

УДК 678

А. С. Балыбердин, В. Б. Репин, Ф. Ш. Шарафисламов,
В. Н. Савагин, Р. Т. Исмаилов, Г. Г. Сафина,
Е. Ф. Коробкова, А. Р. Забирова

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ РЕОЛОГИЧЕСКИХ КОНСТАНТ ВЯЗКОПЛАСТИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ключевые слова: этилкарбитол, реология, нитрат целлюлозы.

Изложена методика измерения реологических констант вязкопластичных материалов.

Keywords: ethylcarbitol, reology, cellulose nitrate.

The method of measurement of the rheological constants viscoplastic materials.

Пластическая масса представляет собой смесь полимера (нитраты целлюлозы) с пластификатором. В качестве полимера использовались нитраты целлюлозы (НЦ) со степенью замещения 2,63. В качестве пластификатора применялся этилкарбитол (ЭК) [1,2]. Массовое соотношение ЭК/НЦ=0,75.

Представленная масса обладает следующими реологическими характеристиками – предельное напряжение сдвига τ_0 и пластическая вязкость (μ_r) или коэффициент жесткости при сдвиге [3].

Связь между касательными напряжениями (τ) и скоростью деформаций ($\dot{\gamma}$) для вязкопластичной массы задается в виде реологической модели Шведова – Бингама

$$\tau = \tau_0 + \mu_r^* \dot{\gamma}_r \quad (1)$$

Существует более общая модель Гершеля – Балкли [4]

$$\tau = \tau_0 + \mu_r^* \dot{\gamma}_r^n \quad (2)$$

Таким образом, целью экспериментального реологического исследования является определение значений трех параметров (τ_0 , μ_r и n), и выявление явной зависимости этих параметров от состава массы.

При экспериментальном исследовании использовался метод двух капилляров, позволяющий исключить влияние входных поправок.

Масса загружается в изложницу диаметром $D_{из}=2,5 \cdot 10^{-2}$ м. Предварительно в изложницу устанавливается капилляр с заданными геометрическими параметрами. Внутри изложницы поверх массы помещается обтюрирующее кольцо, а затем поршень. Вся сборка устанавливается на подвижную плиту пресса и после выдержки в течение определенного времени при заданной температуре приступают к выдавливанию массы через капилляр.

Перемещение поршня записывается на диаграммной ленте, которая движется с постоянной скоростью. Задав определенную нагрузку на поршень (F), осуществляют экструзию массы через капилляр. Затем нагрузку ступенчато увеличивают до новой величины. В результате получается реограм-

ма процесса экструзии вязкопластичной массы через капилляр.

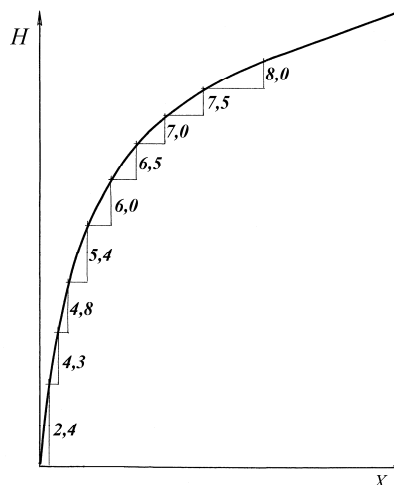


Рис. 1 - Реограмма истечения массы через капилляр

На рис. 1 в качестве примера приведена такая реограмма. По оси абсцисс (X) откладывается перемещение поршня, по оси ординат (H) – перемещение ленты самописца, которое пропорционально времени экструзии при заданном усилии прессования.

В дальнейшем участки реограммы, на которых усилие прессования выдерживалось постоянным, аппроксимируют прямой линией. Цифры на реограмме указывают усилие в K_n , при котором осуществлялась экструзия массы.

Таблица 1 - Первичные данные реограммы

F, K_n	4,3	4,8	5,4	6,0
$X, см$	0,4	0,6	1,1	1,4
$H, см$	2,95	2,9	3,3	2,7
F, K_n	6,5	7,0	7,5	8,0
$X, см$	1,3	1,6	2,2	3,3
$H, см$	2,2	1,5	1,4	1,5

В таблице 1 приведены первичные данные, измеренные по реограмме. Используя эти данные можно определить время, в течение которого усилие пресс-

сования оставалось постоянным ($t_{\Pi} = H/U_{\Pi}$, U_{Π} – скорость движения ленты самописца) и перемещение поршня в метрах S .

Необходимо отметить, что перемещение поршня рассчитывается из соотношения ($S_i = kx_i$), где k – калибровочный коэффициент, x_i – расстояние хода поршня по реограмме. Для представленного эксперимента калибровочный коэффициент равен 0,24.

Таблица 2

F, КН	4,3	4,8	5,4	6,0
$S \cdot 10^3, \text{м}$	0,96	1,44	2,64	3,36
$t_{\Pi}, \text{с}$	14,75	14,5	16,5	13,5
F, КН	6,5	7,0	7,5	8,0
$S \cdot 10^3, \text{м}$	3,12	3,84	5,28	7,92
$t_{\Pi}, \text{с}$	11	7,5	7	7,5

Эти данные позволяют рассчитать объемный расход массы через капилляр по формуле

$$Q = \pi D_{\Pi}^2 S / (4 t_{\Pi}), \quad (3)$$

где D_{Π} – диаметр изложницы (поршня), и давление прессования (P) пересчитывается по формуле

$$P = 4 \cdot 10^3 F / (\pi D_{\Pi}^2) \quad (4)$$

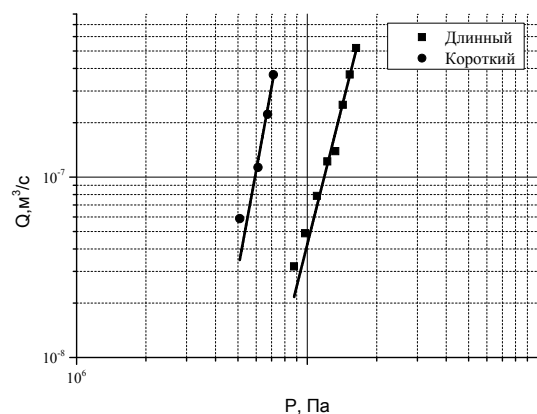


Рис. 2 - Зависимость расхода от давления прессования вязкопластичной массы в двойных логарифмических координатах

В итоге получаем промежуточный массив данных, который позволяет приступить к непосредственному расчету реологических констант исследуемой вязкопластичной массы.

По данным расчетным данным строится реологическая кривая (Рисунок 2) в координатах (P - Q).

Анализ рисунка 2 показывает, что экспериментальные данные удовлетворительно описываются зависимостью

$$Q = 1,13648 \cdot 10^{-43} P^{5,08175} \quad (5)$$

$$Q = 1,10197 \cdot 10^{-57} P^{6,93287} \quad (6)$$

Соотношения типа (5), (6) необходимы для того, чтобы вычислить давление прессования для двух различных капилляров, но при одинаковом расходе массы. Из рисунка 2 следует, что эти вычисления можно проводить в области охватывающей экспериментальный диапазон расходов, а

именно от $Q = 5,89 \cdot 10^{-8} \text{ м}^3/\text{с}$ до $Q = 36,913 \cdot 10^{-8} \text{ м}^3/\text{с}$.

Знание разности давлений прессования для короткого и длинного капилляров позволяет рассчитать касательное напряжение на стенке по формуле учитывающей влияние концевых эффектов

$$\tau_r = [(R/2)(P_1 - P_2)] / (L_1 - L_2) \quad (7)$$

Здесь R радиус капилляров, L_1 и L_2 – размер длинного и короткого капилляров, соответственно.

Универсальность формулы (7) состоит в том, что величина τ_r не зависит от входовой (куэттовской) поправки [5]. Действительно, при использовании двух капилляров одинакового радиуса, но различной длины, величина входовой поправки зависит от скорости истечения массы. Если проводить измерения при постоянном расходе массы, то и величина входовой поправки будет величиной постоянной. В этом случае

$$\tau_r = P_1 / \{2[(L/R)_1 + m_0]\} = P_2 / \{2[(L/R)_2 + m_0]\} \quad (8),$$

где индексы 1 и 2 относятся к капиллярам разной длины, m_0 – входовая (куэттовская) поправка на эффективную длину капилляра. Исключив величину m_0 , получается соотношение (7).

На рисунке 3 представлена зависимость касательного напряжения на стенке капилляра от объемного расхода массы.

Из рисунка 3 следует, что исследуемая масса обладает ярко выраженным свойством пластичности, а именно для того чтобы расход массы через капилляр отличался от нуля необходимо приложить минимальную предельную нагрузку. Предельное напряжение сдвига (τ_0), для данной конкретной массы равно $\tau_0 = 1,430567935 \cdot 10^5$ Па. Следовательно, один из трех реологических параметров уравнения (1), либо уравнения (2) определен.

Для определения оставшихся двух параметров (μ_r и n) необходимо знание функциональной связи между касательными напряжениями и скоростью деформации массы. Следовательно, необходимо получить конкретный вид зависимости

$$\tau = f(\gamma_r).$$

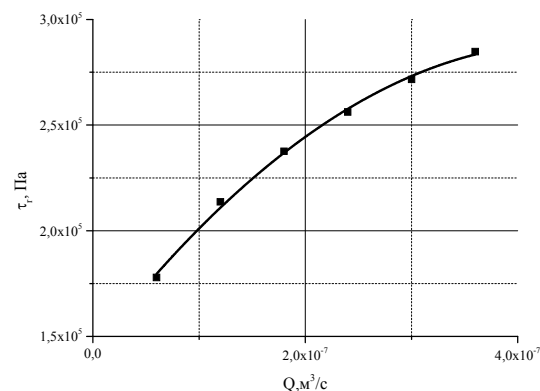


Рис. 3 - Зависимость касательного напряжения на стенке капилляра от расхода массы

При вычислении скорости деформаций (γ_r) в качестве первого приближения рассчитывается скорость деформации (γ_0) в предположении, что исследуемая жидкость является ньютоновской. Тогда

$$\gamma_0 = Q/\pi R^3.$$

Истинное значение скорости деформации на стенке капилляра (γ_r) вычисляется по формуле Рабиновича-Вайссенберга:

$$\gamma_r = 3\gamma_0 + \tau_r(d\gamma_0/d\tau_r).$$

Эквивалентной этому равенству является формула

$$\gamma_r = \gamma_0 [3 + (d\lg\gamma_0/d\lg\tau_r)]. \quad (9)$$

В соответствии с формулой (9) необходимо на основании обработки экспериментальных данных получить парные значения величин ($\gamma_0 - \tau_r$).

На рисунке 4 представлена зависимость $\gamma_0 = f(\tau_r)$

Для использования уравнения (9), как это следует из графика, представленного на рисунке 4, зависимость $\text{Log}(\gamma_0) = f(\text{Log}[\tau_r])$ аппроксимируется линейной зависимостью

$$\text{Log}(\gamma_0) = 3,80774 * \text{Log}[\tau_r] - 20,14236.$$

Первая производная для этой зависимости, в соответствии с уравнением (9) дает величину

$$d\lg(\gamma_0)/d\lg(\tau_r) = 3,80774$$

Следовательно, истинное значение скорости деформации примет вид

$$\gamma_r = \gamma_0 [3 + 3,80774] = 6,80774 \gamma_0 = 6,80774 Q/\pi R^3.$$

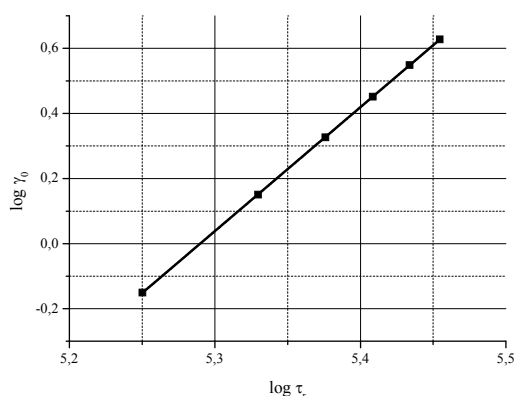


Рис. 4 - Зависимость логарифма скорости деформации от логарифма касательного напряжения сдвига на стенке

Последнее соотношение дает возможность сопоставить истинную скорость деформации массы

на стенке капилляра с касательным напряжением сдвига на стенке капилляра.

Существенной отличительной особенностью течения вязкопластических масс типа Шведова - Бингама является тот факт, что скорость деформации исследуемой массы зависит не от величины касательного напряжения на стенке, а от разности касательного напряжения на стенке и предельным напряжением сдвига. Учитывая это замечание, для определения остальных реологических параметров модели, описываемой уравнением (1), либо уравнением (2), необходимо сопоставлять пары значений — скорость деформаций (γ_r) и разность между касательным напряжением и предельным напряжением сдвига ($\tau_r - \tau_0$).

Эмпирическая зависимость скорости деформации от разности ($\tau_r - \tau_0$) описывается уравнением

$$(\tau_r - \tau_0) = 11148,18 * \gamma_r^{0,77616}$$

Следовательно, реологические константы в уравнении (2) равны

$$\mu_r = 11148,18$$

$$n = 0,77616$$

Подводя итог проведенным исследованиям на гладком капилляре, реологическая модель для исследуемой массы имеет вид

$$\tau = 1,430567935 * 10^5 + 11148,18 * \gamma_r^{0,77616}$$

Для определения параметра технологичности вязкопластичной массы необходимо провести аналогичные реологические исследования на капилляре с насечками на внутренней поверхности (рифленый капилляр).

Литература

1. Ахметова Г.В. Влияние усадки полимерного зерна на основные показатели процесса экстракции трудноудаляемого растворителя. /Г.В.Ахметова, А.С.Балыбердин, В.И.Коновалов [и др.]//Вестник Казан. технол. ун-та. — 2010. -№10. — С. 199-204.
2. Репина А.В. Влияние усадки полимерного зерна на коэффициент диффузии пластификатора при его экстракции. /А.В.Репина, А.С.Балыбердин, Ф.Ш.Шарафисламов [и др.] //Вестник Казан. технол. ун-та. — 2012. — т.15. -№11. — С. 106-109.
3. Улкинсон, У. Л. Неньютоновские жидкости. Гидромеханика, перемешивание и теплообмен / У. Л. Улкинсон; пер. с англ.-М.: Мир, 1964. -217 с.
4. *Hershell W.H., Bulkey R.* Konsistenzmessungen von Gummi-Benzollosungen // Kolloid Zeitschrift. 1926. **39**. S. 291.
5. Малкин, А. Я. Диффузия и вязкость полимеров. Методы измерения / А. Я. Малкин, А. Е. Чалых.- М.: Химия, 1979. — 304 с.

© В. Б. Репин — к. ф.-м. н, доц. каф. физики КНИТУ; А. С. Балыбердин - к.т.н., доц. каф. ОХЗ КНИТУ, alexbalyberdin@rambler.ru; Ф. Ш. Шарафисламов — зав. лаб. той же кафедры; В. Н. Савагин - к.т.н., доц. каф. ХТВМС КНИТУ; Р. Т. Исмагилов — асс. каф. ХТВМС КНИТУ; Г. Г. Сафина — асс. каф. ХТВМС КНИТУ; Е. Ф. Коробкова - д.т.н., нач. лаб. 1052 ФКП «ГосНИИХП», А. Р. Забирова - инженер-технолог I-ой категории, ФКП «ГосНИИХП».