Корреляция измерений динамической вязкости ПБВ на различных приборах (Brookfield, Rheolab QC, DSR Anton Paar)

«Газпромнефть – Битумные материалы»

Коротков Алексей Викторович
Казань, 2018

Актуальность работы

Цель работы

Подбор **оптимальных условий испытаний**, для обеспечения воспроизводимости **измерений динамической вязкости ПБВ.**

Учитываемые факторы

Важным фактором влияющим на получение достоверных результатов **является выбор измерительной системы и условия** проведения испытаний.

Для определения динамической вязкости необходимо выбрать измерительную систему и задать скорость вращения, так чтобы результат измерения входил в диапазон вязкости на выбранную измерительную систему и соответствовал крутящему моменту прибора

Принцип подбора

При работе с вязкими жидкостями подбирается маленький шпиндель и/или низкие скорости вращения. Если выбранный шпиндель/скорость вращения приводит к перегрузке, рекомендуется, уменьшить скорость или выбрать меньший шпиндель

Приборы для измерений динамической вязкости

RheolabQC

Измерительные системы RheolabQC

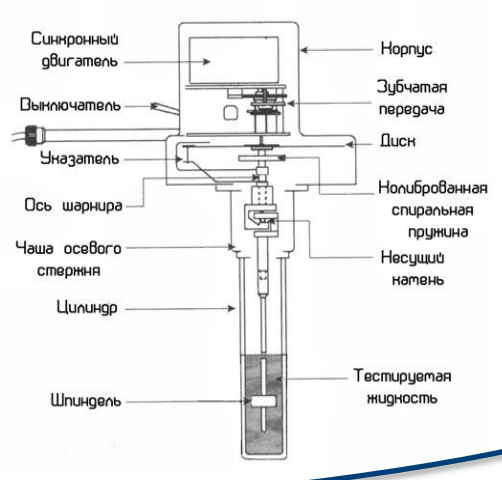
MSR Smart Pave 102

Измерительная система MSR Smart Pave 102

BROOKFIELD DV2TRV

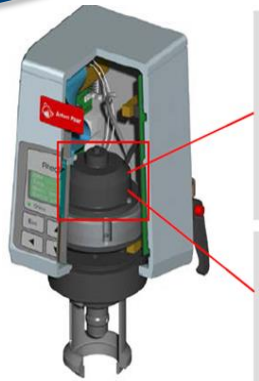
Измерительные системы BROOKFIELD DV2TRV

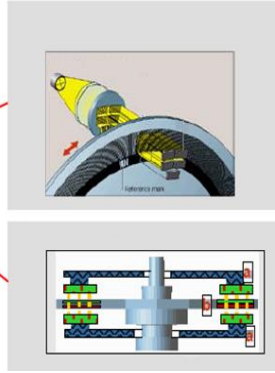
Принцип действия вискозиметров



Работа основана на измерении закручивания калиброванной пружины при вращении шпинделя

Работа основана на измерении крутящего момента, возникающего на оси ротора





Основные показатели используемого оборудования и рекомендации

	Размеры шпинделей	Диапазон измерения вязкости, Па·с	Диапазон скоростей сдвига	Крутящий момент	Температурный диапазон
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	SC4-21	**0,025-500**	0,1-200 об/мин	10-90%	-100 до 300°C
	SC4-27	0,125-2500			
	SC4-29	0,5-10000			
Реометр RheolabQC	CC10	≈1-100000	10^{-2} до 4000 c^{-1}	0,20-75 мН·м	-20 до 180°C
	CC17	≈0,3-50000			
	CC24	≈0,2-30000			
	CC27	**≈0,07-7000**			
	CC39	**≈0,02-3000**			
Реометр MSR Smart Pave 102	CC27	0,07-7000	10^{-7} до 3000 об/мин	0,000005-200 мН·м	-40 до 200°C

Согласно ГОСТ 33137-2014 для испытаний битумов при температурах:

1. **Ниже 100°C** допускается испытание системы обеспечение соотношений: $1,3 \geq \frac{R1}{R2} \geq 1,07$

   Зазор между валиком и конт. от 0,4 до 6 мм (▲)

2. **Выше 100°C** допускается применение конфигураций различных размеров, при условии что они подходят для измерения вязкости с необходимой скоростью сдвига или скоростью относительного вращения элементов конфигурации в диапазоне, соответствующем динамической вязкости образца.

Основные температуры	Битум 60°C	Технологическая 135°C	Рекомендации по уплотнению и перемешиванию а/б 160-180°C

Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV (Измерительные системы)

шпиндель **SC4-27**

$$R_1 = \frac{11,73}{2} = 5,87;\ R_2 = \frac{18,99}{2} = 9,50$$

R2/R1 = 1,62

▲= 3,6 мм

шпиндель **SC4-21**

$$R_1 = \frac{16,77}{2} = 8,39;\ R_2 = \frac{18,99}{2} = 9,50$$

R2/R1 =1,13

▲= 1,1 мм

шпиндель **SC4-29**

$$R_1 = \frac{7,63}{2} = 3,82;\ R_2 = \frac{18,99}{2} = 9,50$$

R2/R1 = 2,49

▲= 5,7 мм

1,3 ≥ R2/R1 ≥ 1,07

6,0 мм ≥ ▲ ≥ 0,4 мм

Реометр RheolabQC, Реометр MSR Smart Pave 102 (Измерительные системы)

шпиндель **CC27**

$R_1 = \frac{26,67}{2} = 13,34;\ R_2 = \frac{28,73}{2} = 14,34$

R2/R1 = 1,07

▲= 1,0 мм

шпиндель **CC24**

$R_1 = \frac{24,02}{2} = 12,01\ ;\ R_2 = \frac{28,73}{2} = 14,34$

R2/R1 = 1,19

▲= 2,3 мм

шпиндель **CC10**

$R_1 = \frac{9,88}{2} = 4,94\ ;\ R_2 = \frac{10,70}{2} = 5,35$

R2/R1 =1,08

▲= 0,4 мм

шпиндель **CC39**

$R_1 = \frac{38,73}{2} = 19,37;\ R_2 = \frac{41,52}{2} = 20,76$

R2/R1 = 1,07

▲= 1,4 мм

1,3 ≥ R2/R1 ≥ 1,07

6,0 мм ≥ ▲ ≥ 0,4 мм

Достоверность работы оборудования

ГСО НТ-30000

Для подтверждения корректности работы оборудования **проведены испытания ГСО** на используемых в работе измерительных системах

	Размер шпинделя	ГСО (T=149˚C, Ƞ=4,75 Па·с)	Крутящий момент
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	SC4-21	**4,75**/47,5	от 10 до 90 %
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	SC4-27	**4,66**/37,3	
Реометр RheolabQC	CC24	**4,93**/5,3	от 0,2 до 75мНм
Реометр RheolabQC	CC27	**4,66**/13,8	
Реометр MSR Smart Pave 102	CC27	**4,77/**14,2	

Примечание: Ƞ=4,75/47,5, где значение перед дробью (4,75) - динамическая вязкость, Па·с; после дроби (47,5) - крутящий момент, мН·м (реометры), % (Brookfield).

Подбор оптимальных условий испытания при 135˚С

	Скорость сдвига/ Размер шпинделя	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Вискозиметр BROOKFIELD	18,6 c^{-1}, SC4-21	1,62/64,8	1,07/42,8	1,62/64,7	1,20/47,9	1,40/56,0	2,31/69,8	1,14/45,7	1,80/72,0	1,25/49,9	1,91/76,3
	13,6 c^{-1}, SC4-27	1,66/26,5	1,08/17,2	1,60/25,6	1,32/21,1	1,36/21,7	2,36/37,9	1,18/18,8	1,82/29,0	1,31/20,9	1,95/31,2
Реометр RheolabQC	56 c^{-1}, CC27	1,64/4,9	1,07/3,2	1,59/4,7	1,20/3,6	1,35/4,0	2,19/6,5	1,11/3,3	1,78/5,3	1,27/3,8	1,89/5,6
	56 c^{-1}, CC24	**1,88/3,0**	1,20/2,0	**1,83/3,0**	**1,37/2,2**	1,51/2,4	2,57/4,2	**1,30/2,1**	**2,05/3,3**	**1,46/2,4**	**2,22/3,6**
Реометр MSR Smart Pave 102	56 c^{-1}, CC27	1,72/5,1	1,17/3,5	1,73/5,1	1,25/3,7	1,34/4,0	2,33/6,9	1,19/3,5	1,91/5,7	1,30/3,9	1,99/5,9

	Скорость сдвига/ Размер шпинделя	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Вискозиметр BROOKFIELD	18,6 c^{-1}, SC4-21	1,22/49,1	2,05/83,0	1,78/71,3	1,21/48,2	1,67/67,2	1,98/79,1	1,13/45,0	1,13/45,3	1,15/46,0	0,98/39,0
	13,6 c^{-1}, SC4-27	1,25/13,0	**2,34/18,7**	1,88/30,1	1,29/18,2	1,78/14,2	**1,90/15,2**	1,12/17,8	1,14/18,2	1,18/18,9	1,03/16,4
Реометр RheolabQC	56 c^{-1}, CC27	1,24/3,7	2,13/6,3	1,74/5,2	1,27/3,8	1,67/5,0	**1,88/5,6**	1,12/3,3	1,09/3,2	1,15/3,4	1,02/3,0
	56 c^{-1}, CC24	**1,45/2,3**	2,24/3,7	**2,06/3,3**	**1,76/3,1**	**1,95/3,2**	2,26/3,7	1,25/2,0	**1,25/2,0**	**1,35/2,2**	1,23/2,0
Реометр MSR Smart Pave 102	56 c^{-1}, CC27	1,23/3,7	2,23/6,6	1,91/5,7	1,37/4,1	1,80/5,4	2,27/6,7	1,19/3,5	1,11/3,3	1,24/3,7	1,08/3,2

Цветом выделены результаты динамической вязкости не укладывающиеся в воспроизводимость между приборами, согласно ГОСТ 33137-2014.

Оценка работы систем при 178˚С

	Скорость сдвига/ Размер шпинделя	1	2
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	17 $с^{-1}$; SC4-21	0,29/11,5	**0,19/7,7**
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	60,5 $с^{-1}$; SC4-21	0,29/37,2	0,19/25,1
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	93 $с^{-1}$; SC4-21	0,28/56,4	0,19/38,7
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	17 $с^{-1}$; SC4-27	**0,29/5,7**	**0,19/3,8**
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	68 $с^{-1}$; SC4-27	0,28/22,6	0,19/15,2
Реометр RheolabQC	17 $с^{-1}$; CC27	0,29/0,3	0,19/0,2
Реометр RheolabQC	56 $с^{-1}$; CC27	0,28/0,8	0,19/0,6
Реометр RheolabQC	100 $с^{-1}$; CC27	0,28/1,5	0,19/1,0
Реометр RheolabQC	17 $с^{-1}$; CC39	0,29/2,1	0,19/1,2
Реометр RheolabQC	56 $с^{-1}$; CC39	0,29/2,7	0,19/1,7
Реометр RheolabQC	100 $с^{-1}$; CC39	0,28/4,7	0,19/3,2
Реометр RheolabQC	56 $с^{-1}$; CC24	0,33/0,5	0,19/0,6
Реометр MSR Smart Pave 102	56 $с^{-1}$; CC27	0,32/0,9	0,21/0,6

При высоких температурах битумные вяжущие становятся ньютоновскими жидкостями, минимизируется влияние скорости сдвига. В виду этого, изменение скорости сдвига не влечет за собой существенных изменений значения динамической вязкости.

В ходе выбора обнаружилось, что существует несколько различных комбинаций измерительная система/скорость вращения, которые отвечают требованию попадания в диапазон отсчетов момента, в этом случае может быть использована любая из приемлемых комбинаций.

Результаты подбора оптимальных условий проведения испытаний при 135 °С

	Скорость сдвига/ Размер шпинделя
Вискозиметр BROOKFIELD DV2TRV	18,6 $с^{-1}$, SC4-21
Реометр RheolabQC	56 $с^{-1}$, CC27
Реометр MSR Smart Pave 102	56 $с^{-1}$, CC27

По результатам проведенной работы подобраны оптимальные условия для проведения испытаний динамической вязкости согласно ГОСТ 33137-2014, обеспечивающие нахождение полученных результатов в пределах воспроизводимости между приборами, что позволит гарантировать точность измерений и возможность взаимозаменяемости оборудования.

Выводы

1 Правильный выбор ИС и условия проведения испытаний может обеспечить получение корректных результатов измерений на различных приборах при температуре выше 135°С

2 Показатель динамической вязкости **может быть использован для** осуществления **входного и операционного** контроля ПБВ

3 Для обеспечения корректности испытаний **необходимо разработать методики испытаний** динамической вязкости с учетом **принципов работы** используемого оборудования

4 Требуется проведение работы по оценке влияния скорости сдвига на результат измерений динамической вязкости при температурах свыше 135°С