

Ротаційна віскозиметрія

Дослідження в'язкості є одним з найважливіших методів перевірки якості матеріалів. Різні галузі потребують перевірки в'язкості своїх виробів для виготовлення продукту з однорідною консистенцією. Багато важливих параметрів, які визначаються для контролю виробництва матеріалів, а також при розробці нових продуктів безпосередньо пов'язані з в'язкістю речовин. Майже на всіх етапах виробництва в'язкість матеріалу грає важливу роль, наприклад, в процесі змішування речовин або під час перекачування рідини по трубі. Рідка сировина, що видобувається, також проходить перевірку, яка включає в себе дослідження в'язкості. Ротаційні віскозиметри ідеально підходять для вимірювання в'язкості різноманітних зразків в широкому діапазоні. Ротаційні віскозиметри дозволяють досліджувати рідини та в'язкоеластичні речовини. Оскільки на ринку існують різноманітні ротаційні віскозиметри та велика кількість відповідних шпинделів, ця стаття дає практичні рекомендації щодо вибору потрібної вам конфігурації приладу.

Типи ротаційних віскозиметрів

Вимірювання в'язкості в ротаційних віскозиметрах відбувається за рахунок обертання шпинделя в резервуарі з досліджуваною речовиною^[1]. В'язкість визначається значенням моменту сили вертикального валу, який обертає шпиндель. Є два види пристроїв, які використовуються при вимірюванні в'язкості за допомогою ротаційних віскозиметрів:

- Прилади з пружинами
- Прилади з сервомотором

В даній статті йде мова про прилади з пружинами. Вимірювання за допомогою ротаційних віскозиметрів з пружинами відбувається наступним чином: обертання шпинделя розтягує пружину, розтягнення пружини визначається за допомогою оптичних сенсорів, а з нього визначається в'язкість^[2]. Типова послідовність дій при роботі з пружинними ротаційними віскозиметрами є такою: встановлюється потрібний шпиндель та швидкість його обертання, після цього на екрані приладу відображається значення динамічної в'язкості речовини і момент сили валу (γ %). Момент сили, що отримується, залежить від швидкості обертання шпинделя w , його геометрії та в'язкості зразка.

У випадку речовин з малою в'язкістю пружина повинна бути достатньо чутливою, тоді як для зразків з великою в'язкістю треба використовувати більш жорстку пружину. Отже, є різні типи ротаційних віскозиметрів, з різними пружинами, для дослідження в широкому діапазоні в'язкості, наприклад, можна виділити три різні моделі ротаційних віскозиметрів:

- Прилади з пружинами, які використовуються для дослідження речовин з малою в'язкістю. Надалі "L-режим" (від англ. low).

- Прилади з пружинами, які використовуються для дослідження речовин з помірною в'язкістю. Надалі "R-режим" (від англ. regular).
- Прилади з пружинами, які використовуються для дослідження речовин з великою в'язкістю. Надалі "H-режим" (від англ. high).

Крім-того, пружинні віскозиметри можуть бути поділені на два різних типи^[3]:

- Прилади зі шкалою: стрілка на шкалі показує значення моменту сили у %. Для того, щоб перевести виміряне значення моменту сили у відсотках у в'язкість в МПа·с, потрібно помножити момент сили на відповідний коефіцієнт, який залежить від типу шпинделя і швидкості обертання (Рівняння 1).

$$\text{Удавана (видима) в'язкість} = \frac{A \cdot k \cdot l}{1000}$$

A = коефіцієнт, який залежить від режиму вимірювання моменту сили віскозиметра

k = коефіцієнт, який залежить від обраної комбінації швидкість-шпиндель

l = виміряний момент сили у %

Рівняння 1. Формула, за якою розраховується удавана(видима) в'язкість при вимірюванні за допомогою віскозиметрів зі шкалою.

- Цифрові прилади: автоматично розрахована в'язкість для кожної комбінації виду шпинделя і швидкості його обертання відображається на екрані. Прилади такого типу не потребують ніяких додаткових розрахунків.

Як, відповідно до випадку, вибрати режим вимірювання моменту сили?

Вимірювання в'язкості може бути корисним для всіх рідин і в'язкоеластичних речовин, які знайомі нам з повсякденного життя (Рисунок 1). Ротаційні віскозиметри з пружиною можуть бути використані для дослідження зразків, які мають численні застосування у різних галузях промисловості. Найуживанішими областями застосування таких приладів є хімічна, нафтохімічна, харчова та фармацевтична галузі промисловості, а також промисловість напоїв та особистої гігієни.



Рисунок 1. Різні речовини за зростанням в'язкості. Використання ротаційних віскозиметрів з пружиною робить можливим вимірювання в'язкості речовин у великому діапазоні.

В залежності від в'язкості досліджуваного зразка вибирається певний шпindel, до якого прикладається момент сили в точно визначеному діапазоні (Таблиця 1). L-режим призначається для вимірювання зразків з малою в'язкістю, таких як: розчинники, масла, соки, чорнила та зубні еліксири. R-режим призначається для вимірювання зразків з середньою в'язкістю, таких як: фарби, декоративні покриття, клеї, молочні продукти. H-режим призначається для вимірювання речовин з великою в'язкістю, таких як: майонез, арахісове масло, пасти та різноманітні мазі.

Таблиця 1. Огляд режимів вимірювання моменту сили, відповідно до застосування

Хімічні та нафтохімічні вироби		Їжа та напої		Ліки та косметика	
Матеріал	Режим	Матеріал	Режим	Матеріал	Режим
Розчинники, чорнила	L	Соки	L	Зубний еліксир	L
Олії, мастильні матеріали	L	Молочні продукти	R	Гель для душа	L
Рідкий віск	L	Соуси	R	Шампуні, лосьйони, креми	R
Фарби, декоративні покриття	R	Желе	R	Миючі засоби	R
Клей, епоксидні речовини	R	Продукти із какао і шоколаду	H	Мазі, гелі	H

Як правильно підібрати шпindel під досліджуваний матеріал?

Для кожного режиму вимірювання моменту сили існують різні шпинделі, які дозволяють вимірювати зразки з різною в'язкістю. Зазвичай використовуються змінні шпинделі у вигляді дисків та циліндрів. Вони закріплені на муфті приладу. При заданій в'язкості опір рідини залежить від швидкості обертання шпинделя, його форми та розміру. Опір рідини збільшується із збільшенням швидкості та розміру шпинделя. Що це означає? При малій в'язкості вимірювання здійснюється за допомогою найбільшого шпинделя з максимальною швидкістю. При великій в'язкості вимірювання здійснюється за допомогою найменшого шпинделя при найнижчій швидкості. Для кращої збіжності результатів ту саму комбінацію шпиндель – швидкість потрібно використати декілька разів^[2].

Максимальна в'язкість, яку можна виміряти шпинделем при заданій швидкості називається межа повної шкали – МПШ (від англ. full scale range (FSR))^[2]. Іншим словами МПШ – це максимальна в'язкість, яку можна виміряти певною комбінацією шпиндель –

швидкість. Мінімальна в'язкість, яка може бути виміряна – це одна десята від межі повної шкали. Знаючи МПШ комбінації шпиндель – швидкість, можна визначити, чи вона підходить для дослідження в'язкості обраного зразка. Якщо в'язкість досліджуваного зразка є невідомою, то дослідження проводиться наступним чином: спочатку береться найменший шпиндель при найменшій швидкості, швидкість обертання і розміри шпинделя поступово збільшують, доки не буде отримано достовірний результат вимірювання. Для того, щоб отримати достовірне значення в'язкості, вимірний момент сили має лежати в межах від 10 % до 100 %^[3]. Якщо виміряне значення моменту сили більше за 100 %, треба взяти менший шпиндель. Якщо виміряне значення моменту сили є меншим за 10 %, потрібно взяти більший шпиндель. Чим більшим є значення виміряного моменту сили, тим точніше вимірювання, оскільки точність вимірювання залежить від межі повної шкали (зазвичай це 1 % від МПШ).

Дискові шпинделі

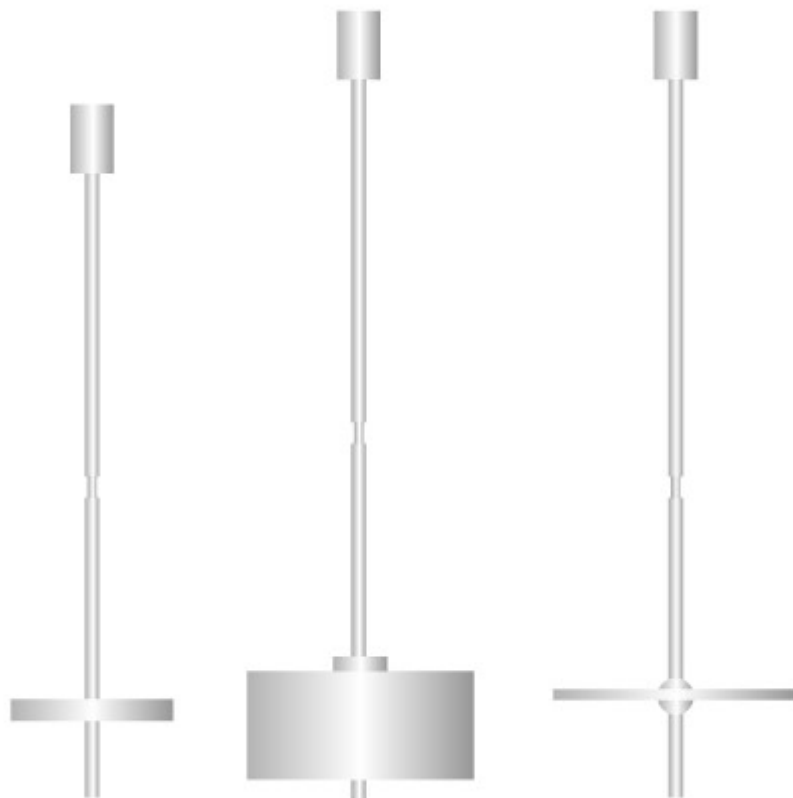


Рисунок 2. Дискові шпинделі

Кожна модель приладу має свій набір дискових шпинделів (Рисунок 2). Набір шпинделів визначається режимом вимірювання моменту сили. Прилади з L – режимом

вимірювання, як **ViscoQC™ 100-L**, зазвичай мають набір з чотирьох шпинделів, прилади з R/H – режимами мають набір з шести шпинделів^[2]. Дискові шпинделі забезпечують однакові і точні результати вимірювання. Тим не менш, критичним є те, що такі шпинделі дають відносні результати вимірювання через те, що простір між шпинделем і резервуаром точно не визначено (інша назва – системи нескінченного простору (від англ. "infinite gap" systems))^[1]. Дискові шпинделі використовують в мензурках об'ємом 600 мл, з внутрішнім діаметром від 83 мм. Вони вимірюють в'язкість відповідно до стандарту ISO 2555. Вимірне значення в'язкості можна порівняти тільки з такою самою установкою, з такими самими налаштуваннями. Разом з дисковими шпинделями використовується захисна деталь. Це металева деталь у формі підкови^[2]. Рекомендується завжди проводити вимірювання в L та R режимах разом із захисною деталлю. Під час захисту шпинделя, наприклад від вигину, захисна деталь впливає на вимірне значення в'язкості, спотворюючи потік рідини в резервуарі. Вимірювання в'язкості в H-режимі не потребує захисної деталі. Для того, щоб отримати достовірні результати, потрібно використовувати захисну деталь, коли це є необхідним, та проводити вимірювання в мензурці 600 мл з визначеною геометрією (83 мм внутрішній діаметр).

Циліндричні шпинделі

Циліндричні шпинделі (Рисунок 3) при використанні з відповідною чашкою називаються концентричними циліндричними системами (Рисунок 4). Концентричні циліндричні системи – це абсолютні вимірювальні системи. Через те, що геометрія шпинделя є визначеною, можна розрахувати швидкість зсуву. Це означає, що концентричні циліндричні системи вимірюють відповідно до стандарту ISO 3219 внаслідок того, що проміжок зсуву^[4] є заданим. Концентричні циліндричні системи є корисними при дослідженні неньютонівських рідин. Існує декілька причин для того, щоб обрати саме абсолютну вимірювальну систему:

- Проміжок між шпинделем і резервуаром є визначеним: вимірне значення не залежить від приладу або вимірювальної системи, оскільки взаємодія шпинделя зі зразком є однаковою у всьому об'ємі досліджуваного зразка.
- Існують математичні моделі для опису кривих в'язкості, дотичного напруження і швидкості зсуву: наприклад, до такої системи для розрахунку граничної точки текучості може бути застосована модель Бінгама.
- Малий об'єм зразка: для вимірювання потрібна невелика кількість зразка (від 2 мл до 20 мл), порівняно з системами, в яких використовують дискові шпинделі.

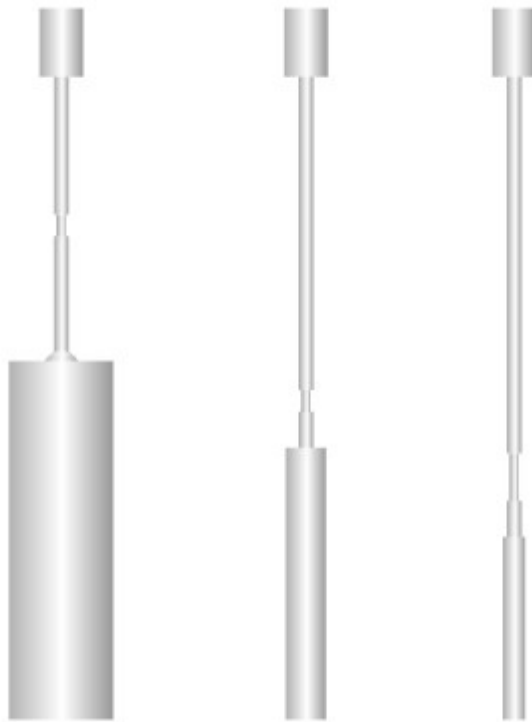


Рисунок 3. Циліндричні шпинделі

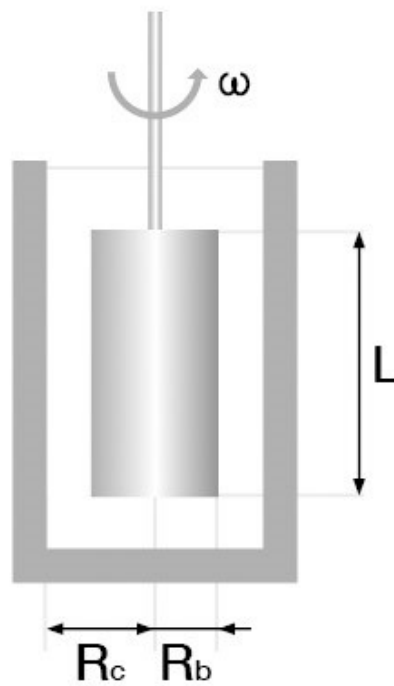


Рисунок 4. Коаксіальна циліндрична система

Шпинделі з подвійним проміжком

Системи з подвійним проміжком особливо добре підходять для вимірювання зразків з малою в'язкістю (≥ 1 мПа·с), згідно стандарту DIN 54453^[5].

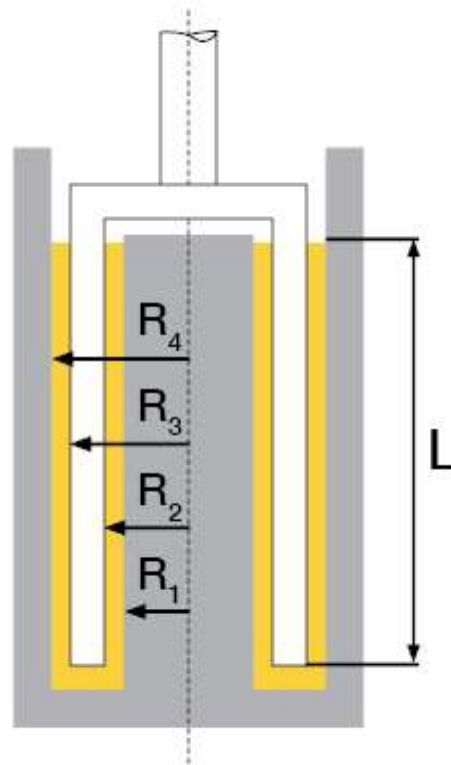


Рисунок 5. Система з подвійним проміжком

Поради для отримання вдалих результатів вимірювання за допомогою ротаційних віскозиметрів

- Якщо це можливо, зразок має бути підготовленим згідно з відповідним стандартним методом тестування, інструкції або методики.
- Підготовка зразка може суттєво вплинути на результати вимірювання. Наприклад, на тиксотропні матеріали впливає перемішування, збовтування та заливання. Тиксотропні матеріали характеризуються здатністю зменшувати свою в'язкість з часом при сталому дотичному напруженні^[1].
- Для гарної збіжності результатів потрібно використати відповідний резервуар для дослідження та розмістити шпиндель за центральною віссю резервуару.

- Важливою є висота заповнення зразком резервуару, оскільки кінець шпинделя має бути хоча б на 10 мм вище, ніж дно резервуару. Шпиндель потрібно занурювати в досліджуваний зразок до позначки на обертальному валу.
- Для того, щоб запобігти зміні реологічних властивостей зразка, потрібно повільно занурювати шпиндель в резервуар із досліджуваним зразком. При зануренні дискові шпинделі потрібно нахилити для того, щоб під шпинделем не збирались повітряні бульбашки.
- Для того, щоб отримати достовірні результати вимірювання, шпиндель повинен зробити хоча б п'ять повних обертів перед тим, як знімати виміри. В деяких випадках цього недостатньо і виміри потрібно знімати після певного проміжку часу. Наприклад, в неньютонівських рідинах в'язкість/момент сили зразка може не встигнути стабілізуватись після п'яти повних обертів через їх тиксотропну поведінку. В такому випадку знімати виміри потрібно після певного проміжку часу. Загальне правило: 20 с для швидкості >5 об/хв, щонайменше 60 с для швидкості <5 об/хв.
- Похибку при вимірюванні можуть дати турбулентні течії, які виникають при високій швидкості обертання шпинделя. Турбулентність (вихрові потоки) може спричинити завищене значення вимірюваної в'язкості.
- У випадку дослідження речовин з великою в'язкістю (>30 000 мПа·с), похибку вимірювань може викликати нагрів, спричинений зсувною деформацією. Не рекомендується встановлювати швидкість обертання вище ніж 100 об/хв.
- Так як в'язкість сильно залежить від температури, дуже важливо підтримувати її сталою протягом всього експерименту. Рекомендується датчик температури Pt100.

Підсумки

На ринку існує багато різних ротаційних віскозиметрів для дослідження в'язкості рідин з метою контролю якості. Для того, щоб підібрати найкращу модель інструменту для певного використання, слід враховувати деякі чинники. Перш за все, слід врахувати в'язкість зразка (низька, середня або висока). Крім того, правильний вибір залежить від швидкості, необхідної для дослідження зразка. Наявний об'єм досліджуваного зразка також має великий вплив на вибір вимірювальної системи. Якщо для вимірювання можна використовувати тільки невелику кількість речовини, то слід обрати систему концентричних циліндрів в поєднанні з правильно підібраним режимом вимірювання моменту сили. Така поведінка зразка, як зменшення або збільшення в'язкості зі збільшенням дотичних напружень, або тиксотропія, сильно звужує вибір вимірювальної системи. У більшості випадків вимірювання в'язкості за допомогою ротаційних віскозиметрів можна використовувати різні моделі.

Посилання

1. Mezger, T. (2011). The Rheology Handbook. 3rd revised ed. Hanover: Vincentz Network

2. ISO2555:2017: Plastics – Resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of apparent viscosity using a single cylinder type rotational viscometer method
3. ASTM E2975-15: Standard Test Method for Calibration of Concentric Cylinder Rotational Viscometers
4. ISO 3219:1994-10: Plastics – Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate
5. DIN 54453:1982-01: Testing of adhesives for metals and of bonded metal joints; dynamic viscosity determination of anaerobic adhesives by rotation viscometer
6. ASTM D2196-10: Standard Test Methods for Rheological Properties of Non-Newtonian Materials by Rotational (Brookfield type) Viscometer

Дана стаття є перекладом на українську мову оригінальної [статті Anton Paar GmbH “Rotational viscometry” \(<https://wiki.anton-paar.com/en/rotational-viscometry/>\)](#)

Переклад виконаний співробітниками Донау ЛАБ УКРАЇНА <http://dlu.com.ua> - ексклюзивного дистриб'ютора продукції Anton Paar GmbH в Україні та Молдові



03028 Україна, м. Київ,
вул. Стратегічне шосе, 16
<http://dlu.com.ua>

Тел: +38 (044) 229-15-31

Факс: +38 (044) 229-15-30

e-mail: sale@dlu.com.ua