие-либо реологические характеристики коррелироваться с важными характеристиками продукта или процесса?». Для ответа необходимо хорошее знание химических и физических свойств продукта. Предположим, что у нас есть необходимые данные и мы определили несколько возможных направлений корреляции. На следующем этапе нужно накопить первичные реологические данные и определить, какой тип течения характерен для изучаемого продукта. В простейшем случае достаточно провести измерения на имеющемся вискозиметре Брукфильда и сделать выводы, основывающиеся на описаниях типа течения (см. гл.4).

Когда определен тип течения, можно больше понять о том, как компоненты системы взаимодействуют между собой (см. разд. 4.7). Полученные данные могут соответствовать одной из математических моделей, которые успешно применяются совместно с вискозиметрами Брукфильда. Подробная информация о моделях приведена в главе 7.

Модели могут быть как весьма простыми, так и достаточно сложными. Для некоторых из них необходимо построение графиков зависимостей, в то время как для других достаточно рассчитать отношение двух чисел. В некоторых случаях требуется производить достаточно сложные расчеты с помощью компьютера. Такой тип анализа является наилучшим способом получить максимум из измеренных величин и часто приводит к вычислению одной-двух «констант», которые комплексно характеризуют наш продукт или процесс.

После того, как установлена корреляция между реологическими данными и поведением продукта, мы переходим к обратной процедуре и по измеренным реологическим характеристикам можем определить важные свойства продукта или процесса.

1.3 Три школы в области измерения вязкости

Наш опыт показывает, что в прикладной реологии можно выделить три основных направления (школы). Решите для себя, к какой школе вы относитесь. Имейте в виду, что не существует «правильной» школы, каждый подход имеет свои преимущества и недостатки.

1.3.1 Прагматическая школа

Представители этой школы наиболее практичны. Они считают, что вискозиметры Брукфильда измеряют некие числа, несущие полезную информацию о продукте или процессе. Они мало интересуются теоретическими основами реологии и выражают параметры измерения в абсолютных терминах. Типичными примерами такого подхода являются контроль качества и внутривзаводские проверки.

1.3.2 Теоретическая школа

Вторая школа проявляет больший интерес к теории. Представители этой школы знают, что некоторые модели вискозиметров Брукфильда не могут измерить скорость сдвига и абсолютную вязкость не-Ньютоновских жидкостей. Однако они экспериментальным путем находят корреляции между измеренной «цифровой вязкостью» и важными параметрами продукта или процесса. К этой школе принадлежит большое количество специалистов. В литературе по прикладной реологии часто встречаются утверждения: «Я знаю, что эти данные не определены академически строго, я помню об этом и обрабатываю реологические данные как есть». Во многих случаях такой подход дает удовлетворительные результаты и позволяет избежать приобретения сложного и дорогостоящего реологического оборудования.

1.3.3 Академическая школа

Третья школа академична по своей природе. Представителям этой школы нужно, чтобы все параметры измерения, особенно скорость сдвига и напряжение сдвига, были строго определены и измерены. Им нужны устройства строго определенной геометрии, такие как конус/плита или коаксиальные цилиндры. Примером подобных устройств производства Брукфильда могут послужить вискозиметры конус/плита и CAP, адаптеры UL, SS, Din, Thermosel и Spiral, а также реометры R/S и PVS. Такие устройства позволяют определить скорость сдвига и напрямую измерить абсолютную вязкость.

Таков наш взгляд к трем подходам к измерению вязкости. Вы можете использовать любую из них (или все три сразу) в зависимости от образования, поставленных задач и имеющегося оборудования. Среди клиентов Брукфильда встречаются представители всех школ, в следующих разделах будет подробно рассказано об оборудовании для каждой школы.

Глава 2

2.1 Оборудование для конкретных ситуаций

В этой главе будет дан обзор всех вискозиметров, реометров и аксессуаров производства Брукфильда и приведены советы по выбору подходящего оборудования для конкретных задач измерения вязкости. Эта информация будет полезна для представителей любой школы.

Оборудование разбито на группы, чтобы облегчить выбор.

- Вискозиметры
- Реометры
- Шпиндели различной геометрии
- Контроль температуры
- Измерение образцов малого объема
- Измерение низкой вязкости
- Измерение при высокой температуре
- Определение скорости сдвига
- Измерение с высокой скоростью сдвига
- Определение напряжения сдвига
- Нетекучие материалы
- Специальные аксессуары
- Измерение в опасных условиях
- Измерение на потоке

2.2 Вискозиметры

Вискозиметры Брукфильда подразделяются на три основных типа: аналоговые (с круговой шкалой), цифровые и программируемые. Основное различие между ними заключается в способе отображения результатов. У аналоговых вискозиметров результат считывается по указателю на круговой шкале, а у цифровых выводится на двухстрочный жидкокристаллический дисплей. Кроме того цифровые вискозиметры оборудованы аналоговым выходом 0-10 мВ, к которому можно подключить различные внешние устройства, такие как дисплей, контроллер или самописец.

Внутреннее устройство аналоговых и цифровых вискозиметров практически одинаково и также одинакова методика использования. Оба типа представлены одинаковым рядом моделей, могут работать с одинаковыми аксессуарами и в целом взаимозаменяемы (одинаковые модели).

Аналоговые вискозиметры самые дешевые. Они идеально подходят для применений, где надо быстро измерить вязкость, но нет необходимости в постоянной записи или в измерении реологических характеристик. Хотя вискозиметр может работать непрерывно, снимать показания можно только дискретно, когда указатель проходит под смотровым стеклом или когда указатель зафиксирован и вискозиметр остановлен.

Длительные измерения требуют постоянного внимания оператора, кроме того, быстро протекающие процессы легче зафиксировать при постоянном мониторинге. В таких ситуациях лучше использовать цифровые вискозиметры, которые непрерывно измеряют и показывают вязкость. Такие приборы можно оставить без наблюдения, а возможность настроить частоту записи показаний (модель DV-II+) позволяет зарегистрировать самые быстрые реологические процессы. Некоторые пользователи предпочитают цифровые вискозиметры, поскольку с ними отпадает необходимость интерполяции данных, чего иногда

невозможно избежать при работе с аналоговым оборудованием. Точность измерения для обоих типов одинакова.

Цифровые вискозиметры (за исключением модели DV-E) можно также использовать с геометрией конус/плита (более подробная информация приведена в разд. 2.10).

Стандартные модели вискозиметров имеют множество модификаций, например модели с промежуточным крутящим моментом пружины. Чтобы подобрать модель, оптимальную для Ваших задач, лучше всего получить консультацию у местного представителя Брукфильда.

Некоторые модели разработаны специально для специфических применений и не совместимы с традиционными вискозиметрами. Так модель KU-1 позволяет измерять вязкость в единицах Кребса и предназначена для лакокрасочной индустрии. Модель CAP-1000 позволяет работать с очень высокими скоростями сдвига ($10000, 12000 \text{ с}^{-1}$) при исследовании смол, полимеров и красок.

2.3 Реометры

Весьма существенным преимуществом реометра DV-III+ является возможность двусторонней связи с персональным компьютером. Это позволяет легко программировать и управлять сложными процедурами измерения. Также можно сохранять все результаты и, при необходимости, преобразовывать их в формат Excel или другого табличного процессора. Можно получить результаты в виде графиков, что особенно полезно при интерпретации кривой течения. Графики испытания разных образцов можно сравнивать, накладывая друг на друга.

Реометр R/S отличается от других моделей тем, что контролируемым параметром является не скорость вращения шпинделя, а напряжение сдвига. Среди других преимуществ этого подхода можно выделить широкий диапазон измеряемой вязкости, возможность измерения предела текучести и возможность работы с высоковязкими гелями. Как DV-III+, так и R/S позволяют получить детальную информацию о поведении материалов и могут работать независимо или под управлением персонального компьютера.

Реометр CAP-2000 с системой конус/плита обеспечивает широкий диапазон скоростей сдвига. Он специально сконструирован для использования в тяжелых заводских условиях и может работать независимо или под управлением персонального компьютера.

Реометр PVS обеспечивает измерение под давлением и обычно используется для исследования буровых растворов и флюидов для разрыва пласта в нефтегазовой индустрии.

Относительно новый реометр YR-1 является недорогим решением для измерения предела текучести в целях контроля качества.

2.4 Геометрия шпинделей

Все вискозиметры и реометры Брукфильда поставляются с набором шпинделей, пригодным для большинства стандартных применений. Однако нередки ситуации, когда необходимо использовать специализированные шпиндели. Брукфильд предоставляет широкий выбор шпинделей и аксессуаров для различных целей, большинство из них описано в данном разделе.

Все шпиндели выполнены из нержавеющей стали марки 300 и не нуждаются в обслуживании. По заказу поставляются шпиндели для специальных применений, например для особо агрессивных сред.

2.4.1 Дисковые шпиндели

Дисковые шпиндели входят в стандартный комплект поставки вискозиметров LV (шпиндели №2 и №3) и RV/HA/HB (шпиндели с №2 по №6) и предназначены для обычных измерений вязкости в сосудах емкостью от 600 мл и выше. Они обеспечивают точное и воспроизводимое измерение кажущейся вязкости большинства флюидов. В разд. 2.9 приведена информация о геометрии дисковых шпинделей.

2.4.2 Цилиндрические шпиндели

Цилиндрические шпиндели (№1 и №4 для серии LV, №7 для серий RV/HA/HB) имеют определенную геометрию, позволяющую кроме вязкости рассчитать также скорость сдвига и напряжение сдвига. Во всех остальных аспектах они идентичны дисковым шпинделям. Благодаря определенной геометрии цилиндрические шпиндели частично пригодны для измерения не-Ньютоновских жидкостей. Доступны также цилиндрические эквиваленты дисковых шпинделей №12 и №3 серии LV.

2.4.3 Коаксиальные цилиндры

Геометрия коаксиальных цилиндров обеспечивает их применение для тех задач, где обязательно нужно знать скорость сдвига и напряжение сдвига. Различные аксессуары Брукфильда имеют коаксиальную геометрию, кроме того каждый из них обеспечивает уникальные возможности для конкретных применений. Это следующие аксессуары:

- ✓ адаптер для малых образцов SS (см. разд. 2.6.1);
- ✓ адаптер для низкой вязкости UL (см. разд. 2.6.2);
- ✓ адаптер для контроля температуры Thermosel (см. разд. 2.6.4);
- ✓ адаптер DIN (см. разд. 2.6.3);
- ✓ спиральный адаптер (см. разд. 2.12.2);

2.4.4. Конус/плита

Геометрия конус/плита позволяет измерять абсолютную вязкость при определенных с высокой точностью скорости сдвига и напряжении сдвига. Требуемый объем образца очень мал и контроль температуры осуществляется очень просто. Данная геометрия идеально пригодна для изучения реологических характеристик не-Ньютоновских жидкостей и может быть использована совместно с вискозиметром Cone/Plate, реометром CAP 2000 и реометром R/S (см. разд. 2.10).

2.4.5 Т-образные шпиндели

Как правило эти шпиндели используются совместно со стойкой спирального движения (они входят в комплект поставки данного адаптера) и позволяют работать с нетекучими или слабо текучими материалами, такими как пасты, кремы и гели. Результаты измерения являются «кажущимися», поскольку особая геометрия шпинделей не позволяет определить скорость сдвига или напряжение сдвига (см. разд. 2.12.1).

2.4.6 Лопастные шпиндели

Лопастной шпиндель, погруженный в исследуемый материал, захватывает при вращении часть пробы и создает «цилиндр», позволяя рассчитать скорость сдвига и напряже-

ние сдвига. Данный шпindel позволяет производить исследования нетекучих и слабо текучих материалов и рассчитывать для них предел текучести. Лопастные шпиндели можно использовать совместно с большинством моделей вискозиметров Брукфильда (см. разд. 2.12.3).

2.5 Контроль температуры

Для получения точных и воспроизводимых результатов настоятельно рекомендуется контролировать температуру в процессе измерения.

2.5.1 Жидкостные термостаты

Термостаты можно использовать для контроля температуры при проведении типичных реологических измерений. Предлагается два основных типа термостатов: только с прокачкой и с резервуаром и прокачкой.

Первый тип можно использовать только совместно с устройствами, имеющими двойной кожух, например с адаптером конус/плита (см. разд. 2.10.1) или адаптером SS (см. разд. 2.7.2). Второй тип пригоден для всех устройств, так как кроме прокачки через кожух в резервуар термостата можно устанавливать сосуды с исследуемым материалом.

Большинство термостатов имеют верхний предел температуры 120 °C (в зависимости от используемого теплоносителя). Для работы при температуре около комнатной или ниже необходимо подключение охлаждающего устройства, хотя предлагаются также и криостаты. Для правильного выбора жидкостного термостата обратитесь к локальному представительству Брукфильда.

2.5.2 Система Thermosel

Данная система предназначена для измерения вязкости малого количества материала при повышенной температуре, от +40 до +300 °C. В отличие от термостатов, система не использует жидкий теплоноситель. Более подробная информация приведена в раз. 2.8.

2.5.3 Система на базе элементов Пельтье

Вискозиметр CAP 1000, реометр CAP 2000 и реометр R/S CPS-P1 имеют встроенные элементы Пельтье и позволяют быстро устанавливать и поддерживать нужную температуру.

2.6 Малый объем образца

В качестве сосуда для образца как правило используется химический стакан Гриффина емкостью 600 мл. Во многих случаях невозможно обеспечить такое количество пробы, тогда следует применять какой-либо из описанных адаптеров.

2.6.1 Адаптер SS

Данный адаптер специально сконструирован для работы с малым объемом, имеет двойной кожух, коаксиальную геометрию и может использоваться совместно со всеми вискозиметрами Брукфильда (за исключением моделей с геометрией конус/плита). Требуемый объем образца составляет 2.0 – 16.0мл (в зависимости от модели адаптера). Также от модели зависит диапазон измерения, в целом от 5.0 до 10000000 сПз при скоростях сдвига от 0.066 до 93 с⁻¹. Двойной кожух позволяет подключить циркулятор для контроля температуры.

2.6.2 Адаптер UL

Основное назначение данного адаптера – измерение низкой вязкости. Требуемый объем образца – 16 мл. Более подробная информация приведена в раз. 2.7.1.

2.6.3 Адаптер DIN

Данный адаптер (как и UL) предназначен для измерения низкой вязкости в соответствии со стандартом DIN 53019 в диапазоне от 1 до 50000 сПз.

2.6.4 Система Thermosel

Данная система позволяет измерять вязкость при температуре до 300 °С. Коаксиальная геометрии требует от 8.0 до 13.0 мл пробы (в зависимости от модели шпинделя). Более подробная информация приведена в раз. 2.8.1.

2.6.5 Системы конус/плита

При очень низких объемах пробы рекомендуется использовать систему конус/плита, в этом случае требуется от 0.5 до 2.0 мл пробы (в зависимости от шпинделя). Более подробная информация приведена в раз. 2.10.1.

Для геометрии CAP и R/S требуется менее 1 мл пробы. Более подробная информация приведена в раз. 2.10.

2.7 Низкая вязкость

Вискозиметры и реометры Брукфильда имеют очень высокий диапазон измерения вязкости, однако в некоторых случаях нужно выполнить измерение очень низкой вязкости, за пределами стандартного диапазона. Описанные ниже адаптеры позволяют решить эту проблему.

2.7.1 Адаптер UL

Данный адаптер специально сконструирован для измерения низкой вязкости на вискозиметрах LV, хотя может использоваться и с другими моделями. При работе с вискозиметрами LVF или LVT диапазон измерения составляет 1.0 – 10.0 сПз, скорость сдвига 73.4 с⁻¹ при скорости вращения 60 об/сек. Для других моделей вискозиметров нижний предел измерения составляет: RVT – 6.4 сПз, NAT – 12.8 сПз, HBT – 51.2 сПз.

UL адаптер использует коаксиальную геометрию со снимаемой крышкой на внешнем цилиндре. С установленной крышкой нужно 16 мл пробы и адаптер можно погрузить в жидкостной термостат. Со снятой крышкой можно использовать сосуд практически любого размера.

2.7.2 Адаптер SS

При некоторых комбинациях шпиндель/камера данный адаптер позволяет измерять вязкость ниже стандартного диапазона. Более подробная информация приведена в раз. 2.6.1.

2.7.3 Система Thermosel

При некоторых шпинделях данная система позволяет измерять вязкость ниже стандартного диапазона. Более подробная информация приведена в раз. 2.8.1.

2.7.4 Система конус/плита

Система конус/плита позволяет измерять очень низкую вязкость, вплоть до 0.1 сПз. Более подробная информация приведена в разд. 2.10.

2.8 Высокая температура

Измерение вязкости при высокой температуре может быть простой задачей или очень сложной, в зависимости от материала или величины температуры. Иногда достаточно увеличить расстояние между вискозиметром и разогретым материалом с помощью специальных удлинителей (см. разд. 2.13). Для очень сложных применений (например, расплавленное стекло) нужно использовать специальные печи и муфели и специально разработанные шпиндели из тугоплавких материалов. Это крайние случаи, между ними лежит большинство реальных применений.

2.8.1 Система Thermosel

Данная система предназначена для измерения вязкости малого количества материала при повышенной температуре, от +40 до +300 °С. Обычно она продается в комплекте с вискозиметром, хотя можно заказать ее отдельно как аксессуар к любой модели вискозиметра (за исключением геометрии конус/плита),

Система включает в себя камеру и шпиндель с коаксиальной геометрией, электрическую аппаратуру нагрева (термоконтейнер) и цифровой пропорциональный контроллер температуры с датчиком RTD. Предлагаются три модификации системы Thermosel:

1. ручная система в комплекте с аналоговым вискозиметром;
2. система с аналоговым выходом для регистрации температуры и вязкости в комплекте с цифровым вискозиметром;
3. система с программируемым контроллером температуры и с возможностью подключения к персональному компьютеру.

Для системы Thermosel требуется небольшое количество образца, от 8.0 до 13.0 мл в зависимости от шпинделя. Коаксиальная геометрии позволяет измерять скорость сдвига в диапазоне от 0.08 до 93.0 сек⁻¹ (в зависимости от шпинделя и модели вискозиметра).

2.8.2 Жидкостные термостаты

Жидкостные термостаты Брукфильда также можно использовать для измерения вязкости при повышенных температурах. Некоторые модели имеют рабочий максимум 200 °С. Более подробная информация приведена в разд. 2.4.

2.8.3 Система конус/плита со встроенным нагревателем

Вискозиметры и реометры серии CAP имеют высокотемпературную плиту, нагреваемую до 325 °С, что позволяет работать со смолами и полимерами. Специальная модификация реометра R/S (R/S CPE-E) позволяет разогреть плиту до 250 °С. Малый размер образца обеспечивает быстрое достижение рабочей температуры.

2.9 Скорость сдвига

Во многих случаях требуется измерить абсолютную вязкость продукта, для чего нужно определить скорость сдвига. Ниже перечислены модели приборов и адаптеров, по-

звolyющих определить скорость сдвига, и номера разделов содержащих более подробную информацию.

Цилиндрические шпиндели	2.4.2
Адаптер UL	2.6.2
Адаптер DIN	2.6.2
Адаптер SS	2.6.2
Система Thermosel	2.8.1
Вискозиметры с геометрией конус/плита	2.10.1
Вискозиметр CAP	2.10.2
Реометр R/S	2.10.3

2.10 Высокая скорость сдвига

Большинство моделей вискозиметров Брукфильда ориентировано на относительно невысокие скорости сдвига, обычно не выше 100 с^{-1} . Некоторые модели вискозиметров в комплекте с адаптерами UL (разд. 2.1.6), SS (разд. 2.1.5) и системой Thermosel (разд. 2.1.7) развивают скорость сдвига до 300 с^{-1} . Для достижения более высоких скоростей сдвига следует использовать геометрию конус/плита или реометры PVS и R/S.

2.10.1 Вискозиметры и реометры с геометрией конус/плита

Вискозиметры с геометрией конус/плита позволяют определить абсолютную вязкость малой пробы продукта при определенной скорости сдвига и напряжении сдвига. Объем пробы составляет всего 0.5-2.0 мл, а скорость сдвига имеет диапазон 0.6–1875 сек^{-1} (в зависимости от модели вискозиметра и используемого конуса). Измерительная часть заключена в двойной кожух для контроля температуры.

Полный диапазон измерения вязкости составляет от 0.1 сПз до 2.6 миллионов сПз. Хотя отдельный прибор не покрывает весь диапазон, использование сменных шпинделей обеспечивает каждому вискозиметру очень широкий диапазон измерения.

Геометрию конус/плита можно использовать с различными моделями цифровых вискозиметров. Настоятельно рекомендуется также приобрести жидкостной термостат для точного контроля температуры.

Геометрия конус/плита всегда поставляется вместе с вискозиметром. Ее нельзя приобрести отдельно в качестве аксессуара или для модификации имеющегося вискозиметра. Вискозиметр можно также использовать и с обычными дисковыми и цилиндрическими шпинделями, однако потребуются удлиненный штатив.

2.10.2 Вискозиметры и реометры CAP

Приборы серии CAP имеют геометрию конус/плита и обеспечивают высокую скорость сдвига. Они разработаны для исследований и контроля качества таких материалов, как краски, покрытия, смолы, чернила, косметика, фармацевтические изделия и продукты. Все приборы серии CAP имеют встроенный контроль температуры, объем пробы не превышает 1 мл.

CAP 1000 представляет собой односкоростной вискозиметр, 750 об/мин при 50 Гц и 900 об/мин при 60 Гц. Скорость сдвига составляет 12000 сек^{-1} и 3000 сек^{-1} при 60 Гц и 10000 сек^{-1} и 2500 сек^{-1} при 50 Гц (в зависимости от шпинделя).

CAP 2000 позволяет менять скорость вращения от 50 до 1000 об/мин. Диапазон измерения вязкости составляет 0.1 – 1500 Пз (0.1 – 1500 Па*с) при скоростях вращения от

166 до 13300 сек⁻¹. CAP 1000 соответствует требованиям стандартов BS 3900, ISO 2884 и ASTM D 4287.

2.10.3 Реометр R/S

Данный реометр обеспечивает скорость вращения 4100 сек⁻¹ при коаксиальной геометрии и 4800 сек⁻¹ при геометрии конус/плита. Максимальная скорость вращения составляет 800 об/мин.

2.10.4 Реометр PVS

Данный реометр предназначен для измерения вязкости при высоком давлении и температуре. Диапазон давления от атмосферного до 1000 psi и диапазон температур от -40 до +200 °C позволяют широко использовать реометр для исследования буровых растворов, пульпы и бумаги, пластиков, нефтехимических продуктов и аэрозолей.

Реометр имеет скорости вращения от 0.05 до 1000 об/мин и соответствующие скорости сдвига от 0.01 до 1700 сек⁻¹. Датчик крутящего момента расположен в подшипнике и не подвержен воздействию высокого давления и температуры.

2.11 Определение напряжения сдвига

Реометр R/S

Данный реометр отличается от всех остальных приборов Брукфильда тем, что задается не скорость вращения шпинделя, а напряжение сдвига. Такой подход имеет несколько преимуществ: очень широкий диапазон измерения вязкости, возможность измерять предел текучести и возможность изучать высоковязкие гели.

Предлагается несколько моделей реометра R/S. Модель с коаксиальной геометрией комплектуется шпинделями DIN диаметром 8, 14, 25, 45 и 48 мм. Модель с геометрией конус/плита комплектуется конусами с углом 1 и 2 градуса диаметром 2.5, 5.0 и 7.5 см. Также доступна геометрии плита/плита с плоскими плитами диаметром 2.5, 5.0 и 7.5 см. Данная геометрия оптимальна для экстремально вязких веществ или веществ, содержащих твердые частицы.

Прибор для испытаний мягких материалов R/S SST

Данная версия реометра предназначена для проведения специальных исследований, например изучения текучести материалов. Это отличный способ изучения продуктов, которые нельзя подвергать сдвигу перед измерением.

В реометре используются шпиндели с лопастной геометрией и очень низкими скоростями сдвига и напряжениями сдвига, что позволяет изучать вязкоэластичные характеристики таких материалов, как пасты, гели, парафины и глинистые растворы.

2.12 Нетекучие материалы

Изучение нетекучих и слаботекучих материалов представляет собой серьезную проблему. При вращении шпинделя в продукте прорезаются своего рода каналы, в результате чего прибор показывает очень низкую вязкость, не соответствующую действительности. Брукфильд предлагает несколько решений данной проблемы.

2.12.1 Стойка спирального движения

К этой моторизированной стойке можно подсоединить любой вискозиметр Брукфильда. Стойка медленно движется вверх и вниз (со скоростью 7/8 дюйма в минуту), в то время как Т-образный шпиндель вращается в исследуемом материале. Перекладина

шпинделя, двигаясь по спирали, постоянно попадает в «свежий» материал. Тем самым исчезает туннельный эффект, присущий обычным шпинделям.

В комплект поставки входят 6 Т-образных шпинделей и специальное соединение для подключения шпинделя к вискозиметру.

2.12.2 Спиральный адаптер

Данный адаптер позволяет изучать пастообразные материалы, такие как паяльные пасты, продукты, косметику и лекарства. Адаптер имеет внутренний резьбовой шпиндель, вращающийся внутри коаксиального цилиндра. При вращении шпинделя проба постоянно прокачивается через адаптер. Измерение производится после того, как установилось постоянное течение. Измерение в условиях постоянного течения (по сравнению с другими методами) менее чувствительно к неоднородности пробы.

2.12.3 Лопастные шпиндели

Лопастные шпиндели при погружении в пробу не нарушают структуру образца. При вращении шпинделя материал захватывается лопастями и образует виртуальный цилиндр. Дисковые шпиндели позволяют получить полные реологические данные, их можно использовать с любым вискозиметром Брукфильда и с реометром R/S-SST.

2.13 Специальные аксессуары

Следующие аксессуары можно заказать для использования совместно с вискозиметрами и реометрами Брукфильда.

2.13.1 Быстрое соединение

Данное устройство позволяет быстро подсоединить/отсоединить шпиндель. Это экономит время и позволяет избежать опасности испортить резьбу. Быстрое соединение выполнено из нержавеющей стали и может быть использовано с дисковыми шпинделями LV, RV, HA, HB и с Т-образными шпинделями.

2.13.2 Удлинитель шпинделя

Удлинитель шпинделя может понадобиться в ситуациях, когда нужно увеличить дистанцию между вискозиметром и пробой (максимум 6 футов). Удлинитель типа D устанавливается между вискозиметром и шпинделем и используется в ситуациях, когда можно наблюдать глубину погружения шпинделя. Тип S включает в себя погружаемую часть шпинделя и используется в ситуациях, когда нельзя наблюдать глубину погружения шпинделя.

2.14 Дымы и опасные условия

Если исследуемый материал образует дым или пар они могут попасть в прибор, этой ситуации следует избегать. Если же пары горючие или взрывчатые, это представляет опасность не только для прибора, но и для персонала.

2.14.1 Штуцер продувки

Данный аксессуар устанавливается на корпус вискозиметра и может использоваться с любой моделью. Инертный газ (например, азот) под небольшим давлением прокачивается через корпус вискозиметра, создавая внутри избыточное давление. Тем самым предотвращается попадание дыма и пара внутрь вискозиметра.

Штуцер продувки также можно установить на корпус системы конус/плита и системы Thermoseal, обеспечивая контролируруемую атмосферу над пробой.

2.14.2 Взрывозащищенная конструкция(только аналоговая модель)

В условиях опасности взрыва следует использовать взрывозащищенное оборудование. Брукфильд предлагает взрывозащищенное исполнение для аналогового вискозиметра. Данный прибор проверен в лаборатории Underwriter и соответствует классу 1 группы D. Для цифровых вискозиметров и реометров взрывозащищенное исполнение недоступно.

Также недоступно взрывозащищенное исполнение для аксессуаров, имеющих электрическое питание, например для стойки спирального движения или для системы Thermosel. Эти аксессуары можно использовать только в безопасных условиях.

Глава 3

3.1 Зачем читать эту главу?

В данной главе излагается информация, позволяющая осмысленно выполнять измерение вязкости. Описываются механические компоненты вискозиметров Брукфильда и даются рекомендации по технологии измерений.

Возможно, сторонники прагматической школы не захотят читать эту главу. Однако хорошее понимание базовых принципов измерения вязкости будет полезно представителям всех направлений.

3.2 Как работает вискозиметр Брукфильда

Вискозиметры Брукфильда измеряют крутящий момент, возникающий при вращении погружаемого элемента (шпинделя) в жидкости. Шпиндель приводится в движение двигателем через калиброванную пружину, степень деформации пружины указывается индикатором на шкале (или выводится на дисплей). Широкий диапазон измерения достигается за счет многоскоростной трансмиссии и взаимозаменяемых шпинделей.

Для данной вязкости гидравлическое сопротивление (выражающееся в угле поворота пружины) пропорционально скорости вращения шпинделя и зависит от его геометрии (формы и размера). Гидравлическое сопротивление возрастает при увеличении размера шпинделя и/или при увеличении скорости вращения. Таким образом, при данной скорости вращения и геометрии шпинделя увеличение вязкости приводит к увеличению угла поворота пружины. Для любой модели вискозиметра Брукфильда минимальный диапазон достигается использованием самого большого шпинделя на максимальной скорости, максимальный диапазон достигается использованием самого маленького шпинделя на минимальной скорости. Измерение с одним шпинделем на разных скоростях вращения выполняется для определения и изучения реологических свойств флюидов. Различные реологические свойства описаны в главах 4 и 5.

Каждый вискозиметр состоит из нескольких механических компонентов. На рисунке 3-1 приведены основные компоненты для аналогового прибора.

Шаговый двигатель (заменивший синхронный двигатель и трансмиссию в 2000 г) расположен в верхней части прибора. Калиброванная пружина из сплава бериллия с медью одним концом подсоединена к оси шарнира, а другим концом – к указателю шкалы. Шкала вращается валом двигателя и, в свою очередь, вращает ось через пружину. В аналоговой модели указатель подсоединен к шарниру оси и показывает его угловую позицию относительно шкалы. В цифровых моделях угловая позиция измеряется с помощью датчика RVDT и выводится на дисплей.

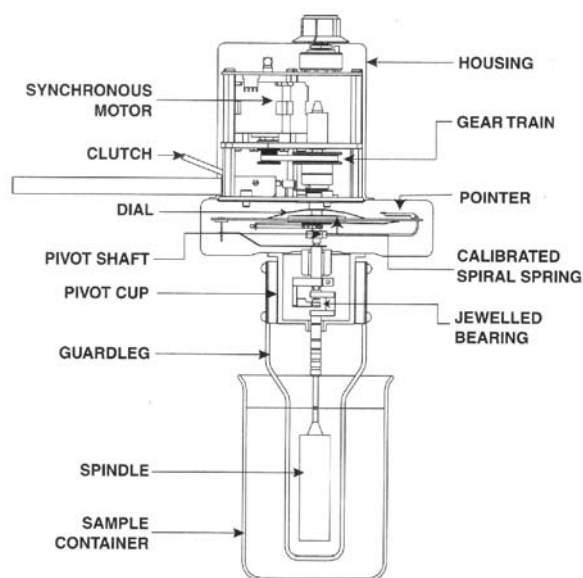


Рис. 3-1

Под корпусом расположена чашка шарнира, через которую выходит нижний конец шарнира оси. Внутри чашки расположена опорная подушка, вращающаяся вместе со шкалой или датчиком. На нижнем конце оси расположено резьбовое соединение, на которое накручивается шпindelь.

3.3 Технология измерения вязкости

Как и для любых высокоточных приборов, правильная технология измерений увеличивает эффективность эксплуатации вискозиметров Брукфильда. Подробная инструкция по проведению измерений приведена в Руководстве пользователя, поставляемом вместе с каждым прибором, и здесь повторяться не будет. Вместо этого мы дадим рекомендации и советы, базирующиеся на 65-летнем опыте наших пользователей. В результате Вы получите базовые знания по процедуре измерения вязкости и сможете перейти к более сложным исследованиям.

3.3.1 Регистрация условий измерения

При выполнении измерений обязательно регистрируйте следующую информацию:

- модель вискозиметра;
- номер шпинделя (или используемый аксессуар);
- скорость вращения;
- размеры сосуда;
- температуру образца;
- длительность вращения шпинделя;
- процедуру подготовки образца (при необходимости);
- использовалась или нет защитная рамка.

Для регистрации удобно использовать бланк отчета, прилагаемый к Руководству пользователя.

3.3.2 Шпindelь и защитная рамка

Перед использованием шпинделя внимательно осмотрите его. Механические повреждения и коррозия изменяют форму и размеры шпинделя и приводят к ошибочным ре-

зультатам. Новые шпиндели имеют яркую полировку, так что точечная коррозия, затупление углов и другие повреждения легко обнаружить. В этом случае следует приобрести новый шпindel. Если Вы часто встречаетесь с подобными проблемами, возможно следует заказать шпиндели из коррозионно-стойкой нержавеющей стали марки 316 или шпиндели с тефлоновым покрытием. Также доступны шпиндели из специальных материалов.

Помните, что шпиндели имеют **левую** резьбу. При накручивании шпинделя слегка приподнимайте вал одной рукой, чтобы избежать повреждения шарнира оси и опорной подушки. Не ударяйте шпинделем по стенкам сосуда. Лучше всего погрузить шпindel в исследуемый материал, установить в правильную позицию и лишь затем накрутить на вал вискозиметра.

Защитная рамка, поставляемая вместе с прибором, защищает шпindel от повреждений и оказывает влияние на результаты измерения (при работе со шпинделями №1 и №2). Рекомендуется всегда работать с установленной защитной рамкой. Если по каким-либо причинам рамка не используется, это следует отразить в отчете. Возможно нужно будет перекалибровать прибор, чтобы компенсировать отсутствие рамки (см. разд. 3.3.10).

Примечание: защитная рамка поставляется только с аналоговыми и цифровыми вискозиметрами серии LV и RV вместе со стандартными шпинделями. Приборы серии HA и HB, а также приборы с геометрией конус/плита, не нуждаются в защитной рамке. Также рамка не используется с большинством аксессуаров.

3.3.3 Выбор скорости вращения

При выполнении измерений по готовой методике или процедуре достаточно выбрать шпindel и скорость вращения, указанные в методике. В противном случае шпindel и скорость выбираются методом проб и ошибок. Главным показателем при этом является величина крутящего момента, определяемая по шкале или считываемая с дисплея. Величина момента должна быть в пределах от 10 до 100, причем чем ближе к 100, тем выше точность измерения (см. разд. 3.3.7). При крутящем моменте выше 100 следует выбрать меньший шпindel или уменьшить скорость вращения. И наоборот, при крутящем моменте меньше 10 следует выбрать больший шпindel или увеличить скорость вращения.

Если заранее примерно известна вязкость продукта, нужную комбинацию шпindel/скорость можно быстро выбрать с помощью таблицы коэффициентов (Factor Finder), поставляемой вместе с прибором. Для любой комбинации шпindel/скорость максимальная величина вязкости равна коэффициенту, умноженному на 100. Эта величина также называется Полная Шкала (Full Scale Range – FSR). Для цифровых вискозиметров величину полной шкалы (в сПз) для данной комбинации шпindel/скорость можно быстро узнать, нажав на клавишу Autorange.

Минимальная величина вязкости равна коэффициенту, умноженному на 10. Например, у вискозиметра LVT для шпинделя №2 при скорости вращения 12 об/мин коэффициент равен 12. Соответственно, в этих условиях мы можем измерить максимум $25 \times 100 = 2500$ сПз и минимум $25 \times 10 = 250$ сПз. Если вязкость нашего продукта примерно 2000 сПз, то можно работать с данным шпинделем при данной скорости. Если же вязкость около 4000 сПз, следует выбрать другой шпindel и/или скорость. При небольшом опыте быстрого взгляда в Таблицу Коэффициентов достаточно для правильного выбора.

При повторных измерениях одного продукта следует использовать тот же шпindel на той же скорости. Если нужно выполнить измерения на разных скоростях, следует выбрать шпindel, обеспечивающий крутящий момент от 10 до 100 при всех требуемых скоростях. В некоторых случаях можно работать и с крутящим моментом ниже 10, помня о соответствующем уменьшении точности измерений.

3.3.4 Размер сосуда

При работе со стандартными моделями вискозиметров рекомендуются сосуды с внутренним диаметром $3 \frac{1}{4}$ дюйма (83 мм) или больше. Традиционно используется стакан Гриффина емкостью 600 мл. Использование сосудов меньшего размера приведет к завышенным показаниям, особенно для шпинделей №1 и №2.

При необходимости использования маленького сосуда этот факт следует отразить в отчете. Если один и тот же сосуд используется для всех измерений, проблем не должно возникнуть. Чтобы компенсировать влияние маленького сосуда может потребоваться перекалибровать прибор (см. разд. 3.3.10). Однако наилучшим выходом будет использовать адаптер для малых образцов (см. разд. 2.6.1).

3.3.5 Пробоподготовка

Проба должна быть свободна от связанного воздуха. Пузырьки можно удалить аккуратным постукиванием по сосуду или вакуумированием.

Температура пробы должна быть постоянной по всему объему. Для проверки измерьте температуру в разных местах. Доведите образец, шпиндель и защитную рамку до одинаковой температуры. Равномерности температуры легко добиться взбалтыванием сосуда, однако следует убедиться, что это не повлияет на вязкость пробы (см. разд. 4.7.5). Коэффициенты, используемые для пересчета показаний прибора в величину вязкости, не зависят от температуры.

Для достижения требуемой температуры можно использовать жидкостной термостат (см. разд. 2.5). для достижения высокой температуры (до 300 °C) рекомендуется использовать систему Thermosel (см. разд. 2.8.1).

Часто важное значение имеет гомогенность пробы, особенно для суспензий, в которых может происходить выпадение осадка. Во многих случаях достаточно перемешать пробу непосредственно перед измерением.

3.3.5 Погружение шпинделя

Шпиндель следует погружать точно до середины метки на его валу. В противном случае будут получены некорректные результаты.

В некоторых случаях реологическая структура пробы может быть разрушена при погружении шпинделя. В таких ситуациях рекомендуется погружать шпиндель в максимально удаленной точке пробы, а затем в горизонтальном положении подводить в центр сосуда. Наворачивать шпиндель на вал прибора следует в последнюю очередь.

3.3.8 Точность и повторяемость измерений

Для всех Вискозиметров Брукфильда гарантируется точность измерений $\pm 1\%$ от полной шкалы для данной комбинации шпиндель/скорость. Данная величина, выраженная в сПз, равна величине коэффициента, то есть для комбинации шпиндель/скорость с коэффициентом 25 точность измерений составит ± 25 сПз. Повторяемость составляет $\pm 0.2\%$.

Точность конкретного измерения зависит от величины крутящего момента и возрастает при приближении момента к 100. Рассмотрим такой пример:

Вискозиметр LVT со шпинделем №1 и скоростью вращения 60 об/мин имеет коэффициент =1. Как отмечалось выше, для каждой комбинации шпиндель/скорость величина полной шкалы равна коэффициент x 100, в нашем случае $1 \times 100 = 100$ сПз. Значит точность измерений составит 1% от этой величины, т.е. 1 сПз вне зависимости от величины крутящего момента. Следующая таблица показывает относительную погрешность измерения в зависимости от величины крутящего момента:

Крутящий момент	Вязкость	Точность измерения	Относительная погрешность
100	100	1 сПз	1%
50	50	1 сПз	2%
10	10	1 сПз	10%

Все высказанное относится и к повторяемости измерений – относительное отклонение уменьшается при увеличении крутящего момента.

3.3.8 Считывание результатов

Перед началом работы убедитесь, что прибор надежно закреплен на стойке и выставлен по уровню. Выберите нужный шпиндель и накрутите его на вал вискозиметра. Не перепутайте шпиндели LV и RV.

Включите двигатель и дождитесь стабилизации показаний. Иногда может потребоваться до 5 минут для стабилизации показаний. В большинстве случаев отсчет можно снимать, если показания относительно постоянны в течение небольшого промежутка времени.

Для увеличения повторяемости результатов желательно снимать показания после одинакового числа оборотов шпинделя. Поскольку в этом случае длительность измерения существенно зависит от скорости вращения, можно также снимать показания после одинакового времени вращения.

В некоторых ситуациях показания не стабилизируются даже после длительного периода вращения. Как правило это связано с наличием в продукте вязкоэластичных компонентов. Если показания непрерывно растут или уменьшаются, значит реологические характеристики продукта зависят от времени и следует применять специальные методики измерения (см. разд. 4.5).

Величина крутящего момента может колебаться на 0.1-0.2% даже после достижения равновесия. В этом случае можно просто использовать среднее значение. Более значительные колебания указывают на особые свойства продукта, описанные в предыдущем параграфе.

После измерения следует умножить полученную величину на коэффициент, приведенный в Таблице Коэффициентов. Для цифровых вискозиметров никаких вычислений выполнять не надо - величина вязкости сразу выводится на дисплей (при условии, что был правильно введен номер шпинделя).

Примечание: для расчета можно использовать как величину коэффициента, так и величину полной шкалы. При умножении показаний прибора на коэффициент мы сразу получаем величину вязкости в сПз. Для некоторых аксессуаров вместо коэффициента указывается величина полной шкалы, равная коэффициенту умноженному на 100. В этом случае для расчета вязкости следует умножить показания прибора на величину полной шкалы и разделить на 100.

3.3.9 Проверка калибровки

Пользователи часто беспокоятся о точности получаемых результатов. Описанные ниже процедуры позволят проверить исправность механической системы прибора:

- A. Колебания в частоте электропитания могут привести к неверной скорости вращения шпинделя и, соответственно, к ошибочным результатам. Напряжение питания не имеет значения, пока оно остается в пределах $\pm 10\%$ от величины, указанной на идентификационной табличке прибора. Другие признаки некачественного

- В. Повреждения шарнира оси или опорной подушки приводят к грубым ошибкам измерения. Для проверки этих компонентов выполните следующее:
1. Закрепите прибор на стойке и выровняйте по уровню. Не подсоединяйте шпиндель. Аналоговый вискозиметр должен быть выключен, а цифровой включен, но с выключенным двигателем.
 2. Поверните вал до крутящего момента 5-10 и отпустите его.
 3. Указатель шкалы должен свободно и плавно возвращаться к нулю при каждом испытании, это указывает на исправность шарнира и подушки. Если указатель движется с трудом или застревает, прибор следует отправить в ремонт. У цифровых моделей показания дисплея должны быстро и плавно возвращаться к нулю.
- С. Опыт показывает, что характеристики пружины из сплава бериллия и меди не изменяются даже после сотен тысяч измерений. Поэтому проверку пружины можно не проводить.
- Д. На последнем этапе рекомендуется произвести измерение сертифицированного стандарта вязкости. Лучше всего использовать для этого стандарты вязкости Брукфильда.
- Е. Если прибор успешно прошел все испытания, его можно смело использовать для рутинных анализов. Если остаются какие-либо проблемы, обратитесь к разд. 3.5.

3.3.10 Перекалибровка вискозиметра

Бывают ситуации, когда нельзя или неудобно использовать стандартный стакан Гриффина емкостью 600 мл. Также некоторые пользователи не устанавливают защитную рамку, например, чтобы сократить объем очистки после анализа. В любом случае отклонение от стандартной процедуры требует перекалибровки прибора, если Вы хотите получать точные и воспроизводимые результаты.

Если измерение всегда выполняется при одинаковых условиях, то можно обойтись простой процедурой:

1. Измерьте вязкость продукта в стандартном и в нестандартном сосуде и/или с и без защитной рамки. Убедитесь, что все измерения выполняются с одинаковым шпинделем при одинаковой скорости вращения и при одинаковой температуре продукта.
2. Запишите новое значение – это будет новая точка отсчета, соответствующая исходному значению.

Данная процедура обычно применяется в целях контроля качества, когда абсолютная величина вязкости не имеет особого значения, важно только изменение этой величины.

Если необходимо измерить абсолютную величину вязкости в нестандартном сосуде и/или без защитной рамки, следует воспользоваться следующей процедурой:

1. Выполните измерение Ньютоновской жидкости в стандартном сосуде. Рекомендуется использовать для этой цели стандарты вязкости Брукфильда.
2. Перелейте стандарт в новый сосуд, который собираетесь использовать в будущем. Убедитесь, что температура стандарта такая же, как на этапе 1.
3. Используя тот же шпиндель измерьте крутящий момент и скорость вращения S1.
4. Рассчитайте новый диапазон измерения по формуле:

$$R1=100*\eta/x$$

где R1- полная шкала в новых условиях;

η - вязкость стандарта, измеренная на этапе 1;

x – крутящий момент, измеренный на этапе 3.

5. Если измерения выполнялись при разных скоростях вращения, рассчитайте диапазоны измерения для остальных скоростей по формуле:

$$R1/R2=S2/S1$$

где R1- полная шкала, рассчитанная на этапе 4 при скорости вращения S1;

S2 – скорость вращения, для которой определяется диапазон R2.

6. Новый коэффициент f рассчитывается по формуле:

$$f=R1/100$$

где R1 – полная шкала для конкретной скорости вращения, определенная на этапе 2.

Для расчета вязкости в новых условиях достаточно умножить измеренный крутящий момент (для конкретной комбинации шпиндель/скорость) на коэффициент f.

3.4 Обслуживание вискозиметра

При правильной эксплуатации вискозиметры Брукфильда являются приборами высочайшей надежности. Большинство проблем можно выявить проверкой калибровки, описанной в разд. 3.3.9. Ниже приведены рекомендации, как избежать появления проблем:

- (A) При измерении вискозиметр развивает очень небольшое усилие, поэтому любое избыточное трение окажет серьезное влияние на результаты. Следует всячески избегать попадания в корпус прибора пыли, паров, жидкостей и любых других посторонних материалов. Если необходимо проводить измерения в загрязненной среде, используйте удлинитель шпинделя и/или штуцер продувки, чтобы минимизировать вредные последствия. Эти аксессуары описаны в разд. 2.1.4.
- (B) Ни в коем случае не переворачивайте прибор вверх ногами сразу после измерения, когда шпиндель покрыт жидкостью.
- (C) Не работайте при температуре окружающей среды выше 40 °C. Если нужно измерять разогретые образцы, используйте удлинитель шпинделя или систему Thermosel.
- (D) Не прилагайте к шпинделю усилий, направленных вниз или вбок. Это может повредить шарнир вала или опорную подушку. При подсоединении или отсоединении шпинделя обязательно слегка приподнимайте вал. Не допускайте ударов шпинделя о стенки сосуда.
- (E) Не допускайте падения прибора и ударов по нему. Надежно закрепляйте вискозиметр на стойке. Для переноски используйте чемоданчик, входящий в комплект поставки.

Если имеются следы физического повреждения или вискозиметр не проходит проверку калибровки, обратитесь для ремонта к локальному представителю Брукфильда.

Периодичность обслуживания прибора зависит от условий эксплуатации. В обычных условиях достаточно ежегодного обслуживания, в более жестких условиях интервал между обслуживаниями следует сократить. Для выполнения технического обслуживания обратитесь к локальному представителю Брукфильда.

3.5 Поиск и устранение неисправностей

Процедура диагностики для конкретной модели вискозиметра подробно изложена в Руководстве пользователя, поставляемом вместе с каждым прибором. В данной главе описаны наиболее типичные проблемы и методы их решения.

Шпиндель не вращается

- Убедитесь, что вискозиметр подключен к электросети.
- Проверьте напряжение питания (115 В, 220 В). Оно должно соответствовать данным, указанным на идентификационной табличке.
- Убедитесь, что сетевой выключатель находится в положении ON.
- Убедитесь, что переключатель скорости вращения установлен в правильную позицию.

Наблюдается биение шпинделя или шпиндель изогнут

- Убедитесь, что шпиндель надежно накручен на вал.
- Проверьте прямизну всех шпинделей, замените изогнутые.
- Проверьте резьбу на шпинделе и валу, при необходимости поправьте резьбу с помощью метчика с левой резьбой 3/56 дюйма.
- Проверьте резьбу на износ, при сильном износе отправьте прибор в ремонт.
- Проверьте вращение шпинделя на эксцентриситет и биение. Допускается отклонение на 1/32 дюйма в любую сторону при вращении в воздухе.
- Проверьте положение прибора по уровнемеру.

Если проблема не решена, проведите следующую диагностику:

- Закрепите прибор на стойке и выровняйте по уровню. Не подсоединяйте шпиндель. Аналоговый вискозиметр должен быть выключен, а цифровой включен, но с выключенным двигателем.
- Поверните вал до крутящего момента 15-20 для аналоговой модели или до показаний дисплея 15-20% для цифровой модели.
- Осторожно отпустите вал.
- Указатель шкалы должен свободно и плавно возвращаться к нулю при каждом испытании, это указывает на исправность шарнира и подушки. У цифровых моделей показания дисплея должны быстро и плавно возвращаться к нулю.

Если указатель движется с трудом или застревает, прибор следует отправить в ремонт.

Затем проверьте калибровку прибора:

- Проверьте выбор шпинделя, скорости вращения и модели вискозиметра.
- Проверьте параметры испытания: температуру, сосуд, объем пробы, метод.
- Проведите измерение вязкости в соответствии с процедурой, изложенной в Руководстве пользователя.

Если результаты измерения не укладываются в допустимые пределы, прибор следует отправить локальному представителю Брукфильда для технического обслуживания и/или калибровки.

Глава 4

4.1 Введение в реологию

В словаре Вебстера термин «реология» описывается следующим образом: «наука, изучающая изменение формы и течения материалов, включая эластичность, вязкость и пластичность». Мы обращаем основное внимание на вязкость, определяемую как «внутреннее трение в жидкости, вызванное взаимодействием молекул, и приводящее к сопротивлению течения». Ваш вискозиметр Брукфильда измеряет степень этого трения и является, таким образом, реологическим инструментом.

В данной главе описываются различные типы течения жидкостей и использование вискозиметров Брукфильда для детального анализа течения. Эта информация будет полезна для всех пользователей, особенно для принадлежащих к теоретической и академической школам.

4.2 Вязкость

Вязкость является мерой внутреннего трения, возникающего, когда слой жидкости движется относительно другого слоя. Чем больше трение, тем большее усилие необходимо для движения, обычно называемого «сдвиг». Сдвиг имеет место, когда происходит физическое движение или перераспределение жидкости, например при переливании, растекании, разбрызгивании, перемешивании и т.д.

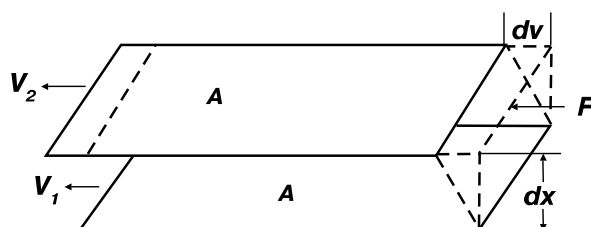


Рис. 4-1

Исаак Ньютон дал определение вязкости с помощью модели, приведенной на рис. 4-1. Два параллельных плоских слоя жидкости с одинаковой площадью «А» находятся на расстоянии «dx» и движутся со скоростями «V1» и «V2». Ньютон предположил, что сила, необходимая для поддержания данной разности скоростей пропорциональна градиенту скорости. Математически зависимость выражается следующим образом:

$$F/A = \eta * dV/dx$$

где η - константа для данной жидкости и называется «вязкость».

Градиент скорости dV/dx определяет разницу в скорости движения слоев жидкости относительно друг друга и называется «скорость сдвига». Эта величина в дальнейшем будет обозначаться символом « γ ». Единица измерения градиента скорости называется «обратная секунда» (сек^{-1}).

Выражение F/A описывает удельную силу (т.е. силу, приходящуюся на единицу площади), необходимую для осуществления сдвига. Эта величина называется «напряжение сдвига» и обозначается символом « τ ». Единица измерения напряжения сдвига – «дина на квадратный сантиметр» ($\text{дина}/\text{см}^2$) или «ньютон на квадратный метр» ($\text{Н}/\text{м}^2$).

Таким образом $\eta = \text{вязкость} = \tau/\gamma = \text{напряжение сдвига}/\text{скорость сдвига}$.

Основной единицей измерения вязкости является «Пуаз». Флюид имеет вязкость 1 Пуаз, если напряжение сдвига 1 $\text{дин}/\text{см}^2$ вызывает скорость сдвига 1 сек^{-1} . Вы можете также выражать вязкость в единицах международной системы СИ «Паскаль/сек» ($\text{Па}/\text{с}$) или «милиПаскаль/сек» ($\text{мПа}/\text{с}$). Один $\text{Па}/\text{с}$ равен 10 Пз, один $\text{мПа}/\text{с}$ равен 1 сПз.

Ньютон предположил, что при данной температуре вязкость флюидов не зависит от скорости сдвига, т.е. удвоение силы всегда приведет удвоению скорости движения. Далее мы увидим, что Ньютон был не совсем прав.

4.3 Ньютоновские жидкости

Тот тип течения, который Ньютон приписал всем флюидам, называется (как ни странно) «Ньютоновским». Однако это только один из возможных вариантов.

Ньютоновские жидкости представлены графически на рис. 4-2. График А показывает, что зависимость скорости сдвига от напряжения сдвига имеет линейный характер. График В показывает, что вязкость флюида остается постоянной при любых скоростях сдвига. Типичными Ньютоновскими жидкостями являются вода и маловязкое моторное масло.

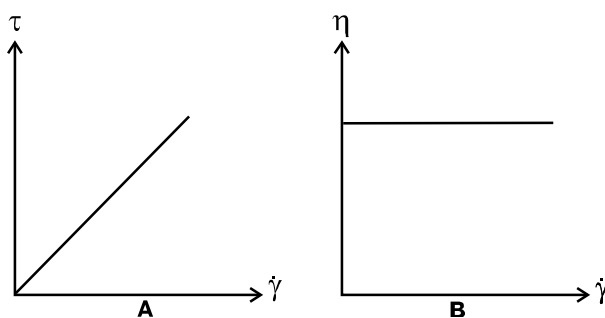


Рис. 4-2

На практике это означает, что при данной температуре результаты измерений не зависят от модели вискозиметра, геометрии шпинделя и скорости вращения. Стандарты вязкости Брукфильда представляют собой именно Ньютоновские жидкости (в пределах скоростей сдвига, развиваемых вискозиметрами Брукфильда).

С Ньютоновскими жидкостями легче всего работать – просто взяли прибор и выполнили измерение. К сожалению, они встречаются гораздо реже, чем неНьютоновские жидкости, о которых пойдет речь в следующем разделе.

4.4 НеНьютоновские жидкости

К неНьютоновским жидкостям относятся все флюиды, для которых отношение напряжения сдвига к скорости сдвига не является константой. Другими словами, изменение напряжения сдвига не вызывает пропорционального изменения скорости сдвига (более того, скорость сдвига может изменяться в противоположном направлении). Поэтому модель прибора, геометрия шпинделя и скорость вращения влияют на результаты измерения. В связи с этим измеренная вязкость называется «кажущейся вязкостью» и имеет смысл только если все параметры измерения строго определены и выполняются.

НеНьютоновские флюиды можно представить себе как смесь молекул разной формы и размера. При движении относительно друг друга их форма, размер и взаимодействие определяют величину силы, необходимой для поддержания движения. При конкретной скорости сдвига может потребоваться большее или меньшее усилие сдвига.

Существуют несколько различных типов неНьютоновского течения, в зависимости от характера зависимости вязкости от скорости сдвига. Ниже описаны наиболее распространенные типы:

ПСЕВДОПЛАСТИЧНЫЕ: для данного типа флюидов вязкость уменьшается с увеличением скорости сдвига, как показано на рис. 4-3.

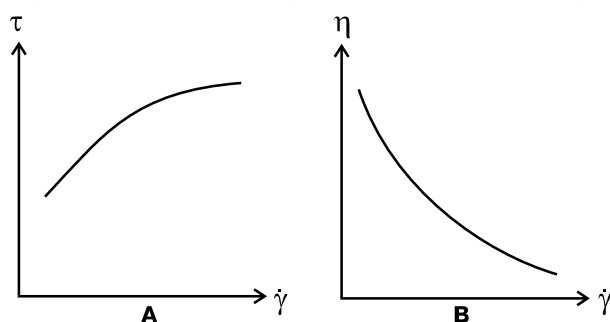


Рис. 4-3

Это, по видимому, наиболее распространенный тип неНьютоновских жидкостей, к нему относятся краски, эмульсии и дисперсии разного рода. Упрощенно можно представить, что при вращении шпинделя разрушается структура молекул и они ориентируются более параллельно шпинделю. Соответственно, уменьшается сопротивление вращению. Чем быстрее вращается шпиндель, тем больше разрушается структура и тем меньше вязкость.

ДИЛАТАНТНЫЕ: для этих флюидов характерно увеличение вязкости при увеличении скорости сдвига, как показано на рис. 4-4.

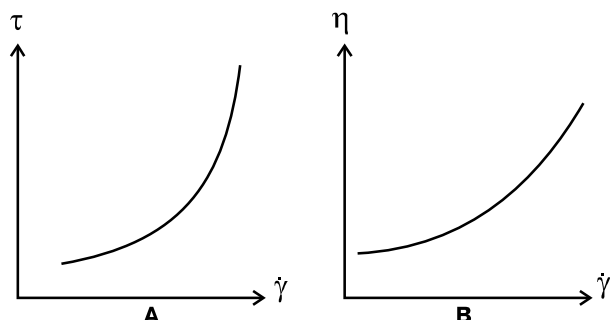


Рис. 4-4

Хотя дилатантные флюиды встречаются реже псевдопластичных, они достаточно широко распространены. К ним относятся жидкости с высоким содержанием твердых частиц, такие как глинистые растворы, растворы крахмала в воде и песчано-водные смеси.

ПЛАСТИЧНЫЕ: в статичных условиях такие флюиды ведут себя как твердые тела. Они начинают течь только после приложения некоторого минимального усилия, называемого «предел текучести». Характерным примером является томатный кетчуп, как правило, он не течет, пока мы хорошенько не встряхнем бутылку. После того, как превышен предел пластичности, флюид начинает течь и может демонстрировать Ньютоновский, псевдопластичный или дилатантный тип течения (см. рис. 4-5).

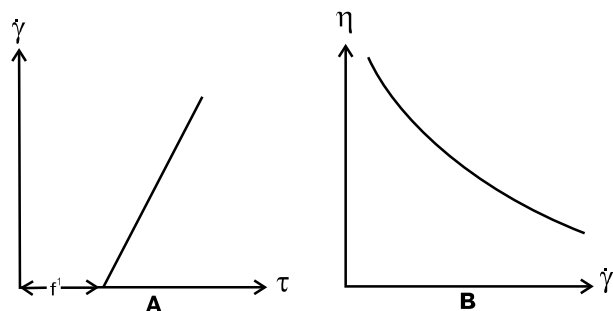


Рис. 4-5

До сих пор мы рассматривали влияние скорости сдвига на вязкость. А что происходит с течением времени? Этот вопрос приводит нас к двум новым типам течения: тиксотропному и реопексному.

4.5 Тиксотропные и реопексные флюиды

Для некоторых флюидов характерно изменение вязкости со временем, даже при постоянных условиях измерения.

ТИКСОТРОПНЫЕ: для таких флюидов характерно уменьшение вязкости со временем, при постоянной скорости сдвига (см. рис. 4-6).

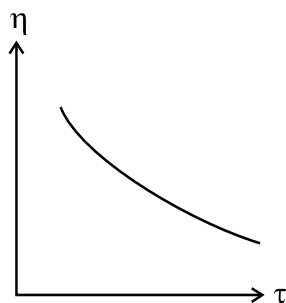


Рис. 4-6

РЕОПЕКСНЫЕ: вариант, противоположные тиксотропности. Вязкость увеличивается со временем при постоянной скорости вращения (см. рис. 4-7).

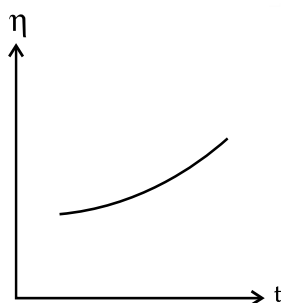


Рис. 4-7

Оба варианта могут совмещаться с любым типом течения, описанным в предыдущем разделе. Зависимость от времени может быть самой разной, некоторые флюиды достигают конечной вязкости за несколько секунд, а некоторым может потребоваться несколько дней.

Реопексные флюиды встречаются очень редко. Тиксотропные встречаются гораздо чаще, например смазки, плотные чернила и краски.

Если провести измерения при разных скоростях сдвига, мы получим графики, подобные приведенным на рис. 4-8. График зависимости скорости сдвига от напряжения сдвига показывает, что скорость сдвига возрастает до некоторой величины, а затем резко падает до начальной. Заметьте, что две кривые не совпадают. Эта петля гистерезиса связана с тем, что вязкость флюида уменьшается с увеличением времени сдвига. Этот эффект может быть обратимым или необратимым.

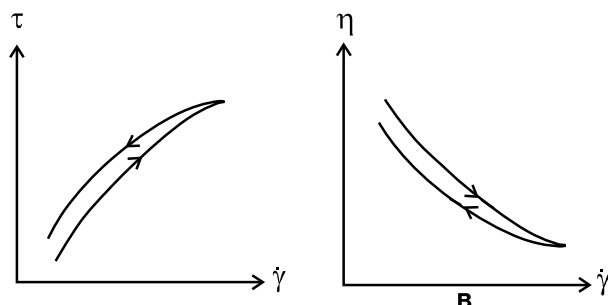


Рис. 4-8

Реологические характеристики, естественно, влияют на методику измерения вязкости. В разд. 4.7 будут обсуждаться некоторые особые эффекты и соответствующие методики. Глава 5 посвящена математическим моделям, используемым для анализа характера течения при различных условиях. Но перед этим нам нужно обсудить, какое влияние на измерение вязкости оказывает ламинарное и турбулентное течение.

4.6 Ламинарное и турбулентное течение

При определении термина «вязкость» предполагалось, что мы имеем дело с так называемым «ламинарным» течением: т.е. при движении одного слоя жидкости относительно другого между ними не происходит обмен веществом, вязкость связано только с трением между слоями.

Существует некоторая предельная скорость, поле которой начинается обмен веществом между слоями, т.е. «турбулентное» течение. Молекулы или частицы переходят из слоя в слой, рассеивая энергию. В результате при одинаковой вязкости в случае для поддержания турбулентного движения при той же скорости требуется больше энергии. Соответственно, измерение вязкости в условиях турбулентного течения приводит к завышенным величинам.

Максимальная скорость, при которой ламинарное течение переходит в турбулентное, зависит от нескольких факторов, в числе которых вязкость и плотность продукта, геометрия шпинделя и сосуда.

Не следует путать турбулентное течение и дилатантный тип течения. В общем случае дилатантные материалы характеризуются монотонным возрастанием вязкости по мере увеличения скорости сдвига. Турбулентное течение характеризуется относительно быстрым и резким увеличением вязкости при увеличении скорости сдвига выше определенной величины. До этой величины флюид может показывать как Ньютонский, так и не Ньютонский тип течения.

Поскольку вискозиметры Брукфильда развивают относительно низкую скорость сдвига, вероятность турбулентного течения очень мала, особенно при вязкости выше 15 сПз для модели LV или выше 85 сПз для остальных моделей. Чем выше вязкость жидкости, тем менее вероятно турбулентное течение. При исследовании маловязких жидкостей турбулентности можно избежать за счет использования адаптера UL.

4.7 Предел текучести

Ситуация 1: медицинская мазь нелегко выдавить из тюбика, если не приложить значительное усилие.

Ситуация 2: заправку для салата легко выдавить из бутылки, приложив небольшое усилие.

В научных терминах обе ситуации относятся к проблеме «предела текучести». Упрощенно предел текучести представляет собой минимальную силу, после приложения которой начинается течение флюида.

Существует несколько способов определения предела текучести. С помощью стандартного вискозиметра опытный исследователь проводит серию измерений крутящего момента при различных скоростях вращения. Полученные точки наносятся на график, проводится кривая, наилучшим образом соответствующая экспериментальным точкам. Предел текучести определяется методом интерполяции (полученную величину обычно называют «динамическим» пределом).

Более точно предел текучести можно измерить с помощью прибора, позволяющего контролировать напряжение сдвига (например, реометр R/S-CPS). В этом случае проводится серия измерений с последовательно увеличивающимся напряжением сдвига, пока не будет зафиксировано течение продукта. Измеренная величина называется «статическим» пределом текучести.

Немалое значение имеет геометрия шпинделя. Наиболее простой подход заключается в использовании стандартного дискового или цилиндрического шпинделя в стандартном сосуде емкостью 600 мл. В этом случае измеряется динамический предел. Использование коаксиальных цилиндров или геометрии конус/плита увеличивает точность измерения. Приборы с контролируемым напряжением сдвига дают наиболее достоверные результаты, но они наиболее дорогие.

В любом случае немалое значение имеет процедура пробоподготовки. В это время возможно воздействие на структуру пробы, что может исказить результаты измерения. Очень важно разработать пошаговую процедуру пробоподготовки.

Для большинства флюидов хорошей альтернативой является использование лопастных шпинделей, особенно для пастообразных материалов, гелей и суспензий. При погружении в флюид лопастные шпиндели оказывают минимальное влияние на его структуру. Для определения предела текучести лопастные шпиндели можно использовать как в режиме контролируемой скорости вращения, так и в режиме контролируемого напряжения сдвига.

Измерение предела текучести достойно включения в стандартный набор испытаний для контроля качества. Для облегчения процедуры рекомендуется использовать специализированный прибор – YR-1, часто называемый «реометром текучести». Этот прибор стоит примерно столько же, как и стандартные вискозиметры, и позволяет получить надежные данные. В приборе используется фирменный алгоритм измерения максимального крутящего момента и расчета соответствующего предела текучести. Кроме того, прибор позволяет задать допустимые границы величины предела текучести. Это сэкономит оператору немалое время, уходящее на решение главного вопроса контроля качества: «Годится/не годится».

4.8 На что влияют реологические характеристики?

Величина вязкости часто служит нам «окном», через которое можно наблюдать некоторые другие характеристики материалов. Вязкость очень легко измерить, поэтому данный параметр широко используется для оценки других характеристик. Ранее в данной главе обсуждались различные типы течения и методы их опознания. Определив реологические характеристики естественно задать себе вопрос: «Какие сведения о других характеристиках продукта дает мне эта информация?». Данный раздел основан на многолетнем опыте наших пользователей и рассказывает о некоторых проблемах, которые поможет решить Ваш вискозиметр. Всегда помните: если сравниваете результаты нескольких измерений, все параметры и все условия должны быть идентичны.

4.8.1 Температура

Одним из важнейших параметров, влияющих на реологические характеристики, является температура. Некоторые материалы весьма чувствительны к температуре и даже небольшие колебания температуры приводят к значительному изменению вязкости. Изучение этой взаимосвязи особенно важно для материалов, подвергающихся значительным температурным колебаниям в процессе производства или использования, таким как моторные масла, смазки или термоклеи.

4.8.2 Скорость сдвига

НеНьютоновские жидкости являются скорее правилом, чем исключением, поэтому при изучении реологии обязательно нужно учитывать влияние скорости сдвига. В противном случае, например, при прокачивании дилатантного флюида через систему мы добьемся только подачи твердого вещества в насос и остановки процесса. Это, конечно, крайний случай, но он иллюстрирует важность понимания эффекта скорости сдвига.

Если материал будет подвергаться различным скоростям сдвига в процессе производства или использования, следует измерить вязкость при ожидаемых скоростях сдвига. Если скорость сдвига неизвестна, ее следует хотя бы примерно оценить и затем выполнять измерение при скоростях сдвига, максимально близких к оценочным. Это не всегда возможно, например если ожидаемая скорость сдвига лежит вне пределов возможности вискозиметра. В этом случае следует выполнить измерения на нескольких скоростях сдвига и затем произвести экстраполяцию. Это не самый точный метод, но часто единственно доступный, особенно оценочная скорость сдвига очень высока. На практике всегда полезно измерить вязкость при разных скоростях сдвига. Если нет никаких данных о ожидаемой скорости сдвига или она не слишком важна, достаточно построить зависимость вязкости от скорости вращения.

Примеры материалов, подвергающихся воздействию различных скоростей сдвига при производстве и использовании: краски, косметика, жидкий латекс, покрытия, некоторые пищевые продукты. В таблице приведены типичные скорости сдвига для разных случаев.

Ситуация	Типичные скорости сдвига (с^{-1})	Область применения
Осаждение мелких частиц в суспензии	$10^{-6} - 10^{-4}$	Медицина, краски
Выравнивание за счет поверхностного натяжения	$10^{-2} - 10^{-1}$	Краски, чернила
Дренаж под собственным весом	$10^{-1} - 10^1$	Окраска и покрытие, туалетные отбеливатели
Литье под давлением	$10^0 - 10^2$	Полимеры
Пережевывание и глотание	$10^1 - 10^2$	Продукты
Покрытие, наносимое погружением	$10^1 - 10^2$	Окраска, кондитерское производство
Смешивание и перемешивание	$10^1 - 10^3$	Производство различных жидкостей
Прокачивание по трубкам	$10^0 - 10^3$	Перекачка, переливание крови
Разбрызгивание и пульверизация	$10^3 - 10^4$	Сушка распылением, окраска
Натирание	$10^4 - 10^5$	Нанесение кремов и

		лосьонов на кожу
Измельчение пигментов на водной основе	$10^3 - 10^5$	Окраска, печать
Высокоскоростное покрытие	$10^5 - 10^6$	Производство бумаги
Смазка	$10^3 - 10^7$	Бензиновые двигатели

4.8.3 Условия измерения

Условия, при которых производится измерение вязкости, оказывают огромное влияние на результат этого измерения. Поэтому крайне важно точно задать и контролировать все условия измерения.

Во-первых, следует твердо соблюдать методику измерения, описанную в разд. 3.3. Изменение параметров, таких как модель вискозиметра, комбинация шпindel/скорость, размер сосуд, наличие или отсутствие защитной рамки, температура пробы, технология пробоподготовки и др. повлияет не только на точность измерения, но и собственно вязкость измеряемого продукта.

Во-вторых, нельзя упускать из вида и другие, менее важные параметры. Например, такие продукты как зубо-врачебные материалы, шлак доменной печи и кровь изменяют свои свойства при контакте с воздухом. В этой ситуации необходимо контролировать атмосферу над пробой (см. описание штуцера продувки в разд. 2.14).

Еще одним важным параметром является однородность пробы. Обычно для получения воспроизводимых результатов требуется добиться максимальной однородности пробы. Некоторые материалы имеют тенденцию расслаиваться и иногда требуется изучить их реологические характеристики именно в этом состоянии. В этой ситуации следует избегать встряхивания или перемешивания пробы.

4.8.4 Время

Длительность воздействия сдвига оказывает влияние на вязкость тиксотропных и реопексных материалов. Кроме того, многие материалы изменяют свои характеристики со временем, даже если не подвергаются сдвигу («старение» материалов). Феномен старения необходимо учитывать при выборе и подготовке пробы. Следует также учитывать, что у многих материалов вязкость изменяется в процессе химических реакций.

4.8.5 Давление

Изменение давления может привести к растворению воздуха в пробе, изменению размеров и распределения пузырьков воздуха и, в некоторых случаях, к турбулентному течению. Под действием давления жидкости сжимаются и, соответственно, увеличивается внутреннее трение. Как правило, давление оказывает небольшое влияние на результаты измерения, поскольку для сжатия жидкостей требуется очень высокое давление. Однако существуют особые ситуации. Например, пульпа высокой концентрации (более 70-80% частиц), в которой жидкости недостаточно для полного заполнения промежутков между частицами и образуется трехфазная смесь (частицы, жидкость и воздух). Под действием давления воздух растворяется в жидкости и вязкость увеличивается.

4.8.6 Пробоподготовка

«История» пробы также может оказывать значительное влияние на результаты измерения, особенно для материалов, чувствительных к воздействию температуры и эффекту старения. Условия хранения и подготовки пробы следует выбирать таким образом, чтобы минимизировать их воздействие на вязкость. Особенно важно это для тиксотропных мате-

риалов, вязкость которых изменяется при перемешивании, переливании и других воздействиях, создающих напряжение сдвига.

4.8.7 Состав и добавки

Состав продукта оказывает огромное влияние на вязкость. Изменение состава (как за счет изменения соотношения компонентов, так и при внесении в материал каких-либо добавок) почти наверняка приведет к изменению вязкости. Например, добавление растворителя в печатную краску приводит к уменьшению ее вязкости, и различные добавки часто используются для управления реологическими свойствами краски.

4.8.8 Особые свойства дисперсий и эмульсий

Дисперсии и эмульсии представляют собой многофазные материалы. Кроме обычных факторов, описанных в предыдущих разделах, реологические характеристики таких материалов зависят и от специфических факторов.

Одним из важнейших факторов является состояние агрегатов. Отделены ли друг от друга частицы твердой фазы или образуют группы, комки? Чем больше размер этих групп, тем выше вязкость.

Воздействие сдвига может привести к псевдопластичному поведению материала. При повышении скорости сдвига агрегаты могут разрушаться, что приводит к уменьшению трения и, соответственно, вязкости (см. разд. 4.4).

Если между частицами существуют прочные связи, продукт может иметь ненулевой предел текучести (см. разд. 4.4). Величина предела зависит от силы, необходимой для разрушения этих связей.

Если структура материала разрушается под воздействием постоянного сдвига, будет наблюдаться зависящий от времени тип течения (см. разд. 4.5).

После разрушения части или всех агрегатов скорость сдвига уменьшается из-за уменьшения вязкости. В результате может начаться повторное образование агрегатов. При высокой скорости восстановления вязкость может вернуться к исходной величине, при низкой скорости вязкость останется низкой. В результате будет наблюдаться тиксотропное поведение материала (см. разд. 4.5).

Взаимодействие между частицами значительно зависит от материала, находящегося на границе раздела между твердой и жидкой фазами. Введение в систему флокулирующих или дефлокулирующих агентов является одним из методов управления реологическими свойствами материалов.

Стабильность дисперсии является одним из важнейших факторов, влияющим на вязкость в многофазных системах. При осаждении твердой фазы образуется неоднородный флюид и изменяются реологические характеристики системы. Как правило, это ведет к уменьшению вязкости. Полученные данные будут недостоверны, поэтому следует принять меры для поддержания однородности системы.

Глава 5

5.1 Более совершенные методы реологического анализа

Как отмечалось в гл. 1, представители академической школы нуждаются в более полном исследовании (по сравнению с представителями прагматической и теоретической школ). Им, как правило, нужно полное математическое описание рабочих параметров вискозиметра и точный анализ реологического поведения изучаемого флюида.

В предыдущих главах описывались различные типы течения флюидов и методика измерения вязкости для разных типов с помощью вискозиметров/реометров и аксессуаров

Брукфильда. В Приложении описаны параметры приборов и аксессуаров и упрощенные формулы для расчета скорости сдвига и напряжения сдвига. Однако для многих пользователей этой информации недостаточно. Им нужно точное математическое описание параметров, нужно понять поведение флюида в определенных ситуациях и найти методы управления реакциями. Для таких пользователей написана данная глава.

5.2 Определение рабочих параметров шпинделей

В данном разделе приведены формулы для основных типов шпинделей.

5.2.1 Цилиндрические шпиндели

Данные формулы применимы при использовании цилиндрических шпинделей вместе с любым оборудованием Брукфильда.

$$\text{СКОРОСТЬ СДВИГА (с}^{-1}\text{)} \quad \gamma = \frac{2\omega R_c^2 R_b^2}{x^2 (R_c^2 - R_b^2)} \quad (1)$$

$$\text{НАПРЯЖЕНИЕ СДВИГА (дин/см}^2\text{)} \quad \tau = \frac{M}{2\pi R_b^2 L} \quad (2)$$

$$\text{ВЯЗКОСТЬ (Пз)} \quad \eta = \frac{\tau}{\gamma} \quad (3)$$

Где: ω - угловая скорость вращения шпинделя (рад/сек);
 R_c - радиус сосуда (см);
 R_b - радиус шпинделя (см);
 x - радиус, для которого рассчитывается скорость сдвига;
 M - крутящий момент (показания прибора);
 L - эффективная длина шпинделя (см. Приложение А).

Примечание: R_c не должен превышать $2R_b$.

5.2.2 Коаксиальные цилиндры

Данная геометрия шпинделей используется в адаптерах UL, SS, DIN, Spiral, в системе Thermosel и в реометрах PVS и R/S.

$$\text{СКОРОСТЬ СДВИГА (с}^{-1}\text{)} \quad \gamma = \left(\frac{2R_c^2}{R_c^2 - R_b^2} \right) \quad (1)$$

$$\text{НАПРЯЖЕНИЕ СДВИГА (дин/см}^2\text{)} \quad \tau = \frac{M}{2\pi R_b^2 L} \quad (2)$$

$$\text{ВЯЗКОСТЬ (Пз)} \quad \eta = \frac{\tau}{\gamma} \quad (3)$$

Где: γ - скорость сдвига на поверхности шпинделя (сек^{-1});

Остальные величины описаны в разд. 5.2.1.

5.2.3 Конус/плита

Данная геометрия используется в вискозиметрах и реометрах с блоком конус/плита, а также в реометрах CAP Thermosel и R/S-CPS.

$$\text{СКОРОСТЬ СДВИГА (с}^{-1}\text{)} \quad \gamma = \frac{\omega}{\sin \theta} \quad (1)$$

$$\text{НАПРЯЖЕНИЕ СДВИГА (дин/см}^2\text{)} \quad \tau = \frac{M}{\frac{2}{3}\pi R^3} \quad (2)$$

$$\text{ВЯЗКОСТЬ (Пз)} \quad \eta = \frac{\tau}{\gamma} \quad (3)$$

Где: θ - угол конуса (град);

R – радиус конуса (см)

Остальные величины описаны в разд. 5.2.1.

5.2.4 Дисковые и Т-образные шпиндели

Дисковые шпиндели входят в стандартный комплект поставки для большинства моделей вискозиметров Брукфильда, а Т-образные шпиндели поставляются вместе со стойкой спирального движения. Для этих шпинделей (как и для любой геометрии, отличающейся от цилиндрической или конической) невозможен прямой расчет скорости сдвига. Иногда для Т-образных шпинделей в качестве скорости сдвига указывают скорость вращения. Это неверно, поскольку для данных шпинделей не существует математической модели расчета абсолютной вязкости. В то же время для дисковых шпинделей есть несколько моделей, описанных в Технической Информации Брукфильда (выпуск AR-82).

5.2.5 Шпиндель спирального адаптера

Адаптер имеет внутренний резьбовой шпиндель, вращающийся внутри коаксиального цилиндра. При вращении шпинделя проба постоянно прокачивается через адаптер. Измерение производится в условиях постоянного течения. Скорость сдвига (в обратных секундах) примерно равна $0.667N$, где N – скорость вращения шпинделя (об/мин).

5.2.6 «Лопаточные» шпиндели

Вискозиметры KU-1+ используют «лопаточные» шпиндели для измерения крутящего момента при скорости вращения 200 об/мин. Для данной геометрии невозможно рассчитать скорость сдвига или напряжение сдвига. Вязкость продукта выражается в единицах Креба (KU) или в граммах.

5.2.7 Лопастные шпиндели

Лопастные шпиндели можно описать как виртуальный цилиндр с радиусом и длиной, равными радиусу и длине отдельной лопасти. При низкой скорости вращения шпинделя (<10 об/мин) для расчета скорости сдвига можно использовать формулу (1) из раздела 5.2.1. При более высоких скоростях результаты расчета будут недостоверны.

5.2.8 Другие специальные шпиндели

По заказу Брукфильд производит специальные шпиндели для нестандартных применений. Например, специальные Т-образные шпиндели, очень большие шпиндели для маловязких материалов и шпиндели из специальных материалов.

5.3 Анализ неНьютоновских материалов (не зависящих от времени)

Приведенные ранее формулы пригодны как для Ньютоновских, так и для неНьютоновских жидкостей. Для Ньютоновских жидкостей больше ничего и не нужно, так как для них вязкость не зависит от скорости сдвига.

Однако для неНьютоновских жидкостей ситуация более сложная. Измерения, выполненные при разных шпинделях и/или разных скоростях вращения, дадут, как правило, разные результаты. Какой же результат «правильный»? Оба правильные и оба неправильные. Эти разные величины являются частью реологического описания материала и оба должны учитываться при анализе. В данной главе приведены несколько методик реологического анализа неНьютоновских жидкостей, характеристики которых не изменяются со временем (см. разд. 4.4).

5.3.1 Методы отношений

Наиболее простым способом описания неНьютоновских жидкостей является измерение при двух разных скоростях (с одним и тем же шпинделем) и вычисление отношения вязкостей. Как правило, выбираются скорости, отличающиеся на порядок (например, 2 и 20 об/мин или 10 и 100 об/мин), хотя можно использовать и другое отношение скоростей.

В числитель помещается величина вязкости при меньшей скорости. Таким образом для псевдопластичных жидкостей отношение всегда будет выше 1, так как вязкость уменьшается с увеличением скорости сдвига. Для дилатантных жидкостей отношение будет ниже 1.

Указанное отношение вязкостей часто называют «индексом тиксотропности», хотя этот термин может ввести в заблуждение. Тиксотропные жидкости характеризуются зависимостью от времени, а индекс используется для описания жидкостей, характеристики которых не зависят от времени.

Чтобы избежать вычисления вязкости и упростить работу с аналоговыми моделями часто используется «коэффициент вязкости»:

$$\text{КОЭФФИЦИЕНТ ВЯЗКОСТИ} = -\log (M_x/M_{10x}) \quad (10)$$

где M_x – показания прибора при скорости x ;

M_{10x} – показания прибора при скорости $10x$.

5.3.2 Графические методы

Наиболее распространенный метод заключается в построении графика зависимости вязкости от скорости вращения (при одном и том же шпинделе). Как правило, вязкость откладывается на оси ординат, а скорость – на оси абсцисс.

Форма и наклон кривой показывают тип течения и степень его выраженности. Характерные примеры кривых для разных типов течения приведены в разд. 4.4.

Другой метод заключается в построении графика зависимости показаний прибора от скорости вращения. В билогарифмических координатах график часто представляет собой прямую линию. Наклон прямой характеризует тип и выраженность неНьютоновского движения, а пересечение с осью абсцисс – примерную величину предела текучести (при ненулевом пределе).

Если известны скорость сдвига и напряжение сдвига (для коаксиальной или цилиндрической геометрии шпинделя), можно откладывать одну из этих величин вместо величины скорости вращения по оси абсцисс. Это позволяет (путем интерполяции или экстраполяции) предсказать вязкость при нужном значении скорости сдвига, выходя за пределы, заданные геометрией конкретного шпинделя.

При дисковых шпинделя рекомендуется откладывать скорость по оси ординат и выполнять все измерения с одним шпинделем. В этом случае скорость сдвига пропорциональна скорости вращения, т.е. скорость сдвига при 30 об/мин будет в 10 раз выше, чем при 3 об/мин.

5.3.3 Метод шаблонов

Более изощренный метод анализа неНьютоновских флюидов заключается в использовании «шаблонов». Данный метод применим только к жидкостям, подчиняющимся степенному закону (power law). К ним относятся все жидкости, характер течения которых не изменяется при изменении скорости сдвига. Например, если жидкость изменяет характер течения с псевдопластичного на дилатантное при определенной скорости сдвига, то метод шаблона использовать нельзя.

Данный метод предполагает измерение с помощью цилиндрической или коаксиальной геометрии. Результаты соотносятся с шаблоном и вычисляется константа “СТІ”, с помощью которой удобно описывать неНьютоновское течение. Затем определенные параметры прибора и константа СТІ помещаются во второй шаблон, с помощью которого можно предсказывать величину вязкости при любой заданной скорости сдвига.

Этот метод особенно полезен для предсказания вязкости при скоростях сдвига, которые невозможно достичь на вискозиметре Брукфильда, и для описания поведения флюида при конкретных условиях.

Полное описание данного метода (включая оба шаблона) приведено в Технической Информации Брукфильда (выпуск AR-49).

5.3.4 Определение динамического предела текучести

Некоторые флюиды при нулевой скорости сдвига ведут себя подобно твердым телам. Они не текут, пока не будет приложено определенное усилие (предельное напряжение сдвига). Величина предела текучести позволяет определить, например, сможет ли данный насос прокачивать данный флюид. Часто эта величина коррелируется с другими свойствами суспензий и эмульсий, а возможность разливать материал напрямую зависит от его предела текучести.

Один из способов определения предела текучести заключается в построении графика зависимости показаний прибора (по оси абсцисс) от скорости вращения (по оси ординат). Затем график экстраполируется на нулевую скорость вращения и соответствующее показание вискозиметра принимается за динамический предел текучести.

Для цилиндрических шпинделей величину предела легко рассчитать по следующей формуле:

$$y = x1 * fa$$

где y – предел текучести (дин/см²)

$x1$ – показания прибора при нулевой скорости вращения

f_a – константа (см. таблицу)

Цилиндрический шпindelь	Модель вискозиметра			
	LV	RV	HA	HB
1	0.16	1.72	3.44	13.78
2	0.67	7.11	14.21	56.85
3	2.56	27.30	54.60	218.39
4	12.48	133.14	266.28	1065.14
5	25.26	269.45	538.91	2155.63

Экстраполяцию легко провести, если график представлен прямой линией, такой тип зависимости носит имя Бингхама (Bingham). В противном случае (например, при псевдопластичном или дилатантном типе течения) рекомендуется выполнить следующие действия:

- продолжить график до пересечения с осью абсцисс, тем самым примерно определить величину x_1 ;
- вычесть полученную величину из всех точек;
- построить график с новыми данными в билогарифмических координатах.

В результате, как правило, получается прямая линия и можно более точно определить величину x_1 .

По линейному графику зависимости можно также определить индекс степенного закона:

$$\bar{N} = \tan \Theta \quad (12)$$

где Θ - угол между графиком и осью ординат.

При угле Θ меньше 45° флюид является псевдопластичным, больше 45° - дилатантным.

Данный индекс можно использовать для расчета эффективной скорости сдвига при заданной скорости вращения:

$$\text{СКОРОСТЬ СДВИГА (сек}^{-1}\text{)} \quad \gamma = \bar{N}/(0.2095)N \quad (13)$$

где N – скорость вращения (об/мин)

\bar{N} - индекс степенного закона

Другой способ получения линейного графика заключается в построении зависимости квадратного корня напряжения сдвига от квадратного корня скорости сдвига. Данный метод чаще всего используют для псевдопластичных жидкостей, подчиняющихся закону Кассона (Casson).

Полное описание данного метода приведено в Технической Информации Брукфильда (выпуск AR-77 и AR-79).

5.4 Определение статического предела текучести

Новейшие приборы Брукфильда, такие как реометры R/S и YR-1, позволяют непосредственно зафиксировать начало течения при нулевой скорости сдвига. Результаты выражаются в Па, дин/см² или Н/м². Полученная величина статического предела текучести может отличаться от величины динамического предела текучести.

5.5 Анализ неНьютоновских материалов (зависящих от времени)

В большинстве случаев анализ тиксотропных и реопексных материалов (см. разд. 4.5) заключается в построении зависимости вязкости от времени. Простейший способ заключается в выборе шпинделя и скорости вращения (желательно, небольшой) и периодическом снятии показаний через определенные промежутки времени. При этом важно постоянно контролировать температуру пробы, чтобы ее колебания не повлияли на результаты. Изменение вязкости указывает на зависимость реологических характеристик от времени; уменьшение вязкости соответствует тиксотропному типу течения, а увеличение – реопексному типу (или, в отдельных случаях, указывает на старение материала пробы).

Другой способ заключается в построении двух графиков зависимости показаний вискозиметра от скорости вращения (при одном и том же шпинделе). Начинать следует с низкой скорости и записывать показания прибора при последовательно увеличивающихся скоростях, пока не будет достигнут верхний предел (крутящий момент превзойдет 100%). Это будет «график нарастания». Затем, не останавливая прибор, записывать показания при последовательно уменьшающихся скоростях, вплоть до начальной. Это будет «график убывания». Если свойства флюида не зависят от времени, то оба графика совпадут. Если графики не совпадают, значит свойства флюида зависят от времени, а взаимное расположение графиков показывает тип зависимости. Для тиксотропных флюидов график нарастания расположен выше графика убывания, для реопексных – наоборот.

Отдельно можно определить длительность восстановления свойств флюида, то есть через какое время после приложения сдвига вязкость возвращается к начальной величине. Для определения этого параметра следует выключить мотор прибора после завершения графика убывания, выждать заданное время, затем включить мотор и сразу выполнить измерение.

Более продвинутый метод анализа заключается в вычислении «коэффициента тиксотропности». Это число характеризует степень тиксотропности (или реопексности) флюида. Для определения коэффициента следует выполнить ряд измерений (с одним шпинделем при постоянной скорости) через одинаковые промежутки времени. Затем строится график зависимости показаний прибора от логарифма времени. Как правило, график представляет собой прямую линию.

$$\text{КОЭФФИЦИЕНТ ТИКСОТРОПНОСТИ } T_b = \left(\frac{St_1 - St_2}{\ln\left(\frac{t_2}{t_1}\right)} \right) * F \quad (14)$$

где St_1 – показания прибора ко времени t_1

St_2 – показания прибора ко времени t_2

F – коэффициент для данной комбинации шпиндель/скорость

Изучение изменений характеристик флюида со временем может также помочь в предсказании вероятности гелеобразования. Один из способов заключается в построении графика зависимости логарифма показаний прибора от времени при одной комбинации шпиндель/скорость. Если график имеет крутой наклон, весьма вероятно образование геля. Если график «выгибается» и выполаживается, образование геля маловероятно.

Другой способ заключается в построении графика зависимости времени от обратной величины показаний прибора при одной комбинации шпиндель/скорость. Точка образования геля примерно соответствует пересечению графика с осью показаний вискозиметра. Для флюидов, не склонных к образованию гелей, график асимптотически приближается к оси.

5.6 Зависимость вязкости от температуры

Вязкость большинства флюидов уменьшается с увеличением температуры. Для изучения этой зависимости следует измерить вязкость при двух различных температурах (при одной комбинации шпindel/скорость). Следующая формула позволит предсказать величину вязкости при заданной температуре:

$$\eta = A * e^{\left(\frac{B}{T}\right)}$$

$$\text{где } B = \left(\frac{T_1 * T_2}{T_1 - T_2}\right) * \ln\left(\frac{\eta_2}{\eta_1}\right)$$

$$A = \eta_1 * e^{\left(\frac{-B}{T_1}\right)}$$

T_1 – температура, при которой измерена вязкость η_1

T_2 – температура, при которой измерена вязкость η_2

5.7 Математические модели

Удобным способом анализа реологических характеристик является использование математических моделей. Поведение неНьютоновских жидкостей можно описать одной из моделей и, во многих случаях, коэффициенты модели позволят предсказать реологические характеристики флюида при заданных условиях.

Для неНьютоновских жидкостей характерна нелинейная зависимость вязкости от скорости сдвига. Многие исследователи пытались модифицировать классическое уравнение Ньютона для описания неНьютоновского течения. Наибольшее распространение получили модели Бингхама (Bingham), Кассона (Casson), NCA/CMA Кассона и модель степенного закона.

$$\text{БИНГХАМ} \quad \tau = \tau_0 + \eta D$$

$$\text{КАССОН} \quad \sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_0} + \sqrt{\eta D}$$

$$\text{NCA/CMA КАССОН} \quad (1 + \alpha)\sqrt{\tau} = 2\sqrt{\tau} + (1 + \alpha)\sqrt{\eta D}$$

$$\text{СТЕПЕННОЙ ЗАКОН} \quad \tau = k D^n$$

где τ - напряжение сдвига

D - скорость сдвига

η - вязкость

τ_0 - предел текучести

k - коэффициент консистенции

n - индекс течения

α - коэффициент Фомы

В кондитерской индустрии широко используется NCA/CMA версия модели Кассона для описания поведения шоколадной массы. Эта модель очень хорошо характеризует пластичные свойства шоколада. Кроме того опыт показывает, что угол наклона графика позволяет предсказать поведение шоколадной массы при обработке (перемешивание, прока-

чивание), а пересечение с осью ординат указывает на усилие, необходимое для начала течения (литье, глазирование). Анализ реологических характеристик позволяет выбрать методику обработки шоколадной массы для обеспечения требуемой производительности.

В нефтегазовой индустрии для описания реологических характеристик глинистых буровых растворов и флюидов разрыва пласта широко используется степенной закон, хорошо описывающий псевдопластичное поведение. Кроме того опыт показывает, что индекс течения (n) характеризует способность флюида двигаться вниз по стволу скважины, а коэффициент консистенции (k) характеризует поведение глинистого раствора глубоко в скважине (т.е. при низких скоростях сдвига).

Математические модели используются для лучшего понимания и интерпретации результатов измерений. В описанных выше примерах успешное применение моделей позволяет добиться максимальной эффективности процессов.

Использование математических моделей подразумевает получение ряда исходных данных при определенных скоростях сдвига и напряжениях сдвига. Брукфильд предлагает различные геометрии шпинделя, позволяющие определить скорость и напряжение сдвига. Кроме того, многие программные пакеты Брукфильда имеют встроенные модули анализа исходных данных для построения различных математических моделей. В брошюре “Technical Papers on Viscosity Measuring and Control” (Data Sheet 091-C) описаны различные области применения и соответствующие методики измерений.

5.8 Программное обеспечение

Брукфильд предлагает несколько пакетов программного обеспечения, позволяющего автоматизировать процесс сбора и анализа (в том числе с помощью математических моделей) данных.

Программа	Предназначена для
RHEOCALC	Реометр DV-III+
WINGATHER	Вискозиметр DV-II+
CAPCALC	Вискозиметры серии CAP
RHEOVISION	Реометр PVS
RHEO 2000	Реометр R/S

5.9 Другие методы

Существует еще немало других методик анализа реологических характеристик флюидов при различных условиях. Объем настоящего издания не позволяет детально описать все методики, однако Вы всегда можете запросить на Брукфильде нужное издание, например:

- примерное определение скорости сдвига и напряжения сдвига для дисковых шпинделей (Техническая Информация Брукфильда AR-82).
- методика измерения вязкости при экстремально низких скоростях сдвига и изучение процесса выравнивания материалов покрытий с помощью процедуры «раскручивания пружины» (Техническая Информация Брукфильда AR-84).
- компьютерный анализ реологических характеристик.

Глава 6

В данной главе приведены методики измерений для изучения различных типов течения, описанных в предыдущих главах.

6.1 Измерение по одной точке

Выберите шпindelь.

Выберите скорость вращения или скорость сдвига.

Задайте температуру (при необходимости).

Выберите длительность вращения шпинделя перед снятием отсчета.

Убедитесь, что крутящий момент превышает 10%.

Запишите величину вязкости.

Запишите температуру образца.

6.2 Измерение с увеличением скорости

Выберите начальную скорость вращения или начальную скорость сдвига.

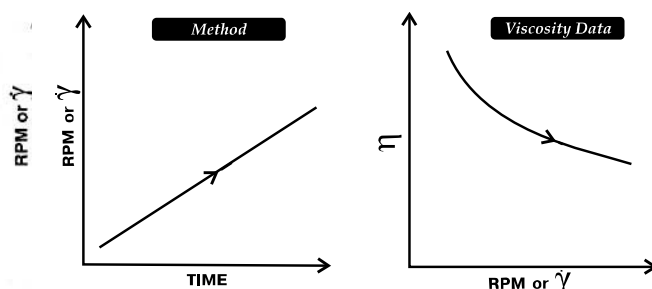
Выберите максимальную скорость вращения или максимальную скорость сдвига.

Выберите шаг изменения скорости вращения или скорости сдвига.

Выберите длительность вращения шпинделя перед снятием отсчета.

Запишите величину вязкости для каждой скорости вращения или скорости сдвига.

По возможности старайтесь придерживаться крутящего момента выше 10%.



Данный метод позволяет изучить зависимость вязкости от скорости.

На рисунке представлен вариант методики (слева) и пример изменения вязкости при увеличении скорости (справа).

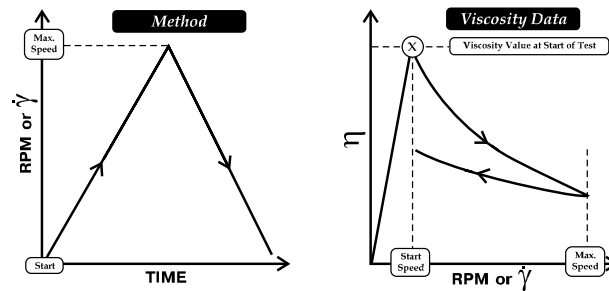
6.3 Измерение с увеличением и уменьшением скорости

Проведите измерение согласно методике, описанной в разд. 6.2.

После достижения максимальной скорости проведите серию измерений с последовательно уменьшающейся скоростью.

Запишите величину вязкости для каждой скорости вращения или скорости сдвига.

По возможности старайтесь придерживаться крутящего момента выше 10%.

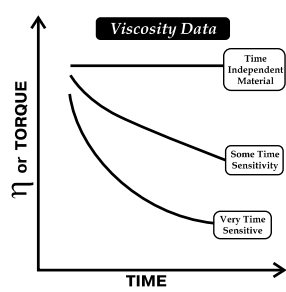


Данный метод позволяет изучить зависимость вязкости как от скорости, так и от времени.

На рисунке представлен вариант методики (слева) и пример изменения вязкости для флюида, характеристики которого зависят от времени (справа).

6.4 Измерение временной зависимости

- Выберите шпиндель.
- Выберите скорость вращения или скорость сдвига.
- Выберите интервал измерений (n).
- Запишите величину вязкости через каждые n минут.

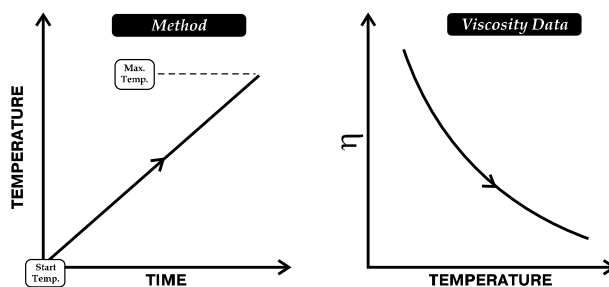


Данный метод позволяет определить, изменяются ли свойства материала со временем при постоянной скорости сдвига.

На рисунке представлены типичные графики: свойства материала не зависят от времени (сверху), свойства материала слабо зависят от времени (в центре), свойства материала сильно зависят от времени (внизу).

6.5 Измерение температурной зависимости

- Выберите шпиндель.
- Выберите скорость вращения или скорость сдвига.
- Выберите начальную температуру пробы.
- Выберите максимальную температуру пробы.
- Запишите величины вязкости через определенные интервалы времени или определенные интервалы температуры..



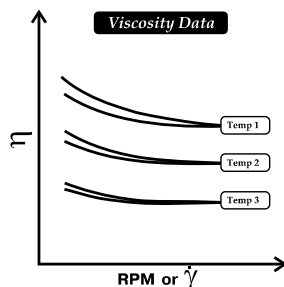
На рисунке представлен вариант методики (слева) и типичное изменение вязкости с ростом температуры (справа).

6.6 Комбинированный метод

Данный представляет собой совокупность методов 6.3, 6.4 и 6.5.

Выберите диапазон температур и шаг по температуре.

На каждой температуре проведите серию измерений вязкости при возрастающей и убывающей скорости сдвига.



Данный метод позволяет одновременно изучить влияние температуры, времени и скорости.

На рисунке представлен пример результатов для трех различных температур.

6.7 Статический предел текучести

Выберите лопастной шпиндель.

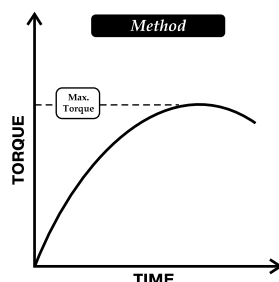
Выберите скорость вращения от 0.1 до 0.5 об/мин.

Запишите величины крутящего момента через определенные интервалы времени.

Максимальная величина крутящего момента соответствует статическому пределу текучести.

При другой скорости вращения можно получить отличающуюся величину.

Данным методом можно легко и быстро получить достаточно достоверные данные.



На рисунке представлен пример графика, полученного по описанному методу.

6.8 Динамический предел текучести

Используйте коаксиальную геометрию или геометрию конус/плита.

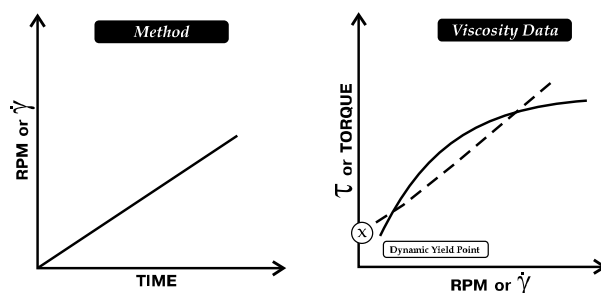
Проведите измерение по методу, описанному в разд. 6.2.

Запишите величины крутящего момента и напряжения сдвига через определенные промежутки времени.

Постройте линейный график, наилучшим образом проходящий через экспериментальные точки.

Точка пересечения графика с осью крутящего момента (или с осью напряжения сдвига) соответствует динамическому пределу текучести.

Динамический предел может отличаться от статического предела текучести.



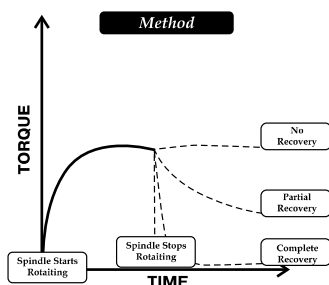
На рисунке представлен вариант методики (слева) и пример обработки результатов измерений (справа).

6.9 Изучение процесса восстановления

Данный метод позволяет определить, как быстро восстанавливаются свойства материала после снятия нагрузки.

Проведите измерение по методу, описанному в разд. 6.4.

После завершения установите скорость вращения 0 об/мин (выключите двигатель) и записывайте величину крутящего момента через определенные промежутки времени.



На рисунке штриховыми линиями показаны типичные варианты поведения материала после снятия нагрузки: полное и быстрое восстановление (снизу), частичное восстановление (в центре), восстановления не происходит (вверху).