

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПЛАСТИЧНЫХ СМАЗОК С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РОТАЦИОННОГО ВИСКОЗИМЕТРА БРУКФИЛЬДА

М. Г. Евсин*, М. А. Скотникова, Г. В. Цветкова

*Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,**Санкт-Петербург, Россия***mark.evsin1995@yandex.ru*

Аннотация. Представлена разработанная на ротационном вискозиметре Брукфильда методика испытаний для определения и расчета основных реологических свойств „двухкомпонентных сред“ пластичных смазок, содержащих каркасную структуру, на примере стандартной смазки „Литол 24“. Измерения выполнялись с использованием стандартной для жидких смазок геометрии, вблизи поверхности шпинделя (внутреннего цилиндра радиусом R_i), в узком объеме жидкой смазки с величиной зазора $R_a - R_i$, где R_a — радиус внешнего цилиндра, вдоль которого происходило разрушение каркасной структуры смазки и наблюдалось течение жидкости. Предложен способ расчета предела текучести и динамической вязкости пластичной смазки, содержащей каркасную структуру. Проведена верификация разработанной методики. Получены новые данные о реологических свойствах пластичных связок на базе литола, солидола и электротехнической смазки с добавлением графена, молибдена и меди.

Ключевые слова: ротационный вискозиметр, пластичные смазки, реологические свойства, динамическая вязкость, предел текучести, напряжение сдвига, скорость сдвига

Благодарности: исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда, грант № 22-19-00178; <https://rscf.ru/project/22-19-00178/>.

Ссылка для цитирования: Евсин М. Г., Скотникова М. А., Цветкова Г. В. Методика определения реологических свойств пластичных смазок с использованием ротационного вискозиметра Брукфильда // Изв. вузов. Приборостроение. 2023. Т. 66, № 9. С. 763—770. DOI: 10.17586/0021-3454-2023-66-9-763-770.

METHOD FOR DETERMINING THE RHEOLOGICAL PROPERTIES OF GREASES USING BROOKFIELD ROTATIONAL VISCOMETER

M. G. Evsin*, M. A. Skotnikova, G. V. Tsvetkova

*Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg, Russia***mark.evsin1995@yandex.ru*

Abstract. A test procedure developed on a Brookfield rotational viscometer for determining and calculating the basic rheological properties of two-component grease substance containing a frame structure is presented, using the standard Litol 24 lubricant as an example. The measurements are performed using the geometry standard for liquid lubricants, near the surface of the spindle (inner cylinder with radius R_i), in a narrow volume of liquid lubricant with a gap value ($R_a - R_i$) where R_a is the radius of the boundary along which the destruction of the grease's frames occurred and fluid flow is observed. A method is proposed for calculating the yield strength and dynamic viscosity of a grease containing a frame structure. The developed methodology is verified. New data are obtained on the rheological properties of plastic binders based on Litol, Solidol, and electrical grease with the addition of graphene, molybdenum and copper.

Keywords: rotary viscometer, greases, rheological properties, dynamic viscosity, yield stress, shear stress, shear rate

Acknowledgments: the research was supported by the Russian Science Foundation, grant no. 22-19-00178; <https://rscf.ru/project/22-19-00178/>.

For citation: Evsin M. G., Skotnikova M. A., Tsvetkova G. V. Method for determining the rheological properties of greases using Brookfield rotational viscometer. *Journal of Instrument Engineering*. 2023. Vol. 66, N 9. P. 763—770 (in Russian). DOI: 10.17586/0021-3454-2023-66-9-763-770.

Введение. Ротационный вискозиметр Брукфильда предназначен для измерения момента и напряжения сопротивления сдвигу как составляющей динамической вязкости любых жидкостей: масел, различных видов топлива, смазочно-охлаждающих жидкостей и др. [1—5]. Принцип работы вискозиметра основан на вращении в цилиндрическом химическом стакане (внешнее тело) шпинделя цилиндрической формы (внутреннее тело) с заданной скоростью вращения в испытуемом образце смазочного материала. Момент преобразовывается в электрический сигнал ротационным преобразователем. Динамическая вязкость показывает, насколько меняется напряжение сдвига в жидкости при изменении скорости сдвига смазываемых деталей относительно друг друга.

Реологические испытания с использованием вискозиметра проводятся при скоростях вращения Ω шпинделя от 0,01 до 200 об/мин, что позволяет формировать напряжения сдвига τ в широком диапазоне от 0 до 10 Па^{1/4}. Определив напряжение сдвига при известной скорости сдвига D по заранее сформированным градуировочным таблицам, можно вычислить динамическую вязкость η жидкости. Градуировку проводят с помощью специально подготовленных рабочих эталонов вязкости, которые являются ньютоновскими жидкостями. Для неньютоновских жидкостей, таких как пластичные смазки (ПС), градиент скорости сдвига отличается от градуированного. Это делает показания стандартного ротационного вискозиметра Брукфильда недостоверными при проведении испытаний пластичных смазок.

Таким образом, для получения достоверной оценки скорости сдвига и динамической вязкости пластичных смазок необходима разработка специальной методики и способа расчета.

Методика определения реологических свойств пластичных смазок, содержащих каркасную структуру. Для проведения испытаний по определению реологических свойств „двухкомпонентных сред“ пластичных смазок, содержащих каркасную структуру, использовался стандартный ротационный вискозиметр Брукфильда со шпинделем номер 7 по ГОСТ 25271-93. Образец помещался в химический стакан, который заполнялся смазочной жидкостью строго до верхнего края, так чтобы поверхность смазки была ровной и горизонтальной. Предохранитель шпинделя не использовался. Глубина L погружения шпинделя была определена по результатам серии предварительных испытаний при условии, чтобы для всех испытуемых образцов во всем целевом диапазоне скоростей вращения шпинделя измеряемый момент составлял от 20 до 95 % от полного диапазона измерений. Для контроля температуры в образец помещался термометр на расстоянии 10 мм от шпинделя. На протяжении испытаний температура поддерживалась в диапазоне $25 \pm 0,2$ °С. По мере увеличения заданной скорости вращения шпинделя Ω в испытуемом образце пластичной смазки, увеличивался момент M и напряжение сопротивления сдвигу τ . Время испытания одного образца при каждом выбранном значении Ω составляло 10 с. Измерения на каждой заданной скорости вращения проводились до тех пор, пока два последующих значения Ω будут отличаться друг от друга не более чем на 3 %. За результат принималось среднее арифметическое этих двух значений. После каждого измерения шпиндель извлекался из стакана и тщательно промывался растворителем.

В качестве исследуемого материала была выбрана пластичная смазка — „Литол 24“ (ГОСТ 21150-87) — многоцелевая консистентная смазка, основанная на литиевом мыле с хорошими защитными свойствами, применяемая для пар трения „металл-металл“.

При испытаниях ПС перемещение жидкости наблюдалось только вблизи поверхности шпинделя, в узком объеме смазки с небольшой величиной зазора $R_a - R_i$, где $R_i = 1,59$ мм — радиус внутреннего цилиндра (шпинделя), а R_a — радиус внешнего цилиндра, вдоль границы которого происходило разрушение каркасной структуры ПС и наблюдалось течение жидкости (рис. 1). Размер формируемого зазора был не постоянен и рассчитывался непосредственно в процессе каждого испытания ПС, зависел от прочности каркасной структуры пластичной смазки, характеризуемой пределом текучести τ_0 .

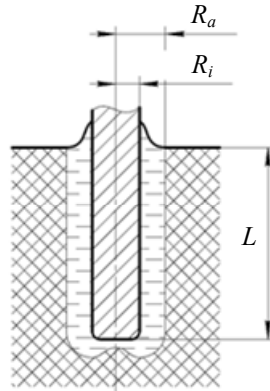


Рис. 1

Таким образом, методика для определения реологических свойств „двухкомпонентных сред“ пластичных смазок и расчета динамической вязкости смазки, содержащей каркасную структуру, с помощью вискозиметра Брукфильда включает в себя несколько этапов.

Рассмотрим последовательно основные этапы методики.

1. Расчет напряжения сдвига вблизи поверхности шпинделя в узком объеме пластичной смазки (рис. 2).

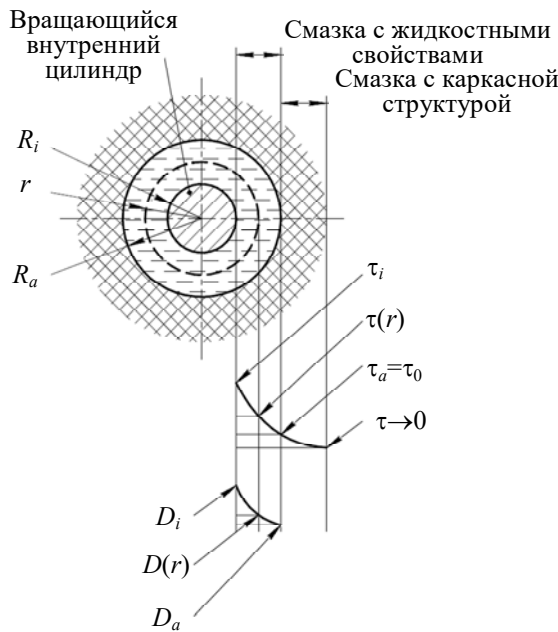


Рис. 2

А. Напряжение сдвига $\tau(r)$ в зазоре $R_a - R_i$ в зависимости от r описывается формулой

$$\tau(r) = \frac{M}{2\pi(r^2L + r^3/3)}, \quad (1)$$

где r — радиус выбранной цилиндрической поверхности в зазоре в измеряемом объеме жидкости при заданном напряжении и скорости сдвига, $R_i < r < R_a$.

В уравнении (1) в знаменателе первое слагаемое в скобках отвечает за цилиндрическую поверхность шпинделя, а второе — за торцевую. Очевидно, что влияние торцевой поверхности на значение напряжения сдвига существенно меньше, чем влияние цилиндрической поверхности. Поэтому целесообразно заменить второе слагаемое поправочным коэффициентом K_1 , учитывающим торцевое влияние:

$$K_1 = 1 + \frac{R_i}{3L}, \quad (2)$$

тогда

$$\tau(r) = \frac{M}{2\pi L r^2 K_1}. \quad (3)$$

В. Напряжение сдвига вблизи поверхности шпинделя (τ_i) при $r = R_i$ рассчитывается по формуле

$$\tau_i = \frac{M}{2\pi L R_i^2 K_1}. \quad (4)$$

2. Построение графической зависимости напряжения сдвига τ от скорости вращения шпинделя Ω для определения предела текучести τ_0 .

А. На основе полученных экспериментальных данных и результатов вычислений построен график зависимости $\tau_i(\Omega)$ для ПС „Литол 24“ (рис. 3). Построение выполнено в системе координат с коэффициентом нелинейности $n = 1/4$.

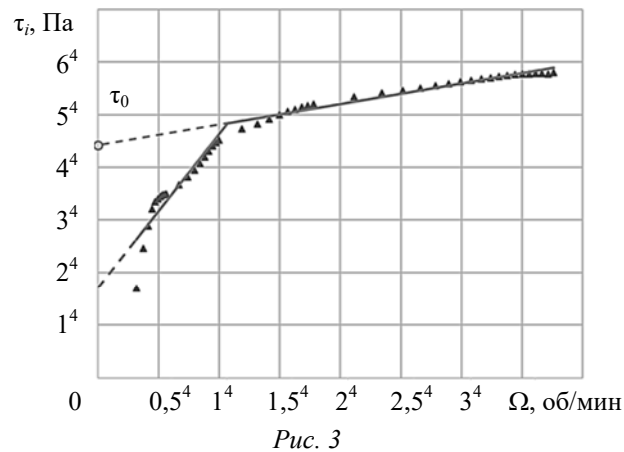


Рис. 3

В. Полученная графическая зависимость имела точку перегиба и была аппроксимирована в виде двух линейных отрезков. На втором отрезке ПС, подвергаемая сдвигу, имела *предел текучести* τ_0 . Предел текучести определен с помощью аппроксимации второго линейного отрезка на ось сдвигового напряжения.

3. Определение радиусов R_i , R_a и величины зазора $R_a - R_i$.

А. Как отмечено выше, расчет напряжения сдвига $\tau(r)$ в зазоре $R_a - R_i$ на расстоянии r произведен по формуле (1). Тогда при $r = R_a$ напряжение сдвига на границе зазора, где происходит разрушение каркасов ПС, рассчитывается по формуле

$$\tau_a = \tau_0 = \frac{M}{2\pi L R_a^2 K_1}. \quad (5)$$

В. Определив из формулы (4) значение M и подставив его в (5), получим формулу для расчета радиуса внешней цилиндрической поверхности, вдоль границы которой происходит разрушение каркасов и наблюдается течение жидкой составляющей ПС:

$$R_a = \sqrt{\frac{\tau_i R_i^2}{\tau_0}}. \quad (6)$$

Таким образом, величина зазора в измеряемом объеме жидкости увеличивается с увеличением создаваемого напряжения τ_i на поверхности шпинделя.

С. Скорость сдвига $D(r)$ (см. рис. 2) в зазоре $R_i < r < R_a$ рассчитывается по следующим формулам:

$$D(r) = \frac{R_i^2}{r^2} \frac{2\delta^2}{\delta^2 - 1} \Omega, \quad \delta = \frac{R_a}{R_i}.$$

4. Расчет значений эффективной динамической вязкости испытуемого образца ПС при различных скоростях сдвига.

Эффективная динамическая вязкость η жидкости равна отношению приложенного напряжения к скорости сдвига:

$$\eta = \tau/D, \quad (7)$$

при этом

$$\bar{\tau} = \frac{\tau_i + \tau_a}{2}, \quad (8)$$

$$\bar{D} = \Omega \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1}, \quad (9)$$

где $\bar{\tau}$ — усредненное напряжение сдвига в зазоре в измеряемом объеме жидкости; \bar{D} — скорость сдвига при напряжении сдвига $\bar{\tau}$ (рис. 4).

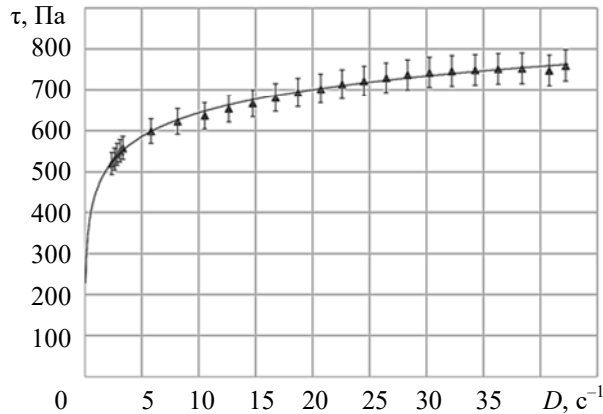


Рис. 4

Использование зависимостей (7)—(9) позволяет вычислить эффективную динамическую вязкость испытуемого образца ПС при различных скоростях сдвига.

Верификация разработанной методики. Для верификации представленной методики полученные результаты были сопоставлены с данными, приведенными в работах [6—12], где также использовался „Литол-24“ в исследованиях. На рис. 5 представлены сводные графические зависимости эффективной вязкости η , рассчитанной по формуле (7), от скорости сдвига D , полученные авторами разработанной методики (кривая 1) и другими авторами (кривые 3—9, работы [6—12]). Видна хорошая сходимость результатов, полученных авторами настоящей статьи, с требованиями научно-технической документации на „Литол-24“, отмеченной на графике кривой 2.

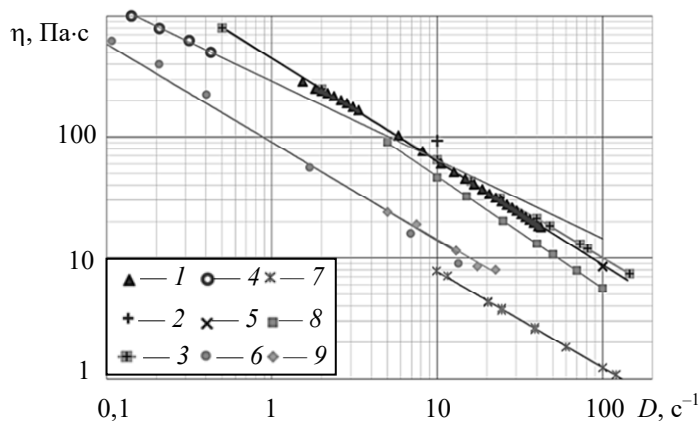


Рис. 5

Новые данные о реологических свойствах пластичных смазок, содержащих каркасную структуру. Была проведена проверка применимости представленной методики для работы с образцами синтетических ПС на основе литола (литиевое мыло), солидола (кальциевое мыло) и МС 5123-2 (литиевое мыло) с добавлением твердых частиц графена, молибдена и

меди (см. таблицу). Все полученные графические зависимости имели точку перегиба и были аппроксимированы в виде двух линейных отрезков. Это дало возможность рассчитать необходимые реологические параметры, что говорит о применимости разработанной методики к исследованию широкого спектра ПС.

Название пластичного смазочного материала	τ_0 , Па	Скорость сдвига $D=10 \text{ c}^{-1}$		
		τ_i , Па	η , Па·с	R_a , мм
Литол 24	383	630	63	2,42
Литол 24 + графен	385	843	84	2,76
Солидол + графен	1019	1430	143	2,15
Солидол + молибден + графен	1095	1562	156	2,16
МС 5123-2	219	561	56	3,13
МС 5123-2 + частицы меди в форме сферы с 3%-ной концентрацией	116	420	42	4
МС 5123-2 + частицы меди в форме чешуек с 3%-ной концентрацией	92	398	40	3,78

В таблице представлены результаты проведенных по разработанной авторами методике расчетов и испытаний основных реологических свойств на ротационном вискозиметре Брукфильда на примере пластичных смазок на базе литола, солидола и электротехнической смазки, с добавлением графена, молибдена и меди, полученные при температуре 25 °С.

Как видно из таблицы, наибольшими значениями предела текучести τ_0 , напряжения сдвига τ_i и эффективной вязкости η обладают модифицированные пластичные смазочные материалы на основе солидола; наименьшими значениями характеризуются электротехнические смазки МС 5123-2.

Заключение. Разработана методика определения реологических свойств „двухкомпонентных сред“ пластичных смазок и расчета динамической вязкости смазки, содержащей каркасную структуру, с помощью вискозиметра Брукфильда.

1. Произведен расчет напряжения сдвига вблизи поверхности шпинделя в узком объеме жидкой пластичной смазки.

2. Определен предел текучести испытуемого образца ПС с помощью графического анализа зависимости напряжения сдвига от скорости вращения шпинделя.

3. Определены радиусы внутреннего цилиндра (шпинделя) и внешней цилиндрической поверхности, вдоль границы которой происходило разрушение каркасов и наблюдалось течение жидкой составляющей ПС; также определена величина зазора в объеме ПС; рассчитана скорость сдвига в зазоре.

4. Рассчитана эффективная динамическая вязкость испытуемого образца ПС при различных скоростях сдвига.

5. Значение динамической вязкости ПС „Литол 24“, полученное с помощью разработанной методики, подтверждается результатами работ других авторов и имеет хорошую сходимость с требованиями научно-технической документации на „Литол 24“.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Евсин М. Г., Скотникова М. А. Совершенствование конструкции опор ротационного вискозиметра // Изв. вузов. Приборостроение. 2020. Т. 63, № 4. С. 367—373. DOI: 10.17586/0021-3454-2020-63-4-367-373.
2. Evsin M. G., Skotnikova M. A. Improvement of the design of bearing of the rotational viscometer for increasing the precision of the device // AIP Conf. Proc. Melville, New York. 2021. Vol. 2340. P. 030006. DOI: 10.1063/5.0047384. ISBN: 978-0-7354-4084-5.

3. Медведева В. В., Бреки А. Д., Крылов Н. А. и др. Противозносные свойства консистентного смазочного композиционного материала, содержащего смесь гидросиликатов магния // Изв. Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2016. Т. 19, № 2. С. 30—40.
4. Медведева В. В., Бреки А. Д., Крылов Н. А. и др. Исследование противозносных свойств пластичного смазочного композиционного материала, содержащего дисперсные частицы слоистого модификатора трения // Изв. Юго-Западного государственного университета. 2016. Т. 63, № 1. С. 75—82.
5. Медведева В. В., Скотникова М. А., Бреки А. Д. и др. Оценка влияния размера частиц и концентрации порошков горных пород на противозносные свойства жидких смазочных композиций // Изв. ТулГУ. Технические науки. 2015. № 11—1. С. 57—65.
6. Czarny R., Paszkowski M. The influence of graphite solid additives, MoS₂ and PTFE on changes in shear stress values in lubricating greases // Journal of Synthetic Lubrication. 2007. Vol. 24, N. 1. P. 19—29. DOI: 10.1002/jsl.26.
7. Березина Е. В., Богомолов М. В., Годлевский В. А., Фомичев Д. С. Пластичные СОТС с добавками структурного действия для обработки металлов резанием // Вестн. Уфимского гос. авиационного техн. ун-та. 2012. Т. 16, № 4. С. 36—41.
8. Волнянко Е. Н., Царенко И. В. Особенности применения пластичных смазочных материалов в паре трения сталь-полиформальдегид // Вестн. Белорусско-Российского ун-та. 2013. Т. 41, № 4. С. 17—24.
9. Шилов М. А., Смирнова А. И., Гвоздев А. А. и др. Реология пластичных смазочных материалов с присадками углеродных наноструктур различного типа // Трение и износ. 2020. Т. 40, № 6. С. 720—730.
10. Березина Е. В., Корсаков М. Н., Павлов А. С. и др. Кривые течения пластичных смазочных материалов с жидкокристаллическими присадками // Жидкие кристаллы и их практическое использование. 2010. № 2. С. 85—96.
11. Остриков В. В., Сазонов С. Н., Балабанов В. И., Сафонов В. В. Получение пластичных смазок на основе глубокоочищенных отработанных минеральных и синтетических моторных масел // Нефтехимия. 2017. Т. 57, № 4. С. 443—452.
12. Медведева В. В. Реологические особенности смазочных материалов, содержащих дисперсные наполнители на основе гидросиликатов магния // Научно-технические ведомости СПбПУ. Естественные и инженерные науки. 2017. Т. 23, №. 4. С. 141—148. DOI: 10.18721/JEST.230414.

Сведения об авторах

Марк Геннадьевич Евсин

— аспирант; Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Институт машиностроения, материалов и транспорта; E-mail: mark.evsin1995@yandex.ru

Маргарита Александровна Скотникова

— д-р техн. наук, профессор; Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Институт машиностроения, материалов и транспорта; центр МНОЦ "BaltTribo-Polytechnic"; E-mail: skotnikova@mail.ru

Галина Викторовна Цветкова

— канд. техн. наук, доцент; Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Институт машиностроения, материалов и транспорта; центр МНОЦ "BaltTribo-Polytechnic"; E-mail: tsvetkova_gv@mail.ru

Поступила в редакцию 21.05.2023; одобрена после рецензирования 26.05.2023; принята к публикации 31.07.2023.

REFERENCES

1. Evsin M.G., Skotnikova M.A. *Journal of Instrument Engineering*, 2020, no. 4(63), pp. 367—373, DOI: 10.17586/0021-3454-2020-63-4-367-373.
2. Evsin M.G., Skotnikova M.A. *AIP Conference Proceedings*, Melville, NY, 2021, vol. 2340, pp. 030006. DOI: 10.1063/5.0047384. ISBN: 978-0-7354-4084-5.
3. Medvedeva V.V., Breki A.D., Krylov N.A. et al. *Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*, 2016, no. 2(19), pp. 30—40. (in Russ.)
4. Medvedeva V.V., Breki A.D., Krylov N.A. et al. *Proceedings of the Southwest State University*, 2016, no. 1(63), pp. 75—82. (in Russ.)
5. Medvedeva V.V., Skotnikova M.A., Breki A.D. et al. *News of the Tula State University. Technical Sciences*, 2015, no. 11-1, pp. 57—65. (in Russ.)
6. Czarny R., Paszkowski M. *Journal of Synthetic Lubrication*, 2007, no. 1(24), pp. 19—29. DOI: 10.1002/jsl.26.

7. Berezina E.V., Bogomolov M.V., Godlevsky V.A., Fomichev D.S. *Bulletin of the Ufa State Aviation Technical University*, 2012, no. 4(16), pp. 36–41. (in Russ.)
8. Volnyanko E.N., Tsarenko I.V. *Bulletin of the Belarusian-Russian University*, 2013, no. 4(41), pp. 17–24. (in Russ.)
9. Shilov M.A., Smirnova A.I., Gvozdev A.A. et al. *Friction and Wear*, 2020, no. 6(40), pp. 720–730. (in Russ.)
10. Berezina E.V., Korsakov M.N., Pavlov A.S. et al. *Zhidkiye kristally i ikh prakticheskoye ispol'zovaniye* (Liquid Crystals and Their Practical Use), 2010, no. 2, pp. 85–96. (in Russ.)
11. Ostrikov V.V., Sazonov S.N., Balabanov V.I., Safonov V.V. *Petroleum Chemistry*, 2017, no. 8(57), pp. 705–713.
12. Medvedeva V.V. *St. Petersburg State Polytechnic University Journal of Engineering Science and Technology*, 2017, no. 4(23), pp. 141–148, DOI: 10.18721/JEST.230414. (in Russ.)

Data on authors

- Mark G. Evsin** — Post-Graduate Student; Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, Institute of Mechanical Engineering, Materials and Transport; E-mail: mark.evsin1995@yandex.ru
- Margarita A. Skotnikova** — Dr. Sci., Professor; Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, Institute of Mechanical Engineering, Materials and Transport, International Scientific and Educational Center "BaltTribo-Polytechnic"; E-mail: skotnikova@mail.ru
- Galina V. Tsvetkova** — PhD, Associate Professor; Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, Institute of Mechanical Engineering, Materials and Transport, International Scientific and Educational Center "BaltTribo-Polytechnic"; E-mail: tsvetkova_gv@mail.ru

Received 21.05.2023; approved after reviewing 26.05.2023; accepted for publication 31.07.2023.