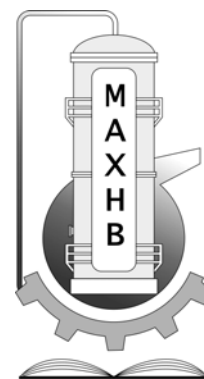


МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»



ДОСЛІДЖЕННЯ РЕОЛОГІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ РОЗЧИНІВ ПОЛІМЕРІВ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

для студентів спеціальності
«Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»

Київ-2008

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»

До 70-річчя інженерно-хімічного факультету
і 80-річчя кафедри машин та апаратів
хімічних і нафтопереробних виробництв

ДОСЛІДЖЕННЯ РЕОЛОГІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ РОЗЧИНІВ ПОЛІМЕРІВ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

для студентів спеціальності
«Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»

Київ
НТУУ «КПІ»
2008

Дослідження реологічних властивостей розчину полімерів : метод. вказівки до викон. лабораторної роботи для студентів спеціальності «Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів» (7.090220 і 8.090220) / Укл. : Радченко Л.Б., М. П. Швед, А. Р. Степанюк, І. О. Мікульонок. – К. : НТУУ «КПІ», 2008. – 16 с.

Навчальне видання

**ДОСЛІДЖЕННЯ РЕОЛОГІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ
РОЗЧИНІВ ПОЛІМЕРІВ**

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

для студентів спеціальності
«Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»

Укладачі: *Радченко Леонід Борисович*, доктор техн. наук, професор
Швед Микола Петрович, канд. техн. наук, доцент
Степанюк Андрій Романович, канд. техн. наук, доцент
Мікульонок Ігор Олегович, канд. техн. наук, доцент

Відповідальний редактор *Я. М. Корнієнко*, д-р техн. наук, професор

Рецензент *О. Л. Сокольський*, канд. техн. наук, доцент

*За редакцією укладачів
Надруковано з оригінал-макета замовника*

1. МЕТА ТА ОСНОВНІ ЗАДАЧІ РОБОТИ

Вивчення реологічних властивостей розчинів полімерів дуже важливе для розвитку методу інженерного розрахунку в області тепло- та масообміну, енергетичних витрат при змішуванні та транспортуванні. Знання цих властивостей дасть можливість більш точно підходити до проектування нового високопродуктивного обладнання для виготовлення полімерів.

Метою даної роботи є експериментальне визначення таких реологічних параметрів, як в'язкість, швидкість зсуву, напруга зсуву в залежності від температури та концентрації розчинів полімерів.

У зв'язку з поставленою метою можна сформулювати такі завдання дослідів:

1. Експериментально визначити в'язкість розчинів полімерів у залежності від температури, концентрації полімеру, швидкості зсуву та напруги зсуву.

2. На основі експериментальних даних побудувати криві течії при різних температурах та концентраціях.

3. Апроксимувати криву течії в області нелінійно в'язкої течії степеневим законом, визначити коефіцієнт консистенції та показник неньютонівської поведінки досліджуваних розчинів в залежності від температури та концентрації.

2. ТЕОРЕТИЧНА ЧАСТИНА

Велика кількість реальних речовин, особливо високомолекулярних сполук, мають такі властивості, як нелінійно в'язку течію, пластичність, пружність та ін., що не спостерігається в ньютонівських рідинах. Ці рідини називаються неньютонівськими рідинами, тобто їх в'язкість не

залишається постійною при заданих температурах та тиску, а залежить від інших факторів, таких як швидкість зсуву, конструктивні особливості апарата, в якому знаходиться рідина, та від передісторії поведінки рідини.

В'язкість неньютонівських рідин зменшується по певному закону в залежності від зміни швидкості зсуву (напруги зсуву). Рідини, у яких в'язкість зменшується з ростом швидкості зсуву, називають псевдопластичними. До них належать більшість розчинів полімерів,

В'язкісні властивості неньютонівських рідин мають різні способи рафічного відображення, а саме: $j = f(\tau)$; $\mu = f(j)$; $\mu = f(\tau)$.

Залежності $\mu = f(j)$ та $\mu = f(\tau)$ називають в'язко-швидкісними кривими течії, які показують, як змінюється в'язкість в залежності від швидкості зсуву чи напруги зсуву. Слід відзначити, що всі види кривих еквівалентно описують властивості полімерних систем.

Типова повна крива течії псевдопластичних рідин показана на рис. 1.

При достатньо малих $j < j_1$ та дуже великих $j < j_\infty$ швидкостях зсуву спостерігається неньютонівська поведінка псевдопластичних рідин. У кожній з цих областей середовище характеризується постійними, але різними по величині в'язкостями, які відповідно називаються найбільшою μ_0 та найменшою μ_∞ ньютонівськими в'язкостями.

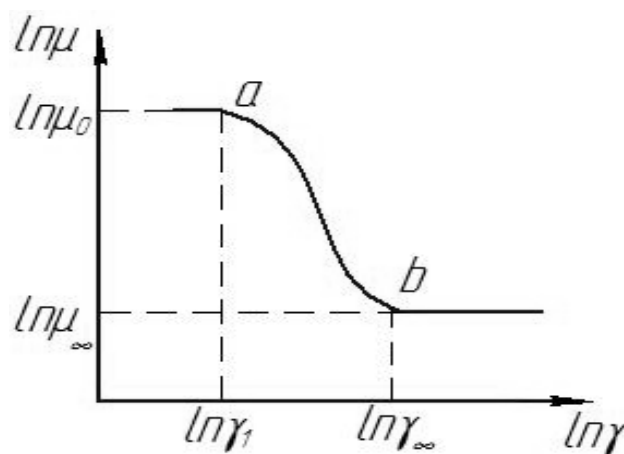


Рис.1 Повна крива течії псевдопластичних рідин.

Найбільша ньютонівська в'язкість розчинів полімерів залежить від концентрації, температури, молекулярної маси розчиненого полімера та природи розчинника.

Середня криволінійна ділянка від точки «а» до точки «в» відображає неньютонівську течію рідини та називається структурною в'язкістю або ефективною в'язкістю. Структурно-в'язкі властивості рідин пояснюються змінами, які відбуваються в структурі рідини внаслідок орієнтації, часткового чи повного руйнування асоціатів макромолекул.

Потрібно відзначити, що аномалія в'язкості розчинів полімерів виявляється більш сильно, тим сильніше, чим більша концентрація розчинів та жорсткість ланцюгів полімерів. Вплив температури на аномалію в'язкості розчинів практично не помітний, якщо інтервал температур не більше 10...15°C. З ростом прикладеної до речовини напруги зсуву зменшується залежність в'язкості від молекулярної маси.

З великої кількості емпіричних рівнянь (Прандтля, Ейринга-Пауеля, Елиса, та ін.) в інженерній практиці для апроксимації кривої течії в області неньютонівської течії широко застосовують реологічне рівняння стану в формі степеневі залежності Оствальда, яке для простого зсуву в квазиньютонівському запису можна представити як:

$$\tau = \left| \frac{\partial U_x}{\partial y} \right|^{n-1}, \quad \frac{\partial U_x}{\partial y} = K(\bar{j})^{n-1}, \quad \bar{j} = \mu_{ef} \cdot \dot{\bar{j}}_{ef}, \quad (1)$$

де τ - напруга зсуву, н/м² (Па);

K - коефіцієнт консистентності, нс/м² (Па*с);

$\frac{\partial U_x}{\partial y}$ - швидкість зсуву, с⁻¹;

n - показник ступеня, який характеризує ступінь неньютонівської поведінки;

$n = 1$ - для ньютонівських рідин;

$n < 1$ - для псевдопластичних рідин;

$n > 1$ - для дилатантних рідин.

При дослідженні неньютонівських рідин виникають проблеми кількісної оцінки в'язкості, яка змінюється не тільки при зміні температури, але і градієнта швидкості. Це привело до поняття ефективної в'язкості:

$$\mu_{ef} = \frac{\tau}{j_{ef}} = K |j|^{n-1} \quad (2)$$

Тобто ефективна в'язкість кількісно дорівнює в'язкості умовної ньютонівської рідини, яка при даному градієнті швидкості зсуву на стінці вимірювального елемента мала ту ж саму напругу зсуву.

Коефіцієнт консистентності K є в'язкість в координатах $\ln \mu_{ef} = f \ln(j)$ при швидкості зсуву, рівній 1 c^{-1} , він може бути визначеним графічним шляхом з кривої течії або з відношення:

$$K = \frac{\tau}{j^n} \quad (3)$$

Показник степеня n визначається, як $1 - \text{tg}\alpha$, де α - кут нахилу кривої течії, до горизонталі в логарифмічних координатах (рис.2):

$$n = 1 - \text{tg}\alpha = 1 - \frac{\ln \mu_{ef1} - \ln \mu_{ef2}}{\ln \gamma_2 - \ln \gamma_1} \quad (4)$$

На рис.2 показано графічне визначення реологічних параметрів k і n . Більш точно реологічні параметри k та n можуть бути визначені по методу найменших квадратів на ЕОМ.

Температурна залежність між коефіцієнтами консистентності може бути записана у вигляді:

$$K_2 = K_1 e^{-\beta \frac{T_2 - T_1}{T_1}}, \quad (5)$$

де K_1 та K_2 - коефіцієнт консистентності при температурах відповідно T_1 та T_2 ; β - температурний коефіцієнт.

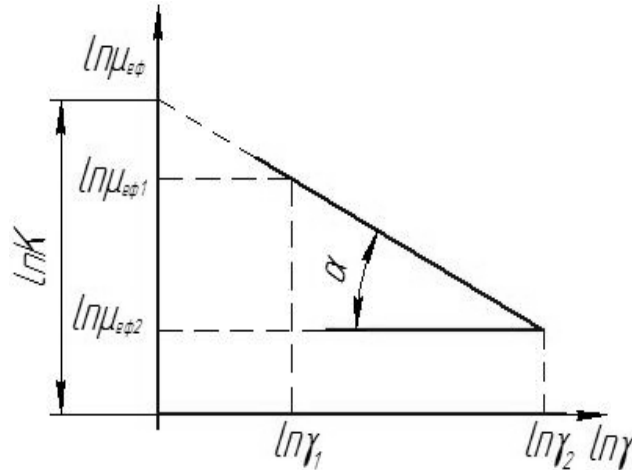


Рис.2. До визначення реологічних параметрів K та n

Для визначення чисельного значення β необхідно побудувати криві течії дослідного розчину полімеру при двох температурах T_1 та T_2 . Визначивши значення k_1 та k_2 з відношення (3) або графічним шляхом, можливо знайти β , прологарифмувавши рівняння (5):

$$\beta = - \frac{T_1 \lg \left(\frac{K_2}{K_1} \right)}{T_2 - T_1} \quad (6)$$

Залежність коефіцієнта консистентності K від температури T_1 та концентрації полімеру зручно виразити у вигляді

$$K = \frac{A_{\text{exp}} \left(b_0 c + \frac{E_0 + b_1 c}{RT} \right)}{j^{n-1}} \quad (7)$$

де коефіцієнти b_0, E_0, b_1 залежать від природи полімеру та розчинника. Для визначення коефіцієнтів b_0, E_0, b_1 потрібно проводити спеціальні дослідження.

3. ОПИС ДОСЛІДНОЇ УСТАНОВКИ

Реологічні характеристики розчинів полімерів досліджуються на ротаційному віскозиметрі типу РВ-8 у діапазоні швидкостей зсуву $j=2...300\text{с}^{-1}$. Принцип роботи ротаційного віскозиметра полягає в наступному. Між поверхнями двох циліндрів, які мають одну вісь обертання, з радіусами r_1 та r_2 заливають дослідний матеріал. Один з циліндрів приводиться в рух, при цьому матеріал деформується і виникає явище зсуву між шарами дослідної речовини. Якщо зазор між циліндрами $\delta \ll r_1$, в зазорі створюється поле напруги (а також швидкостей деформації), близьке до однорідного.

Технічна характеристика приладу РВ-8.

1. Розміри вимірювального елемента РВ-8, мм:

радіус внутрішнього циліндра $r_1=15,05$;

радіус зовнішнього циліндра $r_2=19,05$;

радіус шківів, на який намотана нитка, $R=22,35$.

2. Об'єм дослідного матеріалу між циліндрами - до 30 см^3 .

3. Діапазон вимірювання в'язкості $0,5...100\text{ Пас}$.

4. Діапазон робочих температур $293... 335\text{ К}$.

5. Потужність 500 Вт .

Живлення від мережі змінного струму 200 В частотою 50 Гц .

6. Маса -15 кг .

Принципова схема установки подана на рис.3.

Установка складається з таких вузлів: вузол вимірювання обертаючих моментів, який в свою чергу складається з внутрішнього циліндра 13, що

обертається, зовнішнього нерухомого циліндра 12, шків 7. Цей вузол служить одночасно також і для вимірювання швидкості обертання внутрішнього циліндра.

Для підтримки постійної температури дослідної речовини віскозиметр РВ-8 споряджений термостатом, який складається з корпусу 15, нагрівача 10, водяного теплообмінника 8 і мішалки 6. Мішалка має привід від електродвигуна 5 змінного струму потужністю 2 Вт. Мішалка служить для створення більш однорідного температурного поля в термостатуючій рідині. Теплообмінник в термостаті призначений для швидкого охолодження термостатуючої рідини;

блока автоматичного регулювання температури 11, який в комплексі з контактним термометром 9 служить для підтримки заданої температури дослідної рідини протягом роботи; прибори контролю температури дослідної речовини. Датчиками при контролі температури служить мідь - константантові термопари, холодний спай, який поміщається в посудина Д'юара 4. ТЕДС термопар скрізь розбірну муфту 3, багатопозиційний перемикач 2 поступає на вимірювальний прилад 1 типу ПП-63; вузла електроживлення блока автоматичного регулювання температури, електронагрівача термостата та електро двигуна, складеного з лабораторного трансформатора 14 типу ЛАТР.

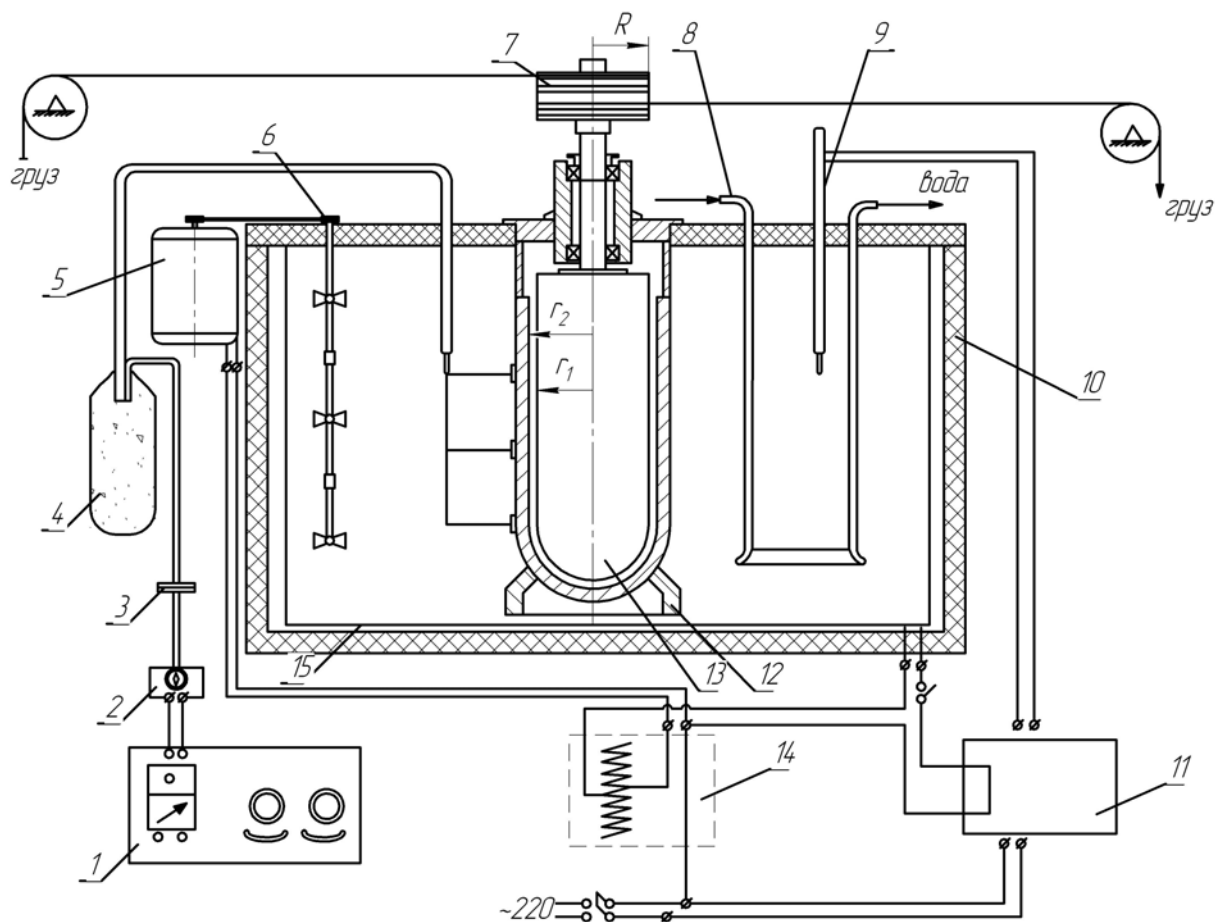


Рис.3. Принципова схема установки

- 1 – вимірювальний прилад; 2 – багатопозиційний перемикач;
 3 – муфта; 4 – посудина Д'юара; 5 – електродвигун; 6 – мішалка; 7 – шків;
 8 – водяний теплообмінник; 9 – контактний термометр; 10 – нагрівач;
 11 – блок автоматичного регулювання; 12 – зовнішній циліндр; 13 –
 внутрішній циліндр; 14 – лабораторний трансформатор; 15 – корпус.

4. ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ

1. Перед вмиканням перевірити наявність заземлення та рівень термостатуючої рідини.
2. Роботу проводити тільки за інструкцією.
3. При виконанні роботи бути уважними: деталі що знаходились у термостаті (рухомий та нерухомий циліндри), мають високу температуру. При очищенні циліндра від розчину полімеру їх необхідно брати ганчір'ям.

5. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ДОСЛІДІВ ТА ОСНОВНІ ВИМІРЮВАННЯ

До початку вимірювань віскозиметр встановити горизонтально по рівню за допомогою установчих гвинтів. Потім перевірити силу тертя $G_{тр}$ в підшипниках системи, що обертається та в роликах, тобто в підшипниках вузла вимірювання обертових моментів. Для цього потрібно зняти чашечки та до ниток підвісити по черзі грузи 0,5; 1; 1,5; 2 грами, поки не почне обертатися центральна вісь. Сила тертя в підшипниках повинна переборюватися моментом, який створює вантаж масою не більш двох грамів. Якщо сила тертя в підшипниках вища за допустиму, то підшипник вузла необхідно помити бензином та заново змастити, а потім відрегулювати притискною гайкою, після чого перевірити силу тертя. Зважити пусті чашки для різноваг, та записати масу $G_ч$ до таблиці.

Для завантаження дослідного матеріалу у нерухомий циліндр корпус підшипників разом з циліндром, що обертається, та кришкою підняти над термостатом і закріпити притискним гвинтом. У зовнішній нерухомий циліндр залити 4... 10 см дослідної речовини. Потім вставити його в корпус підшипників і встановити кришку на місце. Увімкнути

нагрівач термостата та привід мішалки. На контактному термометрі встановити необхідну температуру. Контроль за прогрівом матеріалу виконується за допомогою потенціометра ПП-6. Після того, як прогріється дослідний матеріал, виконати заміри.

На чашку встановити початковий вантаж G_r , відпустити гальмо та за допомогою секундоміра визначити час, за який циліндр, що обертається, робить 4...7 обертів. Для кожного вантажу виконати три повторні заміри. Потім встановити наступний вантаж. Заміри повторюються до тих пір, поки швидкість обертання циліндра не досягне $5...6 \text{ с}^{-1}$. Температуру розчину потрібно вимірювати через п'ять хвилин протягом усього досліду. Після закінчення досліду вимкнути нагрівач та привід мішалки. Підняти кришку

термостата і викрутити нерухомий циліндр з корпуса підшипників. По поділках на рухомому циліндрі визначити рівень h дослідної рідини в зазорі між вимірювальними циліндрами. Потім почистити циліндри від дослідної речовини та зібрати прилад у зворотній послідовності. Результати дослідів занести в табл.1.

Таблиця 1 - Результати вимірів

№ п/п	Концентрація розчину, мас. %	t_d , К	$2G_r$, кг	$2G_{ч}$, кг	$G_{тр}$, кг	G , кг	T , с	$T_{ср}$, с	N , об	$n = \frac{N}{T_{ср}}$, с^{-1}	h , м

6. ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДУ

Прилад РВ-8 є початковим віскозиметром, тобто він дає можливість визначити в'язкість та напругу зсуву в абсолютних одиницях, а не безпосередньо з розмірів приладу, і тому не потребує калібрування. В'язкість вираховується за такою формулою:

$$\mu = K_1 \frac{G_p}{n} \cdot 10^{-4} \text{ (нс/м}^2\text{;Па}\cdot\text{с)}, \quad (8)$$

де $G=2G+2G_{\text{ч}}-G_{\text{тр}}$:

G - маса грузів , кг;

$G_{\text{ч}}$ - маса чашок, кг;

$G_{\text{тр}}$ - сила тертя в підшипниках, кг;

n - частота обертання циліндра, с^{-1} ;

k_1 - константа, має таке значення:

$$k_1 = \frac{R \cdot g \cdot 10^{-2}}{8\pi^2 \left(\frac{hr_1^2 r_2^2}{(r_2^2 - r_1^2) 10^{-2}} + \frac{r_1^3 \cdot r_2^3}{r_2^3 - r_1^3} \right)}, \quad (9)$$

де R - радіус шківів, на який намотана нитка, м;

r_1 - радіус внутрішнього циліндра, м;

r_2 - радіус зовнішнього циліндра, м;

h - рівень дослідної речовини в зазорі між циліндрами, м;

g - прискорення сили тяжіння, м/с^2 .

При зміні рівня h в межах 0,04...0,10 м константа $k_1=0,61...0,28$.

Напруга зсуву розраховується за формулою:

$$\tau = k_2 P_p \cdot 10^{-1} \text{ (Н/м}^2\text{)}, \quad (10)$$

де k_2 - константа віскозиметра.

$$k_2 = \frac{R \cdot g \cdot 10^{-2}}{2\pi r_1^2 h + \frac{\pi r_1^3}{2}} \quad (11)$$

При зміні рівня h в межах 0,04...0,1 м константа $k_2 = 13...30,5$. Швидкість зсуву обчислюємо за формулою:

$$j = \frac{k_2}{r} n_{(c^{-1})} \quad (12)$$

Результати розрахунків заносимо до табл.2.

Таблиця 2 - Результати розрахунків

№ п/п	Концентрація розчину, мас. %	t_d ,	μ , Па·с	j , c^{-1}	τ , Н/м ²	$\lg \mu$	$\lg j$	$\lg \tau$

По результатах розрахунків будемо криві течії $\lg \mu_{ef} = f \lg(j)$ та $\lg j = f(\lg \tau)$ при різних температурах розчину полімеру.

Після цього показник степеня n визначається, як $1 - \text{tg} \alpha$, де $\text{tg} \alpha$ - тангенс кута нахилу прямої $\lg \mu_{ef} = f \lg(j)$ до осі ординат в логарифмічних координатах (приклад на рис.2), чи по залежності (4).

Коефіцієнт консистентності K можна знайти з графіка, скориставшись залежністю $\lg \mu_{ef} = f \lg(j)$, (приклад на рис. 2), чи визначити по залежності (3).

Визначити реологічні параметри K та n для різних температур можна також методом найменших квадратів.

З рівняння (6) визначаємо значення температурного коефіцієнта β .

Записуємо реологічні рівняння у вигляді:

$$\tau = K_1 \cdot (\gamma)^n \cdot e^{-\beta \frac{T-T_1}{T_1+273}}, \quad (13)$$

або:

$$\tau = K_2 \cdot (\gamma)^n \cdot e^{-\beta \frac{T-T_2}{T_2+273}}, \quad (14)$$

підставляючи отримані з досліду значення K та T . Проводимо аналіз отриманих результатів.

7. ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Проаналізуйте поняття неньютонівська рідина.
2. Обґрунтуйте методику визначення величини K .
3. Обґрунтуйте методику визначення величини n .
4. Проаналізуйте поняття «показник плинності розплаву».
5. Обґрунтуйте необхідність у ротаційному віскозиметрі термостатуючого пристрою.

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Теплофизические и реологические характеристики полимеров : справочник / под ред. Ю. С. Липатова. — К. : Наук. думка, 1977. — 244 с.
2. Пахаренко В. А. Наполненные термопласты : справочник / В. А. Пахаренко, В. Г. Зверлин, Е. М. Кириенко ; под общ. ред. акад. Ю. С. Липатова. — К. : Техніка, 1986. — 182 с.
3. Виноградов Г. В. Реология полимеров / Г. В. Виноградов, А. Я. Малкин. — М. : Химия, 1977. — 440 с.