

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МУРМАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания
к лабораторным работам

По дисциплине: Б1.В.03.04 Реология дисперсных систем
указывается цикл (раздел) ОП, к которому относится дисциплина, название дисциплины

для направления подготовки (специальности) 04.04.01 Химия
код и наименование направления подготовки (специальности)

Физическая и коллоидная химия
наименование профиля /специализаций/образовательной программы

Квалификация выпускника, уровень подготовки магистр
(указывается квалификация (степень) выпускника в соответствии с ФГОС ВО)

Форма обучения: очная

Кафедра - разработчик: Химия
название кафедры - разработчика рабочей программы

Составитель - Деркач Светлана Ростиславовна, доктор химических наук,
профессор

Методические указания рассмотрены и одобрены на заседании кафедры
химии, протокол № 12 от 24.06.2019 г.

ВВЕДЕНИЕ

Реология – это наука об особенностях механических свойств реальных материалов. Эти свойства выражаются в соотношениях между приложенными к материалам напряжениями и вызываемыми ими деформациями или скоростями деформаций данных материалов. Основным предметом реологии являются реальные материалы, занимающие промежуточное положение между твердыми телами и вязкими жидкостями. Последнее время для обозначения таких материалов стал популярным термин «мягкие» среды (soft matters). К их числу относятся, например, такие материалы как коллоидные системы различного типа, гели, эмульсии и суспензии (лаки, краски, глины, пищевые продукты, пасты и др.), полимерные растворы, смеси и расплавы полимеров.

Особенности механических свойств таких систем потребовали разработки совокупности экспериментальных методов, которые применяются для измерения соотношений между напряжениями, деформациями и скоростями деформаций. Существуют большое разнообразие таких методов и приборов, с помощью которых они реализуются. Эти методы могут классифицироваться на две большие группы – методы для научных исследований, в которых реализуются строго определенные и, по возможности, простые условия деформирования и технологические методы, в которых реализуются условия деформирования, моделирующие реальные условия течения в производственных процессах.

Реология по своему научному значению тесно связана с одной стороны, с такими фундаментальными науками, как физика, химия и физическая химия, поскольку особенности свойств определяются составом и структурой материала. С другой стороны, реология представляет собой основу для практического решения задач в области технологии получения и переработки разнообразной продукции, например, пищевой, фармацевтической, строительной и полимерной промышленности.

В основе реологии лежат труды таких классиков науки как Максвелл, Кельвин, Больцман, Эйнштейн, а также выдающихся российских ученых, таких как Ребиндер П.А., Воларович М.П., Виноградов Г.В., Трапезников А.А.

1. КРАТКИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

1.1. КЛАССИФИКАЦИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ

В настоящее время существуют разнообразные методы определения реологических свойств жидкостей. Измерить реологические свойства означает определить численные значения констант, входящих в те или иные уравнения, описывающие взаимосвязь между скоростью деформации и напряжениями, которые вызывают эту деформацию.

Поскольку свойства жидкостей могут быть очень разнообразными, существует необходимость использовать различные экспериментальные методы, которые в наибольшей степени отвечают проявлениям свойств данной жидкости.

Вместе с тем, существует одна общая фундаментальная характеристика свойств жидкостей – это **эффективная вязкость**. Под вязкостью η понимают отношение напряжения сдвига τ к скорости деформации сдвига $\dot{\gamma}$, т.е.

$$\eta = \tau / \dot{\gamma}. \quad (1)$$

Если это отношение постоянно, т.е. напряжения сдвига пропорциональны скорости сдвига, то вязкость оказывается постоянной. Жидкость, у которой вязкость не зависит от изменения скорости или напряжения сдвига называют *ньютоновской жидкостью*, а вязкость, соответственно, **ньютоновской вязкостью**. Однако существуют многочисленные и разнообразные жидкости (например, растворы и расплавы полимеров, различные коллоидные системы), вязкость которых зависит от того, при какой скорости или напряжении сдвига она измеряется. Тогда отношение напряжения к скорости сдвига называют *эффективной*, или **неньютоновской вязкостью**, а жидкость с такими свойствами – *неньютоновской жидкостью*.

Совокупность экспериментальных методов реологии определяется термином **реометрия**, в то время как более узкий термин *вискозиметрия* применяется только тогда, когда предметом измерения является вязкость.

Измерения реологических свойств могут основываться на двух различных подходах, использующих либо *абсолютный* или *относительный* методы измерений. Оба варианта измерений широко используют как в лабораторных исследованиях, так и в современной технологической практике.

Абсолютные методы измерения вязкости основываются на прямом применении уравнения (1), согласно которому определяется вязкость. Это означает, что следует независимо измерить скорость сдвига и напряжение сдвига, и тогда их отношение даст значение вязкости. Проблема, однако, состоит в том, что напряжение и скорость сдвига относятся к некоторой точке образца, находящегося в приборе, а измеряются макроскопические величины – силы (или момент сил) и скорость движения. Поэтому основной задачей абсолютного метода измерения вязкости является установление правил вычисления напряжения по измеренной величине силы (момента сил) и скорости сдвига по измеренной величине скорости движения (течения).

Относительные методы измерения вязкости основываются на сравнении свойств исследуемой жидкости со свойствами эталонной жидкости с известной вязкостью. Иногда бывает достаточно найти отношение характеристик одной жидкости в сопоставлении с другой, используемой как стандарт, даже если абсолютные значения вязкости неизвестны. Например, такой сравнительной

характеристикой может быть время истечения жидкости из сосуда через насадку (как в песочных часах). В таком эксперименте принципиально важно создавать одни и те же условия течения и измерений, т.е. стандартизовать метод измерений.

При измерении абсолютных характеристик жидкости используют единицы системы СИ, в то время как при измерении относительных характеристик достаточно применять условные единицы, например, время истечения.

Классификация экспериментальных методов реологии (как реометрии, так и вискозиметрии) исходит из определения *геометрии течения*. При этом можно выделить три основных типа геометрии течения:

- течение между твердыми границами (между твердыми поверхностями или через отверстие);
- обтекание жидкостью твердого тела;
- течение не ограниченное твердыми поверхностями – такой «свободный поток» используется сравнительно редко, но он важен, например, при исследовании растяжения.

Метод измерения вязкости *при течении жидкости между твердыми стенками* может осуществляться в следующих условиях:

- течение через капилляр, причем, как правило, измерения проводят с капиллярами, имеющими круглое сечение;
- ротационное течение в зазоре между вращающимся и неподвижным цилиндром, или в зазоре между вращающимся конусом и неподвижной плоскостью, или между двумя параллельными плоскостями, одна из которых вращается, а вторая неподвижна, или иными комбинациями вращающегося и неподвижного тела;
- сдвиг жидкости между двумя плоскопараллельными плоскостями, одна из которых движется параллельно другой;
- сжатие жидкого слоя между двумя параллельными плоскостями, движущимися навстречу друг другу.

Метод измерения вязкости *при обтекании жидкостью твердого тела* осуществляется в следующих вариантах экспериментальных схем:

- обтекание сферического тела или тела иной геометрической формы с измерением сопротивления, оказываемого этим телом течению;
- внедрение – пенетрация твердого тела (*индентора*) в объем, заполненный исследуемой средой, причем форма индентора может быть различной – конической, сферической и иной.

Измерения вязкости представляют интерес в двух отношениях. Во-первых, вязкость служит характеристикой качества продукта. Во-вторых, вязкость влияет на параметры технологического процесса. Поэтому измерения вязкости могут осуществляться не только на лабораторных образцах, но и непосредственно в ходе технологических операций. При этом принципиальные схемы измерений остаются одинаковыми, но конструкции измерительных приборов в значительной степени зависят от их назначения.

Многие реальные жидкости при течении, наряду с вязкостью, проявляют упругость. Такие жидкости называют *вязкоупругими*, и измерение упругих характеристик, также относится к задачам *реометрии*. Измерения вязкоупругих свойств материала – очень важный элемент реологических исследований.

Измерения вязкоупругих свойств осуществляется в следующих режимах деформирования:

- создается постоянное напряжение и ведутся наблюдения за изменением деформаций во времени, т.е. измеряется *ползучесть* материала при различных напряжениях;
- создается деформация, которая поддерживается постоянной, и измеряются значения изменяющегося во времени напряжения, т.е. измеряется *релаксация* при различных деформациях.

Особое место среди методов измерений вязкоупругих свойств занимают методы измерения периодических деформации (или напряжений) при заданных с постоянной частотой колебаниях напряжения (или деформации) как отклика материала на заданное воздействие. Такие методы называют *динамическими* или *вибрационными*. Они используются для измерения свойств жидкости и других материалов не менее широко, чем измерения вязкости.

Определение вязкоупругих свойств жидкости, так же как и вязкости, может осуществляться в различных геометрических схемах нагружения (деформирования). Поэтому классификация геометрических схем при измерении вязкоупругих свойств такая же, как при измерении вязкости. Более того, во многих современных приборах измерения и вязкости, и вязкоупругих свойств проводят в одной и той же измерительной ячейке, а определение напряжения и деформации (или скорости деформации) осуществляется при варьировании условий деформирования образца, задаваемых конструкцией прибора.

1.2. КАПИЛЛЯРНАЯ ВИСКОЗИМЕТРИЯ

Капиллярная вискозиметрия является широко распространенным методом измерения вязкости. Это связано с наглядностью метода, простотой аппаратного оформления, относительной дешевизной измерительной техники, легкостью стандартизации используемых методик. Суть этого метода

состоит в оценке сопротивления (зависящего от вязкости) калиброванного канала протеканию через него исследуемой жидкости.

Центральной задачей капиллярной вискозиметрии является установление зависимости объемного расхода жидкости, протекающей через капилляр, Q , от давления, на входе в капилляр P , которое создает течение исследуемой жидкости через капилляр. При реализации метода капиллярной вискозиметрии обычно используют цилиндрические каналы (капилляры) с большим отношением их длины, L , к радиусу, R , (или диаметру, D).

Наиболее просто с помощью капиллярной вискозиметрии измеряется вязкость ньютоновских жидкостей.

Количественный анализ течения в канале основан на рассмотрении равновесия осесимметричного цилиндрического элемента, показанного на рис. 1а. Расчеты показывают, что в этом случае профиль касательных напряжений, уравнивающих перепад давления на длине l , выражается следующим образом:

$$\tau(r) = \frac{1}{2} \frac{dp}{dl} r \quad (2)$$

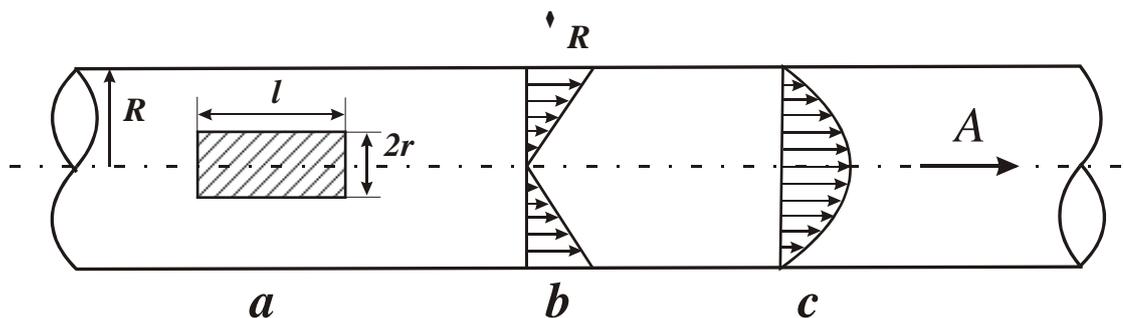


Рис 1. Принципиальная схема течения через капилляр, объясняющая метод расчета вязкости. Направление течения показано стрелкой A .
 a : элемент объема жидкости в потоке; b : радиальный профиль напряжений сдвига, c : радиальный профиль скоростей

Как следует из этой формулы, профиль напряжений по радиусу канала – линейный (рис. 1b), а максимальное касательное напряжение, действующее на стене канала τ_R выражается следующим образом:

$$\tau_R = \frac{PR}{2L} \quad (3)$$

Линейность профиля напряжений выполняется для жидкости с любыми реологическими свойствами.

При течении ньютоновской жидкости распределение скоростей по радиусу канала – параболическое (рис. 1c) и выражается формулой:

$$u(r) = \frac{1}{\eta} \left(\frac{PR}{4L} \right) \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right] \quad (4)$$

Исходя из этой формулы и интегрируя скорость по радиусу, получаем следующее выражение для объемного расхода Q при течении ньютоновской жидкости:

$$Q = \int_0^R 2\pi r u(r) dr = \frac{\pi PR^4}{8\eta L} \quad (5)$$

Метод определения вязкости ньютоновской жидкости основан непосредственно на формуле (5). Если в эксперименте измерены давление и соответствующий ему объемный расход, то ньютоновская вязкость вычисляется как

$$\eta = \frac{\pi PR^4}{8QL} \quad (6)$$

Формулу (6), называют *законом Гагена – Пуазейля*.

Расчет зависимости эффективной вязкости от скорости сдвига для неньютоновской жидкости оказывается несколько более сложным, потому что профиль скоростей в общем случае не описывается параболическим законом (4). Задачей капиллярной вискозиметрии неньютоновской жидкости является нахождение зависимости скорости сдвига от напряжения сдвига $\dot{\gamma} = f(\tau)$, которая называется *кривой течения*.

Эта задача решается с помощью *уравнением Рабиновича – Вайссенберга*, которое записывается следующим образом:

$$\dot{\gamma}_R = \dot{\gamma}_0 \left[3 + \frac{d \lg \dot{\gamma}_0}{d \lg \tau_R} \right] \quad (7)$$

где $\dot{\gamma}_R$ - скорость сдвига на стенке канала, а

$$\dot{\gamma}_0 = Q / \pi R^3$$

«средняя» скорость сдвига, которая вычисляется по объемному расходу. Тогда построением по экспериментальным данным зависимости $\lg \dot{\gamma}_0$ от $\lg \tau_R$, находятся значения $\dot{\gamma}_R$ для разных напряжений τ_R . Следует подчеркнуть, что оба значения в паре скорость сдвига – напряжение сдвига находятся для одной и той же точки – стенки капилляра.

Зависимость $\dot{\gamma}_R(\tau_R)$ и есть кривая течения, а эффективная вязкость при различных напряжениях сдвига вычисляется как $\eta(\tau_R) = \tau_R / \dot{\gamma}_R$.

Свидетельством корректности полученного результата является независимость (инвариантность) измеренной кривой течения (или зависимости эффективной вязкости от напряжения сдвига) по отношению к размерам капилляра. Это означает, что такая зависимость является объективной характеристикой реологических (вязкостных) свойств исследуемой жидкости.

В практике измерений вязкости методом капиллярной вискозиметрии обычно приходится учитывать различные поправки, вводимые с целью компенсации отклонения реальных условий эксперимента от идеализированной схемы течения через капилляр, описанной выше для получения расчетных формул.

Из общей теории капиллярной вискозиметрии следует, что для определения вязкости нужно измерить два параметра – давление и объемный расход. Как правило, удобно один из этих параметров *здать*, а другой *измерить*.

Давление в капиллярных вискозиметрах создается одним из следующих способов:

- грузом определенного веса;
- давлением сжатого газа;
- предварительно сжатой пружиной;
- механическим приводом, в котором усилие с помощью обратной связи поддерживается или регулируется по требуемой программе;
- собственным весом исследуемой жидкости.

Задание и регулирование *скорости* движения поршня (или *объемного расхода*) осуществляется с помощью тем или иным способом управляемого механического или гидравлического привода.

Наиболее распространенными капиллярными вискозиметрами, широко используемыми в промышленной практике и лабораторных исследованиях, являются стеклянные вискозиметры, используемые для измерения относительной вязкости растворов.

ИЗМЕРЕНИЯ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ВЯЗКОСТИ

Измерения относительной вязкости растворов или жидких дисперсных систем обычно выполняют с помощью стеклянных вискозиметров, поскольку давления, необходимые для этих измерений, невелики. Достаточное давление в таких приборах действительно создается весом столба исследуемой жидкости. Приборы такого типа очень широко распространены в лабораторной и промышленной практике для оценки вязкости разбавленных растворов полимеров, которая, в свою очередь, используется как мера молекулярной массы полимера. На практике наиболее часто используют конструкцию прибора, называемую *вискозиметром Уббелодде* (рис. 3).

Принцип действия приборов этого типа состоит в том, что исследуемая жидкость – раствор полимера или иная дисперсия – засасывается в среднее колено B выше уровня метки m . Затем жидкости предоставляется возможность течь, и измеряется время t^* , за которое происходит истечение объема A , т.е. уровень жидкости опускается от метки m до метки n . Это время (выраженное в секундах) служит мерой вязкости. Измерения выполняются с высокой точностью и хорошей воспроизводимостью результатов. Это время сравнивают со временем истечения чистого растворителя t_0 . Основной получаемой характеристикой вязкости раствора служит величина отношения t^*/t_0 , которое равно отношению соответствующих вязкостей. Таким образом, этот прибор служит для измерения значений относительной вязкости.



Рис. 3. Капиллярный вискозиметр Уббелодде

A – шарик с рисками m и n ; B – капилляр; C – расширение; D – переходная трубка; E – сборник; a , b и c – трубки (расширение C соединено с атмосферой посредством трубки c).

Значения относительных вязкостей определяют для различных концентраций дисперсной фазы (например, концентрации растворенного полимера, c), и полученные результаты в виде зависимости $\frac{t^* - t_0}{t_0 c}$ от c экстраполируют к нулевой концентрации, что позволяет получить важную характеристику дисперсных систем – *характеристическую вязкость*.

Если провести калибровку прибора по жидкости, абсолютное значение вязкости которой известно, то по отношению времен истечения можно найти абсолютное значение *кинематической вязкости* исследуемой жидкости.

1.3. РОТАЦИОННАЯ РЕОМЕТРИЯ

Под этим названием объединяют обширную группу приборов, общим для которых является то, что течение исследуемой жидкости происходит между двумя твердыми поверхностями, одна из которых вращается, а другая остается неподвижной.

Использование ротационных приборов позволяет осуществлять измерения разнообразных параметров, характеризующих механические (реологические) свойства различных вязких жидкостей и вязкопластичных сред. Именно поэтому, говоря о ротационных приборах, правильнее использовать более общий термин «*реометрия*», нежели «*вискозиметрия*», хотя, конечно, измерение вязкости (т.е. соотношение между скоростью сдвига и касательными напряжениями) остается важнейшей задачей ротационной реометрии.

Ротационные приборы (по сравнению с капиллярными) обладают следующими преимуществами для исследований реологических свойств жидкостей. Во-первых, они дают возможность создания почти однородного по объему образца режима деформирования со строго контролируемыми кинематическими и динамическими характеристиками. Во-вторых, обеспечивается возможность поддержания заданного режима в течение неограниченно долгого времени. Эти особенности ротационной реометрии позволяют проводить разнообразные эксперименты, связанные с измерениями вязкоупругих свойств материала, т.е. исследовать его реологические свойства в переходных режимах деформирования при задании постоянного напряжения или постоянной скорости деформации. Параллельно с этим оказывается возможным исследование тиксотропных свойств материала, т.е. изменений его поведения во времени, вызванных структурными превращениями.

Сущность ротационной вискозиметрии состоит в установлении связи между крутящим моментом T и угловой частотой вращения Ω одной из измерительных поверхностей, что является аналогом пары сила – скорость в капиллярной вискозиметрии.

Наиболее широко используют две основные геометрические схемы ротационных приборов – приборы с коаксиальными цилиндрами (рис. 4) и приборы с рабочей парой, выполненной в виде конуса и плоскости (рис. 5). В *вискозиметре с коаксиальными цилиндрами* жидкость помещается в узкий зазор между цилиндрами с наружным и внутренним радиусами, соответственно, R_o и R_i .

Из условия равновесия следует, что крутящий момент не зависит от радиуса, и тогда выполняются следующие выражения, связывающие касательные напряжения на поверхностях наружного и внутреннего цилиндров, соответственно τ_o и τ_i :

$$T = 2\pi R_o^2 h \tau_o = 2\pi R_i^2 h \tau_i = const \quad (8)$$

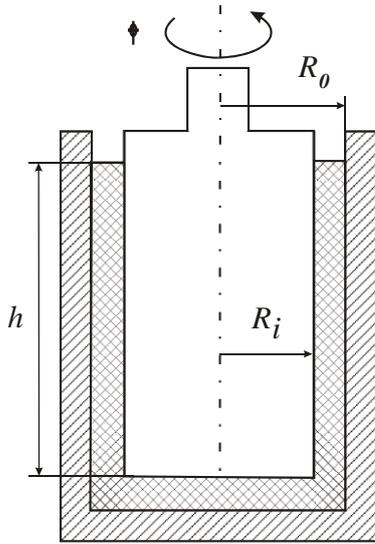


Рис. 4. Реометр с рабочей ячейкой, выполненной в виде двух коаксиальных цилиндров

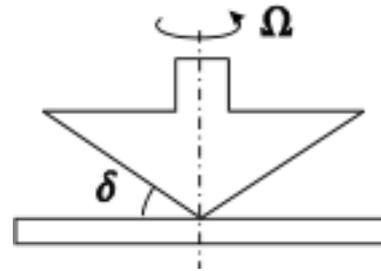


Рис. 5. Реометр с рабочей ячейкой, выполненной в виде пары конус-плоскость

Тогда, как видно, соотношение между напряжениями, действующими на поверхностях цилиндров, выражается как

$$\frac{\tau_i}{\tau_o} = \left(\frac{R_o}{R_i} \right)^2 \quad (9)$$

Таким образом, степени неоднородности напряжений, действующих в исследуемой жидкости, определяется отношением радиусов цилиндров. Если отношение R_o/R_i близко к единице (как это имеет место почти всегда в ротационных вискозиметрах такого типа), то возникает практически однородное поле напряжений в зазоре между коаксиальными цилиндрами. Именно возможность проведения эксперимента в практически однородном поле напряжений является основным преимуществом ротационных вискозиметров.

Вязкое сопротивление определяется скоростью сдвига, равной

$$\gamma = r \frac{\partial \omega}{\partial r} \quad (10)$$

где ω - угловая скорость вращения жидкости на расстоянии r от оси коаксиальных цилиндров.

Величина вязкости ньютоновской жидкости рассчитывается через отношение крутящего момента T и частоты вращения Ω (аналог отношения

силы и скорости в капиллярной вискозиметрии) и выражается *формулой Маргулеса*:

$$\eta = \frac{T}{\Omega} \frac{R_o^2 - R_i^2}{4\pi R_o^2 R_i^2 h} \quad (11)$$

где h – высота столба жидкости, заполняющей зазор между цилиндрами.

При определении эффективной вязкости неньютоновской жидкости задача решается просто, если зазор между цилиндрами мал. Тогда в качестве «среднего» напряжения можно взять величину

$$\bar{\tau} = \frac{\tau_o + \tau_i}{2} \quad (12)$$

а средняя скорость сдвига равна

$$\dot{\gamma} = \Omega \frac{R_i + R_o}{2(R_o - R_i)} \quad (13)$$

Использование *приборов с конической поверхностью* типа «конус-плоскость» (рис. 5) также позволяет осуществлять деформирование в условиях близких к однородным, если угол δ между конусом и плоскостью мал.

В этом случае взаимосвязь между крутящим моментом и касательным напряжением, действующим в объеме образца (помещенного между конической и плоской поверхностями) выражается следующим образом:

$$\tau = \frac{3T}{2\pi R^3} \quad (14)$$

Скорость сдвига вычисляется по простой формуле:

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\delta} \quad (15)$$

Вязкость (как ньютоновской, так и неньютоновской жидкостей), согласно этим формулам, вычисляется как

$$\eta = \frac{T}{\Omega} \frac{3\delta}{2\pi R^3} \quad (16)$$

Здесь, как и в случае приборов с коаксиальными цилиндрами, вязкость пропорциональна отношению крутящего момента к частоте вращения.

Если вместо конуса в обсуждаемой геометрической схеме используется плоскость, то получается ротационный реометр с плоскопараллельными поверхностями, называемый также «*дисковым*» *реометром*. Однако, в этой схеме, в отличие от прибора типа «конус-плоскость», скорость сдвига не постоянна по объему образца, а изменяется по радиусу согласно закону:

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{\Omega r}{h} \quad (17)$$

где h – высота зазора между плоскостями.

Такая схема измерений вполне пригодна для определения вязкости ньютоновских жидкостей, но неудобна для неньютоновских жидкостей, поскольку эффективная вязкость, будучи зависимой от скорости сдвига, оказывается непостоянной по радиусу прибора.

Описанные выше формулы для расчета эффективной вязкости основаны на идеализированной схеме течения в ротационных приборах. В действительности, корректный расчет вязкости требует введения поправок, учитывающих отклонения реальных условий измерений от идеальной схемы однородного течения (например, необходимо учесть роль краевых эффектов).

РОТАЦИОННЫЕ РЕОМЕТРЫ

Возможности и преимущества ротационной вискозиметрии (и реометрии) на протяжении многих десятилетий привлекала внимание исследователей. За это время были предложены, описаны, запатентованы и нашли реальное применение в исследовательской практике сотни конструкций и технических усовершенствований приборов этого типа. В последнее время, однако, преобладает тенденция применения серийных вискозиметров, снабженных богатым набором вычислительных программ для обработки результатов измерений.

В настоящее время приборы ротационного типа – это весьма сложные по конструктивному оформлению и высококачественные по изготовлению изделия. Для них характерно выполнение таких требований как

- высокая гладкость рабочих поверхностей;
- строгая соосность вращающейся и стационарной поверхностей;
- низкое «паразитное» трение в опорах вращающейся детали из рабочей пары;
- поддержание заданного (постоянного или регулируемого по требуемой программе) режима деформаций – без колебаний и рывков – или крутящего момента;
- высокая скорость переходных процессов при задании требуемого режима деформирования или нагружения;
- соблюдение заданного температурного режима испытаний.

Высококачественные приборы, удовлетворяющие таким требованиям, выпускаются всего несколькими ведущими фирмами.

Принципиальные особенности конструкции ротационных приборов показаны на рис. 6.

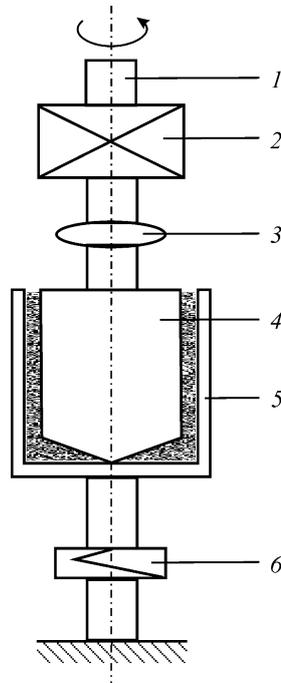


Рис. 6. Схема ротационного вискозиметра. 1 – привод; 2 – коробка скоростей; 3 – датчик углового поворота; 4 – внутренний (вращающийся) цилиндр; 5 – наружный (неподвижный) цилиндр; 6 – датчик крутящего момента

Основным элементом реометра является рабочий узел. На рис. 6 это цилиндр с коническим дном, вращающийся в коаксиальном с ним неподвижном цилиндре. Вместо этой пары может использоваться любая другая комбинация, например, конус и плоскость. В современных приборах эти варианты конструкции часто делаются взаимозаменяемыми.

На приведенной схеме (рис. 6) внутренний цилиндр приводится во вращение от привода с регулируемой скоростью. Частота вращения во время эксперимента может поддерживаться постоянной, либо регулироваться по заданной программе, например, могут создаваться гармонические колебания. Во многих современных приборах используются сложные схемы электромагнитного регулирования скорости вращения, заменяющие коробку скоростей.

Частота вращения измеряется датчиком, причем возможны самые разнообразные принципы измерений.

На рисунке датчик крутящего момента установлен на вал, связывающий наружный цилиндр со станиной прибора. Датчик может также устанавливаться на вращающемся валу, измеряя испытываемый им крутящий момент. В качестве рабочей (воспринимающей крутящий момент) детали этого датчика используют упругий элемент, основным требованием к которому является линейность рабочей характеристики – зависимости смещения (или углового поворота) от крутящего момента. Далее, измеряется либо непосредственно величина смещения, либо внешнее усилие, необходимое для возвращения

датчика в исходное – «нулевое» положение. Важной характеристикой датчика является его *жесткость* – коэффициент пропорциональности между смещением и крутящим моментом. Датчик является жестким, если это смещение мало и может не приниматься во внимание при обработке экспериментальных данных, т.е. поворот «неподвижного» цилиндра пренебрежимо мал и не сказывается на величине заданной скорости деформации.

Наконец, важным элементом конструкции вискозиметра (не показанным на рис. 6) является термостат, необходимый для поддержания заданной температуры исследуемой жидкости (системы). Обычно термостатируется весь рабочий узел, а температура образца контролируется датчиком, непосредственно контактирующим с исследуемым материалом.

Важный класс ротационных вискозиметров составляют приборы, в которых наружный цилиндр отсутствует, а внутренний цилиндр укреплен на конце длинной консоли, погруженной в исследуемую жидкость. Такие вискозиметры называют *вискозиметрами с выносным ротором*. Ротор может быть выполнен не только в виде цилиндра, но также диска или иного тела произвольной геометрической формы. Вращение ротора задается электродвигателем через редуктор с регулируемой частотой вращения. Измерительный элемент (торсион), выполненный в виде скручиваемой пружины, установлен на приводном валу. Такие приборы достаточно просты в изготовлении и эксплуатации. Они широко используются для решения прикладных задач, прежде всего, для оценки качества различной продукции.

Наиболее распространенным прибором такого типа является вискозиметр «*Brookfield*» (США). Вискозиметры типа «*Brookfield*» используют в основном в технологических лабораториях для качественного контроля производственных материалов с целью установления их соответствия требованиям технических условий, а также на различных стадиях технологического процесса изготовления материалов.

1.4. ПЕНЕТРОМЕТРЫ

Пенетрометрами называют приборы, в которых твердое тело (*индентор*) вдавливаются в исследуемый материал, и сопротивление вдавливанию служит характеристикой реологических свойств материала. Обычно эту схему измерений применяют для высоковязких сред.

Приборы такого типа широко распространены в технологической практике и выпускаются рядом фирм в различных модификациях. Геометрическая форма индентора может быть вполне произвольной, так что такие приборы полностью привязаны к стандартизованным методам испытаний различных материалов. Так, для определения «мягкости» некоторых пищевых

продуктов, а также каучука, пластика и резиновых смесей применяют так называемый *пенетрометр Гумбольта*. Испытания с использованием этого прибора состоят в том, что в образец стандартных размеров под нагрузкой 150 г вдавливается игла диаметром 1 мм с закругленной вершиной. Погружение продолжается 10 мин, после чего измеряется глубина погружения; последняя служит мерой реологических свойств материала.

В некоторых технических приложениях используют индентор, имеющий форму конуса. Это особенно удобно для испытаний высоковязких наполненных композиций. Измерение скорости погружения дает в этом случае характеристику вязкостных свойств материала, а предельная глубина погружения, достигаемая при приложении определенной нагрузки, характеризует некую «прочность» структуры материала. В простейшем случае предел прочности F_Y , определяемый в таком эксперименте, оценивается как

$$F_Y = \frac{F}{Kh^3} \quad (18)$$

где коэффициент K называется форм-фактором и выражается как $K = \pi \cos^2 \alpha \operatorname{ctg} \alpha$, а α – половина угла при вершине конуса.

1.5. ПЛАСТОМЕТРЫ

Под названием *пластометры* понимают группу приборов, предназначенных для измерения «пластичности», т.е. способности к необратимым деформациям. По существу, это то же самое, что измерение вязкости, но относится, скорее, к высоковязким материалам.

Наиболее популярными приборами такого типа являются *сжимающие пластометры*. В этих приборах образец помещают между двумя плоскопараллельными пластинами, одна из которых неподвижна, а вторая сжимает исследуемый образец.

При этом возможны две основных схемы измерений, показанные на рис. 7. В первом случае (*а*) исследуемый образец заполняет изначально все пространство между пластинами. Поэтому при его сдавливании избыток выдавливается из рабочего объема. Во втором случае (*б*) объем образца остается неизменным в процессе испытаний, а при сдавливании он расплзается между пластинами, оставаясь полностью между ними.

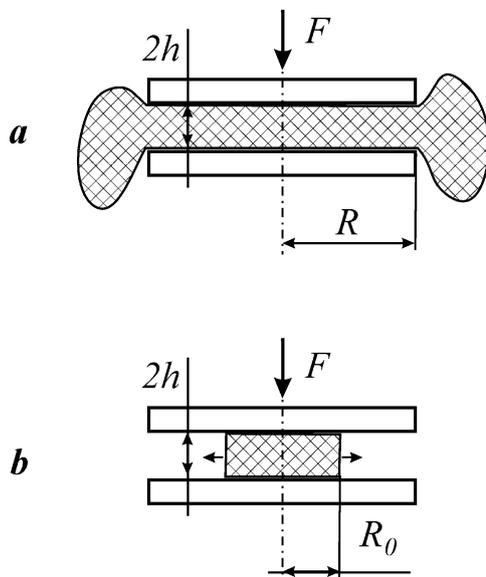


Рис. 7. Принципиальная схема пластометров двух типов: *a* – избыток материала выдавливается из рабочего объема прибора; *b* – сжатие образца происходит при сохранении постоянного объема материала.

Сжатие может осуществляться в различных режимах. Так, испытания могут проводиться при постоянной нагрузке $F = \text{const}$ или некотором сложном регламенте изменения усилия во времени. В этих случаях измеряется либо скорость движения верхней пластины, либо (в случае *b*) изменение радиуса объема, занимаемого испытываемым материалом.

Расчет вязкости по результатам испытаний, проводимых на сжимающем пластометре, достаточно прост, если исследуемая жидкость обладает ньютоновскими свойствами. Основная расчетная формула, связывающее усилие сжатия и скорость вертикального перемещения пластины, имеет вид:

$$F = \frac{3\pi\eta VR^4}{8h^3} \quad (19)$$

где η – измеряемая вязкость, а обозначения геометрических размеров показаны на рис. 7. Под $2h$ имеется в виду переменное расстояние между пластинами, а скорость сближения пластин V выражается как dh/dt .

Если объем исходного образца $v = 2\pi R_0^2 h_0$ (где R_0 исходный радиус образца, а $2h_0$ начальное расстояние между дисками), и выполняется условие постоянства объема $R_0^2 h_0 = R^2 h$, то можно получить следующую формулу:

$$\frac{1}{h^4} - \frac{1}{h_0^4} = \frac{32 t F(t)}{3\pi\eta R_0^4 h_0^2} \quad (20)$$

Тогда, вязкость находится по углу наклона прямой, построенной в координатах $h^{-4}(t)$ как функция $F(t)$.

Обычно удобнее измерять зависимость $R(t)$, чем $h(t)$. Тогда из последней формулы вытекает следующее соотношение:

$$R^8 = R_0^8 + \frac{32t F(t)v}{3\pi^2 \eta} \quad (21)$$

где $v = 2\pi R_0^2 h_0$ постоянный объем испытуемого образца.

Если избыток исследуемой жидкости выдавливается из рабочего зазора между плоскостями, как показано на рис. 7б, то для условия $R = R_0 = const$ получается следующая формула

$$\frac{1}{h^2} - \frac{1}{h_0^2} = \frac{16t F(t)}{3\pi\eta R^4} \quad (22)$$

Тогда вязкость находится построением зависимости h^{-2} от $tF(t)$, а если эксперимент проводится в условиях $F=const$, то вязкость находится построением зависимости h^{-2} от t .

Записанные выше соотношения и расчетные формулы позволяют достаточно просто и надежно определять значения ньютоновской вязкости.

Наиболее ответственным элементом конструкции сжимающих пластометров является метод измерения скорости движения верхней пластины, поскольку ее перемещения невелики. В простейшем случае это осуществляется с помощью индикатора перемещений часового типа и секундомера. В более совершенных приборах используются датчики перемещений индукционного или емкостного типа, а для прецизионных измерений используют интерферометрический метод. Применение таких методов измерений позволяет, например, определять вязкость стеклующихся материалов в диапазоне значений 10^6-10^{12} Па·с. Для надежной работы сжимающих пластометров необходимо также обеспечить строго параллельную установку пластин.

Вследствие простоты устройства и сравнительно низкой стоимости, сжимающие пластометры широко применяются в промышленности. Здесь, прежде всего, следует отметить *пластометр Вильямса*, предложенный еще в 1924 г., и до сих пор широко используемый в различных модификациях.

Сжимающие пластометры также получили широкое распространение для контроля степени подвулканизации резиновых смесей, для чего используют *пластометр Гудрича*.

Различные варианты пластометров промышленного назначения (прежде всего, для резиновой промышленности) выпускаются рядом приборостроительных компаний в различных странах.

1.6. ВИСКОЗИМЕТРЫ С ПАДАЮЩИМ ШАРИКОМ

Сопротивление жидкости движущемуся в ней твердому телу определяется вязкостью среды. На этом принципе основан один из наиболее старых, но полностью сохранивших свое значение метод измерения вязкости жидкостей с помощью измерения скорости падения в ней твердого шарика. Эта схема измерений относится к классу приборов, использующих метод обтекания твердых тел.

Теоретическую основу метода составляет решение задачи о падении шарика в вязкой жидкости, полученное Стоксом (поэтому рассматриваемый метод называют *методом Стокса*). Принципиальная схема метода представлена на рис. 8.

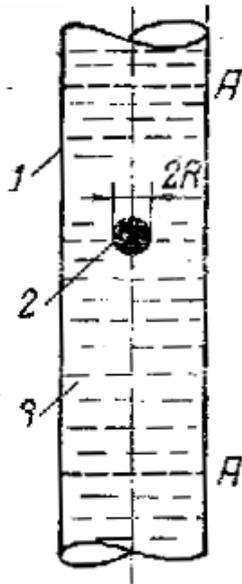


Рис. 8. Принципиальная схема измерения вязкости по методу падающего шарика: 1- трубка; 2 – шарик; 3 – исследуемая жидкость; А – метки

Уравнение для расчета ньютоновской вязкости получено при следующих предположениях: скорость движения шарика постоянна и мала, так что течение строго ламинарное, влиянием стенок можно пренебречь (т.е. диаметр шарика много меньше диаметра трубки), шарик движется строго вертикально. Тогда из условия баланса сил получается следующее выражение для ньютоновской вязкости:

$$\eta = \frac{2 (\rho_0 - \rho_1) g R^2}{9 U_\infty} \quad (23)$$

где $(\rho_0 - \rho_1)$ – разность плотностей материала шарика ρ_0 и жидкости ρ_1 , g – гравитационная постоянная, U_∞ – скорость установившегося движения шарика, и R – его радиус.

Метод Стокса очень удобен и прост, но его корректное применение требует введения некоторых поправок. Наиболее существенная из них – это поправка, связанная с влиянием стенок на скорость падения шарика.

Уточненная формула для ньютоновской вязкости η_0 имеет вид

$$\eta_0 = \eta \left[1 - 2.104 \frac{R}{R_0} + 2.09 \left(\frac{R}{R_0} \right)^2 - 0.95 \left(\frac{R}{R_0} \right)^4 \right] \quad (24)$$

где R_0 – радиус трубки, в которой движется шарик, а η – величина, вычисленная по формуле (23).

Поправкой, стоящей в формуле (23) в квадратных скобках, можно пренебречь только при $(R/R_0) < 0.01$, что представляет собой довольно жесткое и обычно не выполняемое условие. Поэтому введение поправки по уравнению (24), как правило, необходимо.

Метод падающего шарика практически неприменим для нахождения эффективной вязкости неньютоновских жидкостей.

Одним из используемых на практике вариантов метода падающего шарика является установка цилиндрической трубки под некоторым углом φ к вертикальной оси. При этом движение шарика происходит не по оси трубки, так как шарик скатывается к стенке и практически всегда скользит по ней. Обычно приборы такого типа используют для сравнительных измерений вязкости.

Вискозиметры, основанные на методе падающего шарика, выпускаются рядом промышленных компаний. При этом в таких вискозиметрах, применяемых на практике, обычно предпочитают использовать не свободное падение, а скатывание шарика по стенке. Это позволяет избежать неопределенного эксцентриситета при свободном падении и получать хорошо воспроизводимые результаты. Такие приборы работают как вискозиметры для измерения относительной вязкости, а их калибровка производится по эталонным жидкостям.

Измерение вязкости по методу падающего шарика стандартизовано в ряде стран. Так, этот метод описан, например, в стандарте *ISO/DIN 12058* и *DIN 53015*.

Еще одной модификацией этого метода является замена шарика на падающий цилиндр. Такие вискозиметры конструктивно очень просты, но на практике используются довольно ограниченно, поскольку они не обладают существенными преимуществами по сравнению с вискозиметрами с падающими шариками.

1.7. ИЗМЕРЕНИЕ ВЯЗКОУПРУГИХ СОЙСТВ

Измерения параметров, характеризующих вязкоупругие свойства различных жидкостей (в том числе дисперсных систем, коллоидных систем, растворов полимеров), основано на анализе отклика материала на заданные гармонические колебания.

Принципиальная схема измерений в режиме *вынужденных периодических деформаций* показана на рис. 9.

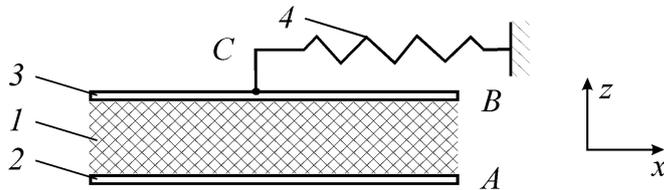


Рис. 9. Принципиальная схема измерения вязкоупругих свойств материала по методу вынужденных периодических колебаний

1 – образец; 2 – колеблющаяся пластинка A; 3 – пластинка B, связанная с пружиной - измерительным устройством; 4 – пружина измерительного устройства с жесткостью Z.

Обычно эта схема реализуется в ротационных приборах, так что периодические деформации являются крутильными. Поэтому рис. 9 представляет собой плоскую модель крутильных колебаний.

Если пластина A совершает вынужденные внешней силой периодические колебания во времени t по закону

$$x_A(t) = x_{0A} e^{i\omega t} \quad (25)$$

то откликом на эти деформации будет переданное через исследуемый материал смещение пластины B, происходящее по закону

$$x_B(t) = x_B^* e^{i\omega t} = x_{0B} e^{i\alpha} e^{i\omega t} = x_{0B} e^{i(\omega t + \alpha)} \quad (26)$$

где x_{0A} и x_{0B} амплитуды колебаний пластин A и B, соответственно, ω - частота колебаний, а α - разность фаз колебаний пластин A и B.

Исходя из этих данных, можно рассчитать величины компонент комплексного модуля упругости исследуемого материала по следующим формулам:

$$G' = \frac{(Z - m\omega^2)(p \cos \alpha - 1)}{K[(p - \cos \alpha)^2 + \sin^2 \alpha]} \quad (27)$$

$$G'' = \frac{(Z - m\omega^2) p \sin \alpha}{K[(p - \cos \alpha)^2 + \sin^2 \alpha]} \quad (28)$$

и тангенс угла механических потерь вычисляется как

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{G''}{G'} = \frac{p \sin \alpha}{p \cos \alpha - 1} \quad (29)$$

где фактор p – это отношение амплитуд: $p = x_{0A} / x_{0B}$, а m – масса пластины B .

При практической реализации этого метода возникают определенные вычислительные трудности, обусловленные тем, что деформации исследуемого образца (в отличие от принятой выше идеализированной схемы) неоднородны по объему. Кроме того, измерения такого рода становятся ненадежными вблизи собственной (резонансной) частоты, ω_0 , которая выражается следующим образом:

$$\omega_0 = \sqrt{Z / m} \quad (30)$$

где Z – ...; m – масса колеблющейся пластины.

Измерения вязкоупругих свойств часто осуществляют в режиме не вынужденных, а *затухающих колебаний* с использованием *торсионного маятника*.

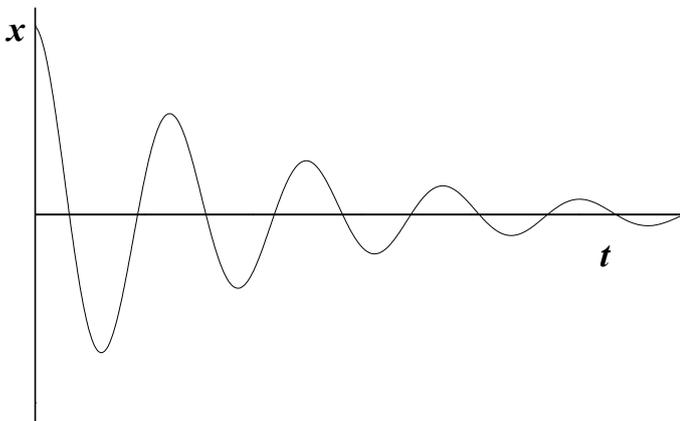


Рис 10. Затухающие колебания

В такой схеме измерений движение маятника осуществляется по закону

$$x(t) = x_{0B} e^{-\alpha t} \cos \omega t \quad (31)$$

где α - коэффициент затухания

Тогда компоненты динамического модуля вычисляют по формулам:

$$G' = \frac{m}{K} \left[(\omega^2 + \alpha^2) - \frac{Z}{m} \right] \quad (32)$$

$$G'' = \frac{2m\omega\alpha}{K} \quad (33)$$

Особую область в рассматриваемой проблеме занимает вибрационная вискозиметрия, т.е. измерение ньютоновской вязкости при отсутствии упругости в условиях гармонических и/или затухающих колебаний. Хотя соответствующие методы можно рассматривать как часть более общих методов измерения вязкоупругих свойств, вибрационная вискозиметрия занимает собственную нишу измерений, поскольку позволяют использовать более простые соотношения, легко реализуемые в технических вискозиметрах.

1.8. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Чем отличаются друг от друга методы для научных исследований от технологических методов?
2. Что измеряется в методе капиллярной вискозиметрии?
3. Являются ли напряжения одинаковыми в образце, исследуемом методом капиллярной вискозиметрии?
4. Как вычисляются напряжения сдвига в методе капиллярной вискозиметрии?
5. Как вычислит объемный расход жидкости, если известна ее средняя скорость течения через капилляр?
6. Что такое входные поправки и зачем их необходимо определять?
7. Где величина входных поправок более значима – в коротких капиллярах или длинных? Почему?
8. На что расходуется энергия внешнего источника при течении жидкости через капилляр?
9. Какие величины связывает между собой закон Ганена-Пуазейля?
10. Что такое установившееся течение?
11. Дайте определение относительной вязкости.
12. Что дает закон Рабиновича-Вайссенберга?
13. Как выражается закон Рабиновича-Вайссенберга для ньютоновской жидкости?
14. Что измеряется в методе ротационной реометрии?
15. Что такое крутящий момент и как он связан с напряжением сдвига?
16. Что является условием однородности напряжений в исследуемом образце в методе ротационной реометрии?
17. Какими преимуществами обладает схема исследования образца в методе конус-плоскость?
18. Почему различаются касательные напряжения на стенках внутреннего и наружного цилиндра в методе ротационной реометрии?
19. Что такое тиксотропия?
20. Что является причиной тиксотропии?
21. Почему тиксотропию можно исследовать методом ротационной реометрии и нельзя методом капиллярной вискозиметрии?
22. Что такое скорость сдвига?
23. Отличается ли скорость сдвига от градиента скорости?
24. Изобразите принципиальную схему ротационного вискозиметра.
25. Что такое пенетрометр? В чем особенности областей применения пенетрометров?
26. Что называется вязкоупругими свойствами?
27. Почему различаются модель упругости G'' и модуль потерь G'' ?

28. Почему при измерении вязкоупругих свойств используют метод гармонических колебаний?
 29. Что такое сдвиг по фазе между значениями напряжений и деформаций?
 30. Как из измеренного отношения амплитуд деформации/напряжения вычисляются компоненты комплексного модуля упругости?
 31. Почему динамический модуль упругости называют комплексным модулем? Как он выражается через свои компоненты?
 32. Какова роль инерционности колеблющегося элемента прибора для измерения вязкоупругих свойств? При каких условиях ее можно не учитывать?
 33. Что такое собственная частота колебаний?
-

2. ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ

2.1. ВИСКОЗИМЕТРИЯ

Работа 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРОДИНАМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МАКРОМОЛЕКУЛ В РАСТВОРЕ ВИСКОЗИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы

Определение гидродинамических параметров макромолекул полимера (желатинины, полисахарида или синтетического полимера) в растворе в зависимости от различных факторов (температуры, величины рН, ионной силы, концентрации добавленного в раствор ПАВ).

Растворы высокомолекулярных соединений характеризуются высокой вязкостью даже при малых концентрациях. Измерение вязкости раствора обычно состоит в том, что сравнивают время истечения t данного объема раствора полимера через капилляр с соответствующим временем истечения t_0 для растворителя:

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t\rho}{t_0\rho_0} \quad (34)$$

где η и η_0 – вязкость исследуемого раствора полимера и чистого растворителя, соответственно; ρ и ρ_0 – плотность раствора и растворителя, соответственно.

Для разбавленного раствора полимера ($\rho = \rho_0$) уравнение принимает вид:

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0} \quad (35)$$

Отсюда

$$\eta_{sp} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{t - t_0}{t_0} \quad (36)$$

$$\lim_{C \rightarrow 0} \left(\frac{\eta_{sp}}{C} \right) = [\eta] \quad (37)$$

где C – массовая концентрация раствора, г/см³; η_{sp} – удельная вязкость (число вязкости); $[\eta]$ – характеристическая вязкость (предельное число вязкости).

Для нахождения характеристической вязкости используется графический метод (рис. 11): по оси ординат откладывают значения η_{sp}/C , определенные экспериментально для разбавленных растворов полимеров, а по оси абсцисс – соответствующие концентрации. Отрезок, отсекаемый полученной прямой на оси ординат, соответствует характеристической вязкости.

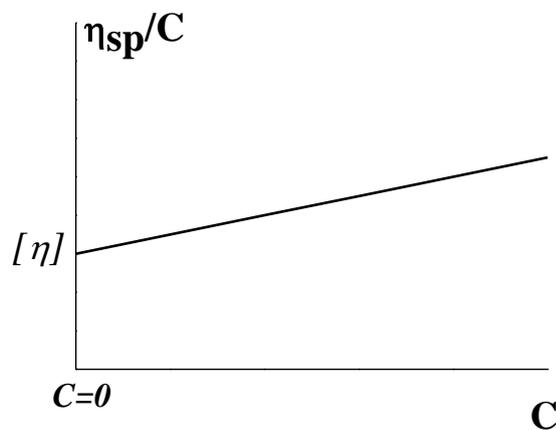


Рис. 11. График для определения характеристической вязкости

Метод капиллярной вискозиметрии используется для определения гидродинамических параметров макромолекул полимера. В качестве полимера может быть рассмотрена, например, желатина. Используя обсуждаемый метод исследования, можно изучать влияние различных параметров (температуры, рН, концентрации различных добавок – ПАВ, полисахаридов) на гидродинамические параметры макромолекул полимера.

Для исследуемых полимерных (биополимерных) систем определяют относительную вязкость η/η_0 , характеристическую вязкость (предельное число вязкости) $[\eta]$, инкремент вязкости ν и осевое соотношение f (табл. 1-1) макромолекул в растворе.

Таблица 1-1. Соотношение между инкрементом вязкости ν и осевым соотношением f (для макромолекул желатины)

f или $1/f$	ν		f или $1/f$	ν	
	Сплюснутый эллипсоид	Вытянутый эллипсоид		Сплюснутый эллипсоид	Вытянутый эллипсоид
1,0	2,50	2,50	20,0	38,6	14,80
1,5	2,63	2,62	25,0	55,2	18,19
2,0	2,91	2,85	30,0	74,5	21,6
3,0	3,68	3,43	40,0	120,8	28,3
4,0	4,66	4,06	50,0	176,5	35,0
5,0	5,81	4,71	60,0	242,0	41,7
6,0	7,10	5,36	80,0	400,0	55,1
8,0	10,10	6,70	100,0	593,0	68,6
10,0	13,63	8,04	150,0	1222,0	102,3
12,0	17,76	9,30	200,0	2051,0	136,2
15,0	24,8	11,42	300,0	4278,0	204,1

$$[\eta] = \nu \cdot V \quad (38)$$

где V – удельный парциальный объем при бесконечном разбавлении, ($\text{см}^3/\text{г}$). Для белков $V=1/\rho$, где ρ - плотность сухого белка.

Плотность безводной желатины составляет $1.35 \text{ г}/\text{см}^3$ и понижается с увеличением доли воды в системе. В воздушно-сухом состоянии желатины содержится 10-13 % воды и $\rho=1.32 \text{ г}/\text{см}^3$, поэтому удельный парциальный объем принимается равным $0,75 \text{ см}^3/\text{г}$.

Характеристическая вязкость связана с молекулярной массой растворенного полимера уравнением Марка-Куна-Хаувинка:

$$[\eta] = K \cdot M^\alpha \quad (39)$$

где K и α - константы, зависящие от природы растворителя и полимера. Для желатины $K=1.66 \cdot 10^{-3}$, $\alpha=0.885$.

Для расчета степенное уравнение удобнее записать в логарифмической форме:

$$\log[\eta] = \log K + \alpha \log M \quad (40)$$

Зная константы K и α , и определив экспериментально $[\eta]$, находят молекулярную массу полимера по формуле (40).

Эффективный гидродинамический объем V_0 ($\text{см}^3/\text{моль}$) макромолекул желатины, среднеквадратичное расстояние между концами цепи $(h^2)^{1/2}$ (нм) и среднеквадратичный радиус инерции $(R_g^2)^{1/2}$ (нм) рассчитывали по формулам

$$V_0 = [\eta] \cdot M \quad (41)$$

$$(h^2)^{1/2} = (V_0 / \Phi)^{1/3} \quad (42)$$

$$(R_g^2)^{1/2} = (h^2)^{1/2} / \sqrt{6} \quad (43)$$

где M - молекулярная масса полимера (желатины); $\Phi = 2.84 \cdot 10^{23}$ – постоянная Флори.

Приборы и реактивы

Вискозиметр (капиллярный стеклянный вискозиметр типа Убеллоде) и термостат (рис. 12); секундомер; мерные колбы на 50 см³; исходный раствор полимера (желатины, полисахарида или синтетического полимера – по заданию преподавателя). *При следовании влияния:*

- *pH*: 1 М раствор NaOH, 1 М раствор HCl, pH-метр;
- *концентрации введенного в раствор ПАВ*: исходный раствор катионного ПАВ (цетилпиридиний хлорида или цетилтриметиламмоний бромида) или анионного ПАВ (додецилсульфата натрия), либо исходная смесь желатины с ПАВ с заданным соотношением компонентов Z , например, $Z = 0.01$ (г ПАВ)/(г жел);
- *ионной силы*: концентрированный раствор KCl.

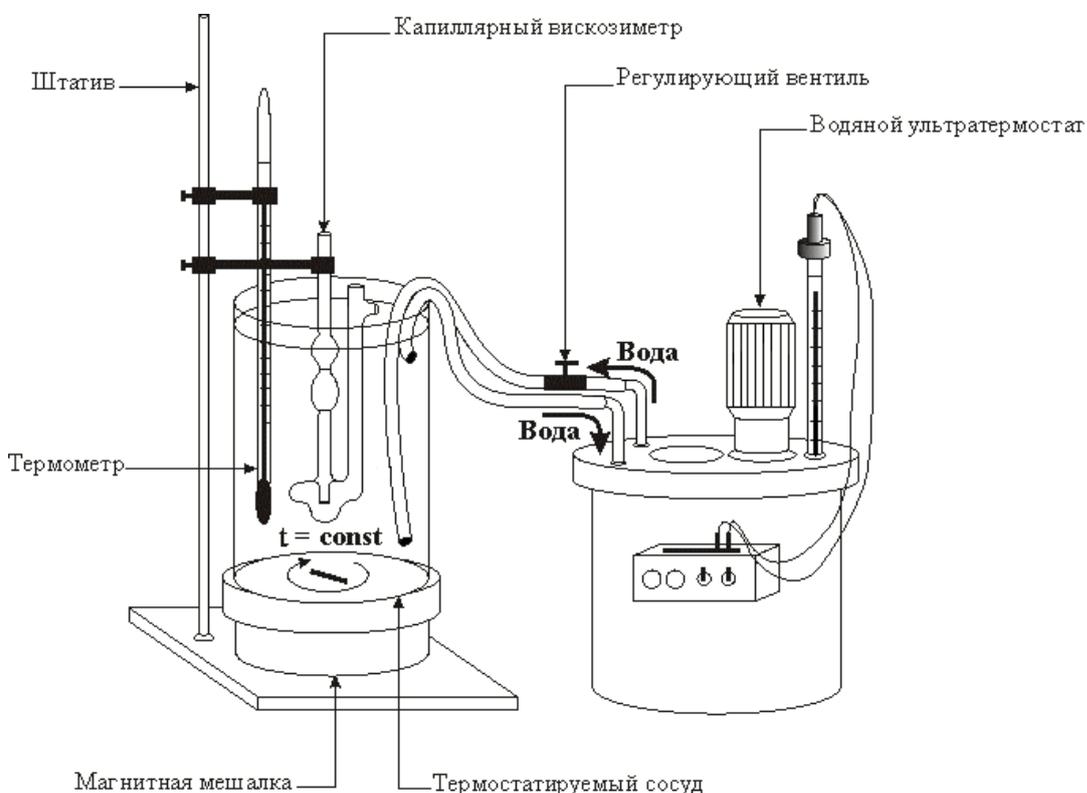


Рис. 12. Схема установки для вискозиметрических измерений

Выполнение работы

Готовят 2 исходных раствора желатины (или другого полимера) с одинаковой концентрацией $C_{\text{ж}}=5 \cdot 10^{-3}$ г/см³ и с разными исходными параметрами в зависимости от поставленных задач исследования. *При исследовании влияния*

- *pH*: с разными значениями pH в диапазоне от 3.5 до 7.5;
- *ионной силы*: с разной концентрацией KCl от 0.001 до 0.2 М;
- *концентрации добавленного ПАВ*: с разными концентрациями ПАВ в диапазоне от 0.0001 до 0.02 М.
- *температуры*: термостатировать растворы и измерять при разных температурах.

Определение вязкости разбавленных растворов желатины ($[\eta] \cdot C_{\text{ж}} < 1$) проводят в диапазоне концентраций $1 \cdot 10^{-3} - 5 \cdot 10^{-3}$ г/см³, объем пробы 5 см³.

После получения задания от преподавателя по исследованию влияния конкретного фактора (pH, ионной силы, концентрации ПАВ или температуры) на гидродинамические параметры макромолекул готовят 5 растворов исследуемого полимера из каждого исходного раствора (всего 2 серии по 5 растворов в каждой). Для этого в 5 мерных колб вносят рассчитанные количества (объемы) исходного раствора и воды. Все данные заносят в таблицу 1-2.

Определяют значения pH исследованных растворов.

Измерения вязкости исследуемых систем проводят при температуре (40.0 ± 0.1) °С (кроме эксперимента по влиянию температуры). Время термостатирования перед измерениями 40 мин.

Измерения вязкости

Отбирают пипеткой 5 см³ дистиллированной воды и вносят в нижнюю часть вискозиметра через широкое колено вискозиметра. Вискозиметр помещают в термостат (рис. 12). Перед измерениями термостатируют исследуемый воду (раствор) в течение 40 минут. Надев каучуковую трубку на конец узкого колена, необходимо с помощью резиновой груши перевести жидкость из нижней части вискозиметра в верхний шарик так, чтобы заполнив его, она поднялась немного выше верхней метки. Дают жидкости свободно вытекать и определяют время истечения жидкости от верхней метки шарика до нижней метки. Измерение времени истечения воды (t_0) производят несколько раз, добиваясь, чтобы расхождения в параллельных измерениях составили не более 0.5 с.

Подобным образом определяют время (t) истечения растворов полимера, начиная с самого разбавленного раствора. Переходя к раствору более высокой концентрации, нужно тщательно с помощью груши удалить из вискозиметра

прежний раствор, а затем ополоснуть вискозиметр раствором следующей концентрации. При этом необходимо избегать вспенивания раствора в вискозиметре.

Исходные данные и результаты измерений вносят в таблицу 1-2.

Таблица 1-2. Экспериментальные данные

№	$V_{\text{исходного р-ра полимера, см}^3}$	$V_{\text{воды, см}^3}$	$C_{\text{полимера, г/см}^3}$	$t, \text{ с}$			$t_{\text{ср}}$	η_{sp}	η_{sp}/C
				1	2	3			
<i>1 серия растворов (рН, $C_{\text{КСI}}$, $C_{\text{ПАВ}}$, Т)</i>									
1									
2									
3									
4									
5									
6									
<i>2 серия растворов (рН, $C_{\text{КСI}}$, $C_{\text{ПАВ}}$, Т)</i>									
1									
...									

Обработка экспериментальных данных

1. Рассчитывают η_{sp} и η_{sp}/C . Результаты расчетов вносят в таблицу 1-2.
2. По данным таблицы 2 строят график зависимости η_{sp}/C от C и определяют $[\eta]$ как начальную ординату (рис. 11).
3. Рассчитывают молекулярную массу полимера (желатины), зная значения K и α .
4. Рассчитывают эффективный гидродинамический объем V_0 ($\text{см}^3/\text{моль}$) макромолекул полимера (желатины), среднеквадратичное расстояние между концами цепи $(h^2)^{1/2}$ (нм) и среднеквадратичный радиус энергии $(R_g^2)^{1/2}$ (нм). Результаты заносят в таблицу 1-3.
5. Рассчитывают эффективный гидродинамический объем V_0 ($\text{см}^3/\text{моль}$), среднеквадратичное расстояние между концами цепи $(h^2)^{1/2}$ (нм) и среднеквадратичный радиус инерции $(R_g^2)^{1/2}$ (нм) макромолекул полимера (желатины) при другом значении рН, ионной силы, концентрации ПАВ (в составе комплекса с ПАВ) или при другой температуре
Результаты заносят в таблицу 3.
6. Делают вывод о влиянии рН, ионной силы, концентрации введенного в раствор ПАВ или температуры на гидродинамические параметры макромолекул полимера (желатины).
7. При соответствующей постановке эксперимента делают вывод о влиянии низкомолекулярного электролита КСI (1-я серия растворов без

КСI, 2-я серия – с концентрацией КСI 0.01 М) на гидродинамические параметры макромолекул желатины в составе комплекса с ПАВ.

Вопросы

1. Какие соединения называются высокомолекулярными?
2. В чем заключается вискозиметрический метод анализа?
3. Что называется относительной, удельной, характеристической вязкостью?
4. Какова размерность удельной вязкости?
5. Как определяется характеристическая вязкость?
6. Запишите уравнение, связывающее характеристическую вязкость и молекулярную массу полимера.
7. Существенное ли значение имеет радиус капилляра в вискозиметре Убеллоде при измерении характеристической вязкости?
8. Объясните физический смысл среднеквадратичного радиуса инерции.
9. Как среднеквадратичный радиус инерции связан с длиной макромолекулы.
10. Как среднеквадратичный радиус инерции связан со среднеквадратичным расстоянием между концами цепи?

Работа 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ ПОЛИМЕРА ВИСКОЗИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Характеристическая вязкость связана с молекулярной массой растворенного полимера уравнением Марка-Куна-Хаувинка:

$$[\eta] = K \cdot M^{\alpha} \quad (44)$$

где K и α - константы, зависящие от природы растворителя и полимера. Для желатины $K=1.66 \cdot 10^{-3}$, $\alpha=0.885$.

Для расчета степенное уравнение удобнее записать в логарифмической форме:

$$\log[\eta] = \log K + \alpha \log M \quad (45)$$

Зная константы K и α , и определив экспериментально $[\eta]$, находят молекулярную массу полимера по формуле (45).

Из этой формулы, зная константы K и α , и определив экспериментально $[\eta]$, находят молекулярную массу полимера.

Приборы и реактивы

Вискозиметр (капиллярный стеклянный вискозиметр типа Убеллоде) и термостат (см. работу 1, рис. 1-2); секундомер; мерные колбы на 50 см³;

исходный раствор полимера, C , г/(100 см³) (например, желатины или полисахарида); мерные пипетки.

Выполнение работы

Готовят 6 растворов исследуемого полимера из исходного раствора. Для этого в 6 мерных колб вносят рассчитанные количества (объемы) исходного раствора и воды. Все данные заносят в таблицу 2-1.

Отбирают пипеткой 5 см³ дистиллированной воды и вносят в нижнюю часть вискозиметра через широкое колено вискозиметра. Вискозиметр помещают в термостат (см. работу 1, рис. 1-2). Перед измерениями термостатируют исследуемый воду (раствор) в течение 30 минут. Надев каучуковую трубку на конец узкого колена, необходимо с помощью резиновой груши перевести жидкость из нижней части вискозиметра в верхний шарик так, чтобы заполнив его, она поднялась немного выше верхней метки. Дают жидкости свободно вытекать и определяют время истечения жидкости от верхней метки шарика до нижней метки. Измерение времени истечения производят несколько раз, добиваясь, чтобы расхождения в параллельных измерениях составили не более 0.5 с.

Подобным образом определяют время истечения растворов полимера, начиная с самого разбавленного раствора. Переходя к раствору более высокой концентрации, нужно тщательно с помощью груши удалить из вискозиметра прежний раствор, а затем ополоснуть вискозиметр раствором следующей концентрации. При этом необходимо избегать вспенивания раствора в вискозиметре.

Исходные данные и результаты измерений вносят в таблицу 2-1.

Таблица 2-1. Экспериментальные данные

№	V _{исходного р-ра полимера} , см ³	V _{воды} , см ³	C _{полимера} , г/(100 см ³)	t, с			t _{ср}	η _{sp}	η _{sp} /C
				1	2	3			
1									
2									
3									
4									
5									
6									

Обработка экспериментальных данных

1. Рассчитывают η_{sp} и η_{sp}/C , результаты вносят в таблицу 2-1.
2. По данным таблицы 2-1 строят график зависимости η_{sp}/C от C и определяют $[\eta]$ как начальную ординату (см. работу 1, рис. 1-1).

3. Рассчитывают молекулярную массу полимера (например, желатины или полисахарида), зная значения K и α .

Вопросы

1. Какая молекулярная масса измеряется в случае испытания полидисперсного полимера?
2. В каких единицах выражается молекулярная масса?
3. Что отражает показатель степени в уравнении Марка-Куна-Хаувинка, по которому вычисляется молекулярная масса полимера? В каких пределах может изменяться этот показатель?
4. Почему зависимость приведенной вязкости от концентрации принимается линейной при определении характеристической вязкости?
5. Что такое разбавленные растворы полимера?
6. Может ли измеряться характеристическая вязкость на ротационном вискозиметре?
7. Может ли характеристическая вязкость зависеть от скорости сдвига. Если да, то как правильно определить характеристическую вязкость?
8. Какова размерность характеристической вязкости?

Работа 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ МЕТОДОМ РОТАЦИОННОЙ ВИСКОЗИМЕТРИИ

Вискозиметр Брукфильда

Вискозиметр Брукфильда - высокоточный прибор для поточного измерения вязкости сред. Поточные промышленные вискозиметры Брукфильд (Brookfield) используют в своём устройстве ротационный метод вискозиметрии.

В вискозиметре ротационном исследуемая вязкая среда помещается в зазор между двумя соосными телами правильной геометрической формы (цилиндры, конусы, сферы или их сочетания). Одно из тел, называемое ротором, приводится во вращение с постоянной скоростью, другое остаётся неподвижным (рис. 13). Принцип действия вискозиметра ротационного основывается на нескольких положениях. Вращательное движение от одного тела (ротора) передается жидкостью к другому телу. Теория ротационного метода вискозиметрии предполагает отсутствие проскальзывания жидкости у поверхностей тел. Следовательно, момент вращения, передаваемый от одной поверхности к другой, является мерой вязкости жидкости.

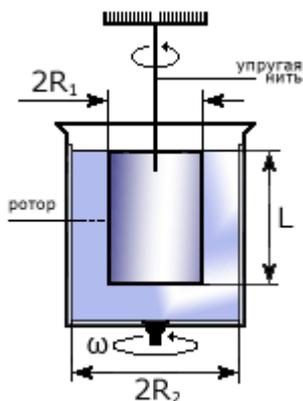


Рис. 13. Схема прибора

Вискозиметры Брукфильда (рис. 14, 15) включены в большое количество международных стандартов и спецификаций. Данный прибор можно использовать для определения динамической вязкости по ГОСТ 1929-87. Все вискозиметры Брукфильда используют стандартный принцип ротационной вискозиметрии: измерение вязкости осуществляется посредством пересчета крутящего момента, необходимого для вращения шпинделя прибора с постоянной скоростью при погружении его в исследуемую среду. Может использоваться для широкого спектра измерения вязкости, благодаря возможности выбора скорости и сменным измерительным системам. Точность измерения: 1% полной шкалы, воспроизводимость 0.2%



Рис. 14. Цифровой вискозиметр Брукфильда – вискозиметр серии DV-II+Pro

Программируемый цифровой вискозиметр, с возможностью полного управления вискозиметром через ПК в режиме реального времени, и автоматической передачи данных в память ПК для сохранения и дальнейшей обработки через интерфейс RS 232. ЖК дисплей с отображением текущего значения вязкости (сР или мПа·с), крутящего момента (%), скорости (об/мин), модели используемого шпинделя, температуры (в °С или °F), скорости сдвига.. Блок имеет курсорные клавиши для простого выбора скорости и шпинделя; двунаправленный интерфейс RS232.

Для цифрового вискозиметра Брукфильд серии RVDV-II+Pro диапазон измерений -- $100 \div 40 \cdot 10^6$ сП (мПа*с), скорость $0.01 \div 200$ об/мин

Работа на цифровом вискозиметре Брукфильда серии DV-II+Pro

Автоматическая установка нуля

Перед каждым проведением измерений/сменой шпинделя необходимо установить нуль вискозиметра. Это автоматическая процедура, которая активируется при включении прибора, сопровождается выводом соответствующих инструкций на дисплей прибора.

Необходимо установить выключатель питания, расположенный на задней панели в положение **on** – на дисплее появится информация о приборе, показывая его работу в автономном режиме. Код диапазона вязкости выводится в левом нижнем углу (в нашем случае RV).

Ждите, пока на дисплее не появится: **REMOVE SPINDLE PRESS ANY KEY**



Рис. 15. Цифровой вискозиметр Брукфильда – вискозиметр серии DV-II+Pro

Снимите измерительный шпиндель или заглушку, если на приборе ранее никто не работал. Затем нажмите любую кнопку, – запускается процедура автоматической установки нуля, в ходе которой будет моргать сообщение “**AUTOZEROING**”. После чего на дисплее появится сообщение “**REPLACE SPINDLE PRESS ANY KEY**”.

Установите измерительный шпиндель и нажмите любую кнопку. На дисплее появится стандартное информационное окно.

CP 0.0	20.1C
OFFRPM	% 0.0

Значение вязкости и процент закручивания пружины(значение в правом нижнем углу дисплея) должны быть установлены на нуле. В противном случае необходимо повторить процедуру автообнуления согласно указанной выше схемы.

Выбор шпинделя

Измерительный шпиндель (левая резьба) устанавливается в вискозиметр наворачиванием на нижний вал. Измерительные шпиндели идентифицируются по номеру на боковой поверхности соединительной гайки шпинделя. Прибор для расчета значений вязкости, напряжения сдвига и скорости сдвига требует значения кода шпинделя (Spindle Entry Code) (см. приложение 1). Необходимо учитывать, что вискозиметр после выключения 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 кнопки вверх или вниз, можно выбрать необходимый код шпинделя из списка. Нажатием “**Select spindle**” запоминается новое значение кода, который используется при расчетах прибором, перестает мигать символ S.

Выбор шпинделя зависит от ожидаемой вязкости исследуемого раствора.

Выбор скорости вращения

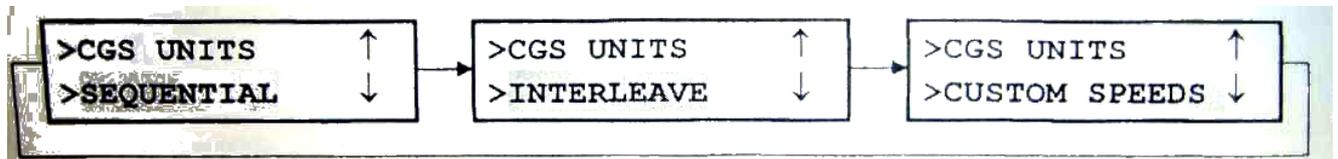
Большинство вискозиметров предназначено для не-Ньютоновских жидкостей. Результаты для таких жидкостей зависят от сдвига скоростей и конфигурации шпинделя. Спецификации шпинделей вискозиметра и их геометрических форм будут влиять на показания вязкости. Если одно измерение произвести при скорости 2.5 об/мин, а второе при 50 об/мин, полученные значения будут отличаться друг от друга, потому что показания

считывались при различных скоростях. Чем больше скорость шпинделя, тем больше скорость сдвига.

Выбор рабочего набора скоростей вращения должен проводиться при выключенном двигателе. Прокрутка меню **SETUP** до пункта выбора набора скоростей дает следующий экран:



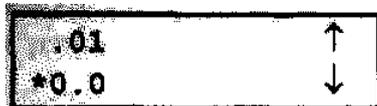
В этом случае на дисплее показан *последний выбранный* набор скоростей, **SEQUENTIAL** (последовательный). Каждое нажатие кнопки **OPTIONS | TAB** меняет *предлагаемый на дисплее* рабочий набор скоростей в циклическом порядке, Для выбора мигающей опции необходимо нажать кнопку **ENTER | AUTORANGE**.



Скорости вращения, доступные в каждом наборе, перечислены в Приложении F. При поставке вискозиметр **DV-II+PRO** настроен на последовательный (**SEQUENTIAL**) набор скоростей.

Если выбирается последовательный (**SEQUENTIAL**) или попеременный (**INTERLEAVE**) набор скоростей, нажатие кнопки **ENTER | AUTORANGE** немедленно выбирает соответствующий рабочий набор и осуществляет выход из меню **SETUP**.

Нажатие кнопки **ENTER | AUTORANGE**, когда в меню **SETUP** мигает опция **CUSTOM** (специальный или пользовательский набор), открывает следующий экран:



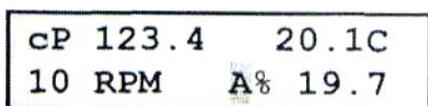
Для создания специального набора скоростей доступны 54 скорости вращения, перечисленные в Приложении F, из которых можно выбрать до 19 скоростей (скорость 0,0 включается в набор автоматически как 19-я скорость). Включение скорости в набор (или удаление из набора) осуществляется нажатием кнопки **SET SPEED**, когда значение нужной скорости мигает на дисплее. Включение скорости в набор сопровождается появлением звездочки слева от значения скорости, а удаление скорости из набора - исчезновением звездочки. Попытка включения в набор более 19 скоростей дает звуковой сигнал при каждом нажатии кнопки **SET SPEED**, Прокрутка списка скоростей

осуществляется стрелочными кнопками вверх и вниз. После включения в рабочий набор всех требуемых скоростей нажатие кнопки **ENTER** | **AUTORANGE** возвращает оператора к стандартному дисплею, и теперь скорости, отмеченные в списке звездочкой, составляют специальный рабочий набор скоростей вращения. Независимо от порядка включения в набор, смена скоростей будет происходить в возрастающем порядке, начиная со скорости 0,0.

Усреднение данных

Процессор вискозиметра DV-II+PRO может выполнять "бегущее" усреднение измерений момента кручения и выдавать на дисплей среднее значение момента (%) и других параметров, производных от момента кручения. Оператор может выбрать число отсчетов в операции усреднения (максимум 10).

Усреднение данных имеет отношение только к данным, выводимым на дисплей вискозиметра. Аналоговый выходной сигнал момента кручения не подвергается операции усреднения.



Значение "A%" свидетельствует о том, что функция усреднения включена.

Начало работы

Необходимо подключить/включить термостат для поддержания необходимой температуры во время работы с прибором. Схема прибора на рис. 16. Выбор температуры зависит от исследуемого образца и целей эксперимента.

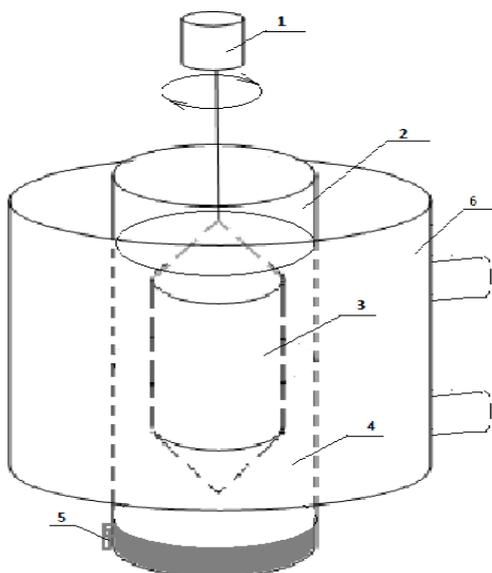


Рис. 16. Схема измерительной части вискозиметра DV-II+PRO

Устанавливаем цилиндр (2) с пробой в корпус для термостатирования (6) (количество образца (4) зависит от шпинделя (3) и составляет 7-9 мл). Подключаем к цилиндру термодатчик в разъем(5) для контроля температуры с дисплея вискозиметра.

Для шпинделя SC4-21 объем пробы составляет 7,6 мл

Включаем прибор и проводим процедуру автоматического обнуления, пока на дисплее не появится сообщение “**REPLACE SPINDLE PRESS ANY KEY**”. Наворачиваем шпиндель на вал вращения (1), предварительно погрузив его в цилиндр с исследуемым образцом (4), который затем закрываем специальной крышечкой. Нажимаем любую кнопку – на дисплее появится стандартное информационное окно.

Такие параметры как *усреднение данных* и выбор скорости проводят при выключенном моторе вискозиметра, до начала измерений.

После включения мотора вискозиметра (кнопка “Motor on/off|escape”) необходимо дождаться стабилизации показаний, период которой зависит от скорости вращения и характеристик тестируемой жидкости. Для достаточной точности старайтесь получить отсчет момента в пределах 10-100%.

В процессе эксперимента можно узнать напряжение сдвига ($SS, \text{H/m}^2$) и скорость сдвига (SR, c^{-1}), изменив вид дисплея нажатием кнопки “Select display”. Стандартное окно отображает данные по вязкости исследуемой жидкости (CP) в $\text{mPas}\cdot\text{c}$.

Скорость мотора вискозиметра при выборе настроек “Setup”/“Interleave” можно менять использованием стрелок «↑» и «↓» от значения 0,3 до 6,0 об/мин; скорости большего значения (от 10 до 200 об/мин) требуют выбора настроек “Setup”/“Custom speed”, но необходимо учесть, что стрелками прибора мы можем устанавливать значения скоростей в этом диапазоне, если в настройках соответствующие значение были отмечены значком “*”.

По завершении работы необходимо выключить мотор прибора, сам прибор с помощью кнопки on/off на задней его панели, отключить датчик температуры, после чего вывернуть аккуратно шпиндель и вынуть его из цилиндра с исследуемым раствором, цилиндр, после чего их помыть.

Приложение 1 Коды моделей и измерительных шпинделей

Каждому измерительному шпинделю присвоен двухразрядный код, который вводится с клавиатуры вискозиметра DV-II+PRO. Вискозиметр осуществляет сопоставление коду шпинделя коэффициентов, необходимых для расчета значений вязкости, скорости сдвига и напряжения сдвига.

В этих расчетах для каждого шпинделя используется два коэффициента. Множитель шпинделя (SMC) используется в расчетах вязкости и напряжения сдвига, а коэффициент скорости сдвига (SRC) — в расчетах скорости сдвига и

напряжения сдвига. Учтите, что для шпинделей с коэффициентом SRC, равным нулю, расчеты скорости и напряжения сдвига не выполняются, и на дисплей выводятся нулевые значения этих параметров.

Таблица

ШПИНДЕЛЬ	код	SMC	SRC
SC4-21	21	5	0,93
SC4-25	25	512	0,22
SC4-27	27	25	0,34
SC4-28	28	50	0,28
SC4-29	29	100	0,25
SC4-31	31	32	0,34
SC4-34	34	64	0,28
SC4-37	37	25	0,36

Верхний предел диапазона измерения вязкости для конкретной модели вискозиметра DV-II+PRO с данным измерительным шпинделем вычисляется по следующей формуле:

$$\text{Верхний предел вязкости (сПз)} = \text{ТК} * \text{SMC} * 10000 / \text{RPM}$$

ТК для прибора, который мы используем в практике = 1.

Работа 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ МЕТОДОМ КОНИЧЕСКОГО ПЛАСТОМЕТРА

Метод конического пластометра

Предельное напряжение сдвига P_h гелей желатиновой основы измеряли методом конического пластометра, называемым иначе методом пенетрации. Метод заключается в определении структурно-механических свойств пластично-вязких систем путём измерения их сопротивления проникновению индентора со строго определёнными размерами, массой и материалом при точно определённой температуре и за определённое время. Наиболее часто применяют конические инденторы. При внедрении таких инденторов в исследуемую систему её течение вдоль образующей конуса имеет характер сдвиговой деформации, скорость которой стремится к нулю при предельном погружении конуса h , характеризующем прочность исследуемой структуры.

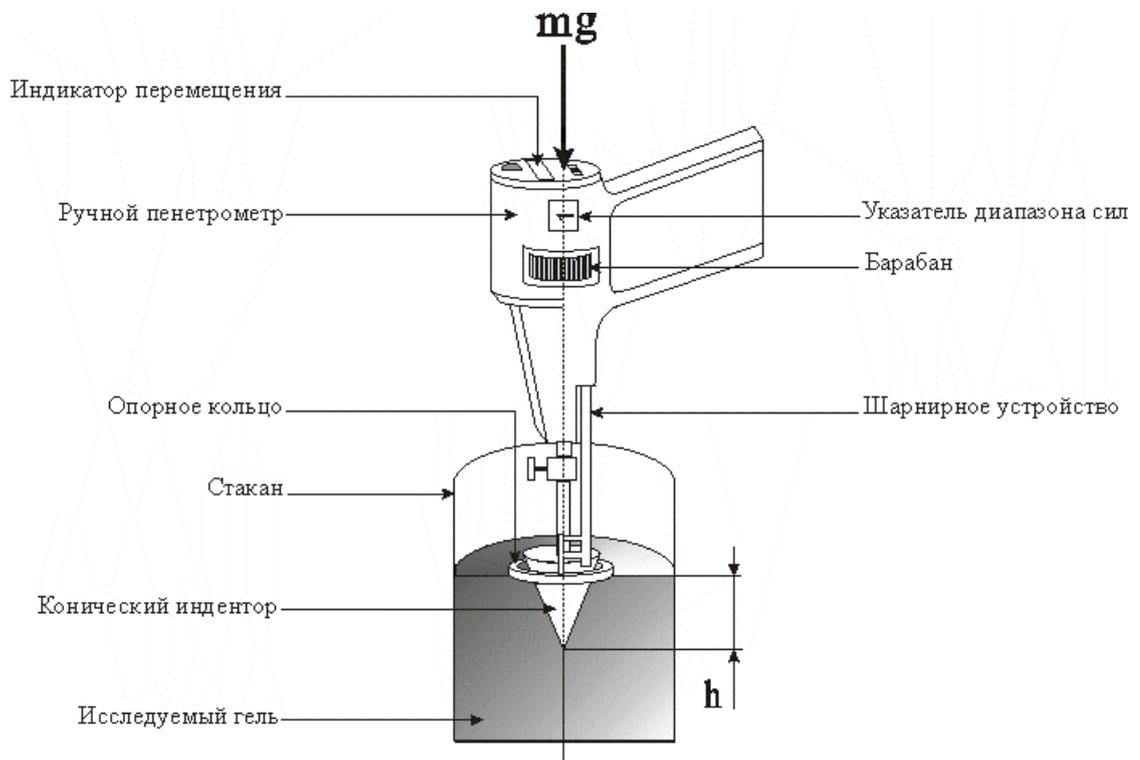


Рис. 1. Измерение предельного напряжения сдвига геля желатиновой основы с помощью ручного пенетрометра

Использовали ручной переносной малогабаритный пенетрометр «ППМ-4» с коническим индентором из пищевого алюминия. Определяли глубину погружения индентора h , выраженную в единицах пенетрации (0,1 мм). Диапазон глубины погружения h составляет от 0 до 99,9 мм. Измерения h проводили при нагрузке $m = 0,5$ кг.

Раствор желатиновой основы помещали в стеклянный стакан и с целью структурирования системы выдерживали при температуре 20 °С в течение определённого времени. Для сформировавшегося геля определяли h (рис. 2.12). Показания прибора фиксировали через 180 с с момента начала измерения. Глубину погружения индентора h определяли, как среднее из трёх измерений. Предельное напряжение сдвига P_h рассчитывали по формуле:

$$P_h = K_\alpha \cdot m \cdot g / h^2,$$

где: m - заданная нагрузка, кг;

g - ускорение свободного падения, m/c^2 ;

h - глубина погружения индентора, м;

K_α - постоянная конуса.

Постоянную конуса K_α , зависящую только от угла α при вершине конуса, рассчитывали по формуле:

$$K_{\alpha} = (1/\pi) \cdot \cos^2(\alpha/2) \cdot \operatorname{ctg}(\alpha/2),$$

где: α - угол при вершине конуса, $\alpha = 30^{\circ}$.

Литература

1. К. Ока, *The principles of rheometry*, в “*Rheology. theory and applications*”, **3**, Ch. 2, p. 18-82, Ed. F.R. Eirich, Acad. Press, N.Y. London, 1960.
2. К. Walters, *Rheometry*, Chapman and Hall, Lnd, 1975
3. В.Н. Крутин, *Колебательные реометры*, 160 стр., Изд. Машинстроение. 1985 г.
4. Г. Шрамм, *Основы практической реологии и реометрии*, 312 стр., М. Изд. КолоСС, 2003 г.
5. А.Я. Малкин, А. Исаев, *Реология: Концепции, Методы, Приложения. Глава 5 «Реометрия»*. 325-467 стр. изд. Профессия, СПб. 2010 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

	стр.
Введение	4
1. Краткие теоретические сведения	5
1.1. Классификация экспериментальных методов	5
1.2. Капиллярная вискозиметрия	8
1.3. Ротационная реометрия	13
1.4. Пенетрометры	19
1.5. Пластометры	20
1.6. Вискозиметры с падающим шариком	22
1.7. Измерение вязкоупругих свойств	24
1.8. Контрольные вопросы	27
2. Практические работы	28
Литература	47