

ЛАБОРАТОРНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 532.135:681.128

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ИНТЕРПРЕТАЦИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
ВИСКОЗИМЕТРА BROOKFIELD DV3TLV: ПЕРЕСЧЕТ СКОРОСТИ
СДВИГА, ПОПРАВОЧНЫЕ КОЭФФИЦИЕНТЫ И ГРАНИЦЫ
ПРИМЕНИМОСТИ

©2026 г. А. Е. Васильев*, А. С. Бесов**, Д. О. Андреев***

Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева

Сибирского отделения Российской академии наук

Россия, 630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 15

**E-mail: vasiliev.a.e@hydro.nsc.ru*

***E-mail: besov.a.s@hydro.nsc.ru*

****E-mail: d.andreev1@g.nsu.ru*

Поступила в редакцию 05.05.2026

После доработки 09.07.2026

Принята к публикации 10.08.2026

Рассматривается практическое применение вискозиметра Brookfield DV3TLV для определения реологических характеристик различных типов жидкостей, установления диапазонов применимости входящих в комплектацию прибора измерительных систем и анализа достоверности получаемых с их помощью данных. Сравнение результатов измерений вискозиметра осуществляется с референсным реометром высокого класса MCR 302 австрийской фирмы Anton Paar. В исследование включены как ньютоновские (вода, глицерин), так и неньютоновские жидкости (гуаровые гели), демонстрирующие существенные различия в зависимости изменения вязкости от скорости сдвига. По результатам сравнения измерений на вискозиметре Brookfield DV3TLV и реометре MCR 302 рассчитаны эмпирические коэффициенты, связывающие частоту вращения шпинделя со скоростью сдвига с учетом геометрии измерительных систем. Анализ моментного критерия Рейнольдса показал повышенный вклад инерционных эффектов при измерении низковязких жидкостей на высоких скоростях сдвига. Предложенные подходы к интерпретации данных, полученных на приборе Brookfield, могут быть использованы для более точной оценки вязкости технологических жидкостей с определенной для каждой измерительной системы и режима ее работы точностью.

Ключевые слова: вискозиметр Brookfield DV3TLV, кажущаяся вязкость, скорость сдвига, коэффициент пересчета, калибровочный коэффициент, неньютоновские жидкости.

1. ВВЕДЕНИЕ

Точность и воспроизводимость измерений реологических характеристик технологических жидкостей требуется во многих отраслях промышленности. От этих параметров зависят стабильность и управляемость многих технологических процессов [1]. Одной из ключевых характеристик, измеряемых с помощью вискозиметров, является вязкость, а одним из самых распространенных приборов такого класса являются вискозиметры Brookfield, которые получили широкое распространение благодаря доступной цене, простоте эксплуатации и минимальным требованиям к квалификации персонала. Эти приборы широко используются в пищевой, фармацевтической, косметической, химической и нефтяной промышленности [2, 3], но есть вопросы к достоверности получаемых результатов и условиям (диапазонам) применимости набора измерительных систем, входящих в комплект поставки этих вискозиметров.

Вместе с тем вискозиметры Brookfield не позволяют измерять абсолютное значение сдвиговой вязкости. Вместо этого фиксируется величина “кажущейся вязкости” (или “вязкости по Брукфильду”) – условного параметра, рассчитываемого программным обеспечением прибора [1]. Это связано с отсутствием строгой аналитической зависимости между крутящим моментом и скоростью сдвига для модели DV3TLV. В статье [4] была выполнена значительная работа по созданию строгой аналитической модели для дисковых шпинделей вискозиметров Brookfield RV. Позднее в работе [5] были дополнительно рассмотрены сферические и цилиндрические измерительные системы, а также возможность использования модели диска нулевой толщины без учета сложной составной геометрии для дискообразных шпинделей. Используя локальную степенную аппроксимацию, авторы работы [5] получили хорошее совпадение для псевдопластичных жидкостей и жидкостей, поведение которых близко к ньютоновскому. Однако коэффициенты пересчета, которые вошли в официальную техническую документацию производителя и могли бы быть использованы инженерами при выполнении рутинных измерений, представлены далеко не для всех измерительных систем и типов жидкостей [6, 7].

Позднее в работе [6] была предпринята попытка упростить имеющиеся на тот момент методы и предложить инженерам удобный практический инструмент с использованием локальной степенной аппроксимации, поправочных коэффициентов и полуэмпирического подхода. Для вискозиметров серии LVT коэффициент пересчета частоты вращения в скорость сдвига особенно сильно зависел от показателя степени и выдавал наибольшую ошибку для ньютоновских жидкостей ($n = 1$) [7].

Известно, что геометрия используемых в вискозиметрах шпинделей (дисковые, стержневые, шаровые) не обеспечивает однородного сдвигового течения в измеряемом объеме

[1]. Данное обстоятельство ограничивает возможности прямой интерпретации получаемых с их использованием результатов, а в литературе ряд авторов подчеркивает необходимость введения поправок для повышения точности и воспроизводимости результатов измерений вязкости на этих приборах [8, 9]. Очевидно, что и измерительные системы вискозиметра Brookfield DV3TLV, такие как шпиндели LV1, LV2, LV3, LV4 и UL Adapter (ULA), создают неоднородное течение в образцах и могут выдавать некорректную информацию о реологических свойствах жидкости.

В настоящем исследовании рассматривается методика интерпретации результатов измерений, полученных на вискозиметре Brookfield DV3TLV. Выпускаются и другие модификации данного прибора с различными конструктивными особенностями, но выбор модели DV3TLV обусловлен ее универсальностью, распространенностью, относительно низкой стоимостью и удобством использования при проведении потоковых измерений.

Регистрируемое прибором значение вязкости в большой степени определяется конфигурацией и геометрией измерительной системы, температурой, объемом и глубиной погружения шпинделя, что приводит к искажению информации о реальных реологических характеристиках исследуемой жидкости, а перечисленные выше причины затрудняют сопоставление полученных на вискозиметре результатов с данными реометров более высокого класса [8–10]. Однако высококласные реометры не могут получить столь широкого распространения из-за высокой стоимости и необходимости привлечения высококвалифицированного персонала, поэтому расширение возможностей вискозиметров типа Brookfield DV3TLV за счет разработки методик корректной интерпретации их показаний представляет собой практически значимую альтернативу.

Многие исследователи предпринимали попытки усовершенствовать измерительные системы Brookfield, вывести поправочные коэффициенты и разработать методы пересчета кажущейся вязкости в абсолютные значения [11–13]. Например, предпринимались попытки использования специальных систем “чаша–шпиндель” и проводились исследования по определению вязкоупругих характеристик образцов жидкостей на основании полученных данных [13]. В результате было показано [11], что при правильном выборе измерительной системы, температуры и способа подготовки образца вискозиметр Brookfield обеспечивает достаточную повторяемость и воспроизводимость измерений вязкости тиксотропных жидкостей. Последнее недоступно для стандартных методов с традиционными измерительными системами [11]. Так, в работе [11] было предложено использование чаши “Сир 1” с реометром Brookfield YR-I для измерения вязкоупругих свойств жидкостей и были разработаны рекомендации по выбору метода пересчета скорости вращения шпинделя в скорость сдвига при использовании измерительной системы “чаша–шпиндель”. Применение разработанной в работе

[11] методики позволило получать результаты, совпадающие с данными более дорогих высокоточных реометров с погрешностью не более 10% [13]. Кроме того, как показано в работе [12], для материалов с выраженными упругими свойствами и сложным поведением структуры жидкости при различных скоростях сдвига надежная оценка реологических параметров возможна только в режимах контролируемой деформации. Такой режим нереализуем при использовании модели DV3TLV, а измерение свойств вязкоупругих жидкостей методически нецелесообразно без дополнительных ограничений и проверок [12].

Вместе с тем в литературе недостаточно широко представлены результаты систематических исследований вязкостных характеристик с использованием различных моделей вискозиметров Brookfield и исследования с их помощью различных типов технологических жидкостей. Последнее затрудняет выработку универсальных рекомендаций по применению вискозиметров Brookfield и вызывает сомнения по поводу корректности результатов проводимых с их помощью измерений. К тому же не всегда представляется возможным модифицировать штатные измерительные системы, что ограничивает круг решаемых задач и, соответственно, количество испытательных лабораторий, использующих вискозиметры Brookfield.

Кроме того, при интерпретации полученных с помощью вискозиметров Brookfield данных дополнительную сложность представляет необходимость каждый раз определять и учитывать режим течения жидкости. Для этого используется число Рейнольдса Re – безразмерный критерий, позволяющий оценить вклад инерционных эффектов [1]. Повышенные значения числа Рейнольдса свидетельствуют о возможной турбулизации потока в зоне работы измерительных систем, что потенциально обуславливают расхождения между результатами, полученными на вискозиметре Brookfield, и на реометрах более высокого класса. Учет подобных инерционных эффектов необходим для правильной интерпретации реологических данных, полученных на вискозиметре Brookfield, что и было реализовано в ходе выполнения настоящей работы.

2. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1. Материалы и жидкости.

В работе исследовались жидкости ньютоновского и неньютоновского типов. К первому типу относились дистиллированная вода и раствор глицерина в воде с концентрациями 97.7%, 92.5% и 50%, применявшиеся в качестве жидкостей с известными реологическими характеристиками. В качестве неньютоновских образцов использовались растворы гуаровой камеди марки WGA NG-1 с концентрациями 2.4 и 3.6 кг/м³ (линейные гели) и сшитый гель на основе гуаровой камеди с концентрацией 2.4 кг/м³. Растворы гуаровой камеди готовились

путем постепенного внесения порошка загустителя на свал воронки, формирующейся при вращении лопастей лабораторного миксера в стакане с дистиллированной водой. Перемешивание проводилось при комнатной температуре (25 ± 1 °C) до полного растворения частиц и исчезновения агломератов, на что требовалось около 10 мин. Скорость вращения миксера составляла 1500 об/мин. Затем гель отстаивался в течение 30 мин до полного растворения частиц гуаровой камеди. Далее при перемешивании геля на скорости 1500 об/мин шприцом вносился жидкий сшиватель BCF-9, после чего гель отстаивался еще в течение часа для гарантированного завершения процесса сшивки.

2.2. Приборы

Реологические характеристики жидкостей определялись с использованием приборов двух типов: ротационного вискозиметра Brookfield DV3TLV и реометра Anton Paar MCR 302. Вискозиметр был оснащен шпинделями типов LV1–LV4, а также UL Adapter, предназначенным для измерения низковязких жидкостей и в режиме термостатирования. Геометрические параметры штатных шпинделей Brookfield представлены в табл. 1–3. Измерения проводились с установленной защитной рамкой (guard leg) типа B-20Y, что соответствовало стандартной конфигурации измерительной системы типа LV, рекомендованной производителем. Эта рамка ограничивает зону измерения и снижает влияние инерционных эффектов и геометрии сосуда на результаты измерений. Кроме того, в документации для данной модели вискозиметра различные коэффициенты и иные параметры часто даны для прикрепленной рамки, поэтому для простоты использования результатов настоящей работы авторы придерживались аналогичной практики. Объем образца жидкости, тестируемого при использовании шпинделей LV, каждый раз составлял максимально возможные для стакана с термостатируемой рубашкой 600 мл. Глубина погружения шпинделя определялась по риску на стержне в соответствии с технической документацией производителя, что обеспечивало постоянство влияния свободной границы на результат измерений. Для ULA фиксированный объем жидкости составлял 16 мл в соответствии с инструкцией, требующей полного заполнения измерительной камеры, что обеспечивало постоянство влияния геометрии на результаты измерений [2, 3].

Таблица 1. Геометрические параметры измерительных систем LV1 и LV4 вискозиметра Brookfield

Шпиндель	Диаметр цилиндра, м	Эффективная длина, м	Диаметр стержня, м	Высота шпинделя до риски, м
LV1 (№61)	0.018842	0.07493	0.0032	0.08097
LV4 (№64)	0.003176	0.03396	0.0032	—

Примечание: эффективная длина включает поправку на концевой эффект и должна использоваться в уравнениях при расчетах. Здесь и далее в табл. 2, 3 использованы данные из работы [3]

Таблица 2. Геометрические параметры измерительных систем LV2 и LV3 вискозиметра Brookfield

Шпиндель	Диаметр диска, м	Высота диска, м	Диаметр стержня, м	Высота шпинделя до риски, м
LV2 (№62)	0.01872	0.02540	0.0032	0.05000
LV3 (№63)	0.01260	0.02560	0.0032	0.05000

Таблица 3. Геометрические параметры измерительной системы ULA вискозиметра Brookfield

Шпиндель	Внутренний диаметр камеры, м	Эффективная длина шпинделя, м	Диаметр цилиндра, м	Высота камеры, м
UL Adapter	0.02762	0.09239	0.02513	0.09074

Примечание: эффективная длина включает поправку на концевой эффект и должна использоваться в уравнениях при расчетах

Погрешность измерения вискозиметра составляла $\pm 1\%$ от полной шкалы диапазона вязкости, определяемой для каждой выбранной комбинации скорости вращения и типа шпинделя, которая автоматически рассчитывается программным обеспечением (ассигнатура = η/Torque). Повторяемость измерений составляла $\pm 0.2\%$ от полной шкалы диапазона вязкости, а момент вращения регистрировался с дискретностью, равной 0.1% [2, 3]. Повторяемость значений вязкости внутри серии измерений при заданной скорости вращения шпинделя не превышала 1% . Полная межсерийная воспроизводимость, включающая повторное приготовление образцов, смену оператора и независимые повторные дни измерений, не оценивалась и, вероятно, должна быть предметом отдельного метрологического исследования.

Для термостатирования образцов жидкости совместно с измерительными системами серии LV использовался “Стакан 600 мл с термостатируемой рубашкой и отводами Эскиз 2-1233-05” производства ПАО “Химлаборприбор”. Температура образцов для вискозиметра поддерживалась с использованием внешнего циркуляционного жидкостного криотермостата серии LOIP FT-211-25 на дистиллированной воде с погрешностью ± 0.1 °C. Температурный контроль осуществлялся на протяжении всего эксперимента встроенной термопарой PT1000 с точностью ± 1 °C и дополнительно перед проведением измерения цифровым термометром Hanna Instruments Checktemp HI 98501 с погрешностью ± 0.2 °C.

Реометр Anton Paar MCR 302 использовался для получения калибровочных кривых вязкости в режиме контроля скорости сдвига в диапазоне от 0.01 до 1000 с^{-1} . В работе применялась измерительная система CC27, представляющая собой концентрический цилиндр в цилиндре с диаметром боба 27 мм , где размер зазор между внутренней поверхностью стакана и бобом составляет 1.13 мм . Погрешность измерения крутящего момента реометра составляла $\pm 0.1 \text{ нН}\cdot\text{м}$. Температурный режим контролировался штатной системой термостабилизации реометра C-PTD200 на элементах Пельтье с точностью ± 0.1 °C.

2.3. Методика измерений

Измерения вязкости на вискозиметре Brookfield DV3TLV проводились при комнатной температуре и при $T = 20, 30, 70$ °C в диапазоне скоростей вращения шпинделей от 0.01 до 250 об/мин. Регистрировались показания крутящего момента (Torque, %), скорости вращения шпинделя, кажущейся вязкости (вязкости по Брукфильду) и температуры. Скорость сдвига рассчитывалась с использованием коэффициентов, представленных производителем для шпинделей LV1, LV4 и UL Adapter, а для шпинделей LV2 и LV3 на основе экспериментально определенных коэффициентов.

В программном обеспечении вискозиметра задавался единый сценарий проведения измерений. В начале осуществлялось вращение шпинделя на минимальной для данного теста скорости в течение 120 с, что снижало влияние температурного градиента на результаты измерений и приводило в движение весь объем жидкости в сосуде, после чего фиксировалась первая точка измерения вязкости. Затем для получения данных о вязкости образца при каждой скорости вращения шпинделя задавался интервал длительностью 300 с, разделенный на пять равных отрезков по 60 с, в конце которых регистрировались значения вязкости образца. Результатом измерения при заданной скорости вращения шпинделя являлось среднее значение, рассчитанное программным обеспечением вискозиметра по этим пяти последовательным точкам. Такой подход использовался для снижения влияния кратковременных флуктуаций сигнала и повышения повторяемости измерений внутри одной серии.

Для оценки инструментальной неопределенности использовались значения погрешности (ассигасу), автоматически рассчитываемые программным обеспечением Brookfield DV3TLV для конкретной комбинации измерительной системы, скорости вращения и диапазона измерений. Данные значения учитывали особенности используемой конфигурации прибора и соответствовали рекомендациям производителя [2, 3].

На реометре Anton Paar MCR 302 измерения динамической вязкости и контроль скорости сдвига осуществлялись автоматически с использованием встроенного программного обеспечения RheoCompass.

Для сравнения результатов, полученных на Brookfield и Anton Paar, подбирались максимально близкие значения скорости сдвига для каждой экспериментальной точки. В случае различий между скоростями сдвига, возникающими ввиду того, что на вискозиметре Brookfield скорость вращения ротора задается в об/мин, полученные результаты измерений на заданном интервале сравнения интерполировались кубическим сплайном, что позволило построить сопоставимые кривые вязкости и провести оценку отклонений.

2.4. Методика расчета скорости сдвига и коэффициентов пересчета для шпинделей LV2 и LV3

Для корректной интерпретации данных, получаемых на вискозиметре Brookfield DV3TLV, необходимо переводить частоту вращения шпинделя (об/мин) в скорость сдвига $\dot{\gamma}$ (с^{-1}) с учетом геометрии конкретного шпинделя.

Шпиндели типов LV2 и LV3 представляют собой тела вращения, состоящие из трех коаксиальных участков – цилиндрического утолщения в форме диска, цилиндрического вала с креплением к вискозиметру и стержня, расположенного под диском (рис. 1). Как уже было отмечено в работах [4, 5], различные участки шпинделя вносят неравные вклады в общий момент вращения и создают неоднородное поле скорости. Таким образом, скорость сдвига не является однозначной локальной величиной, что осложняет ее вычисление и интерпретацию показаний вискозиметра. Настоящая работа построена на эффективной приближенной модели и упрощенной геометрической модели первоначально сложно устроенных составных шпинделей LV2 и LV3.

Рис. 1. Схематичное изображение шпинделей LV2, LV3 [2].

Вискозиметр Brookfield DV3TLV регистрирует крутящий момент в процентах от полной шкалы прибора (Torque). Для дальнейших расчетов необходимо привести это значение к реальным физическим единицам ($\text{мН}\cdot\text{м}$), после чего связать полученный момент с напряжением сдвига на поверхности шпинделя и далее с величиной скорости сдвига. Для вискозиметра Brookfield необходимо учитывать рекомендации по выбору диапазона допустимого крутящего момента (Torque), так как надежными считаются измерения в пределах от 10% до 90% от максимального значения.

Формальный критерий стационарности для сшитого гуарового геля в настоящей работе не вводился. Точки с явно нестационарным поведением или отсутствием выхода графика вязкости на условное плато для вывода калибровочных коэффициентов не использовались. Нестационарное поведение вязкоупругих жидкостей, сопровождавшееся колебаниями значений вязкости, часто сопровождалось выходом значений Torque за границу в 90%.

Полный крутящий момент $T_{\text{full scale}}$ составляет $0.06737 \text{ мН}\cdot\text{м}$, а значение действующего крутящего момента шпинделя, которое следует считать приближенным и усредненным по всей поверхности шпинделя, вычислялось по формуле

$$T_{\text{LV}} = \frac{T_{\text{full scale}} \cdot \text{Torque}}{100\%}.$$

Каждый шпиндель LV2 и LV3 состоит из трех коаксиальных цилиндрических участков: вала (v), стержня (s) и диска (d) (табл. 4). Для расчетов использовались только боковые

поверхности данных участков, а влияние торцевых поверхностей в данной работе не учитывалось.

Таблица 4. Размеры шпинделей LV2 и LV3, переведенные в СИ

Параметр	LV2 (№62)	LV3 (№63)
Радиус вала r_v , м	0.00160	0.00160
Высота вала h_v , м	0.02460	0.02440
Радиус стержня r_s , м	0.00160	0.00160
Высота стержня h_s , м	0.01854	0.02382
Радиус диска r_d , м	0.00936	0.0063
Высота диска h_d , м	0.00686	0.00178

Геометрический коэффициент, называемый константой напряжения сдвига, связывающий измеряемый крутящий момент с напряжением сдвига, возникающим на поверхности шпинделя, рассчитывался по формуле [2, 3]

$$K_{\tau} = 2\pi(r_v^2 h_v + r_s^2 h_s + r_d^2 h_d).$$

Подстановка значений радиуса и высоты боковых поверхностей участков шпинделей LV2 и LV3 дает $K_{\tau(LV2)} = 4.470 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$ и $K_{\tau(LV3)} = 1.220 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$ соответственно (табл. 4).

Таким образом, можно определить эффективное напряжение сдвига, возникающее на боковых поверхностях шпинделя, по формуле

$$\tau_{\text{eff}} = \frac{T_{LV}}{K_{\tau}}.$$

Используя эффективное напряжение сдвига и значения кажущейся вязкости по Брукфильду (η_B), измеряемые прибором, можно вычислить эффективную скорость сдвига:

$$\dot{\gamma}_{\text{eff}} = \frac{\tau_{\text{eff}}}{\eta_B}.$$

Далее, используя эффективную скорость сдвига и частоту вращения шпинделя N [об/мин], можно определить эффективный операционный коэффициент для каждого измерения:

$$k_i = \frac{\dot{\gamma}_{\text{eff},i}}{N}.$$

Используя достаточную выборку значений коэффициента k_i , полученного при измерении вязкости различных типов жидкостей и при варьируемых условиях измерений, можно получить и оценить эффективный переводной коэффициент для расчета скорости сдвига из задаваемой частоты вращения шпинделя k как среднее k_i .

Для увеличения размера выборки для расчета значений коэффициента k_i использовалось большее число результатов экспериментов, чем приведено на иллюстрациях и при расчетах

калибровочных коэффициентов – это дополнительные измерения уже упомянутых жидкостей и раствора полиакриламида (ПАА) с концентрацией 6 кг/м³ марки РТ GPS производителя ООО “НИКА-ПЕТРОТЭК”.

Оценка однородности значений коэффициента k проводилась путем вычисления стандартного отклонения выборки по формуле

$$s_k = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (k_i - \bar{k})^2},$$

где $\bar{k}$ – среднее значение по всем измерениям в рамках настоящей работы.

В табл. 5, 6 приведены расчетные значения коэффициента k , связывающего частоту вращения шпинделя с эффективной скоростью сдвига, для каждого теста отдельно и в совокупности по каждому шпинделю. Коэффициенты демонстрируют устойчивость к изменению условий проведения измерений. Как следует из данных, стандартное отклонение s для большинства жидкостей не превышает 0.0005 (в относительных единицах), что соответствует относительной погрешности менее 0.1%.

Для шпинделя LV2 все рассчитанные значения k_i сосредоточены в узком диапазоне от 0.5002 до 0.5024. Даже в случае гуарового геля с концентрацией 2.4 кг/м³, обладающего более выраженной псевдопластичностью, отклонение остается в пределах допустимого и не превышает 0.001, что указывает на устойчивость коэффициента для исследованного набора жидкостей (табл. 5).

Таблица 5. Рассчитанный переводной коэффициент k для шпинделя LV2

Жидкость	Среднее k	$s(k)$	i
Глицерин, 92.5% (25.7 °C)	0.500218	0.000266	10
Глицерин, 92.5% (20 °C)	0.500547	0.000278	12
Линейный гуар NG-1, 2.4 кг/м ³ (28.7 °C)	0.500744	0.001016	8
Линейный гуар NG-1, 3.6 кг/м ³ (27.5 °C)	0.500218	0.000266	10
Линейный гуар NG-1, 2.4 кг/м ³ (20 °C)	0.501812	0.000883	6
Линейный гуар NG-1, 2.4 кг/м ³ (30 °C)	0.502557	0.000603	7
Линейный гуар NG-1, 3.6 кг/м ³ (20 °C)	0.502342	0.000307	9
Линейный гуар NG-1, 3.6 кг/м ³ (30 °C)	0.502387	0.000500	8
Сшитый гуар NG-1, 2.4 кг/м ³ (70 °C)	0.502430	0.000065	5
Итоговое	0.50124	0.00085	75

Для шпинделя LV3 диапазон средних значений шире (от 0.46006 до 0.46409), что объясняется большей чувствительностью результатов к температуре ввиду присутствия в выборке температурных тестов, а также особенностями измерений при более высоких значениях вязкости и скорости сдвига. Наибольшее значение $s(k)$ зафиксировано при

тестировании раствора ПАА после его прокачки через пропантную пачку, что может быть связано с нестабильностью структуры раствора или локальной деградацией полимера. Однако даже в этом случае коэффициент остается вблизи общего среднего ($k_i = 0.46207$), что указывает на его воспроизводимость (табл. 6).

Таблица 6. Рассчитанный переводной коэффициент k для шпинделя LV3

Жидкость	Среднее k	$s(k)$	i
Глицерин, 92.5 % при 26 °C	0.460200	0.000260	9
Глицерин, 92.5 % при 20 °C	0.460070	0.000340	17
Линейный гуар NG-1, 3.6 кг/м ³ (27.1 °C)	0.460051	0.000038	4
Линейный гуар NG-1, 3.6 кг/м ³ (20 °C)	0.460074	0.000842	7
Линейный гуар NG-1, 3.6 кг/м ³ (30 °C)	0.460520	0.000500	5
Сшитый гуар NG-1, 2.4 кг/м ³ (20 °C)	0.460233	0.000217	10
Сшитый гуар NG-1, 2.4 кг/м ³ (70 °C)	0.460162	0.000172	3
ПАА, 6 кг/м ³ , 70 °C (1-й тест)	0.46006	0.00004	4
ПАА, 6 кг/м ³ , 70 °C (2-й тест)	0.46409	0.00430	20
ПАА, 6 кг/м ³ , 70 °C (3-й тест)	0.46220	0.00236	20
Итоговое	0.46019	0.00120	99

Таким образом, полученные значения k_{LV2} и k_{LV3} могут быть использованы при соблюдении условий, аналогичных условиям в проведенных экспериментах (низкий диапазон крутящих моментов, отсутствие значительной нестабильности структуры жидкости во времени, наличие защитной рамки) и не должны рассматриваться как универсальная замена процедуре из работы [7] для произвольных неньютоновских жидкостей. Среднее значение k для LV2 составляет $0.50124 \pm 0.00085 \text{ с}^{-1} \cdot \text{об}^{-1}$, а для LV3 равно $0.46019 \pm 0.00120 \text{ с}^{-1} \cdot \text{об}^{-1}$.

Эти результаты использовались при построении обобщенных кривых вязкости, полученных на вискозиметре Brookfield DV3TLV, в едином масштабе скоростей сдвига по формуле [3]

$$\dot{\gamma}_{\text{eff}} = k N.$$

Для шпинделей UL Adapter, LV1 и LV4 расчетные эмпирические поправки совпали с представленными в технической документации коэффициентами [2, 3].

2.5. Оценка инерционного вклада

Для оценки влияния инерционных эффектов на результаты измерения вязкости для каждой измерительной системы рассчитывался модифицированный критерий Рейнольдса на основании крутящего момента, согласованный с геометрией вискозиметра. Такой подход позволил исключить использование кажущейся вязкости по Брукфильду при оценке инерционного вклада и тем самым избежать циклической зависимости между рассчитываемым критерием и величиной, корректность которой оценивается. Расчет оставался не зависимым от

производных реологических параметров, таких как эффективная скорость сдвига и кажущаяся вязкость, и выражался только через первичные параметры эксперимента (момент, геометрию, скорость вращения, плотность). Моментная форма критерия была получена из стандартного выражения для вращательного числа Рейнольдса в коаксиальном зазоре путем исключения вязкости через уравнение вязкого момента. Для цилиндрической геометрии

$$Re = \frac{\rho \omega (r_o^2 - r_i^2)}{2\eta},$$

а момент определяется формулой

$$T = \frac{4\pi \eta \omega h r_i^2 r_o^2}{r_o^2 - r_i^2}.$$

Подстановка в формулу значения вязкости η , выраженной через момент, приводит к следующему выражению:

$$Re_T = \frac{\rho \omega^2 K_{geom}}{T_{LV}},$$

где ρ [кг/м³] – плотность жидкости, ω [рад/с] – угловая скорость (вычисляется как $2\pi N/60$, где N [об/мин] – частота вращения шпинделя), r_o [м] – радиус внешнего цилиндра (сосуда), K_{geom} [м⁵] – геометрическая константа шпинделя.

Для шпинделей LV2 и LV3, чтобы учесть вклад в Re_T от каждой боковой поверхности, введена геометрическая константа K_{geom} , вычисляемая как сумма вкладов каждого участка:

$$K_{geom} = 2\pi r_o^2 (r_v^2 h_v + r_s^2 h_s + r_d^2 h_d).$$

В данной постановке явно учитывался вклад только от цилиндрических боковых участков шпинделя. Торцевые поверхности дисковой части, взаимодействие торцевого и бокового течений, влияние защитной рамки, дна сосуда и свободной поверхности жидкости не учитывались. Для шпинделей LV1, LV4 и ULA выражение для K_{geom} учитывало только один компонент боковой поверхности. В качестве высоты цилиндра требовалось использовать эффективную высоту, которая содержала поправку на концевые эффекты и применялась в инженерных моделях эквивалентного цилиндра [3]. Для составных шпинделей LV2 и LV3 значение эффективной длины отсутствовало, а поправка вклада от торцевых участков частично учитывалась через эмпирический характер измеренного крутящего момента.

Для результатов измерения, полученных при помощи системы CC27 на реометре Anton Paar, оценка вклада инерционных эффектов проводилась через скорость сдвига и вязкость:

$$Re = \frac{\rho \dot{\gamma} d^2}{\eta}.$$

Значение $Re_T = 1$ рассматривалось как граница, выше которой вклад инерционных эффектов в связь между крутящим моментом, вязким сопротивлением и эффективной скоростью сдвига считался значительным. Высокие значения Re_T указывают на необходимость более осторожной интерпретации данных, особенно для низковязких жидкостей и высоких скоростей вращения ротора.

2.6. Калибровочный коэффициент

Для повышения достоверности интерпретации результатов Brookfield DV3TLV проводилась эмпирическая калибровка кажущейся вязкости Brookfield относительно референсных значений, полученных на реометре Anton Paar MCR 302, а для дистиллированной воды – относительно литературных значения вязкости при соответствующей температуре. Такая калибровка необходима, поскольку показания Brookfield зависят не только от вязкости исследуемой жидкости, но и от геометрии измерительной системы, скорости вращения шпинделя, диапазона крутящего момента, возможного вклада инерционных эффектов и особенностей формирования течения около шпинделя.

Для каждой точки измерения рассчитывался точечный калибровочный коэффициент при определенной скорости сдвига:

$$k_{\text{corr},i} = \frac{\eta_{\text{ref},i}}{\eta_{\text{B},i}},$$

где i – номер точки измерения при совпадающей (или приведенной) скорости сдвига, $\eta_{\text{ref},i}$ – референсная динамическая вязкость, определенная на реометре Anton Paar MCR 302 или взятая из литературных данных, $\eta_{\text{B},i}$ – кажущаяся вязкость, измеренная на вискозиметре Brookfield.

В качестве базового приближения для каждой измерительной системы и жидкости рассчитывался средний калибровочный коэффициент как среднее арифметическое по всем точечным коэффициентам. Соответствующая скорректированная вязкость Brookfield определялась следующим образом:

$$\eta_{\text{B corr},i} = \bar{k}_{\text{corr}} \eta_{\text{B},i}.$$

Однако использование одного скалярного коэффициента не учитывает возможную зависимость расхождения между Brookfield и референсным реометром от скорости сдвига. Поэтому дополнительно рассматривалась степенная калибровочная функция

$$k_{\text{corr}}(\dot{\gamma}) = A \dot{\gamma}^b,$$

где A и b – эмпирические параметры, определяемые по экспериментальным данным методом линейной регрессии в логарифмических координатах:

$$\ln k_{\text{corr},i} = \ln A + b \ln \dot{\gamma}.$$

После определения параметров A и b скорректированная вязкость Brookfield рассчитывалась по выражению

$$\eta_{B \text{ corr},i} = \eta_{B,i} A \dot{\gamma}_i^b.$$

Такой подход позволил учитывать не только систематический сдвиг данных Brookfield относительно референсного реометра, но и изменение этого сдвига при изменении скорости сдвига.

Для оценки возможной связи между изменением k_{corr} и ростом инерционного вклада в измеренный крутящий момент дополнительно анализировалась зависимость точечного калибровочного коэффициента от моментного критерия Re_T :

$$k_{\text{corr}}(Re_T) = A_R (1 + Re_T)^c,$$

где A_R и c – эмпирические параметры регрессии, полученные аналогично параметрам A и b .

Использование выражения $1+Re_T$ позволило корректно обрабатывать как области малых значений $Re_T < 1$, так и области повышенного вклада инерционных эффектов.

Для количественной оценки разброса точечных калибровочных коэффициентов рассчитывались стандартное отклонение (аналогично коэффициенту k) и относительное стандартное отклонение

$$RSD_{k_{\text{corr}}} = \frac{s_{k_{\text{corr}}}}{\bar{k}_{\text{corr}}} \cdot 100\%,$$

где $s_{k_{\text{corr}}}$ – стандартное отклонение значений k_{corr} , а $RSD_{k_{\text{corr}}}$ – относительное стандартное отклонение, которое характеризует относительную неоднородность калибровочного коэффициента в пределах выбранной жидкости и измерительной системы.

Для оценки качества калибровки рассчитывались остатки до и после коррекции. Абсолютный остаток до коррекции определялся следующим образом:

$$e_{B,i} = \eta_{B,i} - \eta_{\text{ref},i},$$

остаток после коррекции:

$$e_{B \text{ corr},i} = \eta_{B \text{ corr},i} - \eta_{\text{ref},i}.$$

Чтобы иметь возможность комплексно оценить остатки до и после коррекции, а также разные варианты калибровки, мы использовали следующие метрики:

$$MAPE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left| \frac{e_i}{\eta_{\text{ref},i}} \right| \cdot 100\%,$$

$$\delta_{\text{max}} = \max \left| \frac{e_i}{\eta_{\text{ref},i}} \right| \cdot 100\%,$$

где MAPE [%] – средняя абсолютная ошибка, δ_{max} [%] – максимальное относительное отклонение.

Эти параметры рассчитывались как для исходных значений Brookfield, так и для значений после применения калибровочных коэффициентов. Низкое значение MAPE при повышенном $\delta_{\max}$ рассматривалось как признак того, что калибровочная функция в среднем описывает данные удовлетворительно, но отдельные точки требуют осторожной интерпретации. Поскольку калибровочные функции рассчитывались по тем же данным, по которым затем оценивалось снижение расхождения с Anton Paar MCR 302, полученные значения MAPE и $\delta_{\max}$ характеризуют качество эмпирической аппроксимации внутри исследованного набора данных.

Если скорости сдвига Brookfield и Anton Paar не совпадали, то референсные значения вязкости приводились к скоростям сдвига Brookfield путем интерполяции кривой Anton Paar внутри экспериментального диапазона методом кубического сплайна. Экстраполяция за пределы измеренного диапазона не использовалась. Интерполяция имела значение и при построении степенной калибровочной функции, поскольку точечный коэффициент $k_{\text{corr},i}$ рассчитывался как отношение $\eta_{\text{ref},i}/\eta_{\text{B},i}$ при одних и тех же значениях скоростей сдвига. Поскольку интерполяция выполнялась между соседними экспериментальными точками Anton Paar с существенно меньшим шагом по скорости сдвига по сравнению с Brookfield, ее влияние рассматривалось как дополнительный, но ограниченный источник неопределенности сопоставления без количественной оценки.

Полученные зависимости рассматривались как эмпирические калибровочные функции, применимые только в пределах комбинации исследованных диапазонов скоростей сдвига, крутящего момента, геометрии измерительной системы и типа жидкости. Они не являются универсальным пересчетом кажущейся вязкости Brookfield в абсолютную вязкость, а характеризуют согласование конкретной измерительной процедуры Brookfield DV3TLV с референсными данными Anton Paar MCR 302. Можно предположить их применимость для тех же типов жидкостей, которые были рассмотрены в настоящей работе, но данное утверждение требует дополнительной проверки.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

3. 1. Сравнение результатов измерения ньютоновских жидкостей

3.1.1. Результаты тестирования 92.5-процентного раствора глицерина. Измерения 92.5-процентного раствора глицерина на системах ULA и LV1–LV4 проводились при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (рис. 2). В совокупности измерительные системы позволили перекрыть диапазон эффективных скоростей сдвига от 0.22 до 103.5 c^{-1} . При этом между верхней границей диапазона LV1 и

началом диапазона LV2 имеется интервал от 1.1 до 2.5 с⁻¹, который не был перекрыт из-за ограничения доступного диапазона крутящего момента вискозиметра.

Рис. 2. Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для 92.5-процентного раствора глицерина при 20 °C

Исходные данные имели систематическое смещение относительно референсной кривой реометра, однако характер этого смещения зависел от измерительной системы. Наиболее близкие к референсным значениям до коррекции были получены для ULA и LV3, величина *MAPE* составила соответственно 4.32% и 3.84%. Для LV1, LV2 и LV4 исходное расхождение было выше и составило 18.81%, 8.99% и 28.34% соответственно (табл. 7, 8).

Таблица 7. Сравнение расчетных параметров калибровки кривых вязкости

Жидкость	Сис-тема	<i>i</i>	Re _T min–max	$\bar{k}_{\text{сог}}$	<i>S</i> _{сог}	RSD _{сог}	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>A_R</i>	<i>c</i>
Глицерин, 92.5%	ULA	4	0.0018– 0.0037	1.04513	0.00583	0.558%	1.05038	0.01838	1.02488	6.8288
	LV1	7	0.0232– 0.1131	0.84171	0.00179	0.212%	0.84122	–0.00097	0.8433	–0.03001
	LV2	12	0.0630– 0.6606	0.91749	0.00319	0.348%	0.92551	–0.00403	0.92154	–0.01772
	LV3	17	0.4096– 3.5271	1.03989	0.00106	0.102%	1.04325	–0.00093	1.04139	–0.00176
	LV4	5	4.2305– 6.3641	0.78071	0.03956	5.068%	1.64665	–0.20484	1.34693	–0.30556
Глицерин, 50%	ULA	11	2.892– 21.838	1.12576	0.02829	2.513%	1.26328	–0.03272	1.22187	–0.03678
Вода	ULA	3(10)*	94.839– 124.720	0.92026	0.0049	0.533%	1.07324	–0.03444	1.0932	–1.46143
Гуар, 2.4 кг/м ³ , 20 °C	ULA	6	0.0418– 0.7788	0.96376	0.01216	1.262%	0.93207	0.01487	0.96672	0.01095
	LV1	6	2.1009– 30.3671	0.71733	0.02469	3.442%	0.77119	–0.03361	0.76958	–0.02713
	LV2	6	5.4438– 31.2919	0.51442	0.04888	9.502%	0.9391	–0.15809	0.78235	–0.17318
Гуар, 2.4 кг/м ³ , 30 °C	ULA	8	0.0581– 1.8581	1.02281	0.02142	2.094%	1.01183	0.00526	0.97333	0.00001
	LV1	7	2.9333– 57.3921	0.72732	0.03172	4.362%	0.79659	–0.04541	0.83304	–0.0571
	LV2	6	7.1249– 36.7464	0.50788	0.06128	12.065 %	1.09206	–0.20137	0.89335	–0.21431
Гуар, 3.6 кг/м ³ , 20 °C	ULA	5	0.0053– 0.0497	1.10032	0.02992	2.719%	1.11752	–0.03066	1.12263	–1.00521
	LV1	6	0.0683– 1.1402	0.67186	0.01069	1.591%	0.67638	–0.01322	0.67516	–0.02076
	LV2	9	0.1720– 15.3266	0.49154	0.01875	3.815%	0.55559	–0.03816	0.51826	–0.03058
	LV3	7	0.7614– 15.3905	0.43939	0.00173	0.394%	0.44229	–0.00172	0.43819	0.01435
Гуар, 3.6 кг/м ³ ,	ULA	6	0.0062– 0.0770	1.0073	0.01231	1.222%	1.01249	–0.01009	1.00769	–0.18319

Жидкость	Сис- тема	i	Re_T min–max	$\bar{k}_{\text{сорт}}$	$S_{k\text{сорт}}$	$RSD_{k\text{сорт}}$	A	B	A_R	c
30 °C	LV1	6	0.1762– 2.6235	0.71394	0.00894	1.252%	0.71997	–0.01038	0.71891	–0.0076
	LV2	8	0.4566– 17.6189	0.51452	0.02733	5.311%	0.61259	–0.05445	0.54383	–0.04137
	LV3	5	4.6231– 17.8161	0.44735	0.00143	0.319%	0.4337	0.0075	0.41092	0.04269
Сшитый гуар, 2.4 кг/м ³ + BCF–9, 70 °C	ULA	3	0.00494– 0.01701	1.01672	0.04822	4.743%	1.03134	–0.07498	1.10749	–7.93145
	LV1	4	0.18773– 1.07479	1.04295	0.01519	1.456%	1.04631	–0.01588	0.82026	0.91905
	LV2	3	0.42977– 1.24870	3.25022	0.84595	26.027 %	9.42523	–0.4158	5.83357	–1.02127
	LV3	3	0.69420– 1.29310	1.56907	0.82923	52.849 %	22.1198	–0.84861	10.8854	–3.08091
	LV4	4	1.08397– 4.39640	0.56357	0.16435	29.162 %	1.36127	–0.26712	0.68492	–0.18884
Сшитый гуар, 2.4 кг/м ³ + BCF–9, 20 °C	LV3	6	0.000005– 0.000538	0.44969	0.10466	23.275 %	0.44856	0.02551	0.4545	–179.427
	LV4	5	0.000032– 0.002479	0.58855	0.14524	24.678 %	0.53868	–0.04744	0.62817	–126.212

Примечание: звездочкой отмечены расчеты для первых трех точек измерений при $73.38 < \gamma' < 97.84 \text{ c}^{-1}$

Таблица 8. Сравнение средней абсолютной процентной ошибки (MAPE) и максимального относительного отклонения ($\delta_{\max}$) после использования различных методов калибровки

Жидкость	Система	Модель	MAPE	$\delta_{\max}$
Глицерин, 92.5%	ULA	До коррекции	4.316%	4.796%
		$\bar{k}_{\text{corr}}^*$	0.454%	0.784%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')$	0.01%	0.016%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.041%	0.085%
	LV1	До коррекции	18.807%	19.238%
		$\bar{k}_{\text{corr}}^*$	0.181%	0.364%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')$	0.173%	0.296%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.16%	0.257%
	LV2	До коррекции	8.994%	9.302%
		$\bar{k}_{\text{corr}}^*$	0.284%	0.693%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')$	0.111%	0.188%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.179%	0.363%
	LV3	До коррекции	3.836%	4.013%
		$\bar{k}_{\text{corr}}^*$	0.079%	0.191%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')$	0.07%	0.138%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.067%	0.139%
	LV4	До коррекции	28.337%	35.679%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	4.308%	5.927%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')^*$	0.501%	1.006%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.66%	1.326%
Глицерин, 50%	ULA	До коррекции	11.122%	15.065%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	2.042%	4.3835%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')^*$	0.641%	1.167%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.7%	1.28%
Вода ($i = 3$)	ULA	До коррекции	8.667%	9%
		$\bar{k}_{\text{corr}}^*$	0.41%	0.612%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')$	0.083%	0.125%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.078%	0.118%
Гуар, 2.4 кг/м ³ , 20 °C	ULA	До коррекции	3.773%	5.707%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	0.926%	1.876%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')^*$	0.666%	0.906%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.781%	2.172%
	LV1	До коррекции	39.545%	46.833%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	2.721%	5.328%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')^*$	1.13%	2.676%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.441%	0.855%
	LV2	До коррекции	95.59%	115.875%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	6.751%	11.051%
		$k_{\text{corr}}(\gamma')^*$	0.851%	1.27%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.801%	1.375%

Жидкость	Система	Модель	MAPE	$\delta_{\max}$
Гуар, 2.4 кг/м ³ , 30 °C	ULA	До коррекции	2.197%	5.423%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	1.555%	3.266%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	1.428%	2.975%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.718%	2.67%
	LV1	До коррекции	37.704%	46.605%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	3.191%	6.628%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.564%	1.094%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.808%	1.85%
	LV2	До коррекции	98.854%	124.694%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	8.418%	14.118%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.753%	1.125%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.418%	0.855%
Гуар, 3.6 кг/м ³ , 20 °C	ULA	До коррекции	9.068%	12.467%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	1.898%	3.686%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.917%	1.845%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.769%	1.659%
	LV1	До коррекции	48.869%	50.784%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	1.149%	2.261%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.844%	1.699%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.671%	1.968%
	LV2	До коррекции	103.675%	110.667%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	3.067%	5.313%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.834%	1.311%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	2.536%	5.191%
	LV3	До коррекции	127.593%	128.595%
		$\bar{k}_{\text{corr}}^*$	0.293%	0.441%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.289%	0.638%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	1.905%	3.08%
Гуар, 3.6 кг/м ³ , 30 °C	ULA	До коррекции	0.985%	2.326%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	0.851%	1.614%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.664%	1.321%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.665%	1.909%
	LV1	До коррекции	40.085%	41.851%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	1.063%	1.566%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.57%	1.268%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	0.965%	1.619%
	LV2	До коррекции	94.786%	105.595%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	4.212%	7.005%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.746%	1.119%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	1.622%	3.128%
	LV3	До коррекции	123.542%	124.047%
		$\bar{k}_{\text{corr}}^*$	0.226%	0.426%
		$k_{\text{corr}}(\gamma^*)$	0.221%	0.717%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	1.715%	2.731%

Жидкость	Система	Модель	MAPE	$\delta_{\max}$
Сшитый гуар, 2.4 кг/м ³ + BCF-9, 70 °C	ULA	До коррекции	3.278%	8.22%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	3.89%	6.685%
		$k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})^*$	1.237%	1.978%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	2.108%	3.201%
	LV1	До коррекции	4.103%	5.867%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	1.006%	1.824%
		$k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})^*$	0.906%	1.8%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	9.138%	18.11%
	LV2	До коррекции	67.506%	73.346%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	23.027%	42.96%
		$k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})^*$	10.682%	15.05%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	12.635%	17.573%
	LV3	До коррекции	31.575%	59.949%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	43.744%	74.319%
		$k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})^*$	6.163%	9.561%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	14.712%	23.948%
Сшитый гуар, 2.4 кг/м ³ + BCF-9, 20 °C	LV3	До коррекции	87.468%	136.062%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	20.415%	33.038%
		$k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})^*$	16.078%	35.858%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	18.967%	37.861%
	LV4	До коррекции	133.5%	219.49%
		$\bar{k}_{\text{corr}}$	20.63%	43.67%
		$k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})^*$	20.32%	37.6%
		$k_{\text{corr}}(\text{Re}_T)$	18.924%	43.871%

Примечание: звездочкой отмечена модель калибровки, использованная для построения графиков зависимости k_{corr} и вязкости от скорости сдвига после коррекции калибровочным коэффициентом

Для ULA, LV1, LV2 и LV3 точечные калибровочные коэффициенты характеризовались низким разбросом $\text{RSD}_{k_{\text{corr}}}$, который составил 0.56%, 0.21%, 0.35% и 0.10% соответственно. Поэтому для указанных измерительных систем скалярная калибровка по $\bar{k}_{\text{corr}}$ оказалась достаточной. После ее применения величина MAPE снизилась до 0.45% для ULA, до 0.18% для LV1, до 0.28% для LV2 и до 0.08% для LV3. Дополнительная степенная аппроксимация $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ давала лишь умеренное улучшение для LV2 и LV3 и практически не меняла интерпретацию, поскольку показатели степени b были близки к нулю (табл. 7, 8).

Для LV4 наблюдался иной характер расхождения. При $\text{Re}_T = 4.23\text{--}6.36$ точечный коэффициент $k_{\text{corr},i}$ снижался с 0.815 до 0.737 с ростом скорости сдвига, а $\text{RSD}_{k_{\text{corr}}}$ достигал 5.07%. Использование $\bar{k}_{\text{corr}}$ уменьшало величину MAPE с 28.34% до 4.31%, однако не устраняло систематический тренд снижения коэффициента с ростом скорости сдвига. Степенная

калибровочная функция $k_{\text{сог}}(\dot{\gamma})$ снижала значение MAPE до 0.50%, а δ_{max} – до 1.01%. Следовательно, для LV4 в данном диапазоне измерений расхождение Brookfield с референсными данными имеет выраженную зависимость от скорости сдвига (табл. 7, 8).

Анализ величины δ_{max} показал, что для ULA и LV1–LV3 калибровка не только снижала среднюю ошибку, но и устраняла локальные отклонения. Максимальное относительное отклонение после коррекции не превышало 0.7% при использовании среднего коэффициента, оно было еще ниже при применении $k_{\text{сог}}(\dot{\gamma})$. Для LV4 степенная функция снижала величину δ_{max} до 1.01%, тогда как при использовании среднего $k_{\text{сог}}$ максимальное отклонение составляло 5.93% (табл. 8).

Анализ Re_T показал, что для ULA, LV1 и LV2 значения оставались меньше единицы, тогда как для LV3 они достигали 3.53, но при этом $k_{\text{сог},i}$ оставался практически постоянным. Поэтому превышение $Re_T = 1$ само по себе не являлось основанием для исключения точек из анализа. Однако для LV4 рост Re_T сопровождался выраженным снижением $k_{\text{сог},i}$, что указывало на повышение чувствительности этой измерительной системы к скорости сдвига и, вероятно, к вкладу инерционных эффектов в исследованном диапазоне (табл. 8).

Итого, для 92.5-процентного раствора глицерина наиболее устойчивые результаты после калибровки были получены для ULA, LV1, LV2 и LV3. Было установлено, что шпиндель LV4 может быть использован только с дополнительной калибровкой по скорости сдвига и что он не должен рассматриваться как эквивалент другим измерительным системам для данной жидкости без отдельной проверки зависимости $k_{\text{сог}}$ от скорости сдвига и Re_T .

В литературе также отмечалось, что при измерении вязкости глицерина высокой концентрации (более 90%) с использованием ротационных реометров на низких скоростях сдвига (менее 1 с^{-1}) наблюдается неустойчивость значений, которые отличны от стабильных значений вязкости при скорости сдвига выше 1 с^{-1} . Это свойство интерпретируется как ограничение чувствительности измерительного прибора и влияние неустановившихся течений, а не как истинное неньютоновское поведение чистого глицерина [14]. Мы тоже зафиксировали рост вязкости глицерина при скорости сдвига менее 0.1 с^{-1} на реометре Anton Paar, но оставили этот результат для последующего детального изучения, так как вискозиметр Brookfield был бесполезен в этом диапазоне скоростей сдвига.

3.1.2. Пятидесятипроцентный глицерин. Измерения 50-процентного раствора глицерина при $T=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ проводились с использованием UL Adapter, поскольку системы LV1–LV4 не предназначены для измерения жидкостей с вязкостью ниже 15 мПа·с (рис. 3). Производитель указывает, что UL Adapter в конфигурации LVT обеспечивает диапазон измерения 1–10 мПа·с при определенной скорости сдвига 73.4 c^{-1} (60 об/мин) [2, 3].

Рис. 3. Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для 50-процентного раствора глицерина при $20\text{ }^{\circ}\text{C}$

В исследованном диапазоне скоростей сдвига $12.23\text{--}91.73\text{ c}^{-1}$ исходные значения систематически занижали вязкость относительно данных реометра. Средняя абсолютная ошибка до коррекции составила 11.12%, а $\delta_{\max}$ достигало 15.06%. Точечный калибровочный коэффициент $k_{\text{corr},i}$ изменялся от 1.177 при 12.23 c^{-1} до 1.103 при 91.73 c^{-1} , что указывало на наличие слабой, но систематической зависимости поправки от скорости сдвига (табл. 7, 8).

Средний калибровочный коэффициент, равный 1.12576, снижал MAPE до 2.04%. Однако на низких скоростях сдвига скорректированные значения оставались ниже референсных, а на высоких, наоборот, выше. Поэтому для 50-процентного глицерина была использована степенная калибровочная функция $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$, которая снижала MAPE до 0.64%, а максимальное относительное отклонение – до 1.17%.

Значение Re_T находилось в диапазоне 2.89–21.84 и возрастало с увеличением скорости сдвига. При этом зависимость $k_{\text{corr}}(Re_T)$ давала сопоставимое качество коррекции (MAPE = 0.70%). Следовательно, для низковязкого 50-процентного раствора глицерина предпочтительно использование зависимой от скорости сдвига $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$. Результаты ULA в данном диапазоне следует интерпретировать с учетом возрастания Re_T (табл. 8).

3.1.3. Дистиллированная вода. Вязкость дистиллированной воды при 20°C принималась равной 1 мПа·с по литературным данным [15]. Измерения проводились с использованием системы ULA, поскольку она предназначена для измерения низковязких жидкостей и обеспечивает нижнюю границу диапазона измерений порядка 1 мПа·с для приборов серии LV [2, 3]. Кроме того, производитель указывал на то, что ULA относится к более чувствительным измерительным системам с определенной геометрией и достоверно задаваемой скоростью сдвига ($k_{\text{corr}} = 1.223$).

В диапазоне скорости сдвига от 73.38 до 305.8 c^{-1} измеренные значения вязкости Brookfield ULA увеличились от 1.08 до 2.34 мПа·с. Средняя абсолютная ошибка исходных данных составила 65.6%, а $\delta_{\max}$ достигло 134%. Точечный калибровочный коэффициент $k_{\text{corr},i}$ снизился с 0.926 до 0.427, что указывало на зависимость от скорости сдвига (рис. 4).

Рис. 4. Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для дистиллированной воды при $20\text{ }^{\circ}\text{C}$

Расчет $\bar{k}_{\text{сог}}$ по всему диапазону дал 0.65677, однако разброс оказался крайне высоким ($\text{RSD}_{k_{\text{сог}}} = 30.9\%$). После применения такого коэффициента MAPE оставался равным 27.94%. Степенная аппроксимация $k_{\text{сог}}(\gamma')$ снижала MAPE до 2.93%, однако такая зависимость не компенсировала постоянный рост измеренной вязкости, связанный с использованием измерительной системы на границе ее применимости (табл. 7, 8).

Отдельный анализ по первым трем точкам в диапазоне скоростей сдвига 73.38–97.84 с⁻¹ показал более устойчивое поведение: $\bar{k}_{\text{сог}} = 0.92026$, $\text{RSD}_{k_{\text{сог}}} = 0.53\%$, а после применения $\bar{k}_{\text{сог}}$ MAPE снижался до 0.41%. Следовательно, для воды и жидкостей с близкой вязкостью система ULA может давать воспроизводимые значения только в узкой области низких скоростей сдвига, тогда как при дальнейшем увеличении скорости сдвига возникает выраженное систематическое завышение вязкости (табл. 7, 8). При ограничении анализа первыми тремя точками δ_{max} после применения $\bar{k}_{\text{сог}}$ составляло 0.61%, а при рассмотрении полного диапазона от 73.38 до 305.8 с⁻¹ значение δ_{max} исходных данных достигало 134%. Поэтому аппроксимация по всему диапазону не рекомендуется (табл. 8). Значение Re_T во всем диапазоне было высокими и составляло 94.84–182.01. Следовательно, данные для воды не следует использовать для вывода калибровочной функции измерительной системы ULA, так как они прежде всего характеризуют границу применимости системы при тестировании жидкостей с вязкостью около 1 мПа·с и демонстрируют, что рост Re_T сопровождается резким снижением $k_{\text{сог},i}$ и увеличением ошибки вискозиметра относительно референсных значений реометра (табл. 7).

3. 2. Измерения вязкости неньютоновских жидкостей

3.2.1. Линейный гель на основе гуаровой камеди. Для линейных гелей на основе гуаровой камеди WGA NG-1 измерения проводились при концентрациях 2.4 и 3.6 кг/м³ и температурах 20 и 30 °C (рис. 5–7). В зависимости от вязкости образца и доступного диапазона крутящего момента использовались ULA, LV1, LV2 и LV3. Шпиндель LV4 в данных тестах не применялся, поскольку его чувствительность была недостаточной.

Рис. 5. Сопоставление вязкости по данным Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди

Рис. 6. Сопоставление калибровочного коэффициента по данным Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди

Рис. 7. Сопоставление вязкости по данным Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди после применения калибровочного коэффициента для

Для гуарового геля с концентрацией 2.4 кг/м^3 получилось перекрыть широкий диапазон скоростей сдвига (от 1.22 до 126 с^{-1}). Для геля с концентрацией 3.6 кг/м^3 можно было перекрыть диапазон скоростей сдвига от 0.37 до 126 с^{-1} при $20 \text{ }^\circ\text{C}$ и от 0.61 до 126 с^{-1} при $30 \text{ }^\circ\text{C}$.

Во всех тестах исходные значения ULA были наиболее близки к данным реометра. Для раствора с концентрацией 2.4 кг/м^3 при $20 \text{ }^\circ\text{C}$ исходная MAPE составляла 3.77% , а после применения $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ снижалась до 0.67% . При $30 \text{ }^\circ\text{C}$ исходная MAPE составляла 2.20% , а после коррекции $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ – 1.43% . Таким образом, для ULA калибровочный коэффициент оставался близким к единице со слабой зависимостью от скорости сдвига (табл. 7, 8).

Для LV1 и LV2 исходные значения вязкости существенно отличались от Anton Paar. При концентрации 2.4 кг/м^3 исходная ошибка LV1 составляла 39.55% при $20 \text{ }^\circ\text{C}$ и 37.70% при $30 \text{ }^\circ\text{C}$, а для LV2 – 95.59% и 98.85% , соответственно. Средний калибровочный коэффициент уменьшал смещение кривой вязкости, однако сам сильно зависел от скорости сдвига. Поэтому для LV1 и особенно для LV2 предпочтительной оказалась степенная функция $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$. Для LV2 она снижала MAPE до 0.85% при $20 \text{ }^\circ\text{C}$ и до 0.75% при $30 \text{ }^\circ\text{C}$ (табл. 8).

Для гуара с концентрацией 2.4 кг/м^3 при $20 \text{ }^\circ\text{C}$ коррекция $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ обеспечивала хорошее среднее согласование, однако анализ δ_{max} показал различие между системами. Для ULA δ_{max} оставалось ниже 1% , а для LV1 и LV2 отдельные точки достигали 2.68% и 1.27% , соответственно, поэтому для этих систем результаты следует рассматривать как менее устойчивые. При $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$ для гуара с концентрацией 2.4 кг/м^3 MAPE после коррекции оставалось приемлемым, но δ_{max} для ULA достигало 2.98% , что указывало на наличие отдельных локальных расхождений, несмотря на небольшую MAPE (табл. 8).

Для раствора с концентрацией 3.6 кг/м^3 при $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ после калибровки все использованные системы показали удовлетворительное совпадение с данными реометра. Для ULA, LV1 и LV2 применение $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ снижало MAPE соответственно до 0.92% , 0.84% и 0.83% . Для LV3 точечные значения k_{corr} были практически постоянными: $\text{RSD}_{k_{\text{corr}}} = 0.39\%$, поэтому коэффициент $\bar{k}_{\text{corr}} = 0.43939$ был достаточен и снижал MAPE до 0.29% (табл. 7, 8).

При $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$ для раствора 3.6 кг/м^3 ULA наблюдалось минимальное начальное расхождение с реометром ($\text{MAPE} = 0.99\%$). Для LV1 и LV2 исходное расхождение оставалось высоким, но после применения $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ снижалось до 0.57% и 0.75% , соответственно. Для LV3 значения $k_{\text{corr},i}$ были практически постоянными: $\text{RSD}_{k_{\text{corr}}} = 0.32\%$. Поэтому $\bar{k}_{\text{corr}} = 0.44735$ был достаточным и снижал MAPE до 0.23% (табл. 8).

Для гуара с концентрацией 3.6 кг/м^3 калибровка $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ обеспечивала и низкие значения MAPE, и умеренные максимальные отклонения. Значения δ_{max} в большинстве случаев находились в диапазоне $0.6\text{--}1.8\%$. Последнее указывало на более устойчивую форму

калибровочной зависимости по сравнению с раствором с концентрацией 2.4 кг/м^3 , особенно для LV2 и LV3 (табл. 8).

Анализ $k_{\text{сорт}}(\text{Re}_T)$ показал, что влияние Re_T выражено не одинаково для разных измерительных систем (табл. 8). Для ULA зависимость была слабой, поскольку значения Re_T в большинстве тестов оставались меньше единицы. Для LV2 и LV3 связь между $\bar{k}_{\text{сорт}}$, скоростью сдвига и Re_T была более заметной, что согласовывалось с повышенным разбросом $k_{\text{сорт},i}$ и необходимостью применения $k_{\text{сорт}}(\dot{\gamma})$. Следовательно, для линейных гуаровых гелей ULA является наиболее устойчивой системой по исходному совпадению с Anton Paar, тогда как LV1–LV3 могут использоваться для расширения диапазона скоростей сдвига только после эмпирической калибровки, причем для LV2 предпочтительно использование степенной функции $k_{\text{сорт}}(\dot{\gamma})$ (табл. 8).

3.2.2. Сшитый гель на основе гуаровой камеди. Дополнительно исследовался сшитый гель на основе гуаровой камеди WGA NG-1 с концентрацией 2.4 кг/м^3 , модифицированный сшивателем BCF-9. Измерения проводились при $T = 20, 70 \text{ }^\circ\text{C}$ (рис. 8, 9). В отличие от линейных гуаровых гелей, сшитый гель характеризовался повышенной чувствительностью к температуре, скорости деформации и истории предварительного разрушения структуры, что существенно осложняло прямое сопоставление отдельных точек вискозиметра и референсного реометра. Поэтому сопоставление данных Brookfield и Anton Paar выполнялось только для тех режимов, в которых измеряемая вязкость достигала условно стационарного значения в пределах заданного времени измерения. Точки, для которых при фиксированной скорости сдвига сохранялся монотонный рост или снижение вязкости без выхода на плато, исключались из расчетов и итоговых диапазонов применимости.

Рис. 8. Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди в концентрации 2.4 кг/м^3 , сшитого добавлением BCF-9

Рис. 9. Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди в концентрации 2.4 кг/м^3 , сшитого добавлением BCF-9

При 70°C удалось использовать все измерительные системы (рис. 8). Наиболее устойчивое согласование с реометром было получено для ULA и LV1. Для ULA исходная MAPE составила 3.28%, а после применения $k_{\text{сорт}}(\dot{\gamma})$ она снизилась до 1.24%. Для LV1 исходная ошибка составляла 4.10%, а после коррекции $k_{\text{сорт}}(\dot{\gamma})$ – 0.91%. При этом разброс $k_{\text{сорт},i}$ оставался умеренным: $\text{RSD}_{k_{\text{сорт}}} = 4.74\%$ для ULA, $\text{RSD}_{k_{\text{сорт}}} = 1.46\%$ для LV1 (табл. 7, 8).

Для LV2–LV4 при $T = 70 \text{ }^\circ\text{C}$ наблюдалось существенно менее устойчивое поведение. Несмотря на уменьшение ошибки относительно исходных данных степенной калибровочной функцией, разброс $k_{\text{сорт},i}$ оставался высоким: 26.03% для LV2, 52.85% для LV3 и 29.16% для LV4. Таким образом, расхождение не могло быть надежно устранено только скалярным

коэффициентом. Для LV3 и LV4 применение калибровочной функции следует рассматривать только как локальную эмпирическую аппроксимацию (табл. 8).

Анализ $\delta_{\max}$ подтвердил различие между измерительными системами. Для ULA и LV1 после коррекции $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ максимальное отклонение не превышало 2%, что можно рассматривать как приемлемое локальное согласование. Для LV2–LV4, напротив, даже после коррекции $\delta_{\max}$ составляло 15.05%, 9.56% и 35.86%, соответственно, и данная калибровочная функция ограниченно применима (табл. 8).

Анализ критерия Re_T при $T = 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ показал, что для ULA его значения оставались меньше 0.02, а для LV1, LV2 и LV3 они возрастали до значений порядка единицы. Для LV4 диапазон Re_T был выше и составлял 1.084–4.396. Таким образом, для LV2–LV4 нельзя исключить вклада инерционных и вторичных эффектов в измеряемый крутящий момент. Высокая нестабильность коэффициента $k_{\text{corr},i}$ для LV2–LV4 не может быть объяснена только ростом Re_T , поскольку для LV3 и LV4 одновременно наблюдались значительные локальные отклонения и выраженная зависимость калибровочного коэффициента от скорости сдвига.

При температуре $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ измерения выполнялись на LV3 и LV4, поскольку высокая вязкость и структура сшитого геля ограничивали применимость других систем (рис. 9). Для исходных значений величина MAPE составила 133.50% для LV3 и 80.72% для LV4. Коэффициент $\bar{k}_{\text{corr}}$ снижал ошибку, но величина MAPE оставалась высокой – 20.63% для LV3 и 23.75% для LV4. Степенная функция $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ практически не улучшала результат (табл. 7, 8).

В то же время, значения $\delta_{\max}$ оставались высокими после использования $k_{\text{corr}}(\dot{\gamma})$ – 37.6% для LV3 и 47.79% для LV4. Следовательно, проблема заключается не столько в смещении показаний вязкости относительно некоего эталона, сколько в различиях между измерительными процедурами Brookfield и Anton Paar, когда вискозиметр не способен точно регистрировать сложное реологическое поведение сшитых гуаровых гелей (табл. 8).

При температуре $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ значения Re_T не превышали $2.5 \cdot 10^{-3}$, однако расхождение между Brookfield и Anton Paar сохранялось очень высоким. Следовательно, отсутствие стабильности структуры сшитого геля, различие истории деформации и возможное отсутствие сопоставимого стационарного состояния в разных измерительных системах существенно ограничивают применение вискозиметра для измерения реологических характеристик вязкоупругих жидкостей. Также это означает, что учет Re_T не может рассматриваться как достаточное условие оценки достоверности измеряемых показателей.

В совокупности результаты по сшитому гелю показывают, что при температуре $70\text{ }^{\circ}\text{C}$, когда упругие свойства жидкости ограниченно влияют на показания вязкости, наиболее применимыми являются шпиндели ULA и LV1. Измерения, полученные с использованием LV2–LV4, требуют осторожной интерпретации даже после эмпирической коррекции. При

температуре 20 °С использование $\bar{k}_{\text{соп}}$ и $k_{\text{соп}}(\dot{\gamma})$ не обеспечивает достаточного согласования с показаниями реометра, и данные следует рассматривать как качественную характеристику поведения сшитого геля в конкретной измерительной системе (табл. 8). Таким образом, используя указанный набор измерительных систем Brookfield для сшитого гуарового геля с концентрацией 2.4 кг/м³, можно получить достаточно корректные данные для скоростей сдвига от 0.61 до 52.5 с⁻¹ при T = 70 °С и от 0.11 до 1.24 с⁻¹ при T = 20 °С (рис. 8, 9).

3. 3. Оценка влияния защитной рамки, радиуса сосуда и расстояния до дна

Для оценки влияния внешних граничных условий на показания вискозиметра Brookfield проведена серия измерений вязкости 97.7-процентного раствора глицерина при 20 °С с использованием шпинделя LV3 (рис. 10), выбор которого был обусловлен возможностью получить значения вязкости глицерина в наиболее широком диапазоне скоростей сдвига.

Рис. 10. Сопоставление данных Brookfield для 97.7-процентного раствора глицерина

Сопоставление данных Brookfield для 97.7-процентного раствора глицерина, В эксперименте варьировались следующие параметры: наличие защитной рамки, радиус сосуда и расстояние от нижней части шпинделя до дна (табл. 9). Радиусы сосудов составляли 33.5 и 38.0 мм для стаканов и 16.255 мм для рамки. Внутренний радиус рамки рассчитан с использованием размеров из работы [3]. Расстояние от нижней части шпинделя до дна для сосуда радиусом 33.5 мм составляло 15 и 50 мм, а для сосуда радиусом 38.0 мм – 25 и 55 мм. Расстояние до “дна” рамки не учитывалось в расчетах. Установка одинаковых расстояний до дна в сосудах разных радиусов было технически невозможно ввиду конструкционных особенностей стаканов, рамки и штатива вискозиметра. Оценка влияния расстояния до свободной границы жидкости не проводилась, так как оно остается постоянным для каждого шпинделя и задается положением риски на стержне шпинделя. Калибровочные коэффициенты существенно зависят от множества параметров, поэтому необходимо придерживаться постоянства вклада от большинства этих факторов, выработав определенную методику проведения измерений.

Таблица 9. Сравнение зависимости различных параметров от конфигурации оборудования и внешней геометрии

R , мм	h до дна, мм	Рамка	$\bar{\eta}$, мПа·с $\pm s_{\eta}$	RSD_{η}	$\Delta \eta(\dot{\gamma}) $	Среднее Re_T	Макс. Re_T	i при $Re_T > 1$
33.5	15	Нет	1032.1 ± 7.2	0.7%	2.15%	1.696	3.213	12
33.5	15	Есть	1006.8 ± 7.9	0.79%	2.5%	0.409	0.772	0
33.5	50	Нет	1001.9 ± 7.7	0.77%	2.12%	1.746	3.319	12
33.5	50	Есть	1001.8 ± 16.3	1.63%	5.33%	0.409	0.77	0
38	25	Нет	1069.6 ± 5.0	0.47%	1.5%	2.108	4.005	13
38	25	Есть	1073.8 ± 2.5	0.24%	0.65%	0.385	0.734	0
38	55	Нет	1035.5 ± 5.4	0.53%	1.36%	2.176	4.134	13
38	55	Есть	1017.8 ± 10.3	1.01%	2.36%	0.404	0.761	0

Примечание: Рассматривались следующие параметры: среднее значение вязкости ($\bar{\eta}$), стандартное отклонение вязкости (s_{η}), относительное стандартное отклонение (RSD_{η}) по вязкости и рост вязкости в зависимости от увеличения скорости сдвига ($\Delta|\eta(\dot{\gamma})|$), а также моментного критерия Re_T ; R – радиус стакана, h – расстояние до дна стакана; радиус рамки равен 16.255 мм и был использован для расчета Re_T . Для каждого измерения использовалось 17 точек (i).

Для оценки влияния внешней геометрии использовались парные относительные изменения измеряемой вязкости и критерий Re_T . Для каждого сравнения рассчитывались среднее направленное отклонение, среднее относительное отклонение и стандартное отклонение, характеризующие изменение влияния фактора по диапазону скоростей вращения (табл. 10). Это позволило оценить чувствительность конфигурации к изменению конкретного внешнего условия.

Таблица 10. Оценка влияния различных параметров через парное сравнение возможных комбинаций сборки, размеров сосуда и объема жидкости в сосуде

Параметр	Что сравнивается	Среднее $\Delta\eta$	Среднее $ \Delta\eta $	$s(\Delta\eta)$	Среднее ΔRe_T	Вывод
Защитная рамка	Без рамки относительно рамки, $R = 33.5$ мм, $h = 15$ мм	2.52%	2.52%	0.26%	314%	Без рамки растет η и сильно увеличивается Re_T
	Без рамки относительно рамки, $R = 33.5$ мм, $h = 50$ мм	0.02%	0.75%	0.9%	325%	Влияние на η мало, но Re_T растет в 4 раза
	Без рамки относительно рамки, $R = 38$ мм, $h = 25$ мм	–0.39%	0.41%	0.31%	449%	Влияние на η мало, но Re_T сильно растет
	Без рамки относительно рамки, $R = 38$ мм, $h = 55$ мм	1.74%	1.74%	0.52%	437%	Без рамки повышает η и переводит часть точек в $Re_T > 1$
Расстояние до дна	$h = 50$ мм относительно $h = 15$ мм, $R = 33.5$ мм, без рамки	–2.93%	2.93%	0.53%	3%	η снижается, Re_T почти не меняется

Параметр	Что сравнивается	Среднее $\Delta\eta$	Среднее $ \Delta\eta $	$s(\Delta\eta)$	Среднее ΔRe_T	Вывод
	$h = 50$ мм относительно $h = 15$ мм, $R = 33.5$ мм, с рамкой	–0.5%	0.87%	1.03%	0.5%	Влияние дна сглажено, но полностью не исчезло
	$h = 55$ мм относительно $h = 25$ мм, $R = 38$ мм, без рамки	–3.19%	3.19%	0.16%	3.3%	Сильно меняется η при слабом изменении Re_T
	$h = 55$ мм относительно $h = 25$ мм, $R = 38$ мм, с рамкой	–5.22%	5.22%	0.8%	5.5%	Влияние дна остается заметным даже с рамкой
Радиус сосуда	$R = 38$ мм относительно $R = 33.5$ мм, малый зазор, без рамки	3.64%	3.64%	0.3%	24.2%	Без рамки радиус влияет на все
	$R = 38$ мм относительно $R = 33.5$ мм, малый зазор, с рамкой	6.67%	6.67%	0.65%	–6.3%	Re_T почти не растет, но η растет из-за влияния геометрии вообще
	$R = 38$ мм относительно $R = 33.5$ мм, большой зазор, без рамки	3.36%	3.36%	0.44%	24.5%	Без рамки рост радиуса повышает Re_T
	$R = 38$ мм относительно $R = 33.5$ мм, большой зазор, с рамкой	1.61%	1.61%	1.03%	–1.6%	С рамкой радиус на Re_T почти не влияет

Примечание: сравнение радиуса сосуда не является чистым сравнением, потому что расстояния до дна в двух сосудах не совпадают полностью

Защитная рамка сравнительно слабо изменяла измеряемую вязкость, но существенно снижала вклад инерционных эффектов. При сравнении условий с рамкой и без нее средняя абсолютная процентная ошибка по вязкости составляла 0.41–2.52%. При этом снятие рамки увеличивало Re_T более чем в 4 раза. Так, при установленной защитной рамке максимальное значение Re_T не превышало 0.77, а без рамки достигало 3.21–4.13.

Влияние расстояния от нижней части шпинделя до дна проявлялось преимущественно в изменении значений измеряемой вязкости. Увеличение расстояния до дна сопровождалось снижением вязкости: для сосуда радиусом 33.5 мм среднее изменение составляло –2.93% без рамки и –0.50% с рамкой, а для сосуда радиусом 38.0 мм равнялось соответственно –3.19 и –5.22%. При этом далеко не во всех случаях наблюдалось увеличение Re_T .

Сравнение измерений с сосудами разных радиусов следует выполнять осторожно, поскольку они проводились при различных расстояниях до дна. Без защитной рамки увеличение радиуса сосуда с 33.5 до 38.0 мм повышало вязкость на 3.36–3.64% и увеличивало

значение параметра Re_T примерно на 24%. С рамкой влияние радиуса на Re_T практически исчезало, однако различия по вязкости сохранялись и зависели от расстояния до дна. Это подтверждает, что защитная рамка частично задает внешнюю границу течения и снижает чувствительность параметра Re_T к радиусу сосуда, но не устраняет все геометрические эффекты измерительной системы.

Суммируем сказанное выше, отметим, что внешняя геометрия влияет на результаты измерений вискозиметра двумя различными способами. Защитная рамка главным образом снижает инерционный вклад и предотвращает переход высокоскоростных точек в область $Re_T > 1$. Расстояние до дна сильнее влияет на измеряемую вязкость, чем на Re_T , что указывает на геометрический характер этого эффекта. Радиус сосуда оказывает наиболее выраженное влияние без защитной рамки, а при установленной рамке его вклад в Re_T существенно уменьшается. Таким образом, с практической точки зрения, измерения со шпинделями серии LV следует проводить с установленной защитной рамкой в фиксированном сосуде с постоянным объемом жидкости и погружением шпинделя по риске. Изменение формы сосуда, объема жидкости или расстояния до дна может вносить существенный вклад в измеряемую вязкость, величина этого вклада может достигать нескольких процентов даже при сохранении условия $Re_T < 1$.

Предложенные в работе коэффициенты пересчета для измерительных систем LV следует использовать при проведении измерений в стандартной конфигурации Brookfield DV3TLV с установленной защитной рамкой и максимально возможным объемом жидкости, чтобы увеличить расстояние до дна и стенок сосуда, минимизируя их влияние.

Результаты измерения вязкости 97.7-процентного раствора глицерина также были использованы для расчета коэффициента k с целью проверки зависимости результатов вычисленных коэффициентов от конфигураций внешней геометрии. Расчеты по 170 точкам измерений показали, что среднее значение k_{LV3} при различных конфигурациях равно 0.46017 ± 0.00011 , что согласуется с ранее полученными результатами (табл. 6).

3. 4. Анализ областей применимости измерительных систем Brookfield

На рис. 11–13 (ULA, LV1–LV4) представлены области применимости измерительных систем вискозиметра Brookfield в координатах вязкость – скорость сдвига в логарифмическом масштабе. Для всех измерительных систем экспериментально охваченный диапазон полностью располагается внутри области, заявленной в работе [3], где расчет ведется, исходя из верхних допустимых значений вязкости и скорости вращения ротора. Экспериментальные точки приведены по исходным значениям вязкости, поскольку целью данного раздела является оценка фактической рабочей области измерительных систем.

Рис. 11. Рабочие диапазоны вискозиметра Brookfield

Рис. 12. Рабочие диапазоны вискозиметра Brookfield

Рис. 13. Совмещенные рабочие диапазоны вискозиметра Brookfield

Для всех измерительных систем вискозиметра Brookfield (UL Adapter, LV1–LV4) экспериментально реализованные области вязкости и скоростей сдвига оказываются уже диапазонами, заявленных в работе [2] (рис. 13). Возможно, одной из ключевых причин данного расхождения является ограничение рабочего диапазона крутящего момента в соответствии с рекомендациями производителя [2, 3]. Дополнительными факторами сужения экспериментальной области были ограничения по стабильности режима течения (особенно для сшитых гелей), а также практические пределы реализуемых скоростей вращения для конкретных комбинаций шпинделя и исследуемой жидкости.

Отображение точек $Re_T > 1$ показало, что для всех измерительных систем повышенный вклад инерционных эффектов наблюдался в основном при одновременном приближении к нижней границе применимости по вязкости и к верхней границе задаваемой скорости сдвига.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе были исследованы возможности применения вискозиметра Brookfield DV3TLV для анализа реологических характеристик жидкостей, включая дистиллированную воду, глицерин и гуаровую камедь. Результаты, полученные с использованием различных шпинделей, были сопоставлены с данными, полученными на реометре Anton Paar MCR 302.

На основе прямого сравнения с измерениями реометра можно заключить, что при использовании шпинделей с упрощенным учетом их реальной геометрии и пересчетом скорости вращения в скорость сдвига прибор Brookfield способен адекватно описывать реологическое поведение жидкостей в области средних и высоких вязкостей. Однако при измерениях ньютоновских низковязких жидкостей точность прибора ограничена, что согласуется с замечаниями, приведенными в работе [1], о недостаточной чувствительности коаксиальных вискозиметров в области низких напряжений сдвига. Также остается проблемным измерение вязкостных характеристик вязкоупругих жидкостей, как было отмечено ранее [5, 7].

Одним из ключевых результатов стал вывод эмпирических поправок для пересчета скорости вращения в скорость сдвига с учетом упрощенной геометрии шпинделей. Эти поправки позволяют получить операционные коэффициенты, сопоставимые с геометрически

выведенными значениями для псевдопластичных жидкостей в работах [7], но отличные от таковых для ньютоновских жидкостей.

Отдельное внимание было уделено влиянию инерционных эффектов при проведении измерений. Расчеты моментного критерия Re_T , а также его интерпретация, выполненная для числа Рейнольдса согласно подходу, изложенному в работах [1] и [16], показали, что повышенный вклад инерционных эффектов характерен вблизи нижней границы применимости по вязкости, что в некоторых случаях совпадало с верхней границей применимости по задаваемой скорости сдвига в случае измерения низковязких жидкостей.

Таким образом, вискозиметр Brookfield может использоваться для предварительной количественной оценки реологических характеристик, если не требуется высокая точность, но только при соблюдении следующих условий: использование пересчитанных скоростей сдвига на основе геометрических формул; контроль влияния инерционных эффектов; ограниченное использование прибора для измерения средне- и высоковязких жидкостей с ярко выраженным неньютоновским поведением; сопоставление результатов с данными реометра при контроле значений напряжения сдвига. При необходимости получения полной реологической характеристики, анализа вязкоупругих свойств или описания нестационарных структурных жидкостей требуется использование реометра высокого класса.

Разработанная методика актуальна для инженерного экспресс-анализа, контроля качества жидкостей в нефтяной и химической промышленности, а также при лабораторной оценке эффектов модификации рецептур. В дальнейшем интерес представляют учет влияния торцевых поверхностей шпинделя, уточнение градиента напряжений, а также моделирование распределения вязкости в зазоре и температурных эффектов [10, 12].

Полученные результаты создают основу для применения вискозиметра Brookfield DV3TLV и для более сложных систем – например, для наномодифицированных полимеров, где требуется контроль вязкости при высоких температурах и солености. В работе [17] показано, что добавление наночастиц оксидов металлов значительно повышает стабильность и вязкость ксантановых растворов, однако подобные эксперименты проводились на реометрах высокого класса. Наличие корректирующих коэффициентов и пересчетных зависимостей позволяет выполнять аналогичные исследования и на Brookfield DV3TLV с достаточной для инженерных задач точностью.

В завершение проведенного исследования можно сформулировать практические рекомендации по применению Brookfield DV3TLV для количественной оценки вязкостных характеристик технологических жидкостей. При интерпретации результатов для шпинделей LV2 и LV3 следует использовать эффективные операционные коэффициенты пересчета частоты вращения в скорость сдвига (0.50 для LV2 и 0.46 для LV3). Таблица 7 содержит

параметры эмпирической калибровки, необходимые для пересчета кажущейся вязкости Brookfield к значениям, согласованным с данными Anton Paar MCR 302.

Выбор измерительной системы следует проводить с учетом диапазона вязкости, значений Torque, моментного критерия Re_T и результатов сопоставления с референсным реометром. Обобщенные данные о том, какие измерительные системы обеспечивали наилучшее согласование для исследованных жидкостей, приведены в табл. 8. В общем случае для низковязких жидкостей предпочтительно использовать UL Adapter, для средне- и высоковязких жидкостей допустимо применение LV-шпинделей в случае, когда исследование проводится в рабочем диапазоне крутящего момента и при контроле параметра Re_T , а для неньютоновских жидкостей необходимо дополнительно учитывать зависимость калибровочного коэффициента от скорости сдвига.

Особую осторожность следует проявлять при интерпретации данных для вязкоупругих структурно-чувствительных систем. При температуре 20 °C для сшитого гуара получены неоднозначные результаты, связанные с нестационарностью структуры, зависимостью вязкости от времени выдержки и истории предварительного сдвига. Поэтому такие данные не следует использовать для прямого расчета универсальных поправочных коэффициентов без отдельной проверки выхода на условно стационарный режим.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Mezger T.G.* The Rheology Handbook, 4th ed., Hanover: Vincentz Network, 2014.
2. AMETEK Brookfield, DV3T Rheometer. Operating Instructions. Manual No. M13-2100, Middleboro, MA: AMETEK Brookfield, 2022.
3. AMETEK Brookfield, More Solutions to Sticky Problems. A Guide to Getting More from Your Viscometer, Middleboro, MA: AMETEK Brookfield, 2024.
4. *Williams R.W.* Rheol. Acta. 1979. V. 18. P. 345. <https://doi.org/10.1007/BF01515828>
5. *Öztürk Y., Williams R.W.* Rheol. Acta. 1980. V. 19. P. 488. <https://doi.org/10.1007/BF01524022>
6. *Mitschka P.* Rheol. Acta. 1982. V. 21. P. 207. <https://doi.org/10.1007/BF01736420>
7. *Mitschka P.* Progress and Trends in Rheology II. Ed. by H. Giesekus, M.F. Hibberd. Heidelberg: Steinkopff, 1988. P. 175. https://doi.org/10.1007/978-3-642-49337-9_53
8. *Potatin A., Marron G.* Appl. Rheol. 2021. V. 31. P. 1. <https://doi.org/10.1515/arh-2021-0001>
9. *Wood J.H., Catacalos G., Lieberman S.V.* J. Pharm. Sci. 1963. V. 52. P. 296. <https://doi.org/10.1002/jps.2600520324>

10. *Mischenko S.V., Mordasov M.M., Savenkov A.P., Sychev V.A.* Meas. Tech. 2020. V. 63. P. 288.
<https://doi.org/10.1007/s11018-020-01784-2>
11. *L'Hermine E., Hipeaux J.C., Faure D., Pariset T., Chambard L., Tiquet L.* SAE Tech. Pap. 2000. No. 2000-01-1808. <https://doi.org/10.4271/2000-01-1808>
12. *Pandey A., Ravindranath S.S., Raju S.* Proc. CTRG 2021. Ed. by D. Singh, L. Vanajakshi, A. Verma, A. Das. Singapore: Springer, 2022. V. 218. P. 351.
https://doi.org/10.1007/978-981-16-9921-4_26
13. *Tanjore D.* A New Application for Brookfield Viscometers: Viscoelastic Property Determination, MSc Thesis. Raleigh, NC: North Carolina State University, 2006.
14. *Ault J.T., Shin S., Garcia A., Perazzo A., Stone H.A.* J. Fluid Mech. 2023. V. 968. P. A2.
<https://doi.org/10.1017/jfm.2023.489>
15. *Swindells J.F., Coe J.R. (Jr), Godfrey T. J.* Res. Natl. Bur. Stand. 1952. V. 48. P. 1.
<https://archive.org/details/jresv48n1p1>
16. *Laun M., Auhl D., Brummer R. et al.* Pure Appl. Chem. 2014. V. 86. P. 1945.
<https://doi.org/10.1515/pac-2013-0601>
17. *Gbadamosi A., Yusuff A., Agi A., Muruga P., Junin R., Jeffrey O.* J. Pet. Explor. Prod. Technol. 2022. V. 12. P. 207. <https://doi.org/10.1007/s13202-021-01334-8>

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

- Рис. 1.** Схематичное изображение шпинделей LV2, LV3 [2].
- Рис. 2.** Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для 92.5-процентного раствора глицерина при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ для вязкости (а), калибровочного коэффициента (б) и вязкости после применения калибровочного коэффициента (в). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$. Логарифмический масштаб
- Рис. 3.** Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для 50-процентного раствора глицерина при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ для вязкости (а), калибровочного коэффициента (б) и вязкости после применения калибровочного коэффициента (в). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$.
- Рис. 4.** Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для дистиллированной воды при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ для вязкости (а), калибровочного коэффициента (б) и вязкости после применения калибровочного коэффициента по первым трем точкам измерений (в). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$. Логарифмический масштаб.
- Рис. 5.** Сопоставление вязкости по данным Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди в концентрации 2.4 кг/м^3 при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (а), 2.4 кг/м^3 при $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (б), 3.6 кг/м^3 при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в) и 3.6 кг/м^3 при $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (г). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$. Логарифмический масштаб
- Рис. 6.** Сопоставление калибровочного коэффициента по данным Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди в концентрации 2.4 кг/м^3 при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (а), 2.4 кг/м^3 при $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (б), 3.6 кг/м^3 при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в) и 3.6 кг/м^3 при $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (г). Логарифмический масштаб скорости сдвига на оси x
- Рис. 7.** Сопоставление вязкости по данным Brookfield и Anton Paar после применения калибровочного коэффициента для раствора гуаровой камеди в концентрации 2.4 кг/м^3 при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (а), 2.4 кг/м^3 при $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (б), 3.6 кг/м^3 при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в) и 3.6 кг/м^3 при $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ (г). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$. Логарифмический масштаб
- Рис. 8.** Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди в концентрации 2.4 кг/м^3 , сшитого добавлением BCF-9 до концентрации 2 мл/л при $T = 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ для вязкости (а), калибровочного коэффициента (б), вязкости после применения калибровочного коэффициента (в). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$. Логарифмический масштаб
- Рис. 9.** Сопоставление данных Brookfield и Anton Paar для раствора гуаровой камеди в концентрации 2.4 кг/м^3 , сшитого добавлением BCF-9 до концентрации 2 мл/л при

температуре 20 °С, для вязкости (а), калибровочного коэффициента (б) и вязкости после применения калибровочного коэффициента (в). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$. Логарифмический масштаб

Рис. 10. Сопоставление данных Brookfield для 97.7-процентного раствора глицерина, полученных с использованием LV3 при различных конфигурациях геометрии при $T = 20$ °С, для вязкости (а), вязкости как функции моментного критерия (б), парной чувствительности изменения моментного критерия и вязкости (в). На панелях а и б заполненные маркеры указывают на наличие защитной рамки в ходе эксперимента. Здесь R – радиус стакана, h – расстояние до дна стакана. Логарифмический масштаб

Рис. 11. Рабочие диапазоны вискозиметра Brookfield для UL Adapter (а), LV1 (б), LV2 (в). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$. Пунктирный прямоугольник обозначает рекомендованную производителем рабочую область. Сплошные линии отражают теоретические пределы измерения вязкости. Экспериментальные данные показаны символами, а штриховка выделяет диапазон, охваченный в настоящем исследовании. Логарифмический масштаб

Рис. 12. Рабочие диапазоны вискозиметра Brookfield для LV3 (а) и LV4 (б). Незаполненные маркеры указывают на значение $Re_T > 1$. Пунктирный прямоугольник обозначает рекомендованную производителем рабочую область. Сплошные линии отражают теоретические пределы измерения вязкости. Экспериментальные данные показаны символами, а штриховка выделяет диапазон, охваченный в настоящем исследовании. Логарифмический масштаб

Рис. 13. Совмещенные рабочие диапазоны вискозиметра Brookfield для всех исследованных шпинделей. Пунктирные прямоугольники обозначают рекомендованные производителем области работы. Сплошные линии отражают теоретические пределы вязкости для различных геометрий. Штриховка соответствует экспериментальным диапазонам, охваченным в настоящем исследовании для каждого шпинделя. Логарифмический масштаб

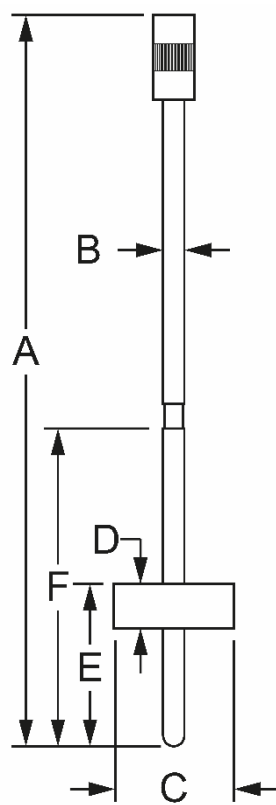


Рис. 1.

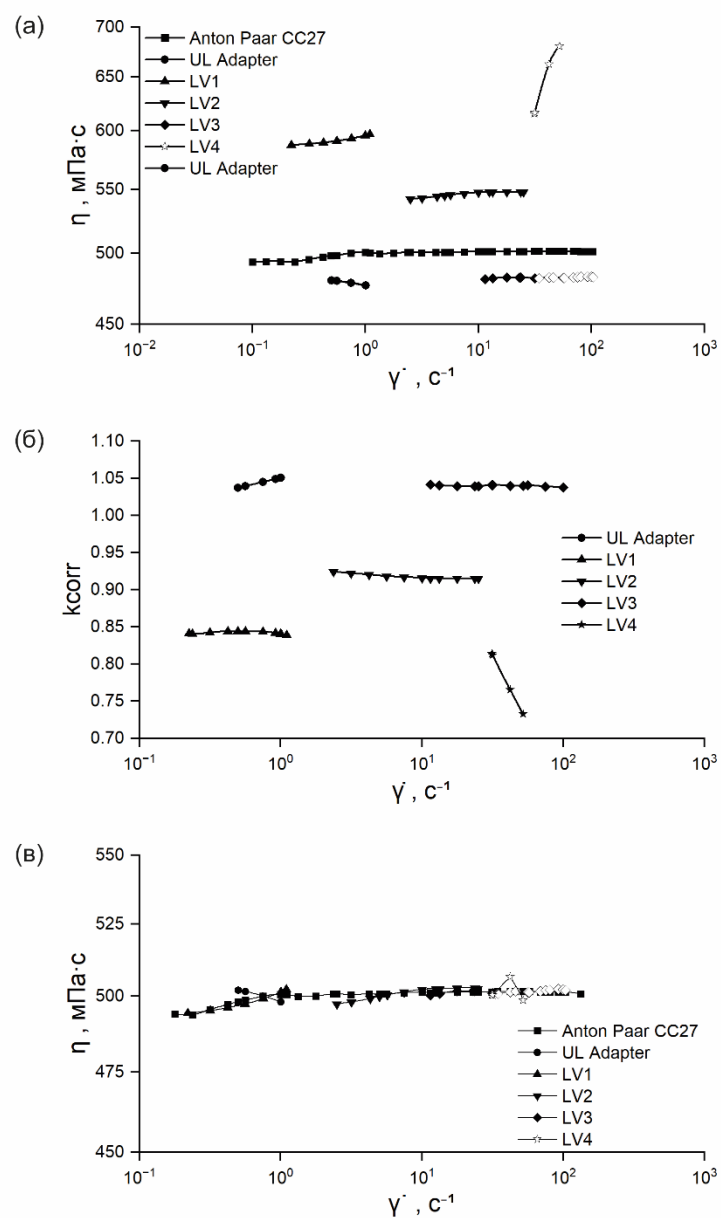


Рис. 2.

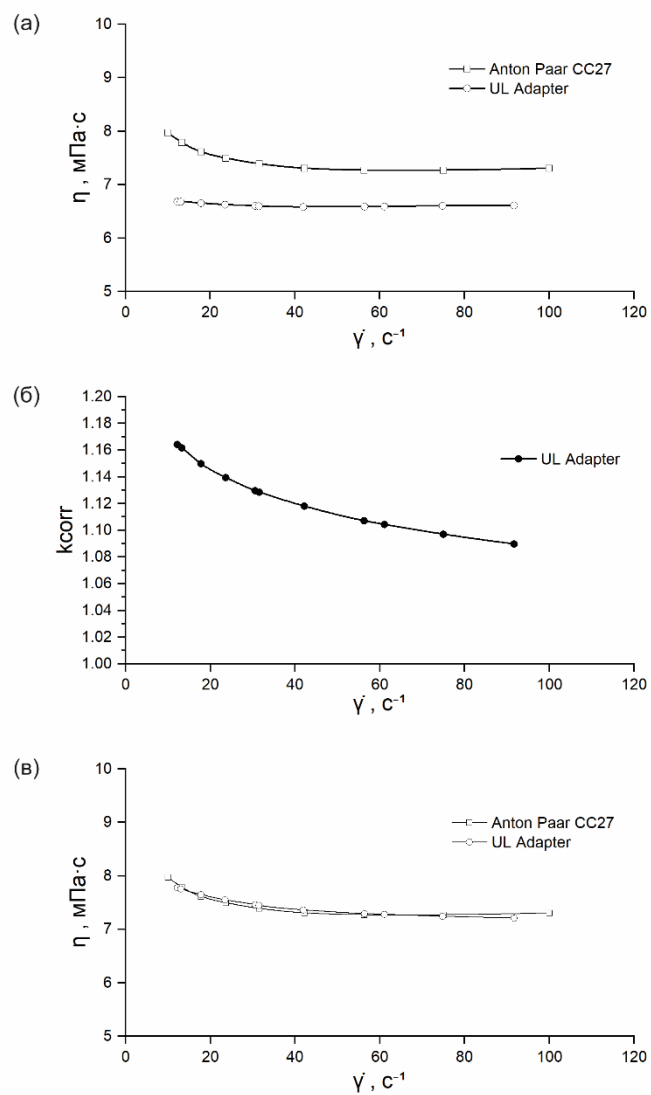


Рис. 3.

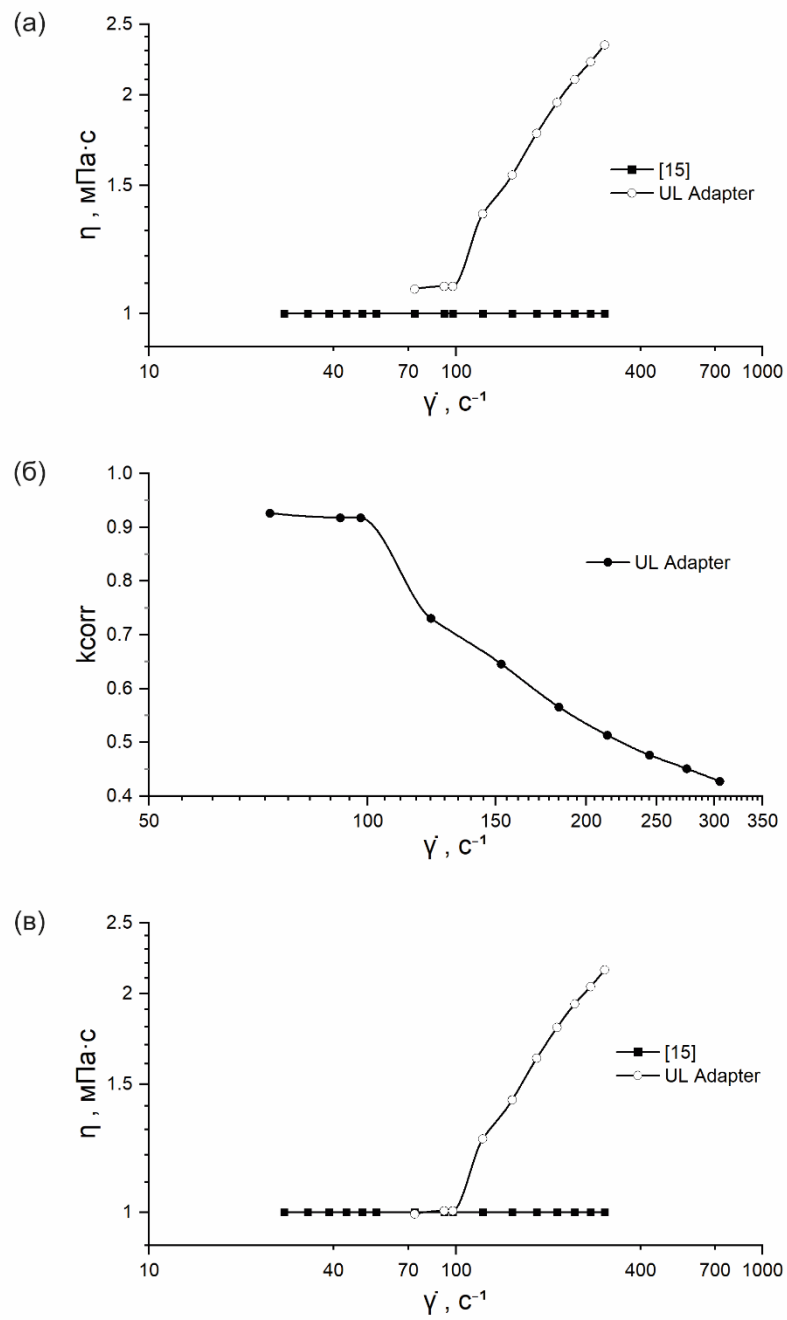


Рис. 4.

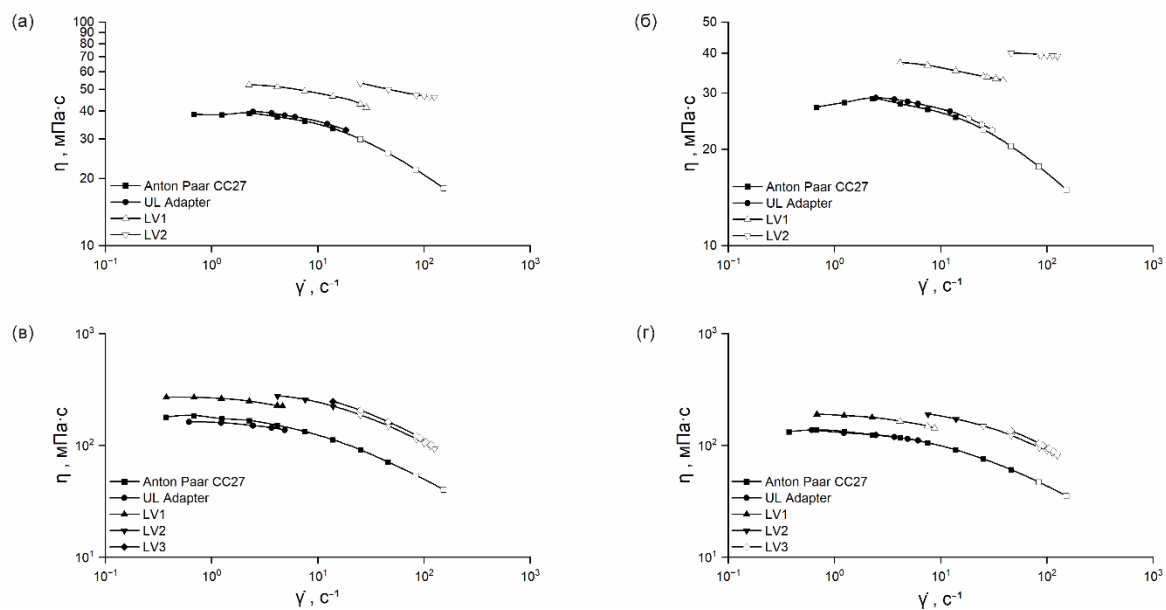


Рис. 5.

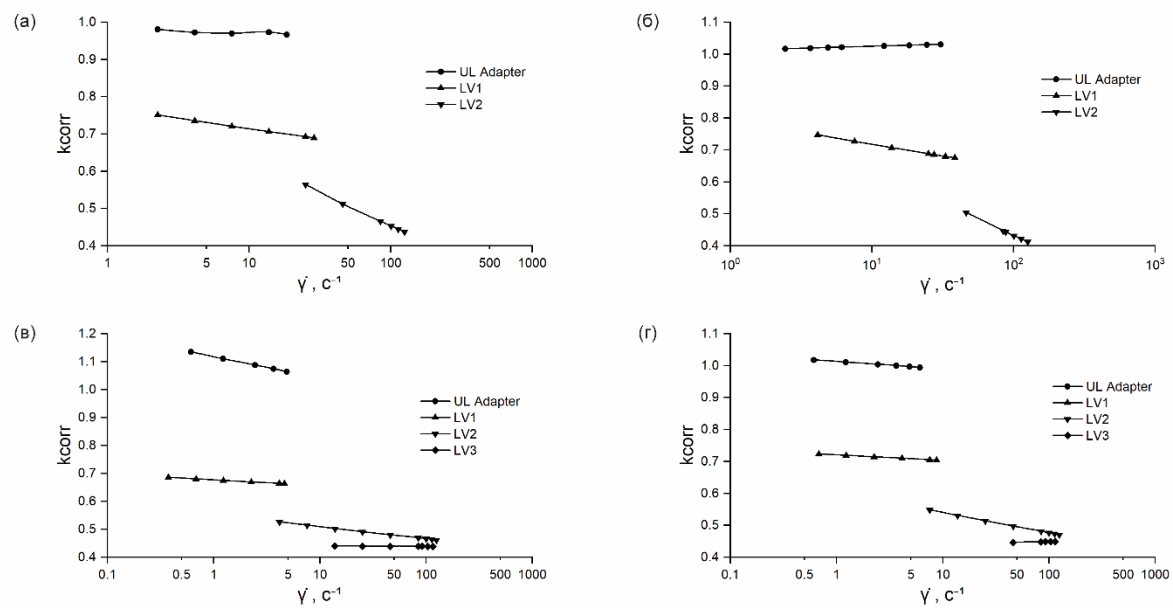


Рис. 6.

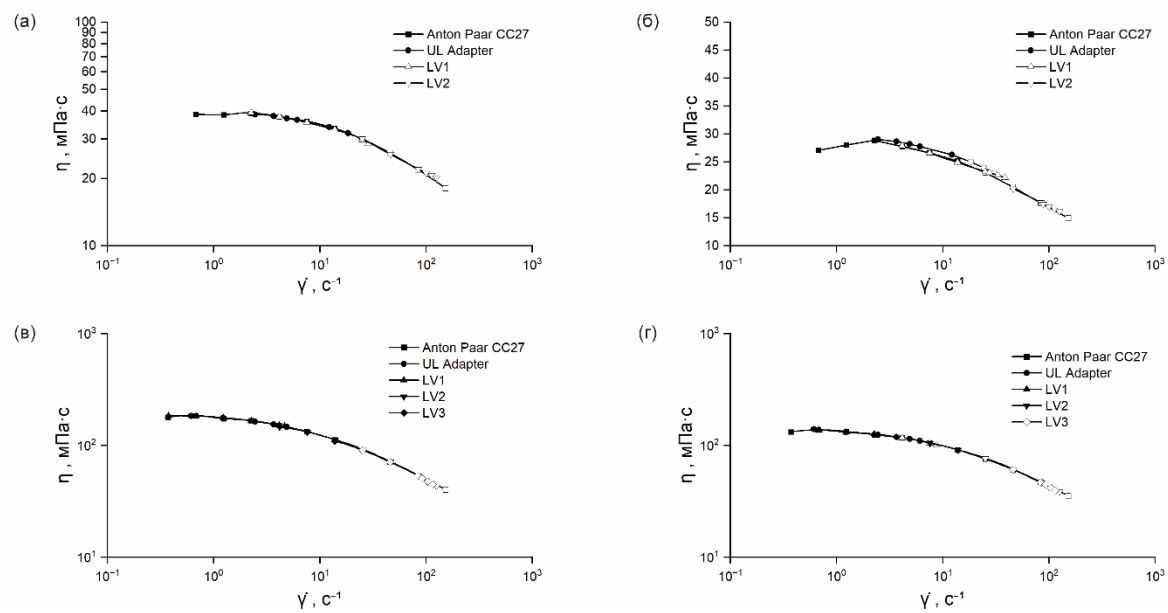


Рис. 7.

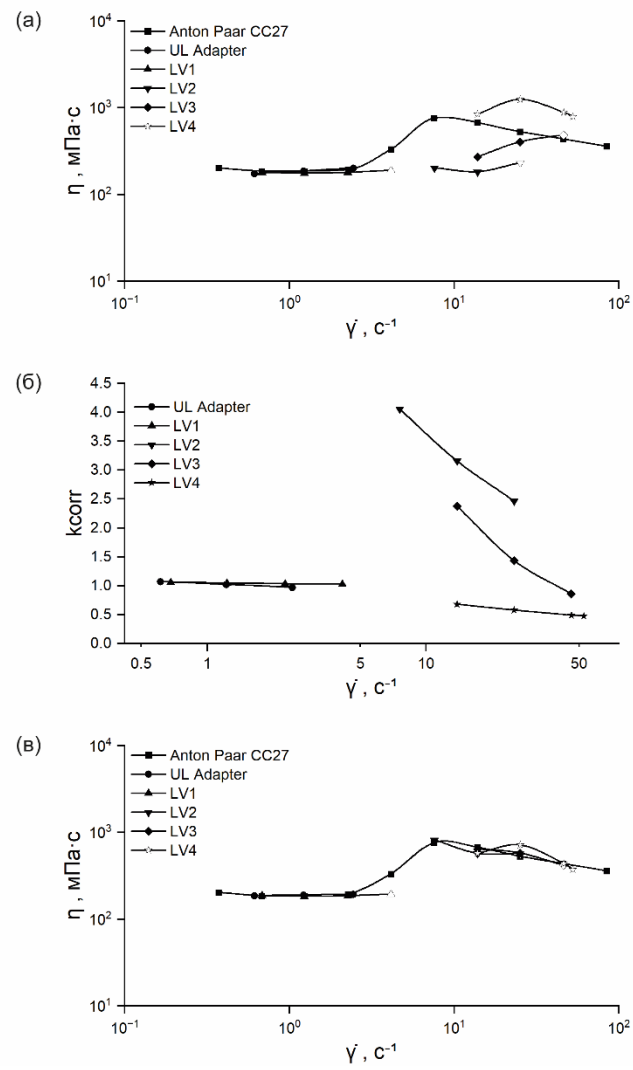


Рис. 8.

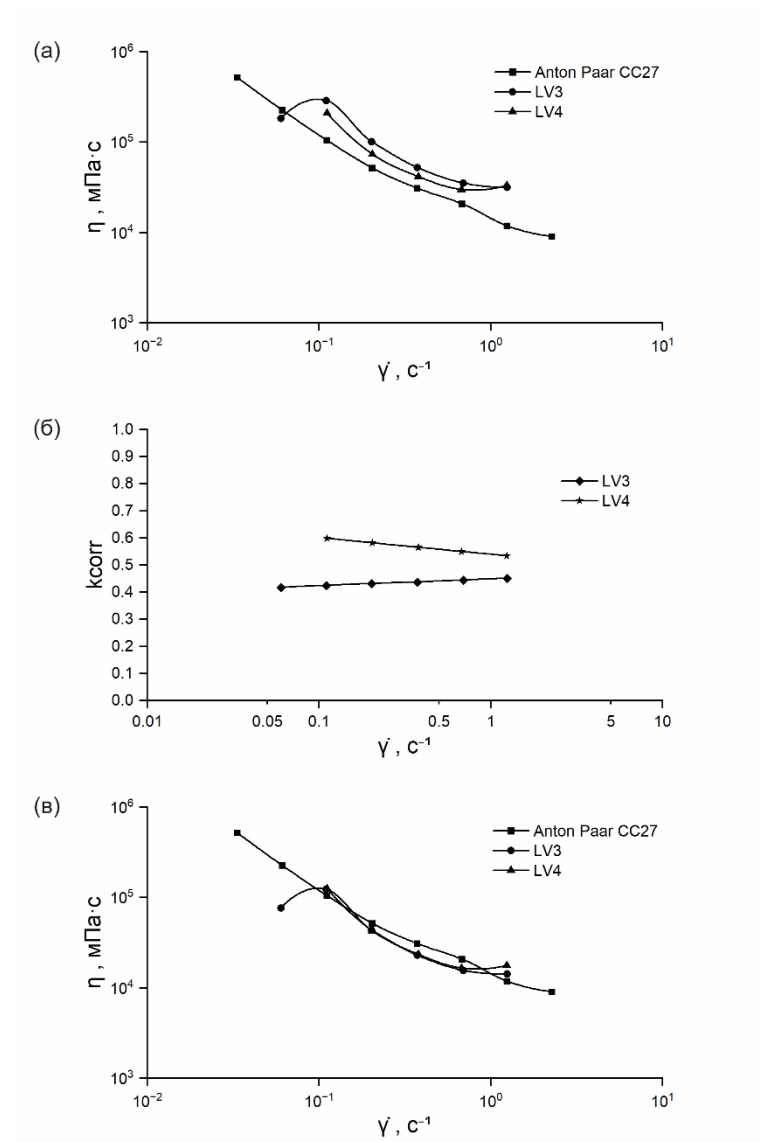


Рис. 9.

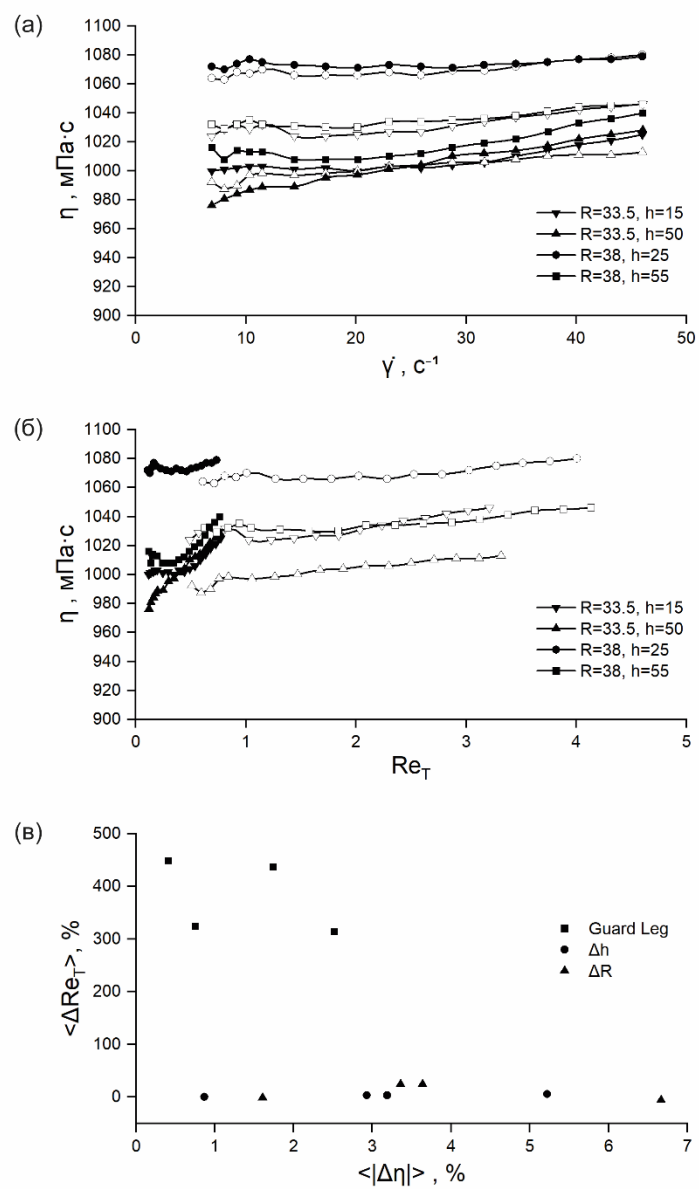


Рис. 10.

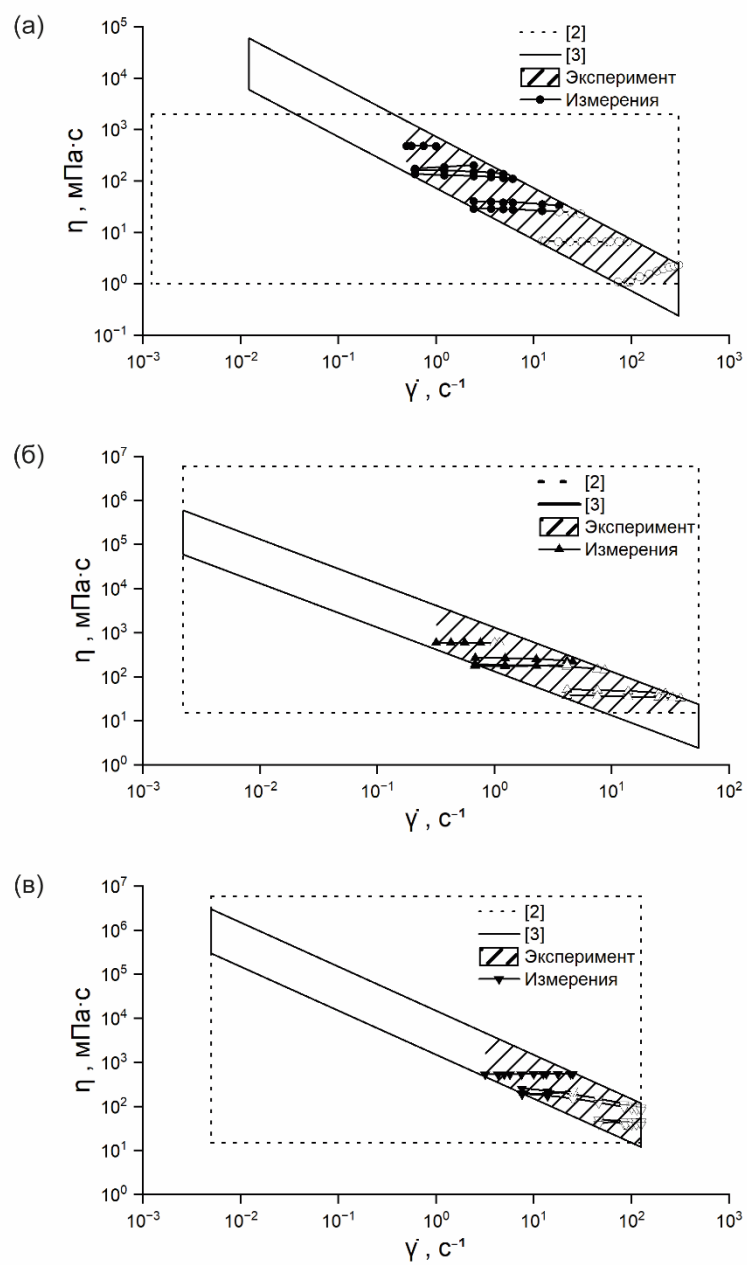


Рис. 11.

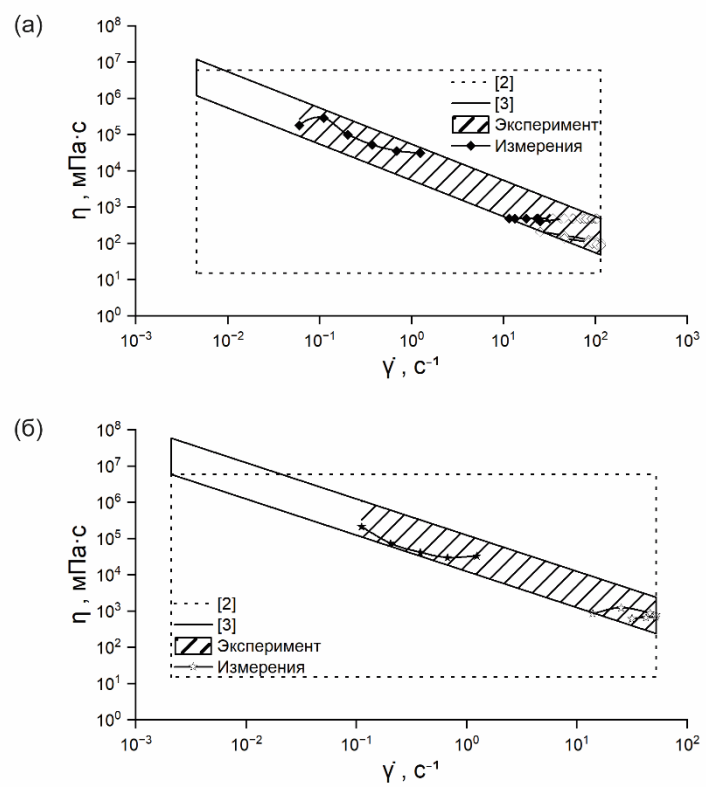


Рис. 12.

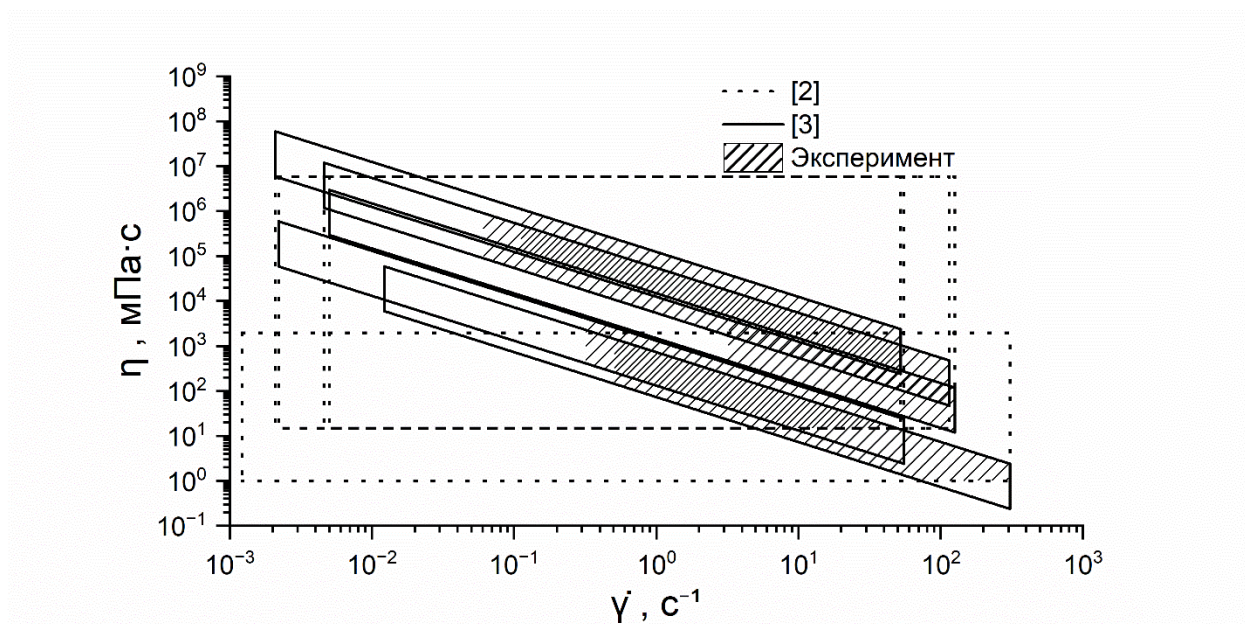


Рис. 13.