



УКРАЇНА

(19) UA (11) 78094 (13) C2
(51) МПК (2006)
G01N 11/16 (2007.01)
G01N 11/10

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ РЕОЛОГІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК КОНСИСТЕНТНИХ РІДИН

1

(21) а200502350
(22) 15.03.2005
(24) 15.02.2007
(46) 15.02.2007, Бюл. № 2, 2007 р.
(72) Булавін Леонід Анатолійович, Забашта Юрій Федосійович, Актан Олена Юріївна, Ніколаєнко Тимофій Юрійович
(73) КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА
(56) SU 156752, 10.08.1963
SU 161972, 01.04.1964
SU 562751, 25.06.1977
SU 661297, 05.05.1979
US 5723771 A, 03.03.1998
(57) Спосіб визначення реологічних характеристик консистентних рідин шляхом створення деформа-

2

ції зсуву рідини за допомогою крутильного маятника, вимірювання параметрів вільних затухаючих крутильних коливань крутильного маятника окремо з пустою та заповненою досліджуваною рідиною циліндричною посудиною з подальшим обчислюванням реологічних характеристик рідини за розрахунковими формулами, який відрізняється тим, що циліндричну посудину виконують з еластичного матеріалу, а деформацію зсуву рідини здійснюють шляхом скручування одного з кінців циліндричної посудини з еластичного матеріалу, заповненої досліджуваною рідиною, навколо осі посудини, а другий кінець циліндричної посудини при цьому закріплюють нерухомо.

Спосіб визначення реологічних характеристик консистентних рідин відноситься до галузі дослідження фізико-механічних властивостей рідких матеріалів, а саме - до дослідження таких характеристик, як зсувний модуль, в'язкість тощо і може бути застосований також в галузі медичних досліджень.

Відомо багато різних способів визначення характеристик фізико-механічних властивостей рідин, зокрема в'язкості, які ґрунтуються на різних принципах роботи, наприклад, метод капілярного витікання з вимірюванням параметрів потоку рідини в капілярній трубці відомих розмірів; метод крутильних коливань системи; метод падаючої кулі з вимірюванням параметрів руху кулі в рідині; метод вимірювання ступеня затухання амплітуди коливань під впливом навколишнього середовища на магнітострикційну пластину; метод вимірювання ступеня вібрації рідини тощо [Швидковский Е.Г. Некоторые вопросы вязкости расплавленных металлов. - М., Гостехтеориздат. - 1955. с.14-33, Карташов Н.Н. Вискозиметры (обзор иностранных патентов), Труды ЦНИИПИ, Москва, -1966. - №2. с.3-26].

Найбільш придатним для визначення таких реологічних характеристик консистентних рідин, як

в'язкість та зсувний модуль є способи, які ґрунтуються на вивченні крутильних коливань твердого тіла, зануреного в досліджувану рідину.

Відомий спосіб вимірювання в'язкості рідин по затуханню крутильних коливань симетричних тіл з підтриманням сталого відношення моменту інерції маятника до густини досліджуваної рідини [А.С. СССР №156752, МПК² G01N11/16, бюл.№16, 1963р.]

Недоліком такого способу є загроза руйнування внутрішньої структури досліджуваної рідини, яка знаходиться між елементами передавання та прийому крутильного моменту, а також загроза неповної передачі зсувних напружень рідині від елемента передавання крутильного моменту.

Відомий інший спосіб вимірювання коефіцієнта в'язкості рідини [А.С. СССР №161972, МПК² G01N11/16, бюл. №8, 1964].

Цей спосіб визначення коефіцієнта в'язкості рідини зі сталою густиною ґрунтується на вимірюванні частоти коливального руху чутливого елемента у вигляді циліндра, який занурено в досліджувану рідину, між двома фіксованими межами, наприклад, чутливим елементом і нерухомим циліндричним корпусом. При цьому з частоти таких коливань роблять висновок про в'язкість дослід-

C2
(13)78094
(11)UA
(19)

джуваної рідини.

У такому способі при коливанні чутливого елемента в рідині по поверхні контакту досліджуваної рідини із циліндром виникають зсувні напруження. Ця особливість є недоліком застосовуваного способу, оскільки рідини мають низьку міцність на зсув. Внаслідок цього згодом напруження можуть відірвати рідину від поверхні чутливого елемента, спотворюючи тим самим значення вимірюваного зсувного модуля рідини.

Відомий спосіб вимірювання внутрішнього тертя та зсувного модуля матеріалів [А.С. СССР №562751. МПК² G01N11/16, бюл. №23, 1977].

У такому способі до досліджуваного зразка прикладають задану сталу силу розтягу, при цьому здійснюють скручування зразка та вимірюють амплітуду його коливань. Після цього проводиться розрахунок механічних характеристик матеріалу зразка згідно з існуючими методиками. Наприклад, дійсну та уявну частину комплексного зсувного модуля, тангенс кута механічних втрат і логарифмічний декремент затухання розраховують за вимірними значеннями періоду коливань зразка та значенню швидкості затухання коливань. При вимірюванні внутрішнього тертя та зсувного модуля в'язких рідин у якості досліджуваного зразка використовують інертну основу, наприклад, нитку з твердого матеріалу, вкриту досліджуваною рідиною.

Недоліком такого способу є неможливість вимірювання зсувного модуля рідин з низькою в'язкістю або рідин, які швидко випаровуються у навколишнє середовище, оскільки в обох випадках шар досліджуваної рідини, нанесений на інертну основу з часом змінюватиме свої характеристики (товщину, загальну масу нанесеної рідини тощо).

Найбільш близьким до запропонованого за сукупністю ознак і технічному результату є спосіб вимірювання коефіцієнта в'язкості рідини (прототип) [Соловьев А.Н., Михайлов Л.Е., Похвалов Ю.Е., Томашевич Г.П. "Вискозиметр для легкоплавких металлов", журн. "Передовой научно-технический и производственный опыт", М., 1957 г., тема 39, №П-57-96/7, с.3-17].

У цьому способі виготовляють циліндричну посудину (тигель) із сталі, заливають в цю посудину розплавлений метал та для вимірювання його в'язкості підвішують циліндричну посудину з рідким металом за допомогою стрижня та пружної металеві нитки до нерухомої основи крутильного маятника. Після цього за допомогою електромагнітів збуджують затухаючі крутильні коливання посудини з розплавленим металом і таким чином створюють деформацію зсуву рідини. Вимірюючи швидкість затухання коливань заповненої рідким металом посудини та порівнюючи її із визначеною таким же чином швидкістю затухання коливань пустої посудини, за допомогою розрахунків за відомими формулами оцінюють в'язкість рідкого металу.

Недоліком такого способу є суттєва залежність точності одержуваних результатів від точності дотримання заданих параметрів при виготовленні посудини для розплавленого металу (чистоти внутрішньої поверхні, сталого вздовж посудини з високою точністю внутрішнього діамет-

ру тощо) та сталості пружних параметрів нитки підвісу посудини. Окрім цього, для вимірювань за допомогою такого способу необхідно використовувати значний об'єм рідини, що у випадку зміни властивостей рідини в ході вимірювання (наприклад, при фазовому переході) може значною мірою змінювати момент інерції системи і, як наслідок, спотворювати результати вимірювань.

Крім зазначених недоліків, в способі-прототипі при коливанні циліндричної посудини з рідким металом по поверхні контакту досліджуваної рідини із циліндричною посудиною виникають зсувні напруження. Оскільки рідини мають низьку міцність на зсув, внаслідок цього згодом напруження можуть відірвати рідину від поверхні циліндричної посудини, спотворюючи тим самим значення вимірюваного зсувного модуля рідини. Ця особливість є головним недоліком способу-прототипу.

В основу винаходу поставлено задачу створити такий спосіб визначення реологічних характеристик консистентних рідин, який би здійснювався без відриву шарів рідини від поверхні циліндричної посудини при виникаючих напруженнях, запобігаючи тим самим спотворенню значення вимірюваного параметру, наприклад в'язкості або зсувного модуля рідини, а саме підвищення точності вимірювання цих параметрів.

На відміну від способу-прототипу, запропонований спосіб ґрунтується на вивченні коливань циліндричної посудини, заповненої досліджуваною рідиною, при закручуванні одного з її кінців. Оскільки при цьому другий її кінець нерухомо закріплено, то при коливаннях маятника досліджувана рідина піддається деформації скручування. При цьому дотичні напруження по поверхні контакту рідини із стінкою циліндра відсутні. Відповідно зникає небезпека відриву рідини від стінки циліндра, що підвищує надійність вимірювання зсувного модуля. Вимірюючи параметри затухання коливань маятника, можна визначити, наприклад, значення зсувного модуля рідини.

Реалізація способу пояснюється прикладом визначення зсувного модуля 6%- розчину желатину в воді з використанням пристрою, схема якого показана на Фіг. Пристрій містить 1 - циліндричну посудину з еластичного матеріалу зовнішнім діаметром 5мм, внутрішнім діаметром 4,5мм., яка закріплюється до нижнього затискача 3 та до верхнього затискача 5, 3 - нижній елемент кріплення, до якого приєднується затискач 2, 4 - нижня частина основи, до якого приєднується елемент кріплення 3, 6 - верхній елемент кріплення, до якого приєднується верхній затискач 5, 7 - металевий стрижень, 8 - металеве коромисло, що закріплено на стрижні 7, 9- електромагніти, 10 - пружна нитка, нижній кінець якої прикріплено до стрижня 7, 11 - важель, до кінця якого приєднаний другий кінець пружної нитки, 12 - металева опора, на якій встановлено важіль 11 і яка приєднана до основи 4, 13 - вантаж, підвішений до другого кінця важеля 11, 14 - дзеркало, приєднане до стрижня 7, 15 - джерело світла, промінь від якого спрямовують на дзеркало 14, 16 - шкала, на яку потрапляє відбитий промінь світла, 17 - дзеркало, що нерухомо кріпиться навпроти дзеркала 14.

Спочатку з еластичного матеріалу, наприклад

з поліетилену, виготовляють циліндричну посудину 1, наприклад у вигляді вертикальної трубки довжиною 30мм, зовнішнім діаметром 5мм, внутрішнім діаметром 4,5мм, щільно закритої знизу металевою пробкою.

Подальші дії з визначення зсувного модуля досліджуваної консистентної рідини, якою заповнена циліндрична посудина, наприклад розчину желатину у воді, здійснюють в три етапи: на першому - визначають окремо жорсткість пустої циліндричної посудини 1 з еластичного матеріалу, на другому - жорсткість посудини 1, заповненої досліджуваною рідиною, на третьому - знаходять полярний момент інерції та модуль зсуву досліджуваної рідини.

На першому етапі циліндричну посудину 1 з еластичного матеріалу закривають зверху металевою пробкою. Нижній кінець циліндричної посудини 1 за допомогою затискача 2 і елемента кріплення 3 нерухомо приєднують до нижньої частини основи 4 пристрою, а верхній кінець посудини 1 за допомогою затискача 5 та елемента кріплення 6 прикріплюють до нижнього кінця металевого стрижня 7, на якому закріплюють металеве коромисло 8 з двома тягарцями, поряд з яким встановлюють два електромагніти 9. Верхній кінець стрижня 7 за допомогою пружної нитки 10 підвішують до одного з кінців важеля 11, встановленого на опорі 12, закріпленої зверху на верхній частині основи 4 пристрою. До іншого кінця важеля підвішують вантаж 13, який створює задану силу натягу пружної нитки 10.

До стрижня 7 прикріплюють дзеркало 14, на яке спрямовують від джерела 15 промінь світла (на кресленні промінь показано лініями зі стрілками). Навпроти дзеркала 15 прикріплюють нерухомо інше дзеркало 17. Кут встановлення дзеркала 14 на стрижні 7 вибирають таким, щоб відбитий дзеркалом 17 промінь світла потрапляв на середину шкали 16.

Після цього підключають до електричного струму електромагніти 9, які притягують до себе металеве коромисло 8 та здійснюють, завдяки цьому, поворот стрижня 7 та прикріпленого до нього затискача 5 циліндричної посудини 1 з еластичного матеріалу. Внаслідок цього створюють закручування верхньої частини циліндричної посудини 1 навколо її вертикальної осі відносно її нижньої частини та забезпечують таким чином деформацію зсуву еластичного матеріалу циліндричної посудини 1. Після здійснення стрижнем 7 повороту на заданий кут електромагніти відключають. Внаслідок дії моменту пружних сил з боку пружної нитки 10 та з боку циліндричної посудини 1 коромисло 8 та стрижень 7 повертаються у початкове положення й починають здійснювати вільні затухаючі коливання.

За відхиленням променя світла, відбитого від дзеркала 17, на шкалі 16 визначають амплітуду a_1 першого коливання та амплітуду останнього коливання a_n .

За допомогою секундоміра визначають час t здійснення зазначеної кількості коливань.

За цими даними за формулою

$$\omega' = 2\pi \cdot \frac{n}{t} \quad (1)$$

де ω' - циклічна частота коливань; n - кількість повних коливань; t - час здійснення кількості коливань відповідно для порожньої посудини та посудини, заповненої досліджуваною рідиною, визначають циклічну частоту ω' коливань. За формулою

$$\omega'' = \frac{I_n \frac{a_1}{a_n}}{t} \quad (2)$$

де ω'' - коефіцієнт затухання коливань; a_1 - амплітуда першого коливання; a_n - амплітуда останнього коливання, i - час здійснення відповідної кількості коливань, знаходять коефіцієнт затухання ω'' коливань.

Після цього за формулами

$$q' = I_0 \cdot ((\omega')^2 - (\omega'')^2) \quad (3)$$

та

$$q'' = 2 \cdot \omega' \cdot \omega'' \cdot I_0 \quad (4)$$

де ω' - циклічна частота коливань; ω'' - коефіцієнт затухання коливань; I_0 - момент інерції системи, визначають дійсну q' та уявну q'' частину жорсткості q^* циліндричної посудини 1 з еластичного матеріалу.

Момент інерції I_0 системи визначається в основному моментом інерції тягарців, закріплених на коромислі 8.

На другому етапі циліндричну посудину 1 з еластичного матеріалу від'єднують від затискачів 2 та 5, виймають з верхнього кінця посудини металеву пробку та заповнюють досліджувану консистентну рідину в порожнину циліндричної посудини 1 з еластичного матеріалу. Верхній кінець посудини знову закривають металевою пробкою і виконують ту саму послідовність дій, що і на першому етапі. При цьому замінюють у формулах (3) та (4) величини q' та q'' на Q' та Q'' відповідно, в результаті чого за формулами (3) та (4) одержують дійсну Q' і уявну Q'' частину жорсткості Q^* циліндричної посудини 1 з еластичного матеріалу, заповненої досліджуваною консистентною рідиною.

На третьому етапі знаходять дійсну s' та уявну s'' частину жорсткості s^* досліджуваної рідини за формулами:

$$s' = Q' - q' \quad (5)$$

та

$$s'' = Q'' - q'' \quad (6)$$

де q' , q'' - відповідно дійсна і уявна частина жорсткості q^* незаповненої циліндричної посудини 1, визначеної на першому етапі; Q' , Q'' - відповідно дійсна і уявна частина жорсткості Q^* циліндричної посудини 1, заповненої досліджуваною консистентною рідиною 2, визначеної на другому етапі.

Далі знаходять значення полярного моменту інерції I_p перерізу циліндричної області, зайнятої рідиною за формулою

$$I_p = \frac{\pi \cdot R^4}{2} \quad (7)$$

де R - внутрішній радіус посудини 1. Після цього за формулами

$$G' = \frac{s' \cdot I}{I_p} \quad (8)$$

та

$$G'' = \frac{s' \cdot l}{l_p} \quad (9)$$

де l_p - полярний момент інерції стовпа досліджуваної рідини; l - робоча довжина циліндричної посудини 1 (відстань між торцями металевих пробок посудини, які контактують з рідиною 1); s' s'' - відповідно дійсна і уявна частина жорсткості s^* стовпа досліджуваної рідини, знаходять значення G' і G'' відповідно дійсної та уявної частини зсувного модуля G^* стовпа досліджуваної рідини, а на їх основі одержують значення складових G' та G''

комплексного модуля зсуву G^* .

У таблиці наведені одержані експериментально при вимірюванні зсувного модуля розчину желатину значення амплітуди a , першого коливання та амплітуди a_n останнього коливання; часу t здійснення системою відповідної кількості повних коливань; циклічної частоти ω' коливань; коефіцієнта затухання ω'' коливань та значення дійсної q' та уявної q'' частини жорсткості q^* окремо для незаповненої та заповненої розчином желатину циліндричної посудини.

Таблиця

| | n | a_1 , М | a_n , М | t, с | ω' , с ⁻¹ | ω'' , с ⁻¹ | q' , Н·м | q'' , Н·м | Q' , Н·м | Q'' , Н·м |
|------------------------|---|-----------|-----------|-------|-----------------------------|------------------------------|------------|-------------|------------|-------------|
| Незаповнена посудина | 6 | 0,115 | 0,005 | 14,70 | 2,563 | 0,213 | 0,229 | 0,038 | - | - |
| Заповнена досл. рідин. | 4 | 0,07 | 0,005 | 6,84 | 3,672 | 0,284 | - | - | 0,471 | 0,073 |

При цьому як для незаповненої, так і для заповненої посудини значення моменту інерції I_0 системи складало $I_0 = 3,51 \cdot 10^{-12} \text{ кг/м}^2$, робоча довжина циліндричної посудини $l = 25 \text{ мм}$, значення полярного моменту інерції

$$I_p = 40,237 \cdot 10^{-12} \text{ кг/м}^2.$$

Дійсна частина s' жорсткості s^* стовпа розчину желатину складала $s' = 0,242 \text{ Н·м}$, уявна частина складала $s'' = 0,035 \text{ Н·м}$. Відповідно дійсна частина G' зсувного модуля G^* розчину желатину складала $G' = 1,501 \cdot 10^8 \text{ Н/м}^2$, уявна частина складала $G'' = 0,022 \cdot 10^8 \text{ Н/м}^2$.

Отримане значення модуля зсуву для розчину желатину на декілька порядків перевищує значення, які наводяться в літературі [Paul D., Journ. Appl. Polym. Sci., 11, 439 (1967)], де вимірювання провадились традиційними методами, які перераховувались раніше. При використанні цих методів відбувається відрив консистентної рідини від стінок чутливого елемента, тому фактично вимірюється не модуль зсуву рідини, а модуль зсуву по-

верхнього шару, який утворився після відриву. В нашому випадку відриву не відбувається, то ж вимірюється модуль зсуву досліджуваної рідини. Запропонований спосіб у порівнянні з прототипом дозволяє підвищити точність визначення модуля зсуву консистентних рідин. На відміну від способу прототипу, запропонований спосіб ґрунтується на вивченні коливань циліндричної посудини з еластичного матеріалу, заповненої досліджуваною рідиною, при закручуванні одного з її кінців. Оскільки при цьому другий її кінець нерухомо закріплюють, то при коливаннях маятника досліджувана рідина в циліндричній посудині з еластичного матеріалу піддається деформації скручування. При цьому дотичні напруження по поверхні контакту досліджуваної рідини із стінкою циліндричної посудини відсутні. Відповідно зникає небезпека відриву рідини від стінки циліндричної посудини, що підвищує точність вимірювання зсувного модуля.

