

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

# ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕКУЧЕСТИ С ПОМОЩЬЮ РОТАЦИОННОГО ВИСКОЗИМЕТРА

IS 4—03/201

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва



## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 193 «Кислоты жирные синтетические, высшие жирные спирты, поверхностно-активные вещества

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 19.05.93 № 144

3 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения аутентичного текста международного стандарта ИСО 6388—89 «Вещества поверхностно-активные. Определение характеристик текучести с помощью ротационного вискозиметра»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ****ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ**

Определение характеристик текучести  
с помощью ротационного вискозиметра

Surface active agents.  
Determination of flow properties using  
a rotational viscometer

Дата введения 1994—07—01

**1 НАЗНАЧЕНИЕ**

Настоящий стандарт описывает метод, характеризующий свойства текучести нетвердых поверхностно-активных веществ (ПАВ), либо одних, либо в виде смесей, а также продуктов, состоящих в основном из поверхностно-активных веществ, используя коаксиальный цилиндр, воронку и плоскость или двойную воронку, ротационный цилиндр и т. д.

**Примечание** — В реологическом поведении системы, содержащей ПАВ, часто наблюдаются аномалии. Это, главным образом, происходит из-за тенденции молекул ПАВ к ассоциации. Реологическое поведение в основном является функцией природы и концентрации ПАВ. Небольшие изменения температуры, концентрации неорганических солей, а также наличие других веществ могут повлиять на реологическое поведение ПАВ, даже иногда может измениться сам тип реологии. Метод, описанный в настоящем стандарте, учитывает все эти факторы. Что касается специальных ПАВ, то могут быть использованы и другие методы для определения. Для ньютоновских систем, например, можно использовать ГОСТ 33 и ГОСТ 10722, которые в данном случае являются наиболее точными.

**Издание официальное**

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 33—82. Нефтепродукты. Метод определения кинематической и расчет динамической вязкости

ГОСТ 2517—85. Нефтепродукты. Метод отбора проб

ГОСТ 10722—76. Каучуки и резиновые смеси. Метод определения вязкости и способности к преждевременной вулканизации

## 3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ

## 3.1 Общие сведения

Динамическая вязкость жидкости  $\eta$  в паскаль-секундах, находящейся между двумя параллельными плоскостями, одна из которых движется в своей собственной плоскости прямолинейно и равномерно относительно другой, определяется уравнением Ньютона

$$\eta = \frac{r}{D} \quad (1)$$

где  $r$  — напряжение сдвига;

$D$  — скорость сдвига, которую рассчитывают по уравнению:

$$D = \frac{dv}{dz} \quad (2)$$

где  $v$  — скорость сдвига одной плоскости относительно другой;  
 $z$  — координата, перпендикулярная к обеим плоскостям.

Примечание — Продукты, для которых вязкость является независимой от скорости сдвига, при которой проводят измерения, имеют ньютоновское поведение и называются «ньютоновскими». Другие — имеют неньютоновское поведение и называются «неньютоновскими».

Кажущаяся вязкость неньютоновского продукта представляет собой отношение полученного напряжения сдвига к применяемой скорости сдвига.

Значения кажущейся вязкости, функции скорости сдвига — зависят от термического и реологического гистерезиса образца в аппарате.

Размерность вязкости  $L^{-1}MT^{-1}$ , а в Международной системе единиц (СИ) — единица вязкости равна ньютон·секунда на квадратный метр ( $\text{н}\cdot\text{с}/\text{м}^2$ ) или паскаль-секунда ( $\text{Па}\cdot\text{с}$ )<sup>1)</sup>.

## 3.2 Реологическое явление (см. рисунки 1 и 2)

Примечание — Реологическое явление описано для определенного напряжения сдвига.

<sup>1)</sup>  $1 \text{ н}\cdot\text{с}/\text{м}^2 = 1 \text{ Па}\cdot\text{с} = 10^3 \text{ сП (сантипуаз)}$ ,

$1 \text{ м}\cdot\text{н}\cdot\text{с}/\text{м}^2 = 1 \text{ м Па}\cdot\text{с} = 1 \text{ сП (сантипуаз)}$ .

3.2.1 Псевдопластичность — это ослабление без гистерезиса кажущейся вязкости с повышением скорости сдвига при изотермических и обратимых условиях.

3.2.2 Дилатанция — это повышение кажущейся вязкости с повышением скорости сдвига при изотермических и обратимых условиях и без гистерезиса.

### 3.2.3 Вязкость в зависимости от времени

При обратимых и изотермических условиях наблюдается изменение кажущейся вязкости потока с постоянной скоростью сдвига.

3.2.3.1 Тиксотропия — снижение вязкости или консистенции во время сдвига при изотермических и обратимых условиях от вязкости или консистенции в состоянии покоя (сразу после начала сдвига) до конечного значения (в зависимости от скорости сдвига).

Когда наблюдается прерывность сдвига, то вязкость или консистенция в состоянии покоя должна быть повторно установлена в течение определенного времени, которое называется «временем восстановления тиксотропии».

3.2.3.2 Реопексия — явление, при котором время восстановления тиксотропии после прерывания относительно высокой скорости сдвига, уменьшается при использовании небольшой скорости сдвига.

3.2.3.3 Антитиксотропия — повышение вязкости или консистенции во время сдвига при изотермических и обратимых условиях от вязкости или консистенции в состоянии покоя (сразу же после начала сдвига) до конечного значения (в зависимости от скорости сдвига).

Когда сдвиг прерывается, вязкость в состоянии покоя должна быть повторно установлена в течение определенного времени, которое называется «временем восстановления тиксотропии».

3.2.3.4 Реологический гистерезис. Если скорость сдвига при изотермических и обратимых условиях возрастает линейно относительно времени от нуля до максимального значения (верхняя кривая) и затем снижается таким же образом (нижняя кривая), то скорость сдвига на диаграмме представляет собой петлю гистерезиса, которая используется для выявления и характеристики тиксотропии или антитиксотропии.

### 3.2.4. Пластичность

Пластичное вещество ведет себя как эластичное тело, если его подвергают напряжению до значения менее критического,  $\tau_0$  — «напряжение пластического течения». Выше этого предельного значения наблюдается обтекание тела. Когда функция  $D=f(\tau)$  ( $D$  — скорость сдвига) для  $\tau \geq \tau_0$  — представлена прямой линией, вещество называют пластичным веществом (телом) Бингхема).

#### 4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Свойства потока ньютоновского или неньютоновского опытного образца определяют с помощью стандартизованного ротационного вискозиметра<sup>1)</sup>, который позволяет одновременно установить скорость сдвига для ньютоновских продуктов, а также измерить различные видимые скорости сдвига, используемые в процессе определения для неньютоновских продуктов.

#### 5 ЭТАЛОННЫЕ ВЕЩЕСТВА

Ньютоновские жидкости должны быть использованы в качестве эталонных веществ.

#### 6 АППАРАТУРА

6.1 Вискозиметры с коаксиальными цилиндрами, конусом и пластинкой, двойным конусом или комбинация этих двух типов со следующими спецификациями.

6.1.1 Что касается вискозиметров с коаксиальными цилиндрами, наружный и внутренний диаметры цилиндров (статор и ротор)  $d_e$  и  $d_i$  соответственно должны быть такими, чтобы значение отношения  $d_e/d_i$  было как можно меньше и, предпочтительно, меньше или равно 1,10 и ни в коем случае не более 1,50.

Если отношение имеет значение более 1,10, то это должно быть указано в протоколе испытаний и, по возможности, должны быть сделаны поправки, которые также необходимо указать в протоколе испытаний<sup>2)</sup>.

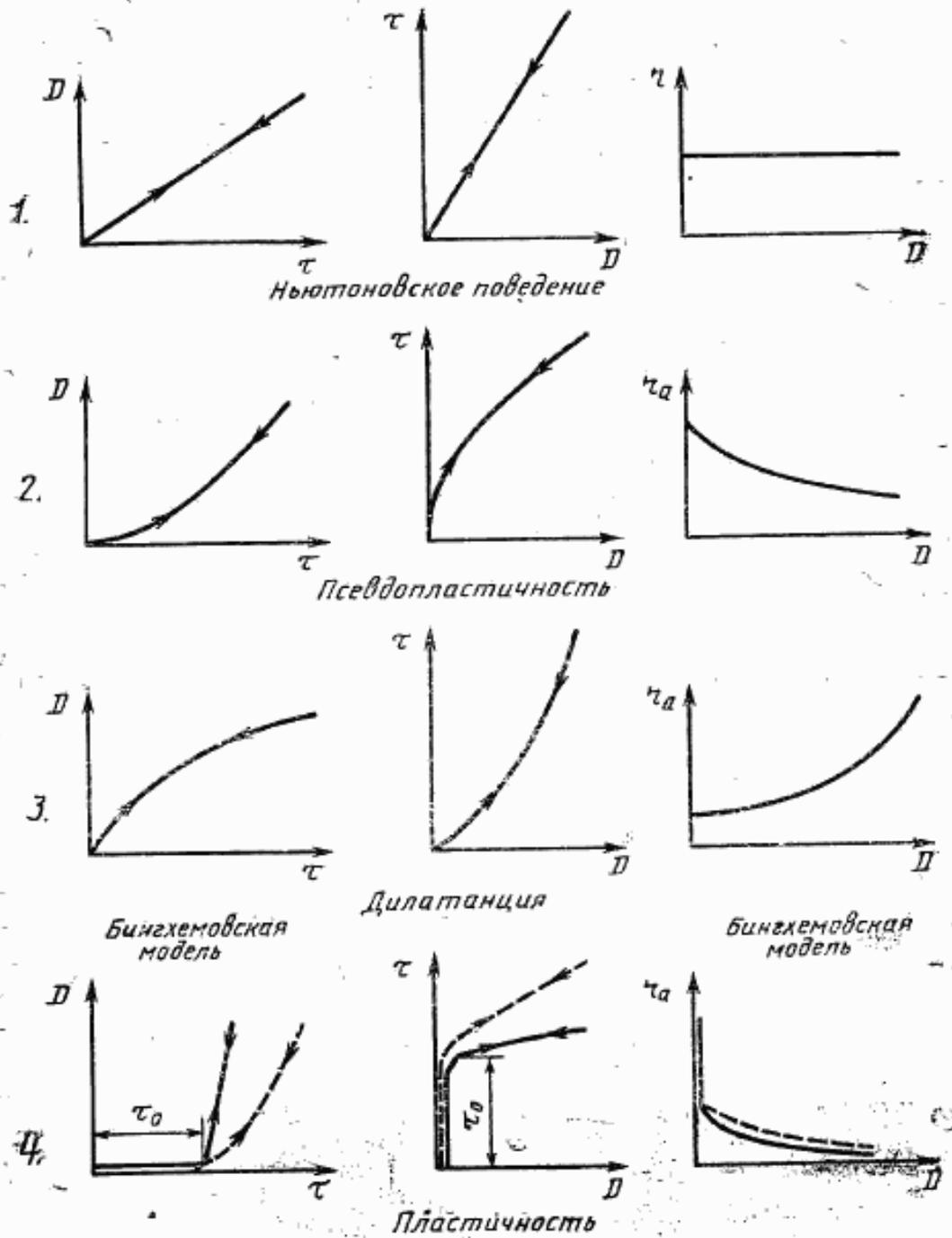
Кроме того, если в аппарат не входит геометрическое устройство (коническое основание и расположенное выше охрannое кольцо) для поправки краевого эффекта, то должно быть учтено дополнительное требование:

$$\frac{h_i}{d_i} \geq 1,5, \quad (3)$$

где  $h_i$  — высота внутреннего цилиндра.

<sup>1)</sup> Существуют два типа вискозиметров: один, когда напряжение сдвига определяется при постоянной скорости сдвига (постоянное число оборотов), в данном случае результаты определения представлены в виде графика  $\tau$  функции  $D$  (см. рисунки 1 и 2); другой — когда скорость сдвига определяют при постоянном напряжении сдвига, в данном случае результаты определения представлены в виде графика  $D$  функции  $\tau$  (см. рисунки 1 и 2). Наиболее часто применяется первый тип, и данный тип вискозиметра описан в настоящем стандарте.

<sup>2)</sup> Формулы поправки обычно указывают изготовители аппаратуры.



Примечание — Эти графики предназначены для более точного представления явления.

Рисунок 1 — Типичные графики текучести для систем при постоянном напряжении [ $D=f(\tau)$ ] и систем при постоянной скорости сдвига [ $\tau=f(D)$ ].

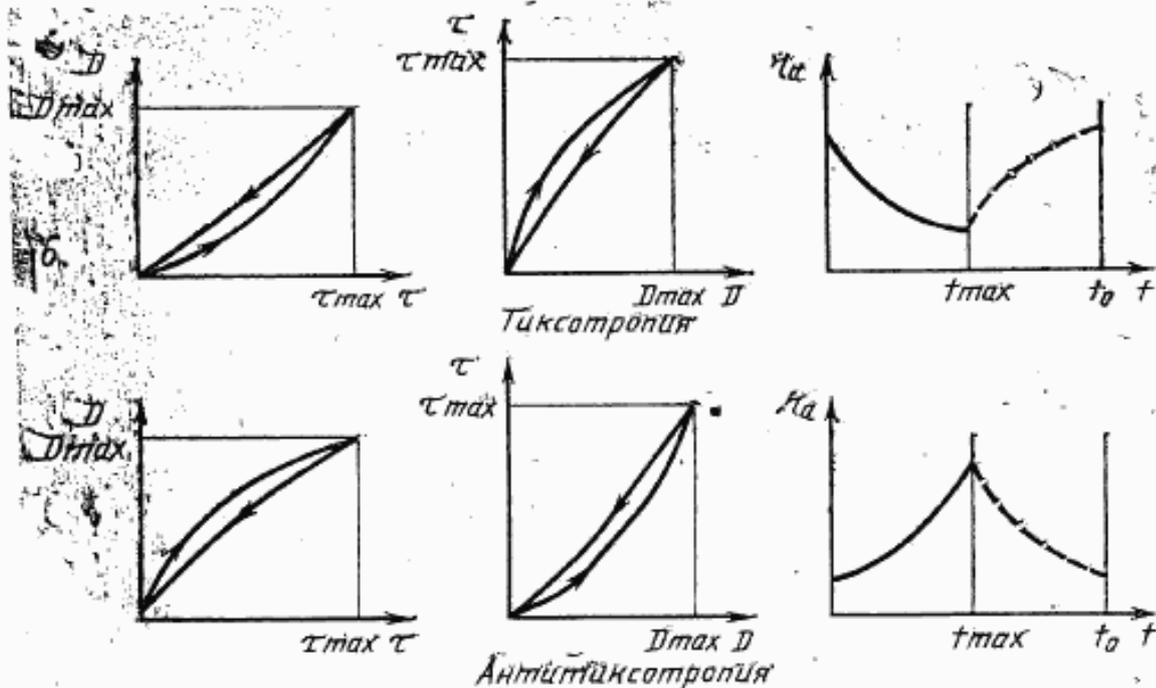


Рисунок 2 — Изображение кривой гистерезиса для продукта, на реологическое поведение которого сильно влияет длительность приложения сдвига.

Примечание — Эти графики предназначены для более точного представления явления.

6.1.2 Если речь идет о вискозиметрах с конусом и пластинкой или двойным конусом, то угол  $\alpha$ , образованный полученной линией конуса и пластинкой или полученными линиями двух конусов, должен быть как можно меньше и, предпочтительно, меньше или равен  $1^\circ$  и ни в коем случае ни больше  $4^\circ$ . Если же угол  $\alpha$  больше  $1^\circ$ , то это должно быть указано в протоколе испытаний, и по возможности, должны быть сделаны поправки, которые также должны быть указаны в протоколе испытаний<sup>1)</sup>.

6.1.3 Что касается вискозиметров, комбинирующих два предыдущих принципа, то должно быть учтено каждое из особенностей, если только одно из устройств не вносит очень малый вклад и что может рассматриваться, как поправка.

6.1.4 Прибор должен во всех случаях использовать различное число оборотов.

Точность его должна быть 2% от общего диапазона шкалы для измерения вязкости и для каждой комбинации ротора, статора и частоты вращения.

<sup>1)</sup> Формулы поправки обычно указывают изготовители аппаратуры.

Предельное значение вязкости и скорость сдвига, которую прибор может установить, должны соответствовать установленным.

Примечание — При использовании различных статоров, роторов и методик скорости вращения большая часть промышленных приборов позволяет определить вязкость в пределах, по крайней мере  $10^{-2}$  Па·с —  $10^3$  Па·с ( $10$  сПз —  $10^6$  сПз).

Скорости сдвига, полученные на различных приборах, сильно отличаются.

Установка и калибровка приборов обычно осуществляется предприятием-изготовителем.

Рекомендуется установку и калибровку приборов повторять время от времени, используя жидкости с известной вязкостью.

6.2 Вискозиметры с измерительными системами, не имеющие определенной геометрии (пластинки, Т-форма и т. д.).

6.3 Термостатически регулируемые бани, в которых исследуемый продукт доводится и поддерживается при температуре испытания (обычно  $23^\circ\text{C}$ ) с точностью до  $0,2^\circ\text{C}$ .

Допустимое отклонение  $\pm 0,2^\circ\text{C}$  применимо для температур в пределах  $0^\circ\text{C}$ — $50^\circ\text{C}$ . Однако для более точного измерения и в обычном диапазоне температур может потребоваться меньшее допустимое отклонение (например  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ).

Следует отметить, что в случае, когда скорость сдвига высока, процесс измерения сам вызывает нагрев образца, поэтому необходимо это учесть, применяя, например, коррекцию (часто указываемую изготовителем вискозиметра).

Примечание — Обычно применяемые в промышленности вискозиметры включают встроенное термостатическое устройство.

## 7 ОТБОР ОБРАЗЦА

Лабораторный образец поверхностно-активных веществ готовят и хранят в соответствии с требованиями ГОСТ 2517.

## 8 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

### 8.1 Образец для испытаний

Образец для испытаний осторожно отбирают из гомогенизированного лабораторного образца (раздел 7), проверяя при этом отсутствие пузырьков воздуха.

Примечания:

1 Когда имеют дело с продуктами, которые способны разделяться на две фазы в определенном диапазоне температур, определение необходимо проводить за пределами данного диапазона.

2 В случае применения других продуктов с изменяемыми свойствами в зависимости от времени следует убедиться, что процессы обработки (включая нагрев), которым подвергаются продукты, всегда идентичны и указаны в протоколе испытаний.

## 8.2 Определение

8.2.1 Образец для испытаний (8.1) помещают в термостатированный измерительный сосуд и устанавливают выбранную для определения температуру. Затем вставляют коаксиальный измерительный цилиндр или любое другое выбранное устройство в измерительный сосуд. Запускают прибор при постоянной частоте вращения и измеряют момент приложенной пары сил (вращающий момент).

На том же образце проводят несколько измерений и повторяют определения при различных скоростях сдвига вискозиметра.

8.2.2 Когда используют приборы с коаксиальными цилиндрами, радиальное распределение напряжения сдвига  $\tau_r$ , в пределах зазора между коаксиальными цилиндрами, вычисляют по формуле

$$\tau_r = \frac{T}{2\pi l} \times \frac{1}{r^2} \quad (4)$$

где  $T$  — момент приложения пары сил;

$l$  — длина промежутка между коаксиальными цилиндрами;

$r$  — радиус.

Напряжение сдвига на стенках внутреннего и наружного цилиндров  $\tau_i$  и  $\tau_e$  соответственно вычисляют по формулам:

$$\tau_i = \frac{2T}{\pi l} \times \frac{1}{d_i^2} \quad (5) \text{ и}$$

$$\tau_e = \frac{2T}{\pi l} \times \frac{1}{d_e^2} \quad (6)$$

где  $T$  и  $l$  — имеют такие же значения, как и в предыдущих измерениях;

$d_i$  — диаметр внутреннего цилиндра;

$d_e$  — диаметр наружного цилиндра.

### 8.2.2.1 Определение ньютоновских продуктов

Что касается измерений на ньютоновских продуктах, то скорость сдвига рассчитывают умножением частоты вращения цилиндра на коэффициент, значение которого устанавливается изготовителем прибора. В сущности рассчитывают скорость сдвига на стенке цилиндра, где также измеряют вращающий момент.

Теоретически скорость сдвига определяют по формулам:

$$D_i = \frac{4\pi n}{60} \times \frac{d_e^2}{d_e^2 - d_i^2}; \quad (7) \text{ и}$$

$$D_e = \frac{4\pi n}{60} \times \frac{d_i^2}{d_e^2 - d_i^2}, \quad (8)$$

где  $D_i$  и  $D_e$  — скорости сдвига в обратных секундах на внутреннем и наружном цилиндре, соответственно;

$n$  — частота вращения ротора в минуту;

$d_e$  и  $d_i$  — имеют такие значения, как и раньше.

Примечание — При использовании формул (7) и (8), не имеет значения, какой из двух цилиндров действительно вращается.

### 8.2.2.2 Измерения неньютоновских продуктов

В случае измерения на неньютоновских продуктах скорость сдвига на стенке движущейся части прибора не может быть рассчитана умножением частоты вращения цилиндра на коэффициент для ньютоновских тел.

В этом случае полученное значение соответствует «кажущейся скорости сдвига»,  $D_a$ .

Отношение между  $D_a$  и  $\tau_i$  или  $\tau_e$  — выражено кривой «кажущейся текучести» (или мобильности). Отношение  $\tau_i/D_a$  или  $\tau_e/D_a$  соответствует кажущейся вязкости.

Примечания:

1 Если отношение  $d_e/d_i$  — менее или равно 1,10, то для ньютоновских жидкостей различия между  $D_i$ ,  $D_e$  и  $D_a$  — незначительны. Вязкость  $\eta$  может быть рассмотрена как кажущаяся вязкость  $\eta_a$ , т. е. не наблюдается заметного различия между реологическим поведением и кажущейся реологической кривой.

2 В случае неньютоновской жидкости или, если отношение  $d_e/d_i$  — больше 1,10 для коаксиальной системы или даже намного больше в случае использования прибора неопределенной геометрии, то частота вращения ( $n$ ) ротора может быть использована вместо  $D_a$ . Сравнение этих кривых с кривыми  $D_a$  в качестве функции  $\tau_i$  или  $\tau_e$  не представляется возможным.

### 8.3 Калибровка

Применяют метод с эталонными веществами (раздел 5).

Измеряют вязкость каждого из этих веществ. Используют эталонное вещество для каждого прибора.

Кривую, представляющую  $D$ , как функцию  $\tau$ , обязательно проводят через начало отсчета. Для приборов с неопределенной геометрией кривая калибровки должна быть прямой линией, проходящей через начало отсчета, независимо от размерностей на координатных осях.

## 9 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1 Результаты предпочтительно должны быть даны в виде кривой потока  $D_a$  как функции  $\tau_i$  или  $\tau_e$  или в виде диаграммы или таблицы, представляющей кажущуюся вязкость  $\eta_a$  как функцию  $D$  или  $\tau$ .

9.2 Результаты, полученные с применением приборов неопределенной геометрии, обычно представляются в виде кривой со значениями по оси абсцисс и со значениями кажущейся вязкости, соответствующими частоте вращения  $n$  по оси ординат:

$$\frac{CT}{n} = \eta_a(n), \quad (9)$$

где  $T$  — момент пары сил (или любое другое значение, пропорциональное этому);

$n$  — частота вращения ротора;

$C$  — константа.

Константу калибровки  $C$  определяют заранее, измеряя  $\eta_a(n)$  для ньютоновского эталонного вещества известной вязкости  $\eta$ .

9.3 Когда определения проводят на пластичном теле, обычно устанавливают предел текучести  $\tau_0$ , если известно точное значение<sup>1)</sup>.

9.4 При определении гистерезиса на тиксотропных или анти-тиксотропных продуктах необходимо установить программу сдвига и способ работы с продуктом.

Примечание — Реологическая кривая и кажущаяся вязкость зависят также от геометрии используемого тела, имеет ли прибор определенную геометрию или нет. Кривые могут сравниваться с другими только в том случае, если они получены с применением одного и того же типа прибора.

Из-за сложности состава большое количество концентрированных растворов или паст дают неодинаковые результаты при каждом определении. На практике бывает трудно определить методы получения воспроизводимых образцов.

Таким образом, полученная информация относится только к аспектам кривых, которые могут быть нанесены на график и не представляется возможным сделать выводы относительно реологии данной системы.

Следует отметить, что на реологическое поведение большого числа ПАВ влияет присутствие небольшого количества примесей, электролитов, растворителей, гидрофобных агентов, а также колебания температур.

<sup>1)</sup> Большинство ротационных вискозиметров снабжены устройствами, которые позволяют точно определять предел текучести.

9.5. Точность полученных измерений, в частности, зависит от характеристик потока.

Кроме того, наблюдается воздействие образца, программы сдвига и используемой системы измерения. Поэтому в каждом конкретном случае должна быть указана требуемая точность.

#### 10 ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

а) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

б) ссылку на применяемый метод (ссылку на настоящий стандарт);

в) полученные результаты, а также единицы, в которых они выражаются;

г) условия испытания:

— данные о гомогенности образца;

— описание испытываемого образца и приготовление образца (особенно, когда влияние оказывает длительность наблюдения сдвига);

— температура испытания;

— система измерения с используемыми узлами, отношение диаметров цилиндров и величина зазора между ними;

— программа сдвига, количество положений переключателя, частота вращения, время, необходимое для измерения при каждом положении, общее время сдвига;

д) все операции, не предусмотренные настоящим стандартом или необязательные, а также все явления, которые могут повлиять на результаты.

УДК 661.185.001.4:006.354

Л29

Ключевые слова: поверхностно-активные вещества, вискозиметр, текучесть, вязкость, тиксотропия, реопексия, пластичность, гистерезис, дилатанция

ОКСТУ 2409

---