

# Лабораторная работа

## Определение вязкости (вискозиметрия)

Вязкость, внутреннее трение - свойство жидкостей и газов оказывать сопротивление перемещению одного их слоя относительно другого. Вязкость жидкостей легче всего обнаруживается при их переливании или помешивании.

Количественно вязкость характеризуется значением величины, называемой динамической вязкостью или коэффициентом внутреннего трения и обозначаемой  $\eta$  или  $\mu$ . Характерной особенностью этого вида трения является то, что оно наблюдается не на границе твердого тела и жидкости, а во всем объеме жидкости.

Единицей динамической вязкости в Международной системе единиц (СИ) является паскаль-секунда ( $\text{Па}\cdot\text{с}$ ). Паскаль-секунда равна динамической вязкости среды, касательное напряжение в которой при ламинарном (упорядоченном) течении и при разности скоростей слоев, находящихся на расстоянии 1 м по нормали к направлению скорости, равной 1 м/с, составляет 1 Па.

Кинематическая вязкость равна отношению динамической вязкости среды к ее плотности при той же температуре:

$$\nu = \eta/\rho$$

Единицей кинематической вязкости в СИ является квадратный метр в секунду ( $\text{м}^2/\text{с}$ ). При кинематической вязкости 1  $\text{м}^2/\text{с}$  динамическая вязкость среды плотностью 1  $\text{кг}/\text{м}^3$  равна 1  $\text{Па}\cdot\text{с}$ .

Часто пользуются также величиной относительной, или условной, вязкости (ВУ) - отношением вязкости данной жидкости к вязкости воды при той же температуре (см. ниже).

Широкий диапазон значений вязкости, а также необходимость измерять вязкость в условиях низких или высоких температур и давлений обуславливает большое разнообразие методов определения вязкости и конструкции вискозиметров.

### Типы вискозиметров

В зависимости от способа измерения вискозиметры подразделяются на капиллярные (вискозиметры истечения), шариковые, ротационные, вибрационные и ультразвуковые.

При пользовании капиллярными вискозиметрами измеряется время истечения известного количества (объема) жидкости сквозь капиллярные трубки определенного диаметра. Стекланные капиллярные вискозиметры чаще других используются в практике химических лабораторий.

При пользовании шариковыми вискозиметрами измеряется скорость падения шарика в исследуемой жидкости - она тем меньше, чем больше вязкость жидкости.

В ротационных вискозиметрах измеряется крутящий момент или угловая скорость вращения одного из двух соосных тел, в зазоре между которыми находится испытуемая жидкость. Область измерения вязкости 0,5-1000000  $\text{Па}\cdot\text{с}$ . Они широко используются для

определения вязкости высокомолекулярных жидкостей и растворов полимерных соединений.

Измерение вязкости вибрационными вискозиметрами основано на зависимости амплитуды колебаний тела в исследуемой жидкости от ее вязкости.

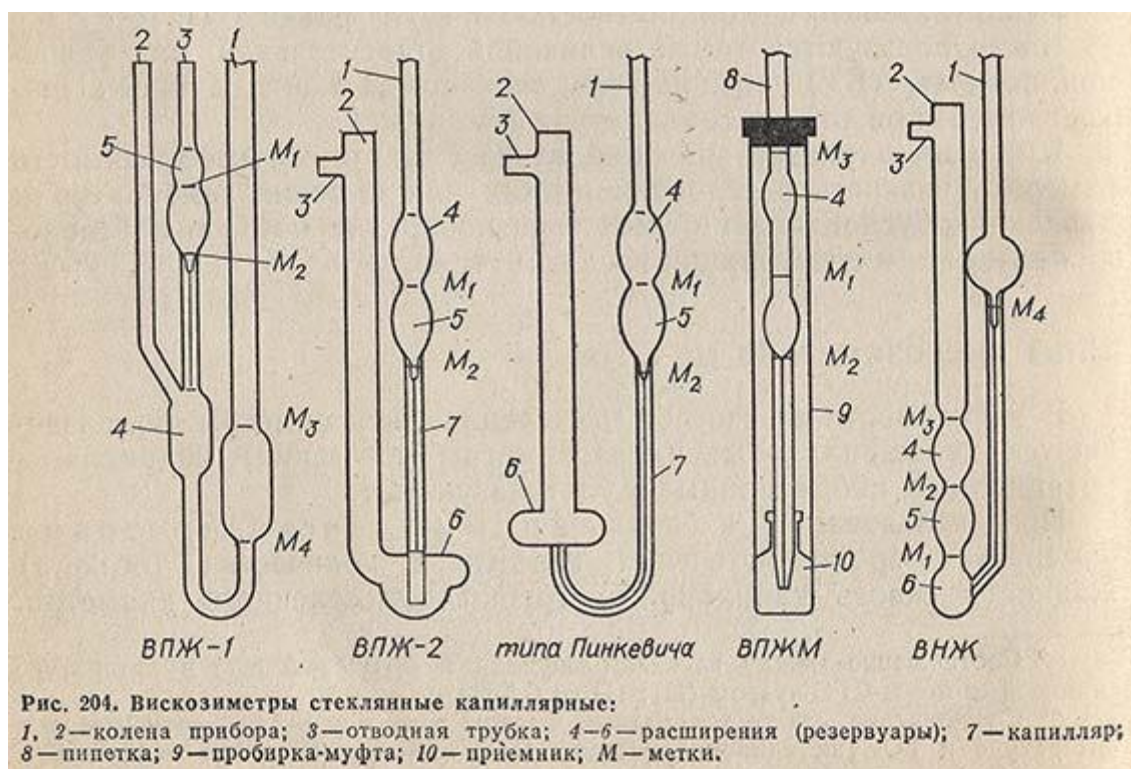
Ультразвуковыми вискозиметрами измеряют скорость затухания колебаний магнитострикционного материала, помещенного в исследуемую жидкость.

Независимо от конструкции вискозиметра, определение вязкости следует проводить в условиях строгого термостатирования.

#### Стеклоянные капиллярные вискозиметры

Для измерения вязкости прозрачных жидкостей служат вискозиметры ВПЖ-1, ВПЖ-2, типа Пинкевича, ВПЖМ, а для непрозрачных - ВНЖ (рис. 204).

Кинематическая вязкость жидкости  $\nu$  равна произведению времени  $\tau$  истечения через капилляр определенного ее объема на постоянную вискозиметра  $C$ . Постоянная  $C$  не зависит от температуры и определяется только геометрическими размерами вискозиметра.



Для определения постоянной вискозиметра пользуются эталонными жидкостями с известной кинематической вязкостью. Измеряя время истечения определенного объема эталонной жидкости определяют постоянную вискозиметра:

$$C = \nu / \tau \text{ сСт/с.}$$

Вискозиметры выпускаются с разными капиллярами, причем диаметр капилляра резко сказывается на постоянной вискозиметра. В каждом наборе имеется по девять вискозиметров, диаметры внутренних капилляров которых варьируются в пределах 0,34-5,5 мм, что соответствует значениям  $C = 0,003-30$  сСт/с. Набор вискозиметров типа Пинкевича состоит из 11 вискозиметров с диаметрами капилляров от 0,4 до 4,0 мм.

В качестве эталонной жидкости при калибровке вискозиметров для маловязких жидкостей может служить свежеперегнанная дистиллированная вода, кинематическую вязкость которой принимают равной 1,0067 сСт/с при 20 °С и 0,89748 сСт/с при 25 °С.

По существующему положению каждый капиллярный вискозиметр заводского изготовления должен снабжаться паспортом, в котором указана его постоянная. Так, вискозиметры ВПЖ-1, ВПЖ-2, ВНЖ выпускаются со значением постоянной С: 0,003; 0,01; 0,03; 0,1; 0,3; 1; 3; 10 и 30 сСт/с. Постоянная вискозиметров типа ВПМЖ составляет 0,01; 0,03; 0,1; 0,3; 1 и 3 сСт/с.

#### Определение кинематической вязкости

Методики определения кинематической вязкости практически наиболее распространены.

#### Калибровка вискозиметров

Новые вискозиметры, а также вискозиметры, находящиеся давно в работе, следует периодически подвергать проверочной калибровке.

Калибровка заключается в определении времени протекания через вискозиметр эталонной жидкости. Перед выполнением работы вискозиметр промывают последовательно петролейным эфиром, хромовой смесью, водопроводной и дистиллированной водой, спиртом и диэтиловым эфиром, после чего продувают чистым, сухим воздухом.

Пусть для калибровки выбран вискозиметр типа ВПЖ-1 (рис. 204). На отводную трубку 3 надевают резиновый шланг, соединенный с грушей, и, зажав пальцем колено 2, переворачивают вискозиметр, опускают отверстие колена 1 в сосуд с эталонной жидкостью, засасывают ее в вискозиметр с помощью резиновой груши или водоструйного насоса до метки М2, следя за тем, чтобы в расширениях 4 и 5 не образовалось разрывов жидкости. Затем колено 1 вынимают из жидкости и снимают шланг с отводной трубки 3.

На колено 1 надевают резиновую трубку; вискозиметр погружают в жидкостной термостат так, чтобы расширение 4 оказалось в жидкости, и укрепляют строго вертикально с помощью зажима на штативе. Другим зажимом укрепляют термометр, шарик которого должен быть на одном уровне с серединой капилляра 6. В термостате устанавливают температуру  $20 \pm 0,2$  °С и вискозиметр выдерживают при этой температуре 10-15 мин.

Затем грушей или насосом, присоединенными к резиновой трубке, засасывают жидкость в колено 1 примерно до 1/3 его высоты, следя, чтобы не образовалось разрывов жидкости или пузырьков воздуха. Прекратив засасывание, дают жидкости стекать в расширение 5 и наблюдают опускание уровня жидкости. Как только уровень вытекающей жидкости коснется метки М1 включают секундомер; когда уровень жидкости коснется метки М2, останавливают секундомер. Записав время истечения жидкости, повторяют определение не менее четырех раз. Затем вискозиметр моют, сушат, вновь заполняют эталонной жидкостью и вновь производят не менее четырех определений.

Если разность между средним временем двух опытов не превышает 0,3%, то находят среднее арифметическое времени истечения  $t$  эталонной жидкости в обоих опытах и вычисляют постоянную вискозиметра:

$$C = \frac{v_{\text{эталона}}}{\tau_{\text{эталона}}} \text{ сСт/с}$$

## Проведение определения

Определяют время протекания через вискозиметр испытуемой жидкости точно так же, как при калибровке поступали с эталонной. Следует лишь иметь в виду, что время предварительной выдержки вискозиметра с испытуемым веществом в термостате следует увеличивать с повышением температуры проведения испытания (от 10 мин при 20 °С до 20 мин при 100 °С).

Среднюю арифметическую величину времени истечения жидкости в вискозиметре определяют с точностью до 0,1 с и вычисляют кинематическую вязкость (в сантистоксах) по формуле:

$$\nu = C\bar{\tau} \frac{g}{980,7} K$$

где С - постоянная вискозиметра, сСт/с;  $\bar{\tau}$  - среднее арифметическое время истечения жидкости, с; g - ускорение силы тяжести в месте измерения вязкости, см/с<sup>2</sup> (можно принять  $g/980,7 = 1$ , если дополнительная погрешность 0,02% не имеет значения); К - коэффициент, учитывающий изменение гидростатического напора жидкости в результате расширения ее при нагревании; для ВПЖ-1 К = 1; для ВПЖ-2 и ВПЖ-4 К =  $1 \pm 0,00004$  dt; для ВНЖ К =  $1 \pm 0,000087$  dt; для ВПЖМ К =  $1 \pm 0,000074$  dt (dt - разность между температурой жидкости при заполнении вискозиметра и при определении вязкости).

Определение динамической вязкости разбавленных растворов полимеров (по ГОСТ 18249-72)

Концентрацию раствора полимера выбирают так, чтобы отношение времени истечения раствора  $\tau$  ко времени истечения растворителя  $\tau_0$  составляло 1,2-1,6. В соответствии с этим подбирают вискозиметр.

Величина навески полимера, выбор растворителя, его объем и условия растворения указываются в стандартах или технических условиях на данный полимер.

При определении вязкости на вискозиметрах типа ВПЖ-2 готовят растворы четырех концентраций, на вискозиметре ВПЖ-1 - одной концентрации; растворы меньших концентраций получают разбавлением в самом вискозиметре. Для этого в вискозиметр наливают 13-16 мл раствора, измеряют время истечения, после чего последовательно добавляют измеренный объем растворителя и перед каждым последующим измерением времени истечения тщательно перемешивают. Концентрацию разбавленного раствора  $A_1$  вычисляют по формуле:

$$A_1 = \frac{AV}{V + V_1}$$

где А - концентрация раствора полимера, залитого в вискозиметр, г/мл; V - объем раствора в вискозиметре, мл; V<sub>1</sub> - объем добавленного растворителя, мл.

Вискозиметр типа ВПЖ-2 заполняют чистым растворителем или раствором так же, как описано выше. Отклонения температуры термостатирования не должны превышать при комнатных температурах  $\pm 0,05$  °С, при повышенных  $\pm 0,15$  °С. Уровень термостатирующей жидкости должен быть на 3-4 см ниже верхнего конца колена вискозиметра.



После 15-минутного термостатирования вискозиметра с растворителем или раствором полимера определяют время истечения растворителя  $t_0$  или растворов различных концентраций  $t$ . При этом за результат принимают среднее арифметическое не менее трех определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,4 с.

Динамическая вязкость разбавленных растворов  $\eta$  или растворителя  $\eta_0$  (в сантипуазах) вычисляют по формулам:

$$\eta = C\rho\tau; \quad \eta_0 = C\rho_0\tau_0$$

где  $C$  - постоянная вискозиметра, сСт/с;  $\rho, \rho_0$  - плотность раствора полимера или растворителя при температуре испытания, г/см<sup>3</sup>;  $\tau, \tau_0$  - время истечения раствора или растворителя, с.

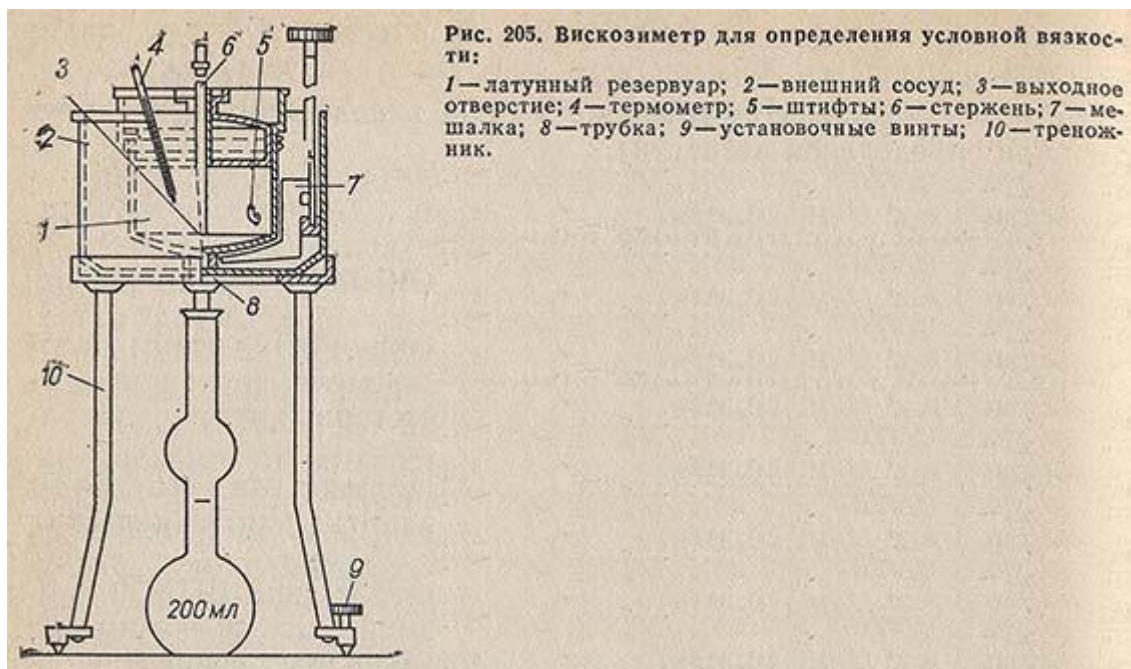
#### Определение условной вязкости

Метод определения условной вязкости применяется для нефтепродуктов, лакокрасочных материалов и ряда других вязких жидкостей, вязкость которых нельзя определить с помощью стеклянных капиллярных вискозиметров. Для ряда нефтепродуктов вязкость нормируется в условных единицах.

Условной вязкостью называют отношение времени истечения из вискозиметра типа ВУ 200 мл испытуемого продукта при температуре испытания ко времени истечения 200 мл дистиллированной воды при температуре 20 °С, являющемуся постоянной (водным числом) прибора. Величина этого отношения выражается как число условных градусов.

Водное число вискозиметра должно контролироваться лабораторией организации, которой принадлежит прибор.

Условная вязкость при температуре  $t$  обозначается знаком ВУ $t$ .



Прибором для измерения условной вязкости служит вискозиметр типа ВУ-4 (рис. 205). Он состоит из резервуара 1 с трубкой 8 в его дне. Резервуар помещают в сосуд 2, служащий водяной или масляной баней. Резервуар закрывают крышкой с двумя отверстиями. В одно из отверстий вставляют деревянный стержень 6, который закрывает трубку 8; в другое

помещают термометр 4. Внутри резервуара 1, на равном расстоянии от дна, прикреплены три заостренных изогнутых вверх под прямым углом штифта 5. По ним устанавливают уровень наливаемой в резервуар исследуемой жидкости, и, кроме того, эти штифты служат для установки прибора в горизонтальное положение. Во внешнем резервуаре помещены мешалка 7 и термометр со шкалой от 10 до 110 °С и ценой деления 1 °С.

Прибор устанавливают на железном треножнике 10, на двух ножках которого имеются установочные винты 9. Для подогрева термостатирующей жидкости в сосуде 2 к треножнику прикрепляется газовая горелка или прибор снабжают электрообогревательным устройством с терморегулятором.

Для измерения объема вытекающей из вискозиметра жидкости к прибору прилагается специальная мерная колба, калиброванная при 20 °С на 200 мл.

#### Определение водного числа вискозиметра ВУ

Внутренний резервуар промывают последовательно петролейным или диэтиловым эфиром, этиловым спиртом и дистиллированной водой и высушивают воздухом. Затем вискозиметр вставляют ножками в прорези треножника и закрепляют зажимными винтами. Выходное отверстие 3 закрывают чистым стержнем 6. Во внутренний резервуар вискозиметра 1 наливают профильтрованную дистиллированную воду до уровня, при котором острия трех штифтов 5 едва лишь выдаются над зеркальной поверхностью воды; температура воды должна быть  $20 \pm 0,2$  °С.

Водой такой же температуры заполняют и внешний сосуд 2. Мерную колбу подставляют под сточную трубку 8 внутреннего резервуара и, приподняв стержень 6, спускают всю воду из резервуара в колбу, не измеряя времени ее истечения; при этом водой наполняется и вся трубка 8, на нижнем конце которой повисает капля воды. Опустив конец стержня 6 в выходное отверстие 3, вновь осторожно выливают воду из колбы в резервуар по стеклянной палочке; опорожненную колбу держат 1-2 мин над резервуаром в опрокинутом положении и затем вновь подставляют под сточную трубку.

Воду во внутреннем резервуаре и внешнем сосуде тщательно перемешивают: в первом - вращением крышки вокруг стержня 6, во втором - мешалкой 7. Убедившись, что температура воды в обоих резервуарах равна 20 °С и в течение 5 мин отклонение температуры не превышает  $\pm 0,2$  °С, приподнимают коротким движением стержень 6, пуская одновременно секундомер, и наблюдают вытекание воды из резервуара. В момент, когда нижний край мениска достигнет кольцевой метки на колбе, останавливают секундомер. Наблюдение времени истечения 200 мл дистиллированной воды повторяют не менее 4 раз. Для стандартного вискозиметра время истечения 200 мл воды при 20 °С должно быть равным  $51 \pm 1$  с.

#### Проведение определения

Перед каждым определением резервуар 1 промывают и высушивают. Сточное отверстие закрывают стержнем 6 и наполняют внутренний резервуар испытуемой жидкостью, предварительно подогретой несколько выше заданной температуры определения. Уровень налитой жидкости должен быть немного выше остриев штифтов 5.

В сосуд 2 наливают воду (при определении вязкости до 80 °С) или вазелиновое масло, нагретые несколько выше заданной температуры определения.

Подняв немного стержень 6, дают стечь избытку испытуемой жидкости, с тем чтобы острия всех трех штифтов лишь едва заметно выдавались над уровнем жидкости.

Установив вискозиметр, закрывают его крышкой и под сточное отверстие ставят чистую специальную мерную колбу на 200 мл, в то же время осторожно вращая вокруг стержня крышку прибора, в которую вставлен термометр.

Когда термометр будет показывать точно заданную температуру определения, следует выждать 5 мин, быстро вынуть стержень и одновременно пустить секундомер. Когда жидкость в мерной колбе дойдет точно до метки, секундомер останавливают и отсчитывают время истечения с точностью до 0,2 с.

Условную вязкость при температуре  $t$  в условных градусах вязкости вычисляют по формуле:

$$\text{ВУ}_t = \frac{\tau_t}{\tau_{\text{H}_2\text{O}}}$$

где  $\tau_t$  - время истечения из вискозиметра 200 мл испытуемого продукта при температуре  $t$ , с;  $\tau_{\text{H}_2\text{O}}$  - водное число вискозиметра, с.

| •  
| \_\_\_\_\_