

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна

Должность: проректор по учебной работе

Дата подписания: 05.05.2022 22:31:01

Уникальный программный ключ:

0b817ca911e6668abb1755d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

## МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Юго-Западный государственный университет»  
(ЮЗГУ)

Кафедра нанотехнологий и инженерной физики



### **ПРАКТИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ РАБОТЫ НА ВИСКОЗИМЕТРЕ BROOKFIELD DV2T**

Методические указания к выполнению лабораторной работы  
по дисциплине «Микро- и наносистемы в технике и технологии»  
для студентов направления подготовки 28.04.01

Курск 2017 г.

УДК 534.2

Составители: И.А.Шабанова, А.М. Стороженко

Рецензент

Директор РИЦ, д.ф.-м.н., профессор А.П. Кузьменко

**Практические приемы работы на вискозиметре Brookfield DV2T:** методические указания к выполнению лабораторной работы по дисциплине «Микро- и наносистемы в технике и технологии» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: И.А.Шабанова, А.М. Стороженко. Курск, 2017 с.36: ил. 7. Библиогр.: с. 36.

Излагаются методические рекомендации по выполнению лабораторной работы, в которой приведен краткий обзор теоретических основ реологии вязких, вязкоупругих, пластичных жидкостей и тел. Изложены основы ротационной вискозиметрии. Приведена методика измерения динамической вязкости на ротационном вискозиметре Brookfield RVDV-II+ Pro.

Материал предназначен для студентов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника», а также будет полезен студентам других направлений подготовки, изучающих дисциплины нанотехнологического цикла..

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать . Формат 60 x 84 1/16.

Усл. печ. л. 2,15. Уч.-изд. л. 1,95. Тираж экз. Заказ . Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040 Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### **Практические приемы работы на вискозиметре Brookfield DV2T**

**Цель работы:** освоить навыки работы на вискозиметре Brookfield RVDV-II+ Pro.

**Приборы и принадлежности:** ротационный вискозиметр Brookfield RVDV-II+ Pro, лабораторный штатив.

### **КРАТКАЯ ТЕОРИЯ**

#### **Введение**

Изучение свойств объектов и зависимостей изменения количественной характеристики этих свойств под влиянием различных факторов является одним из наиболее распространенных экспериментальных методов исследования. В зависимости от объектов и целей исследования изучению подвергаются различные свойства. В отдельную группу можно выделить реологические свойства материалов, дающие информацию об объемно-структурных свойствах объектов исследования.

Реология (от греч. rheos - течение, поток и logos - слово, учение) - это наука о деформациях и текучести веществ. В общенаучном плане реологию, по мнению М. Рейнера, следует рассматривать как раздел физики, который ближе всего примыкает к механике, а, по мнению П.А. Ребиндера - к физико-химической механике.

Идеальная жидкость, т.е. жидкость, движущаяся без трения, является абстрактным понятием. Всем реальным жидкостям и газам в большей или меньшей степени присуща вязкость или внутреннее трение. Вязкость проявляется в том, что возникающее в жидкости или газе движение после прекращения действия причин, его вызвавших, постепенно прекращается.

Для измерения вязкости (вискозиметрии) применяют ряд экспериментальных методов, основанных на различных принципах [1, 2]. Каждый из этих методов обладает особым диапазоном условий его применения.

Независимо от применяемого вискозиметрического метода для корректных измерений вязкости необходимо соблюдение следующих требований:

1) результат измерений не должен зависеть от линейных размеров рабочих элементов вискозиметра;

2) не должно иметь место пристеночное скольжение в жидкости;

3) поток жидкости в вискозиметре должен быть ламинарным, т.е. в капиллярах необходимо выполнение условия, что значение числа Рейнольдса  $Re < 2320$ , а в случае падающего шарика –  $Re < 1$ .

Абсолютное измерение вязкости гарантируют капиллярный, ротационный методы и метод падающего шарика [3]. В остальных случаях необходимо прибегать к помощи калибровочных жидкостей с известными значениями вязкости.

## **1 Теоретические основы**

### **1.1. Вязкость жидкостей**

Вязкость - одно из явлений переноса, свойство текучих тел (жидкостей и газов) оказывать сопротивление перемещению одной их части относительно другой. В результате работа, затрачиваемая на это перемещение, рассеивается в виде тепла. Вязкость проявляется в том, что при относительном перемещении слоёв жидкости медленнее движущийся слой жидкости «тормозит» слой, движущийся быстрее, и наоборот [4]. Характерной особенностью этого вида трения является то, что оно наблюдается не на границе твердого тела и жидкости, а во всем объеме жидкости. Вязкость обусловлена наличием между отдельными частицами (молекулами) жидкости сил притяжения, которые при перемещении одной части жидкости относительно другой сдерживают движение слоёв. Очевидно, что все жидкости должны быть вязкими, так как между реальными молекулами всегда существуют силы не только притяжения, но и отталкивания. Равновесие между этими силами и определяет равновесное состояние жидкости. Если один из слоёв жидкости вывести из состояния равновесия и перемещать его с некоторой скоростью относительно другого, то силы притяжения частиц будут тормозить это движение.

При теоретическом описании вязкости жидкость рассматривают как непрерывную бесструктурную среду. В

равновесном состоянии частицы (молекулы) будут располагаться таким образом, что равновесная сила (разность между силами притяжения и отталкивания) будет равна нулю.

Если это не соблюдается, то молекулы будут перемещаться относительно друг друга до тех пор, пока вновь не наступит состояние равновесия.

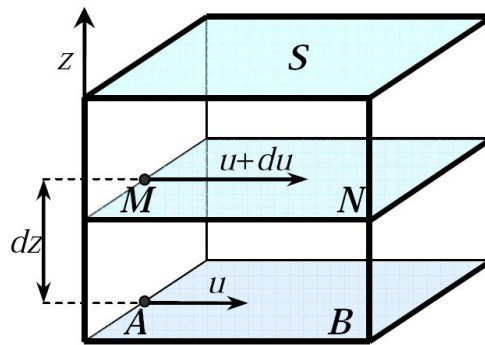


Рис. 1. Модель, поясняющая движение соприкасающихся слоёв жидкости

Если под действием какой-либо силы жидкость привести в движение (рис. 1) таким образом, что один из слоёв, например  $MN$ , будет перемещаться с ускорением  $du$  по отношению к слою  $AB$ , то между слоями возникнет сила трения, стремящаяся выровнять скорости движения слоёв  $AB$  и  $MN$  и вернуть их в состояние равновесия. Сила трения  $F_{тр}$  прямо пропорциональна относительной скорости движения  $du$  и площади контакта слоёв  $S$  и обратно пропорциональна расстоянию между слоями  $dz$  (между центрами движущихся слоёв). Эта сила, направленная по касательной к слоям, называются *силой внутреннего трения*. Исаак Ньютон предложил для её расчёта следующую формулу

$$F_{тр} = \tau S, \quad (1)$$

где  $\tau = \pm \eta \frac{du}{dz}$  - касательное напряжение;  $\frac{du}{dz}$  - скорость деформации сдвига;  $S$  - площадь соприкасающихся слоёв;  $\eta$  - динамическая вязкость жидкости.

Жидкости, для которых справедлива зависимость (1), называются *ньютоновскими*. Существуют жидкости (коллоидные суспензии, растворы полимеров, строительные растворы и т.п.), для которых связь между касательным напряжением и скоростью

деформации сдвига выражается другими соотношениями. Такие жидкости относятся к неньютоновским.

Динамическая вязкость – характеристика вещества, численно равная силе трения, возникающей между двумя слоями жидкости площадью по  $1 \text{ м}^2$  каждый при градиенте скорости, равном  $1 \text{ м/с}$  на метр. Размерность динамической вязкости в Международной системе единиц (СИ) -  $[\eta] = [\text{Па} \cdot \text{с}]$ , в системе СГС — пуаз;  $[\text{Па} \cdot \text{с}] = 10 \text{ пуаз}$ . В некоторых случаях принято пользоваться так называемой кинематической вязкостью, равной динамической вязкости жидкости, делённой на плотность жидкости,  $\text{м}^2/\text{с}$ :

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad . \quad (2)$$

В жидкостях внутреннее трение обусловлено действием межмолекулярных сил – расстояния между молекулами жидкости сравнительно невелики, а потому силы взаимодействия значительны. Молекулы жидкости, подобно молекулам твёрдого тела, колеблются около положений равновесия, но эти положения не являются постоянными. По истечении некоторого интервала времени молекула скачком переходит в новое положение. Это время называется *временем «оседлой жизни» молекулы*.

Силы межмолекулярного взаимодействия зависят от рода жидкости. Вещества с малой вязкостью – текучи, и наоборот, сильно вязкие вещества могут иметь значительную механическую твёрдость, как, например, стекло. Вязкость существенно зависит от количества и состава примесей, а также от температуры. С повышением температуры время «оседлой жизни» уменьшается, что обуславливает рост подвижности жидкости и уменьшение её вязкости.

## 1.2 Методы измерения вязкости

Вязкость жидкостей определяется при помощи приборов, называемых вискозиметрами. Имеется несколько типов вискозиметров, различных по своей конструкции и принципу действия. Основными из них являются капиллярные вискозиметры, вискозиметры истечения и ротационные вискозиметры.

В капиллярных вискозиметрах вязкость жидкости определяется путем наблюдений над движением исследуемой

жидкости по трубке весьма малого диаметра, в которой устанавливается ламинарный режим.

В вискозиметре истечения коэффициент вязкости жидкости определяется в результате наблюдений над временем истечения исследуемой и стандартной жидкости из отверстия в дне сосуда. Одним из наиболее распространенных типов вискозиметров истечения является вискозиметр Энглера, в котором с помощью секундомера измеряют время истечения одинаковых объемов исследуемой и стандартной жидкостей.

В ротационных вискозиметрах испытуемая жидкость помещается в зазор между двумя длинными вертикально расположенными соосными цилиндрами. Один из них приводится во вращение с варьируемой угловой скоростью, в то время как другой цилиндр испытывает закручивающее усилие, величина которого измеряется в процессе опыта. Изменение крутящего момента в зависимости от числа оборотов вращающегося цилиндра можно интерпретировать как связь между напряжением сдвига и скоростью сдвига. Изменение скорости сдвига в каждой точке исследуемого образца зависит от ширины кольцевого зазора между цилиндрами. Если щель достаточно мала, то изменение скорости сдвига поперек зазора будет незначительно, т. е. радиальное изменение указанной величины будет пренебрежимо мало. Величина вязкости жидкости в этих вискозиметрах определяется по скорости вращения подвижного цилиндра при заданном крутящем моменте или, наоборот, по крутящему моменту, вызывающему заданную скорость:

$$\eta = K \frac{M}{\omega}, \quad (3)$$

где  $M$  - крутящий момент,  $\omega$  - угловая скорость,  $K$  - постоянная прибора.

## **2 Ротационный вискозиметр Brookfield RVDV-II+ Pro**

### **2.1 Общее описание**

Вискозиметры Brookfield – это ротационные вискозиметры, принцип работы которых основан на измерении закручивания калиброванной пружины при вращении шпинделя (цилиндра и др.) в тестируемой жидкости с постоянной скоростью. Шпиндель (1)

(рис. 2) вращается в жидкости, помещенной в контейнер (2) с помощью мотора (3), помещенного в корпус (4) через калиброванную пружину (5). Вязкое трение жидкости о шпиндель определяется по закручиванию калиброванной пружины, которое измеряется датчиком угла вращения. Закручивание пружины отражается на дисплее (6), либо выводится на печать.

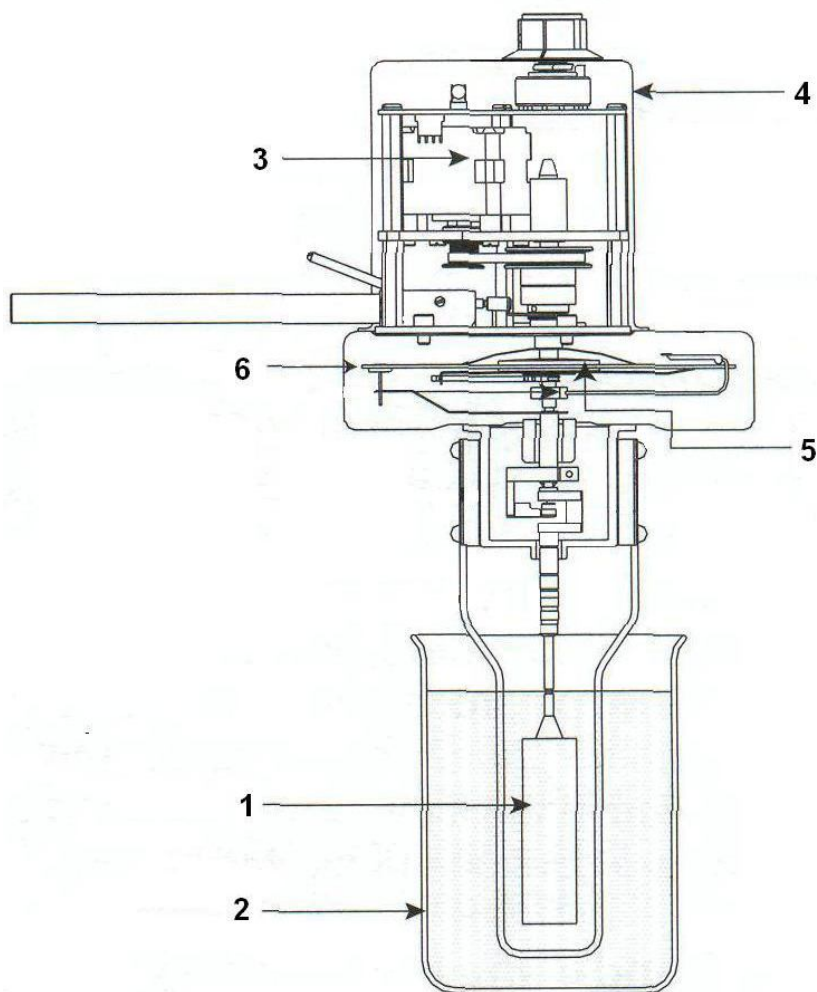


Рисунок 2 – Схема ротационного вискозиметра Brookfield RVDV-II+ Pro

Вискозиметр DV-II+ Pro компании (Brookfield) предназначен для измерения вязкости жидкости при заданных скоростях сдвига. Благодаря возможности использования различных скоростей и шпинделей возможно измерение вязкости в различных диапазонах. Диапазон измерения вязкости жидкости зависит от скорости вращения шпинделя, его размеров и формы, а также от размеров и формы контейнера с жидкостью, в которой вращается шпиндель, и линейного диапазона момента кручения калиброванной пружины.



Момент кручения для калиброванной пружины в модели – RVDV-II+ Pro составляет 0,7187 мН·м (или 7187,0 Дин·см). Вискозиметр DV-II+ Pro предлагает различные режимы контроля, включая традиционное автономное управление, автоматическое управление через программу, загружаемую в прибор с компьютера, или полное управление через ПК с использованием программы Brookfield Rheocalc32. Данные измерений, выводимые на дисплей:

1. Вязкость отображается в миллипаскаль-секундах (мПа·с, индикация «mPa·s») или сантипуазах (сПз, индикация «cP»).

2. Напряжение сдвига отображается в ньютонах на квадратный метр (Н/м<sup>2</sup>, индикация «N/m<sup>2</sup>») или в динах на квадратный сантиметр (Дин/см<sup>2</sup>, индикация «D/cm<sup>2</sup>»).

3. Скорость сдвига отображается в обратных секундах (1/с, индикация «1/SEC»).

4. Процент закручивания калиброванной пружины отображается в процентах от полного диапазона (индикация «%»).

## 2.2 Общие указания

### Технические характеристики:

При автономной работе можно попеременно и последовательно использовать 18 скоростей и выборочно – 54 скорости (по выбору оператора). При управлении с персонального компьютера доступны скорости в диапазоне 0,01 – 200 об/мин (0,01 – 0,99 об/мин с дискретностью 0,01 об/мин, 1,0 – 200 об/мин с дискретностью 0,1 об/мин). Диапазон измерения температуры: -100 °С – 300 °С. Точность измерения вязкости: ± 1,0 % верхнего предела диапазона измерения. Воспроизводимость измерения вязкости: ± 2,0 %. Точность измерения температуры: ± 1,0 °С в диапазоне -100 – 149 °С; ± 2,0 °С в диапазоне -150 – +300 °С. Условия эксплуатации: температура 0 – +40 °С, относительная влажность воздуха 20 – 80 %, без конденсации влаги.

### Установка

1. Соберите лабораторный штатив (модель S);
2. Установите вискозиметр на штатив;
3. Подсоедините датчик температуры к разъему на задней панели вискозиметра;

4. Выставьте вискозиметр по пузырьковому уровню, расположенному в верхней части вискозиметра, с помощью установочных винтов на основании штатива. При правильной установке пузырек воздуха должен находиться в установочном кольце;

5. Убедитесь, что выключатель питания на задней панели вискозиметра находится в положении OFF (выключено). Подсоедините кабель питания к разъему на задней панели прибора и вставьте вилку кабеля в сетевую розетку. Напряжение и частота сети электроснабжения должны соответствовать характеристикам, указанным на именной табличке прибора. Прибор необходимо заземлить;

6. Установите выключатель в положение ON (включено) и дайте прибору прогреться в течение 10 минут перед автоматической установкой нуля;

7. При необходимости соответствующим кабелем подключите вискозиметр к персональному компьютеру через последовательный порт.

### **Очистка!**

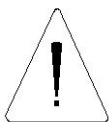
**Внимание!** Перед очисткой вискозиметра снимите шпindel. Невыполнение этого правила может привести к выходу вискозиметра из строя. Учтите, что шпindel имеет левую резьбу. Очистку измерительной головки и клавиатуры необходимо производить мягкой тканью. Не применяйте для очистки растворители и моющие средства.

**Внимание!** При очистке не прилагайте чрезмерные усилия, чтобы не погнуть шпindel.

### **Предупредительные знаки**



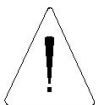
Опасность поражения электрическим током.



Общая опасность получения травмы или повреждения оборудования.



Вискозиметр DV-II+ Pro не предназначен для использования в потенциально опасных условиях.



В случае опасности отключите прибор и отсоедините кабель питания от питающего разъема.



Пользователь должен удостовериться, что испытываемые материалы не выделяют вредные или легко воспламеняемые газообразные продукты при той температуре, при которой проводится испытание.

### Клавиатура

При автономном режиме управления команды для проведения измерений необходимо вводить с помощью клавиатуры, расположенной на передней панели вискозиметра. Там же расположен дисплей, отображающий заданные параметры и результаты измерений. На рисунке 3 представлен внешний вид вискозиметра Brookfield DV и обозначены клавиши управления.



Рисунок 3 – Внешний вид вискозиметра Brookfield DV

Стрелка ВВЕРХ (1, рис. 3) Эта кнопка используется для прокрутки в возрастающем порядке списков скоростей и измерительных шпинделей, а также меню опций (OPTIONS).

Стрелка ВНИЗ (2, рис. 3)

Эта кнопка используется для прокрутки в убывающем порядке списков скоростей и измерительных шпинделей, а также меню опций (OPTIONS).

MOTOR ON/OFF I ESCAPE (3, рис. 3)

Включает (ON) и выключает (OFF) двигатель вискозиметра. Функция ESCAPE служит для выхода из меню опций (OPTIONS).

SET SPEED (4, рис. 3)

Нажатие этой кнопки выводит вискозиметр на режим вращения двигателя при текущей выбранной скорости (функция работает только при включенном двигателе). Кроме того, после выбора опции *Custom Speed* эта кнопка используется для выбора скорости из полного набора.

SELECT DISPLAY (5, рис. 3)

Эта кнопка служит для выбора параметра, отображаемого на дисплее: cP: вязкость (сПз или мПа·с) SS: Напряжение сдвига (Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>) SR: Скорость сдвига (1/с)

ENTER I AUTORANGE (6, рис. 3)

ENTER: Выполняет функцию, указанную миганием поля на дисплее. AUTORANGE: Показывает максимальную вязкость (100 % момента), которую можно измерить выбранным шпинделем при текущей скорости вращения.

SELECT SPINDLE (7, рис. 3)

Первое нажатие кнопки запускает процедуру выбора измерительного шпинделя, а повторное нажатие выбирает шпиндель из списка.

PRINT (8, рис. 3)

Эта кнопка служит для выбора режима печати (если принтер подключен к вискозиметру).

OPTIONS I TAB (9, рис. 3)

OPTIONS: Вызывает меню опций OPTIONS, в котором мигает опция, с ко-торой был осуществлен последний выход из меню. TAB: Если на дисплее показан символ табуляции, то нажатие этой кнопки выполняет переключение между возможными вариантами.

## 2.3 Работа с прибором. Автоматическая установка нуля

Перед проведением измерений необходимо установить нуль вискозиметра. Установка приборного нуля выполняется при каждом включении вискозиметра, и в ходе процедуры на дисплее выводится информация и инструкция для оператора. Установите выключатель питания, расположенный на задней панели, в положение «включено» («ON»). Через несколько секунд на дисплей выводится номер версии микропрограммного обеспечения и двухзначный буквенный код («RV»), который обозначает измерение вязкости в диапазоне средних значений.

Через некоторое время на дисплее будет выведено сообщение о необходимости удаления шпинделя с последующим нажатием любой кнопки («REMOUVE SPINDLE PRESS ANY KEY»). Снимите шпиндель и нажмите на любую кнопку, - запускается процедура автоматической установки нуля прибора. В ходе процедуры на дисплее будет мигать сообщение «AUTOZEROING». По истечении приблизительно 15 секунд на дисплее будет выведено сообщение о необходимости установки шпинделя с последующим нажатием на любую кнопку: «REPLACE SPINDLE PRESS ANY KEY». Установите измерительный шпиндель и нажмите на любую кнопку, - на дисплее появится «стандартный» информационный экран вискозиметра DV-II+ Pro. Конкретный вид стандартно экрана зависит от выбора единиц измерения вязкости (сПз или мПа·с) и температуры (°F или °C).

### Выбор шпинделя

Вискозиметр RVDV-II+ Pro поставляется с набором из 6 шпинделей и широкой защитной рамкой. Измерительный шпиндель устанавливается в вискозиметр наворачиванием на нижний вал. Учитывайте, что шпиндель имеет левую резьбу. При наворачивании шпинделя нижний вал должен быть зафиксирован и слегка приподнят одной рукой. Поверхность гайки шпинделя и соответствующая поверхность нижнего вала должны быть гладкими и чистыми во избежание эксцентричного вращения шпинделя. Измерительные шпиндели идентифицируются по номеру на боковой поверхности соединительной гайки шпинделя. Вискозиметр DV-II Pro+ для расчета значений вязкости,

напряжения сдвига и скорости сдвига требует значение кода шпинделя (Spindle Entry Code). В энергонезависимой памяти прибора хранятся параметры всех стандартных измерительных шпинделей Brookfield, включая специальные шпиндели, и двухзначные коды для каждого шпинделя. Примечание: Вискозиметр DV-II+ Pro после включения сохраняет последнее использованное значение кода шпинделя. Нажатие кнопки SELECT SPINDLE выводит на дисплей текущий код выбранного шпинделя вместо температуры и символ «S» слева от кода, мигающий в течение 3 секунд. Если при мигающем «S» нажать кнопку СТРЕЛКА ВВЕРХ или СТРЕЛКА ВНИЗ, то двухзначное значение кода начинает изменяться в возрастающем или убывающем порядке соответственно при каждом нажатии кнопки. Если кнопку со стрелкой удерживать нажатой, список кодов шпинделей циклически прокручивается в соответствующем направлении до опускания кнопки. Когда на дисплее появляется код нужного шпинделя, отпустите стрелочную кнопку для прекращения прокрутки списка, и снова нажмите на кнопку SELECT SPINDLE; при этом новое значение кода шпинделя запоминается для использования в расчетах и прекращается мигание символа «S». Примечание: в Вашем распоряжении около 3 секунд для нажатия на кнопку SELECT SPINDLE до прекращения мигания индикатора «S». Если Вы не успели нажать кнопку SELECT SPINDLE до прекращения мигания, повторите вышеупомянутую процедуру выбора шпинделя сначала. Примечание: Код шпинделя «99» зарезервирован для специальных шпинделей, используемых с компьютерной программой RHEOCALC32.

### **Выбор скорости вращения**

В вискозиметре DV-II+ Pro запрограммирован набор из 54 скоростей вращения. Вискозиметра DV-II+ Pro поставляется с уже выбранным последовательным рабочим набором скоростей (Sequential Speed Set). Оператор может выбрать попеременный рабочий набор скоростей (Inter-leave Speed Set). Вискозиметр DV-II+ Pro можно также запрограммировать на использование специального рабочего набора, включающего любые 19 из полного набора 54 скоростей вращения. Скорость 0,0 включается в специальный набор автоматически как 20-я скорость. Для этого

необходимо нажать кнопку **OPTIONS I TAB** и выбрать с помощью стрелочных кнопок команду **SETUP** затем **ENTER**, выбрать пользовательский набор скоростей **CUSTOM SPEEDS**, затем **ENTER** и с помощью стрелочных кнопок и кнопки **SET SPEED** выбрать необходимые скорости вращения. Выход из меню установок осуществляется нажатием кнопки **ENTER**. Для выбора скорости вращения из принятого списка нажмите сначала кнопку **СТРЕЛКА ВВЕРХ** или **СТРЕЛКА ВНИЗ** для вывода на дисплей значения текущей выбранной скорости справа от индикатора «RPM». Если стрелочная кнопка нажата только один раз и сразу отпущена, символы «RPM» будут мигать в течение 3 секунд, после чего дисплей примет прежний вид (т.е. изменение скорости вращения не произойдет). С помощью стрелочных кнопок оператор может выбирать значение следующей скорости в процессе измерения вязкости. Нажатие кнопки **SET SPEED** выводит вискозиметр на новую скорость вращения. Нажатие кнопки **MOTOR ON/OFF I ESCAPE** сразу же запускает двигатель на скорости, которая была последней в процессе просмотра списка.

### **Выбор отображаемого параметра**

Реологические данные (вязкость, напряжение сдвига и скорость сдвига) отображаются в левой части верхней строки дисплея. Выбор отображаемого параметра осуществляется нажатием кнопки **SELECT DISPLY** в следующей последовательности: напряжение сдвига (SS) в Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>, скорость сдвига (SR) в 1/с, вязкость сПз или мПа·с. Если значение вязкости превышает 99999, то используется экспоненциальная нотация (например, 123e3 = 123000).

*Примечания:*

1. Оператор может изменять режим отображения в любой момент, это не влияет на процесс расчета реологических данных.
2. Вывод на дисплей значений напряжения сдвига и скорости сдвига возможен только при условии установки подходящего шпинделя, иначе на дисплей будут выводиться нулевые значения.

### **Единицы измерения**

Используя опцию **SETUP** (при нажатии клавиши **OPTIONS I**

ТАВ), оператор может выбрать систему единиц измерения (СГС или СИ), которая будет использоваться для вывода данных на дисплей и печать.

### **Автоматическое определение диапазона**

В режиме стандартного дисплея кнопка ENTER I AUTORANGE позволяет выполнить автоматическое определение диапазона измерения (отсчет полной шкалы), т.е. определить максимальную расчетную вязкость для данной комби-нации шпиндель/скорость вращения. Нажатие и удержание кнопки в любой момент выводит на дисплей вместо значения текущей вязкости значение максимальной вязкости. Для индикации этого режима отображения в поле момента (%) появляется мигающий отсчет «100 %», а в поле температуры – код шпинделя.

*Примечания:*

1. Если скорость вращения равна 0,0, то максимальная вязкость также равна 0,0.
2. Когда вискозиметр находится в режиме AUTORANGE, данные, посылаемые на подключенный принтер или компьютер, соответствуют значениям на дисплее.
3. Функция AUTORANGE доступна только в режиме стандартного дисплея.

### **Выход за пределы диапазона**

Вискозиметр DV-II+ Pro обеспечивает индикацию выхода за пределы диапазона измерения (когда отсчет момента (%) превышает 100 (перегрузка)). Для снятия перегрузки необходимо уменьшить скорость вращения или заменить шпиндель. Если Вы работаете при скорости вращения, которая дает отсчет момента ниже 10,0 % (недогрузка, снижение точности измерения), на дисплее мигают символы-индикаторы % (процент закручивания), cP (вязкость), SS (напряжение сдвига), SR (скорость сдвига).

### **Отображение температуры**

Вискозиметр DV-II+ Pro обеспечивает вывод на дисплей значения температуры, измеряемой термометром сопротивления



(датчик RTD из комплекта прибора). В зависимости от настройки (меню OPTIONS) температура отображается в градусах Цельсия (°C) или Фаренгейта (°F) в правом верхнем углу дисплея. Если датчик температуры отсоединен, то на дисплей в правом верхнем поле выводится «- - - C» для индикации отключения датчика.

### **Вывод на печать**

Вискозиметр DV-II+ Pro может посылать данные для печати на принтер, подключенный к последовательному (RS-232 C) или параллельному порту прибора (разъемы расположены на задней панели вискозиметра). Данные можно выводить на принтер двумя способами:

1. Одинокое нажатие кнопки PRINT (на период менее 3 секунд) приведет к печати одной стандартной печатной строки.

2. Если кнопка PRINT удерживается в нажатом состоянии более 3 секунд, вискозиметр DV-II+ Pro переходит в режим непрерывного вывода данных на принтер с интервалом, выбранным в меню OPTIONS. На дисплее при этом появится мигающий символ «P» перед символом «%». Для прекращения непрерывной печати нажмите кнопку PRINT на 1 секунду.

Если при запуске вывода на печать принтер не будет подключен к вискозиметру, на дисплее появится сообщение об ошибке и предложение проверить соединение: «PRINTER ERROR CHECK CONNECTION».

### **Внешнее управление**

Вискозиметр DV-II+ Pro может управляться с помощью персонального компьютера при использовании программного обеспечения компании Brookfield, такими, как программа Rheocalc32 (начиная с версии 2.4 и выше). При использовании этой программы все функции прибора контролируются с компьютера, в этом случае вискозиметр должен быть переведен в режим внешнего управления. Для этого перед включением прибора подключите кабель DVP-80 к соответствующему разъему. Если кабель подключен, при включении вискозиметра DV-II+ Pro на дисплее будет отображен экран выбора режима управления. При выборе режима внешнего управления (EXTERNAL MODE) прибор будет

управляться с помощью программы Rheocalc32. Режим автономной работы прибора может быть вновь установлен путем перезагрузки вискозиметра и последующего выбора меню «Stand Alone» или путем отсоединения кабеля DVP-80 перед следующим включением прибора. Примечание: Вискозиметр DV-II+ Pro не может взаимодействовать с программой DVLOADER, пока он находится в режиме внешнего управления. Если Вы хотите использовать DVLOADER, выберите пункт меню «Stand Alone». Для получения информации по управлению вискозиметром DV-II+ Pro с помощью программы Rheocalc32, обратитесь к разделу HELP этой программы.

## **2.4 Измерение вязкости Факторы, влияющие на реологические характеристики**

На значения измеряемых реологических характеристик влияет множество факторов, что необходимо учитывать при сравнении реологических свойств различных объектов. Основными факторами (помимо свойств и структуры самого объекта исследования) являются: – температура (обычно при повышении температуры вязкость понижается); – скорость сдвига (особенно важно для неньютоновских жидкостей); – параметры измерений (модель вискозиметра, комбинация скорость вращения/ шпиндель, размер и форма контейнера, оборудование, используемое для пробоподготовки, гомогенность образца); – продолжительность измерений (особенно для тиксотропных систем, а так же для систем, в которых протекают химические реакции); – условия хранения и приготовления образцов.

### **Процедура измерения динамической вязкости**

Измерение вязкости проводится по следующей общей процедуре. С измерительными шпинделями RV в качестве контейнера для жидкости рекомендуется использовать широкие химические стаканы Гриффина емкостью 600 мл.

1. Смонтируйте на вискозиметре DV-II+ Pro защитную рамку.
2. Погрузите шпиндель в жидкость по центру контейнера до тех пор, пока уровень жидкости не достигнет канавки на валу шпинделя. Дисковые шпиндели следует погружать в жидкость под

небольшим углом во избежание захвата пузырьков воздуха под нижней поверхностью диска. Подсоедините шпиндель к нижнему валу вискозиметра: слегка поднимите вал и, крепко удерживая вал одной рукой, другой рукой наведите на него шпиндель (левая резьба!). Избегайте приложения боковых усилий к валу вискозиметра. Проверьте уровень погружения шпинделя и горизонтальность установки вискозиметра.

3. Для выполнения измерения вязкости выберите измерительный шпиндель и задайте скорость вращения на панели прибора. Выбор шпинделя и скорости вращения для жидкости с неизвестными свойствами осуществляется путем проб и ошибок. Необходимо выбирать такие шпиндели и скорости вращения, при которых отсчет момента лежит в диапазоне от 10 до 90 % от максимального значения. Существует два основных правила для такого выбора:

– значение вязкости обратно пропорционально размеру шпинделя; – значение вязкости обратно пропорционально скорости вращения шпинделя. При работе с вязкими веществами выбирайте маленькие шпиндели и/или низкие скорости вращения. Если выбранный шпиндель/скорость вращения приводит к перегрузке, уменьшите скорость или выберите меньший шпиндель. В ходе выбора может обнаружиться, что существует несколько различных комбинаций шпиндель/скорость вращения, которые отвечают требованию попадания в диапазон отсчетов момента 10 – 90 %. В этом случае может быть использована любая из приемлемых комбинаций. Некоторые жидкости могут проявлять неньютоновский характер зависимости вязкости от скорости вращения. Это выражается в том, что результаты измерения реологических параметров зависят от скорости вращения шпинделя.

4. Включите двигатель. Дождитесь стабилизации показаний (время стабилизации зависит от скорости вращения и характеристик тестируемой жидкости, обычно после осуществления 5 оборотов шпинделя). Для достижения максимальной точности старайтесь получить отсчет момента выше 10 %.

5. При смене шпинделя и/или пробы выключайте двигатель вискозиметра нажатием кнопки MOTOR ON/OFF I ESCAPE. Для очистки шпинделя обязательно отсоединяйте его.

## 2.5 Обработка результатов измерений

Процедура обработки результатов измерений зависит от цели и объектов исследования, а также параметров измерений. Наиболее часто предпринимаются следующие шаги:

1. Определение погрешности результатов измерений.
2. Подбор математической модели наиболее точно описывающей экспериментальные данные.
3. Интерпретация закономерностей изменения реологических характеристик.

Далее будут подробно рассмотрены два первых шага, интерпретация полученных закономерностей специфична для каждого объекта исследования и требует работы со специальной литературой по реологическим свойствам данных объектов.

### Определение погрешности результатов измерений

Если требуется сравнить результаты двух единичных измерений, необходимо знать погрешность каждого измерения. При этом результаты двух измерений можно считать значимо отличающимися друг от друга только в том случае, если доверительный интервал, определяемый диапазоном  $[\eta - \varepsilon; \eta + \varepsilon]$  (где  $\varepsilon$  составляет 1 % от верхнего предела диапазона измерений), для первого значения не будет иметь общих точек с доверительным интервалом для второго значения. Верхний предел диапазона измерений можно определить, используя опцию ENTER I AUTORANGE, либо рассчитать по формуле

$$D = TK \cdot SMC \cdot (10000 / RPM),$$

где  $D$  – верхний предел диапазона измерений, в мПа·с или сПз;

$TK$  – коэффициент упругости пружины (для модели RVDV-II+ Pro равен 1,0);

$SMC$  – коэффициент шпинделя (значения указаны в приложении);

$RPM$  – скорость вращения шпинделя, об/мин. Для получения более точных значений с небольшим доверительным интервалом необходимо так подбирать параметры измерений (сочетание скорость вращения / шпиндель), чтобы измеряемое значение

вязкости было как можно ближе к верхнему пределу диапазона измерений.

### **Подбор математической модели**

В настоящее время разработано большое количество математических моделей, применяемых для описания результатов реологических измерений. Большинство из них ориентировано на определенную группу объектов исследования и процессы, происходящие в этих объектах при приложении напряжения сдвига. Эти модели характеризуется высокой степенью сходимости экспериментальных и расчетных данных, но, вследствие своей специфичности в отношении объектов исследования, не могут применяться в качестве универсальных моделей для описания реологических свойств разнородных объектов. В другой группе моделей предпринята попытка унифицировать закономерности изменения реологических свойств, при этом за основу взят общий вид реологической кривой. Эти модели могут быть применены к широкому кругу разнородных объектов, но зачастую не обеспечивают достаточно хорошую сходимость расчетных и экспериментальных данных и в меньшей степени учитывают процессы, протекающие в системе при наложении сдвиговой деформации. Выбор модели и расчет соответствующих реологических характеристик является достаточно сложной процедурой. При решении этой задачи необходимо в первую очередь установить, является ли данный объект ньютоновской жидкостью или нет. Для этого достаточно измерить вязкость жидкости при разных скоростях сдвига, если полученные значения вязкости отличаются значительно, то данный объект является неньютоновской жидкостью или вязкоупругим материалом и его нельзя характеризовать ньютоновской вязкостью. Для таких объектов далее необходимо установить, зависит ли измеряемая вязкость (при данном сочетании скорость сдвига/шпиндель) от продолжительности измерения. Для этого необходимо измерить вязкость жидкости при постепенном повышении скорости сдвига, а затем при ее понижении. В случае, если график зависимости вязкости от скорости сдвига будет подобен графику, представленному на рис. 4 (наличие «петли гистерезиса»), то данную зависимость необходимо описывать с помощью моделей,

применяемых для систем, реологические свойства которых изменяются в процессе механического воздействия.

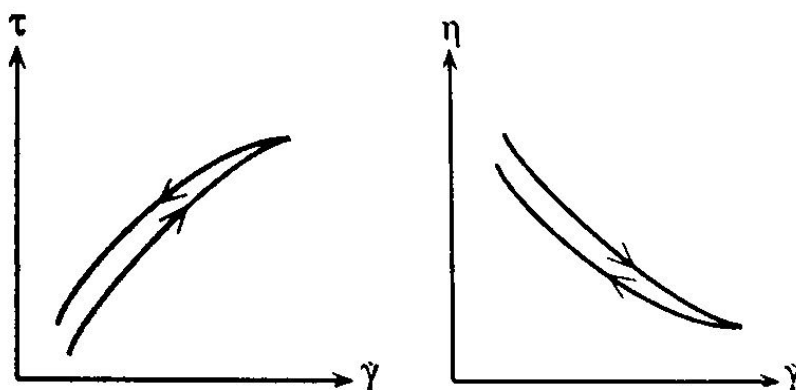


Рисунок 4 – Реологические кривые тиксотропных систем

Если «петля гистерезиса» отсутствует, то необходимо применять модели для систем, не изменяющих свои реологические свойства при наложении сдвиговой деформации. Далее будут кратко описаны модели, рассчитываемые программным обеспечением Rheocalc V 3.2, поставляемым с вискозиметром Brookfield RVDV-II+ Pro.

### **Thix Index («Тиксотропный индекс»)**

Общим методом для количественной характеристики течения неньютоновской жидкости является определение отношения вязкостей жидкости, измеренных при двух разных скоростях сдвига (при использовании одного шпинделя). Обычно эти измерения выполняются при скоростях отличающихся на один порядок (например, 2 и 20 об/мин, 10 и 100 об/мин и т.д.), но можно использовать и другие значения. При расчете отношения вязкостей, вязкость, полученная при низкой скорости сдвига является числителем, а вязкость, измеренная при высокой скорости сдвига, – знаменателем. Таким образом, для псевдопластичных жидкостей отношение будет превышать единицу. Наоборот, для дилатных жидкостей данное отношение будет меньше единицы. Это отношение известно как «тиксотропный индекс». Такое название иногда вводит в заблуждение, так как данное отношение характеризует неньютоновское поведение жидкостей, **вязкость которых не изменяется с продолжительностью механического воздействия** (отсутствие петли гистерезиса), в то время как

вязкость тиксотропных систем изменяется с продолжительностью сдвиговой деформации. «Тиксотропный индекс» рассчитывается по уравнению:

$$n = \eta_L / \eta_H,$$

где  $n$  – «тиксотропный индекс», безразмерный;  $\eta_L$  – вязкость при низкой скорости сдвига, сПз или мПа·с;  $\eta_H$  – вязкость при высокой скорости сдвига, сПз или мПа·с. Для этой модели приводится график зависимости вязкости от скорости сдвига.

### **Bingham (Модель Бингама)**

Уравнение Бингама используется для расчета вязкости материала, который течет только после приложения предельного напряжения сдвига. Эти материалы относятся к **бингамовским пластикам** и описываются уравнением:

$$\tau = \tau_0 + \eta D,$$

где  $\tau$  – напряжение сдвига, Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $\tau_0$  – сдвиговая прочность (предельное напряжение сдвига), Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $\eta$  – пластическая вязкость, сПз или мПа·с;  $D$  – скорость сдвига, с<sup>-1</sup>. По этой модели программа Rheocalc V 3.2 рассчитывает пластическую вязкость, предельное напряжение сдвига и степень сходимости экспериментальных данных с расчетными значениями, полученными по модели (в %). Для этой модели программа строит график зависимости напряжения сдвига от скорости сдвига.

### **Casson (Модель Кассона)**

Стандартный метод Кассона является непосредственным применением изначального уравнения Кассона. Метод используется для получения прямолинейной зависимости напряжения сдвига от скорости сдвига. В этом случае предельное напряжение сдвига можно определить как длину отрезка, отсекаемого прямой на оси напряжения сдвига, возведенную в квадрат. Наиболее удобно применять эту модель к **пластическим дилатным телам и псевдопластикам**. График зависимости квадратного корня напряжения сдвига от квадратного корня скорости сдвига можно выразить стандартной моделью Кассона, представленной уравнением:

$$\tau^{1/2} = \tau_0^{1/2} + (\eta D)^{1/2},$$

где  $\tau$  – напряжение сдвига, Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $\tau_0$  – сдвиговая прочность (предельное напряжение сдвига), Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $\eta$  – пластическая вязкость, сПз или мПа·с;  $D$  – скорость сдвига, с<sup>-1</sup>. По этой модели программа Rheocalc V 3.2 рассчитывает пластическую вязкость, предельное напряжение сдвига и степень сходимости экспериментальных данных с расчетными значениями, полученными по модели (в %). Программа приводит график зависимости квадратного корня напряжения сдвига от квадратного корня скорости сдвига.

### **NCA/CMA Casson (Модифицированная модель Кессона)**

Эта модель является модифицированной моделью Кессона и разработана ассоциацией по производству шоколада. Модифицированная модель является узкоспецифичной и с высокой степенью сходимости описывает реологическое поведение *шоколадных масс*. Модель выражается уравнением:

$$(1+a)\tau^{1/2} = 2\tau_0^{1/2} + (1+a)(\eta D)^{1/2},$$

где  $\tau$  – напряжение сдвига, Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $\tau_0$  – сдвиговая прочность (предельное напряжение сдвига), Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $\eta$  – пластическая вязкость, сПз или мПа·с;  $a$  – параметр измерения;  $D$  – скорость сдвига, с<sup>-1</sup>.

По этой модели программа Rheocalc V 3.2 рассчитывает пластическую вязкость, предельное напряжение сдвига и степень сходимости экспериментальных данных с расчетными значениями, полученными по модели (в %).

Зависимость  $(1+a)\tau^{1/2}$  от  $(1+a)D^{1/2}$  выводится программой в виде графика. Результаты исследований показывают, что значение квадратного корня пластической вязкости характеризует подвижность шоколадной массы в процессе обработки (перемешивание, перекачивание). Значение  $2\tau_0^{1/2}$  определяет силу, которую необходимо приложить для начала течения шоколадной массы.

### **Power Law (Степенной закон)**

В программном обеспечении Rheocalc V 3.2 степенной закон используется в виде:

$$\tau = kD^n,$$



где  $\tau$  – напряжение сдвига, Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $k$  – индекс консистенции, сПз или мПа·с;  $D$  – скорость сдвига, с<sup>-1</sup>;  $n$  – индекс течения, безразмерный.

По этой модели программа Rheocalc V 3.2 рассчитывает индекс консистенции, индекс течения и степень сходимости экспериментальных данных с расчетными значениями, полученными по модели (в %). Эта модель отображается в виде графика зависимости логарифма напряжения сдвига от логарифма скорости сдвига. Угол наклона полученной прямой для псевдопластичных жидкостей будет меньше 45°, а для дилантных больше 45°, тангенс угла наклона прямой равен индексу течения. Данная модель является одной из наиболее **универсальных моделей для описания реологического поведения различных жидкостей** (рис. 5, кривые 1, 2, 3), но зачастую не обеспечивает необходимой сходимости экспериментальных и расчетных данных, не учитывает процессы, протекающие в системе при приложении напряжения сдвига.

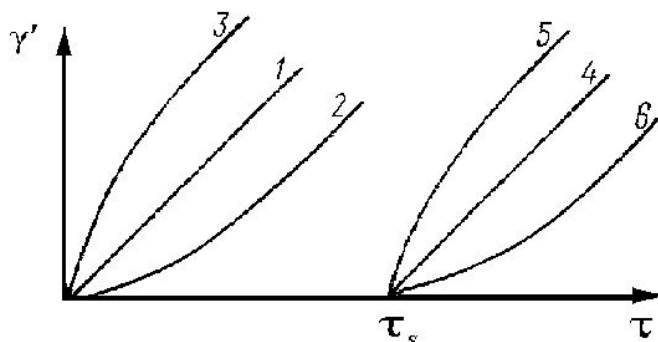


Рисунок 5 – Различные реологические кривые в координатах напряжение сдвига – скорость сдвига: 1 – ньютоновская жидкость; 2 – псевдопластическая жидкость; 3 – дилантная жидкость; 4 – бингамовское тело; 5 – пластическое дилантное тело; 6 – псевдопластическое тело.

### IPS Paste (Модель реологического поведения паст)

Эта модель основана на степенном законе и позволяет рассчитать фактор чувствительности к сдвигу (Shear Sensitivity Factor) – **псевдопластичность паст**. Модель представлена уравнением:

$$\eta = kD^n,$$

где  $\eta$  – вязкость, сПз или мПа·с;  $k$  – множитель консистенции, единицы измерения зависят от значения  $n$ ;  $D$  – скорость вращения, об/мин;  $n$  – фактор чувствительности к сдвигу, безразмерный.

По этой модели программа Rheocalc V 3.2 рассчитывает фактор чувствительности к сдвигу, вязкость и степень сходимости экспериментальных данных с расчетными значениями, полученными по модели (в %). Эта модель отображается в виде графика зависимости логарифма вязкости от логарифма скорости вращения шпинделя (об/мин).

### **Herschel-Bulkley (Модель Хершель – Балклей)**

Модель Хершель – Балклей, подобно степенному закону, представляет со-бой **обобщенную модель неньютоновских тел** (рис. 5, кривые 4, 5, 6), в которой напряжение, испытываемое телом, связано с напряжением сдвига сложной, нелинейной зависимостью. Эту зависимость характеризуют три параметра: индекс консистенции  $k$ , индекс течения  $n$ , и предельное напряжение сдвига  $\tau_0$ . Индекс консистенции представляет собой постоянную пропорциональности, в то время как индекс течения определяет степень разрушения или упрочнения структуры при приложении напряжения. Сдвигающее напряжение количественно оценивает напряжение, которое может испытывать жидкость перед тем как начинает течь. Эту модель можно записать в виде уравнения (26):

$$\tau = \tau_0 + kD^n,$$

где  $\tau$  – напряжение сдвига, Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $\tau_0$  – сдвиговая прочность (сдвигающее напряжение), Дин/см<sup>2</sup> или Н/м<sup>2</sup>;  $k$  – индекс консистенции, сПз или мПа·с;  $D$  – скорость сдвига, с<sup>-1</sup>;  $n$  – индекс течения, безразмерный. При  $n=1$  и  $\tau_0 = 0$  эта модель принимает вид модели для ньютоновской жидкости. Если  $n < 1$ , жидкость становится менее вязкой при приложении напряжения сдвига, при  $n > 1$  вязкость жидкости повышается при приложении напряжения сдвига. Большое значение  $\tau_0$  означает, что жидкость будет течь только при приложении большого напряжения сдвига. Такое поведение характерно для бингамовских систем.

По этой модели программа Rheocalc V 3.2 рассчитывает индекс течения, индекс консистенции, предельное напряжение сдвига и степень сходимости экспериментальных данных с расчетными значениями, полученными по модели (в %). Модель отображается в виде графика зависимости логарифма разности напряжения сдвига и сдвигающего напряжения (сдвигающей прочности) от логарифма скорости сдвига.

### **3 Процедуры определения динамической вязкости на вискозиметре Brookfield RVDV-II+ Pro с помощью адаптеров**

Компания Brookfield производит несколько адаптеров для вискози-метра Brookfield RVDV-II+ Pro, которые используются для решения специальных задач. Измерение динамической вязкости за пределами минимального значения вязкости можно осуществить с помощью адаптера для измерения низкой вязкости (UL-адаптер, Ultra Low Adapter). Определение вязкости образцов малых объемов можно провести с помощью SS-адаптера (Small Sample Adapter). Вязкость систем, не способных к быстрому «залечиванию» бороздки (при проведении палочкой по поверхности образца остается медленно зарастающий след) в диапазоне 2 000 – 100 000 000 мПа·с, целесообразно измерять с помощью стойки спирального движения (Helipath Stand) и Т-образных шпинделей (Т-Bar шпиндели).

#### **3.1 Поверка калибровки вискозиметра**

Точность вискозиметра Brookfield RVDV-II+ Pro можно проверить с помощью стандартов вязкости, поставляемых компанией Brookfield. Стандарты представляют собой ньютоновские жидкости. Для процедуры поверки калибровки вискозиметра необходимо следовать следующим правилам:

1. Размеры контейнеров для измерения вязкостей стандартных жидкостей должны удовлетворять следующим условиям:

– для измерения динамической вязкости стандартов с вязкостью менее 30 0000 сПз используйте химические стаканы Гриффина вместимостью 600 см<sup>3</sup> (рабочий объем 500 см<sup>3</sup>); – для стандартов с вязкостью более 30 000 сПз используйте стандартные контейнеры. Внутренний диаметр контейнера 8,25 см, высота 12,1 см. Контейнер может быть несколько большего размера, но не меньшего.

2. Для всех стандартов аттестованные значения вязкости получены при температуре 25 °С. Поддерживайте температуру, указанную в сертификате стандарта вязкости, с погрешностью ± 0,1 °С.

## **Поверка калибровки вискозиметра со шпинделями RV**

1. Поместите стандарт вязкости (в подходящем контейнере) в водяной термостат.
2. Отрегулируйте положение вискозиметра для измерений (выставить вискозиметр по горизонтальному уровню). Защитная скоба должна быть опущена.
3. Установите на вискозиметр нужный шпиндель. Шпиндели, имеющие форму диска, погружайте в жидкость под углом, чтобы исключить образование воздушного пузыря под шпинделем, и лишь затем прикрепляйте шпиндель.
4. Приступать к измерениям можно только после того, как жидкость приобрела нужную температуру ( $25 \pm 0,1$  °C).
5. Перед снятием показаний шпиндель должен выполнить не менее 5 оборотов.

## **Поверка калибровки вискозиметра с адаптером для измерения низкой вязкости (UL- адаптер)**

Адаптер для измерения низкой вязкости используется для измерения динамической вязкости образцов в диапазоне от 3,2 мПа·с до 2000 мПа·с (для вискозиметров модели RVDV-II+ Pro). При использовании UL-адаптера к адаптеру должен быть подключен водяной термостат, поддерживающий заданную температуру. Процедура работы с данным адаптером заключается в следующем:

1. Установите крепежную скобу на вискозиметре. Нижним концом считается винт, находящийся рядом со штырьком.
2. Соберите шпиндель ULA-15 (левая резьба на вискозиметре и накидной гайке).
3. Закройте дно измерительной ячейки пластиковым колпачком и поместите внутрь образец (16 см<sup>3</sup>).
4. Поместите ячейку в рубашку нагрева/охлаждения ULA-40Y, подсоединенную к циркуляционной бане.
5. Погрузите шпиндель в ячейку, после чего прикрутите нижний винт крепежной скобы к рубашке нагрева/охлаждения, затем соедините шпиндель с вискозиметром.
6. Выставьте вискозиметр по горизонтальному уровню. Прибор готов к измерениям. Вязкость измеряемого образца не должна превышать 2000 сПз (мПа·с).

## **Поверка калибровки вискозиметра с адаптером малого объема (SS-адаптер)**

Адаптер для измерения малых образцов очень удобен для проведения серии измерений (например, в рамках исследовательских работ), т.к. в данном случае необходимо небольшое количество образца (объем одной пробы 13,5 см<sup>3</sup>), а также имеется возможность быстрого термостатирования ячейки. Диапазон измеряемой вязкости составляет от 500 до 10 000 000 мПа·с. Данный адаптер хорошо подходит для измерения (эффективной) динамической вязкости концентрированных дисперсных систем, изучение реологических свойств которых интересно и с теоретической и с практической точки зрения. При использовании адаптера для пробы малого объема его водяная рубашка должна быть подсоединена к термостату, и температура внутри адаптера должна стабилизироваться. Затем нужно выполнить следующие шаги:

1. Прикрепите установочный швеллер к вискозиметру с помощью верхнего монтажного винта.

2. Прикрепите рубашку нагрева/охлаждения к установочному швеллеру. Штырек на установочном швеллере должен коснуться верхней пластины рубашки нагрева/охлаждения.

3. Аккуратно наполните съемную измерительную ячейку образцом (13,5 см<sup>3</sup>) так, чтобы не образовывались пузырьки воздуха.

4. Осторожно вставьте (снизу вверх) измерительную ячейку в рубашку нагрева/охлаждения.

5. Соберите измерительный шпindel, соединительный крючок и накидную гайку. Медленно опустите шпindel в пробу. Ввинтите накидную гайку (левая резьба) в шпindelную муфту вискозиметра.

6. Выдержите адаптер с погруженным в жидкость шпindelом при заданной температуре (25 °С) не менее 30 минут.

7. После достижения заданной температуры приступайте к измерениям. Перед снятием показаний шпindel должен выполнить не менее 5 оборотов.

## Интерпретация результатов проверки калибровки

При проверке калибровки вискозиметра RVDV-II+ Pro необходимо вычислить суммарную допускаемую погрешность измерения стандарта вязкости. Относительная погрешность вискозиметра составляет  $\pm 1\%$  от верхнего предела диапазона измерения вязкости, зависящего от применяемого шпинделя и скорости вращения.

**Пример.** Вычислим допускаемое отклонение измеренного значения вязкости при использовании вискозиметра DV-II+ Pro со шпинделем RV-3 при скорости вращения 2 об/мин. Измеряется стандарт с аттестованным значением вязкости 12257 мПа·с при температуре 25 °С.

1. Определим верхний предел диапазона вязкости при использовании конкретного шпинделя при заданной скорости вращения. Верхний предел можно определить: а) автоматически; (для этого необходимо нажать и удерживать кнопку ENTER I AUTO RANGE во время работы прибора) б) рассчитать по формуле (19). Тогда полный диапазон измерения вязкости составит  $(1 \cdot 10 \cdot 10000)/2 = 50000$  мПа·с. Погрешность измерения вязкости вискозиметром RVDV-II+ Pro составляет 1 % этого значения, т.е.  $\pm 500$  мПа·с.

2. Погрешность аттестации стандарта вязкости 12257 мПа·с составляет 122,57 мПа·с ( $\pm 1\%$  от заявленного значения). 3. Суммарная относительная ошибка составляет  $(122,57 + 500)$  мПа·с = 622,57 мПа·с. 4. Следовательно, измеренное значение вязкости может принимать любые значения от 11634,4 до 12879,6 мПа·с. В этом случае можно считать, что погрешность вискозиметра соответствует заявленному значению.

### 3.2 Измерение динамической вязкости с помощью стойки спирального движения (Helipath Stand) и Т-образных (T – Bar) шпинделей

Данный адаптер предназначен для измерения вязкости систем, не способных к быстрому «залечиванию» (затягиванию или зарастанию) бороздки, образуемой при механическом нарушении целостности образца (например, при проведении палочкой по поверхности образца образуется незарастающая бороздка). В таком

случае при вращении шпинделя в образце между поверхностью шпинделя и образцом образуется зазор, искажающий результаты измерений. При использовании стойки спирального движения происходит поступательное движение вращающегося шпинделя в вертикальной плоскости. Таким образом, при каждом обороте шпиндель врежется в новый слой исследуемой системы. Устройство состоит из стойки спирального движения и набора T – образных шпинделей. Порядок работы заключается в следующем:

1. Установить стойку спирального движения и с помощью зажима – держателя закрепить на ней вискозиметр.

2. Выбрать T – образный шпиндель и закрепить его на оси вискозиметра.

3. Опустить шпиндель в образец, предварительно ослабив зажим – держатель на стойке спирального движения. Шпиндель должен быть погружен так, чтобы его поперечина была на 6 мм ниже поверхности образца.

4. Для регулировки длины хода выставить на необходимое расстояние упоры, находящиеся на штативе стойки спирального движения. Рекомендуемая глубина погружения 25 – 17 мм.

5. Включить вискозиметр и, подождав, когда шпиндель сделает приблизительно 2 оборота, включить привод стойки спирального движения (горит желтый индикатор на приводе).

6. Записать необходимые значения, помня, что лучшие результаты получаются при низких скоростях вращения (компания Brookfield не рекомендует проводить измерения при скорости более 12 оборотов в минуту). Следует снять несколько показаний, т.к. движение T – шпинделя происходит по спирали. Цикл спирального движения повторяется примерно каждые 15–20 секунд.

Для T-образных шпинделей невозможно точно рассчитать скорость сдвига, поэтому построение описанных выше математических моделей для образцов, вязкость которых измерена с помощью T-образных шпинделей, невозможно. В результате таких измерений можно сравнивать значения единичных измерений (при условии неизменности комбинации шпиндель/скорость вращения), а также получать графики зависимости кажущейся динамической вязкости от скорости вращения шпинделя (в об/мин). Несмотря на такую ограниченность математического аппарата, применение T-образных шпинделей и стойки спирального

движения является одной из немногих возможностей исследования образцов, неспособных к быстрому «залечиванию» бороздки.

### 3.3 Обработка результатов измерений динамической вязкости с помощью программы Rheocalc V3.2

Для получения исходных данных в качестве реологического объекта была исследована система, представляющая собой концентрированный мицеллярный раствор анионоактивных и неионогенных поверхностно-активных веществ (ПАВ), используемый в качестве средства для мытья посуды и реализуемый под товарным названием «Dish Drops». Для проведения измерений был выбран UL- адаптер, предназначенный для измерения динамической вязкости образцов с вязкостью менее 2000 мПа·с. При этом для получения результатов с допустимой ошибкой необходимо, чтобы минимальная вязкость образцов превышала значение 3,2 мПа·с и процент закручивания калиброванной пружины был не менее 10 %.

Для этого в ячейку UL-адаптера помещали 16 см<sup>3</sup> мицеллярного раствора ПАВ, ячейку с погруженным шпинделем термостатировали при температуре 30 °С и определяли динамическую вязкость при постепенно увеличиваемой скорости сдвига и затем при ее уменьшении. Скорость сдвига регулировали путем задания набора скоростей вращения с помощью программы Rheocalc V 3.2 (внешнее управление). На рис. 6 представлен график зависимости динамической вязкости (мПа·с) от скорости сдвига (1/с) для исследуемого объекта, получаемый автоматически с помощью программы Rheocalc V 3.2.

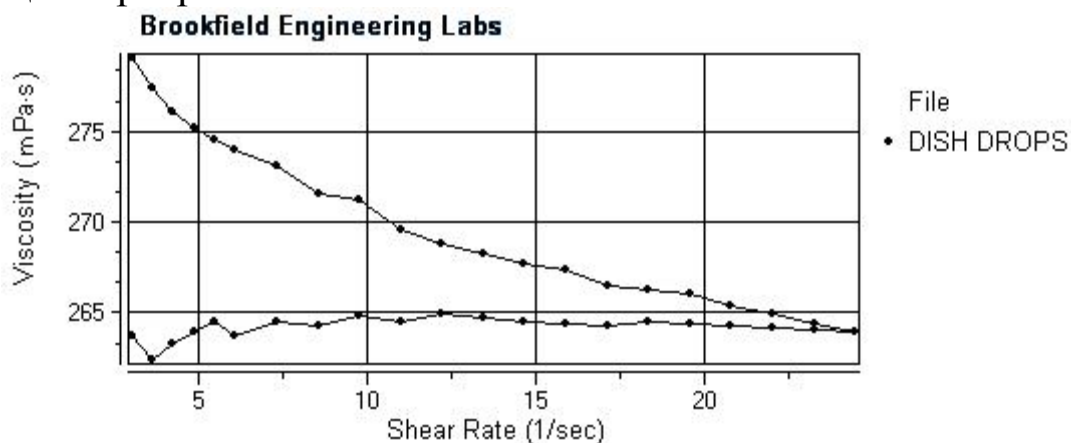


Рисунок 6 – Изменение динамической вязкости в зависимости от скорости сдвига для мицеллярного раствора ПАВ



В процессе построения графика было установлено, что динамическая вязкость системы понижается с повышением скорости сдвига, а при последующем ее понижении практически не изменяется. Таким образом, данная система изменяет свои свойства с продолжительностью сдвиговой деформации (происходит понижение динамической вязкости). Следовательно, систему можно отнести к тиксотропному типу поведения. Среди моделей, предлагаемых программой Rheocalc V3.2, для описания таких систем могут быть использованы только обобщенные модели неньютоновских жидкостей и тел (степенной закон и закон Хершель – Балклей). При расчете этих моделей было установлено, что предельное напряжение сдвига, определяемое по модели Хершель – Балклей незначительно, а следовательно, система ведет себя как неньютоновская жидкость (способна течь при любых напряжениях сдвига). В таком случае целесообразно описать полученные экспериментальные данные с помощью степенного закона. Программа рассчитывает постоянные модели и представляет график зависимости напряжения сдвига ( $\text{H}/\text{m}^2$ ) от скорости сдвига ( $1/\text{c}$ ) экспериментальных (Raw Data) и расчетных (Fitted Curve) данных (рис. 7). На графике также представлены расчетные значения индекса консистенции (Consistency Index), индекс течения (Flow Index) и коэффициент сходимости экспериментальных и расчетных данных (CoF). Значение индекса течения, близкого к единице, свидетельствует о том, что реологическое поведение системы (при данной температуре) близко к ньютоновскому, и тиксотропные свойства проявляются только в небольшой степени (понижение динамической вязкости в процессе измерения составило всего 5 %).

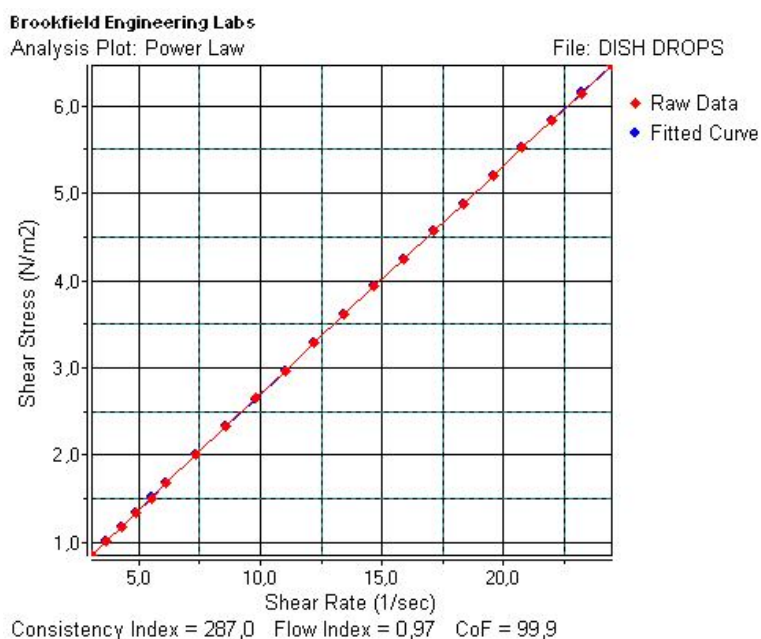


Рисунок 7 – Результат обработки экспериментальных данных программой Rheocalc V 3.2 с применением степенного закона

В табл. 1 представлены коды измерительных шпинделей и диапазоны вязкости.

Таблица 1 - Коды измерительных шпинделей и диапазоны вязкости

Адаптер	Шпindelь	Диапазон вязкости, мПа·с	Код	SMC	SRC
(базовая комплектация)	1.	100 – 40 000 000	01	1	0
	2.		02	4	0
	3.		03	10	0
	4.		04	20	0
	5.		05	40	0
	6.		06	100	0
	7.		07	400	0
ULA (адаптер для низкой вязкости)	ULA-15	3,23 – 2000	00	0,64	1,223
SSA (адаптер для малых образцов)	SC4-29	500 – 10 000 000	29	100	0,25
Стойка спирального движения с T-образными шпинделями	T – A	2 000 – 2 000 000	91	20	0
	T – B	4 000 – 4 000 000	92	40	0
	T – C	10 000 – 10 000 000	93	100	0
	T – D	20 000 – 20 000 000	94	200	0
	T – E	50 000 – 50 000 000	95	500	0
	T – F	100 000 – 100 000 000	96	1000	0

## Задания к лабораторной работе и порядок действий при их выполнении

1. Собрать экспериментальную установку по схеме, приведенной на рисунке 3.
2. Добиться максимальной симметрии в расположении кольцевого магнита по отношению к трубке.
3. Залить магнитную жидкость в трубку до отметки 150.
4. Произвести захват воздушной полости магнитной жидкостью, медленно опуская кинематический узел катетометра.
5. Опустить магнит до уровня, при котором дно стеклянной трубки очистится от магнитной жидкости, при этом свободная поверхность магнитной жидкости примет горизонтальную форму. Зафиксировать высоту расположения свободной поверхности магнитной жидкости. Определить объем воздушной полости.
6. Записать показания катетометра. Полученное значение является координатой, в которой высота столбика магнитной жидкости над воздушной полостью равна 150 мм.
7. Запустить на ПК программу «Лабораторная работа №2»
8. С помощью катетометра установить магнит на уровень, при котором высота столбика  $h$  равна 130 мм.
9. В рабочем окне программы нажать на кнопку «Новое измерение».
10. Расположить поршень в верхнем конце трубки. Перекрыв отверстие в поршне, выдернуть его.
11. Для сохранения полученной на мониторе осциллограммы нажать на кнопку «Сохранить в MS Excel».
12. В открывшемся окне MS Excel по полученным данным построить график. Определить частоту колебаний, коэффициент затухания колебаний. Полученные результаты занести в таблицу 2.
13. Повторить пункты 8-12 для высоты столбика магнитной жидкости равной 120, 110, 100, 90, 80, 70, 60, 50, 40 мм.
14. Рассчитать теоретическую частоту  $\nu_t$  колебаний столбика магнитной жидкости по формуле (6) и занести результат в столбец 5 таблицы 2.
15. Построить график зависимости  $\ln(\beta_e)$  от  $\ln(\nu_e)$ .

Таблица 2. Сводная таблица

№	$V_g, \text{ м}^3$	$h \cdot 10^{-3}, \text{ м}$	$\nu_e, \text{ Гц}$	$\nu_t, \text{ Гц}$	$\beta_e, \text{ с}^{-1}$
1	2	3	4	5	6
1		130			
2		120			
3		110			
4		100			
5		90			
6		80			
7		70			
8		60			
9		50			
10		40			

**ПРИМЕЧАНИЕ:** для соблюдения условий безопасности и сохранности экспериментального оборудования включение и выключение источников питания, измерительных приборов и устройств производить только в присутствии ведущего преподавателя или учебного мастера!

### Контрольные вопросы

1. Что характеризуют динамическая и кинематическая вязкости?
2. Какие жидкости называют ньютоновскими, неньютоновскими?
3. Как зависят от температуры вязкости большинства жидкостей?

### Литература

1. Старостин В.В. Материалы и методы нанотехнологий [Текст]: учебное пособие. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. -431 с.
2. Технология материалов микро- и наноэлектроники [Электронный ресурс]: монография / Л.В. Кожитов [и др.], 2012. – 862 с.
3. <http://www.brookfieldengineering.com/support/documentation/astms-article-reprints.asp#foods> – электронный ресурс.