

DOI: 10.7652/xjtuxb201507007

双毛细管式碳氢化合物黏度测量方法研究

杨竹强, 冯松, 潘辉, 毕勤成, 刘朝晖

(西安交通大学多相流国家重点实验室, 710049, 西安)

摘要: 为了实现碳氢化合物高温高压条件下动力黏度的在线测量,提出了一种基于 Hagen-Poiseuille定律的双毛细管式黏度测量方法,并研制了一套适用于液态碳氢化合物黏度测量的双毛细管黏度计,测量压力可达 10 MPa,测试温度为 293.2~523.2 K。该黏度计通过被测流体与参考流体在上下游两根毛细管中流动压降间的关系推算出被测流体的动力黏度,测量方法简便可靠,测量黏度的标准不确定度为 1.1%~2.6% (置信因子 $k=2$)。通过纯物质正庚烷、正辛烷以及正庚烷-正辛烷二元混合物动力黏度的测量,对双毛细管黏度计进行了检验,实验结果表明,黏度测量的最大相对误差控制在 $\pm 2\%$ 以内,相对误差绝对平均值在 0.72%以内。该黏度计的建成为进一步开展碳氢化合物及其混合物动力黏度的研究创造了条件。

关键词: 碳氢化合物;动力黏度;双毛细管

中图分类号: TK123;O621.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-987X(2015)07-0037-05

Viscosity Measurement of Hydrocarbons Using a Two-Capillary Viscometer

YANG Zhuqiang, FENG Song, PAN Hui, BI Qincheng, LIU Zhaohui

(State Key Laboratory of Multiphase Flow in Power Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: A novel two-capillary method based on the Hagen-Poiseuille theory was proposed for on-line measurement of dynamic viscosity of hydrocarbons at high temperatures and pressures. A two-capillary viscometer was designed and constructed at a pressure of up to 10 MPa and a temperature from 293.2 to 523.2 K. It is very convenient for the viscosity measurement of the test fluid through the pressure-drop relationship between test fluid and reference fluid. The standard uncertainty of dynamic viscosity measurement is identified as 1.1%-2.6% (confidence factor $k=2$). Pure N-octane, N-heptane and their binary mixture were tested for the calibration of the viscometer. Results showed that the measured maximum relative deviations of all substances were all within $\pm 2\%$ and the absolute average relative deviations were below 0.72%. This two-capillary viscometer may contribute to the viscosity measurement of hydrocarbons and their mixtures.

Keywords: hydrocarbon; dynamic viscosity; two-capillary

随着科学技术的发展,碳氢化合物被广泛地应用于石油、化工、生物、医疗、交通、环境科学及国防等众多领域。为满足科研及实际工程应用的需要,碳氢化合物热物性参数的测试研究工作一直被广泛

开展^[1-5]。

黏度是流体重要的热物性参数之一,直接影响着流动阻力及流体内动能的传递,它是流体理论分析和数值计算不可或缺的数据参数。学者们针对流

收稿日期: 2014-12-18。 作者简介: 杨竹强(1986—),男,博士生;毕勤成(通信作者),男,教授。 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(21306147);中国博士后科学基金资助项目(2013M532044)。

网络出版时间: 2015-04-21

网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/61.1069.T.20150421.1711.007.html>

体黏度的测试已提出多种测量方法,如毛细管法、旋转法、振动法、落体法、光学法、超声波法等^[3,6-9]。其中,毛细管黏度计因其测量精度高、结构简单,成为目前液体黏度测量中应用最广的一种黏度计,也被应用于黏度标准的制定。2006年May等人利用石英毛细管流量计模型(QCFM)首次提出并建立了双毛细管气体黏度测量的方法,利用此方法完成了理想气体状态下200~400 K氩气黏度的测量^[10]。后来他们用双毛细管黏度计完成了理想气体状态下200~400 K范围内H₂、Xe、Ar、CH₄等4种气体黏度的测量^[11]。2013年张金涛等人实验研究了连接管路尺寸对双毛细管气体黏度计测量的影响,发现管路尺寸不匹配能够引起黏度测量误差增大^[12]。

本文的工作是在前人工作的基础上,将双毛细管黏度测量方法拓展到碳氢化合物液相黏度测试上来,推导出适用于液相物质的双毛细管黏度测量表达式,设计并搭建一套双毛细管液相黏度测量系统,实现碳氢化合物黏度在线测量。

1 双毛细管黏度测量系统

1.1 双毛细管黏度测量原理

根据Hagen-Poiseuille定律,一定体积的牛顿流体在一定压力梯度下通过给定毛细管,满足以下条件:不可压缩;层流稳定流动;在管壁无滑移;管子直线状、内径均匀;足够大的长径比(忽略动能和末端修正)。通过测量流速和流经毛细管产生的压力差,可以计算获得流体的动力黏度

$$\eta = \frac{\pi}{8} \frac{\Delta p}{L} \frac{R^4}{Q} = \frac{\Delta p}{Q} Z \quad (1)$$

式中: η 表示流体动力黏度; Δp 表示毛细管两端压力差; L 、 R 分别表示毛细管长度和半径; Q 表示单位时间通过毛细管的体积流量;对于给定毛细管,定义变量 $Z = \pi R^4 / 8L$ 。

毛细管法分为绝对测量和相对测量。绝对测量要求对毛细管的尺寸、流量、压力进行精确的测量,同时需通过实验方法获得动能修正系数和末端修正系数,过程繁琐复杂。相对测量法则不需要测量各个参数,通过与已知黏度的标准液进行比较测量,方式简单可靠^[13]。传统的相对测量采用单毛细管,通过标定毛细管黏度计的常数,比较标准流体(黏度已知)与被测流体在黏度计中的流动参数计算获得被测流体的黏度。

本文采用的双毛细管黏度计通过被测流体与参考流体在上下游毛细管中压降参数间的关系换算出

流体黏度间的比值,再根据参考流体黏度计算出被测流体对应状态参数下的黏度。

双毛细管黏度计较单毛细管黏度计而言,不需要已知测试流体流量和毛细管管径、长度等几何参数,同时也不需要毛细管进行计量常数的标定,可实现苛刻测试条件流体黏度参数的在线测量,具有更为广泛的应用价值。

双毛细管黏度测量方法的具体实施过程如下。

(1)采用相同尺寸的两根测试用毛细管分别置于测量系统上下游,选择一已知物性的流体作为标准流体,将上下游测试用毛细管分别置于温度为 T_0 和 T 的恒温环境中,标准流体以预设的体积流量依次流经上下游测试用毛细管,测量管路两端压降,由式(1)可得

$$\frac{\eta_{1,T_0}^r}{\eta_{2,T}^r} = \frac{\Delta p_{1,T_0}^r}{\Delta p_{2,T}^r} \frac{Z_{2,T}}{Z_{1,T_0}} \quad (2)$$

式中:下标1代表上游测试用毛细管;下标2代表下游测试用毛细管;上标r代表标准流体。

(2)将上下游测试用毛细管分别置于温度为 T_0 和 T 的恒温环境中,被测流体以与步骤(1)相同的体积流量依次流经上下游测试用毛细管,分别测量管路两端压降,同样可得

$$\frac{\eta_{1,T_0}^m}{\eta_{2,T}^m} = \frac{\Delta p_{1,T_0}^m}{\Delta p_{2,T}^m} \frac{Z_{2,T}}{Z_{1,T_0}} \quad (3)$$

式中:上标m代表被测流体。

假设测试管路结构系数只是材料和温度的函数,将式(2)和式(3)进行对比

$$X_{T,T_0}^{m,r} = \frac{\eta_{2,T}^m}{\eta_{2,T}^r} \frac{\eta_{1,T_0}^m}{\eta_{1,T_0}^r} = \frac{\eta_{2,T}^m}{\eta_{1,T_0}^m} \frac{\eta_{1,T}^r}{\eta_{2,T}^r} = \frac{\Delta p_{2,T}^m}{\Delta p_{1,T_0}^m} \frac{\Delta p_{1,T}^r}{\Delta p_{2,T}^r} \quad (4)$$

将上游测试用毛细管置于温度为 T_0 的恒温环境中,参考流体与被测流体分别以相同的体积流量依次流过,分别测量管路两端压降,得到参考流体与被测流体在温度 T_0 下的黏度比

$$\frac{\eta_{1,T_0}^m}{\eta_{1,T_0}^r} = \frac{\Delta p_{1,T_0}^m}{\Delta p_{1,T_0}^r} \quad (5)$$

最终被测流体在温度 T 下的动力黏度为

$$\eta_{2,T}^m = \eta_{1,T_0}^r \left(\frac{\eta_{2,T}^r}{\eta_{1,T_0}^r} \right) \left(\frac{\eta_{1,T_0}^m}{\eta_{1,T_0}^r} \right) X_{T,T_0}^{m,r} = \eta_{2,T}^r \left(\frac{\Delta p_{1,T_0}^m}{\Delta p_{1,T_0}^r} \right) \left(\frac{\Delta p_{2,T}^m}{\Delta p_{1,T_0}^m} \frac{\Delta p_{1,T}^r}{\Delta p_{2,T}^r} \right) \quad (6)$$

将已知物性的纯物质作为参考流体,按照上述测量方法,被测流体的动力黏度可由参考流体黏度通过式(6)计算获得。

1.2 双毛细管黏度测量实验系统

黏度测量实验在多相流实验室碳氢燃料热物性测量平台上进行。实验系统及装置如图 1 所示,主要包括恒流泵、恒温系统、测量系统、毛细管路、冷凝器、背压阀和称量系统。

测试流体由储液瓶中流出,经恒流泵加压后以恒定体积流量输送到实验系统;在恒流泵与测量管路连接的管路上设置有调节阀和过滤器,过滤器可以起到去除流体中颗粒杂质的作用;实验系统的测量管路分为上下游两部分,上下游的测量毛细管以盘管的形式置于各自的恒温环境中;流体流经上下游测试盘管后,由下游的测量管路流出,经冷凝器冷却流入废液瓶中;在冷凝器和废液瓶之间设有背压阀,用于实验压力的调控。背压阀出口采用电子天平称量流体质量,检验恒流泵运行稳定程度。

流体在毛细管中的流动状态与管路的结构参数直接相关。足够长的毛细管可增加管路压降、提高测量精度,同时减少动能及进出口端的影响,但受到恒温容器空间限制,本文使用的毛细管长度 L 为 3 100 mm。由圆管内层流压降公式可知

$$\Delta p = \frac{8\eta}{\pi} \frac{Q}{R^4} L = \frac{32\eta VL}{D^2} \quad (7)$$

为了增加实验中压降测量的准确性, V/D^2 取值应尽可能的大。同时,毛细管内径的选择应保证毛细管内流体流动处于层流状态

$$VD = \frac{Re\eta}{\rho} < \frac{1\,000\eta}{\rho} \quad (8)$$

因此,管径和流速的乘积 VD 应尽可能的小。最终从管材尺寸、压差测量、流量供给和管径选择标准等多方面综合考虑,本文选用内径为 0.25 mm 的不锈

钢毛细管。

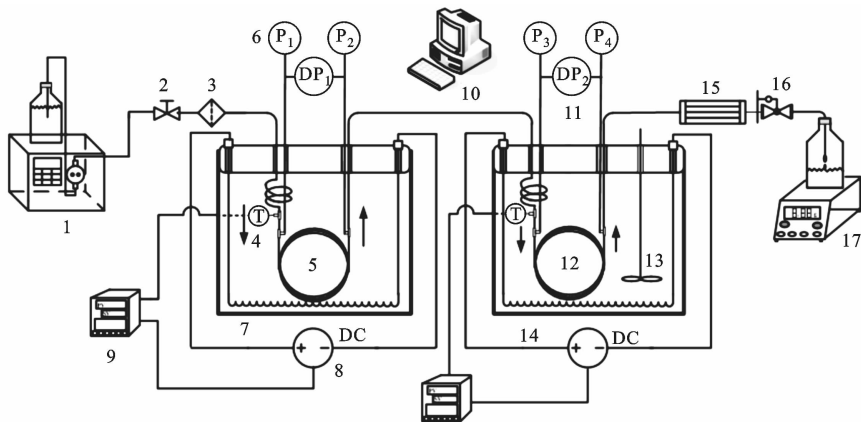
测量中将毛细管制成高 50 mm、曲率直径 150.8 mm 的盘管。盘管进出口留有 100 mm 长的直管段,以稳定流体的流动状态。管路接头的孔径均选为 0.25 mm,与毛细管内径相同以减少流体的进出口扰动。上下游温控系统由温度计 (Omega TJ2)、PID 温控仪 (SHIMADEN FP23) 和直流电源组成。另一长为 300 mm 的相同内径的毛细盘管置于恒温浴中,保证测量流体进入测量管路前实现热平衡,同时增加上游节流阻力以减小流动不稳定性。

1.3 测量装置的可靠性验证

为了检验测量装置的精度及可靠性,实验以环己烷(从参数的测量范围及物质的可获取性出发)作为参考物质,用正庚烷和正辛烷对双毛细管黏度计进行了标定,在此基础上对正庚烷与正辛烷二元混合物质的黏度进行了测量。

1.3.1 样品来源 实验用的样品均为国药试剂,纯度(摩尔分数)分别为:环己烷(cyclohexane)99.5%、正辛烷(octane)99%、正庚烷(heptane)98%。试剂在实验前未经过进一步提纯。

1.3.2 双毛细管黏度计标定实验 在对测量装置进行标定的过程中,首先对 $T=303.2\sim 503.2\text{ K}$ 、 $p=3.1\text{ MPa}$ 的正辛烷和正庚烷的动力黏度进行了测量,测试结果如表 1 和表 2 所示。表中 η_{exp} 为黏度测量值, η_{ref} 取自 NIST 数据库, $\Delta\eta \cdot \eta^{-1}$ 表示测量值与 NIST 参考值的相对误差。从表中可以看出:正辛烷测量黏度与 NIST 参考值相比,最大相对误差为 1.7%,相对误差绝对平均值为 0.63%;正庚烷测量黏度的最大相对误差为 1.91%,相对误差绝对平均值为 0.72%。



1:恒流泵;2:截止阀;3:过滤器;4:温度传感器(Omega TJ2);5:上游对比段盘管;6:压力传感器(Rosemount 3051);7:对比段恒温装置;8:直流电源;9:PID温控仪;10:工控机;11:差压传感器(Rosemount 3051);12:下游测试段盘管;13:搅拌器;14:测试段恒温装置;15:冷凝器;16:背压阀;17:电子天平(Sartorius BSA4202S)

图 1 实验装置示意图

表 1 正辛烷动力黏度测量值与参考值对比

T/K	$\eta_{\text{exp}}/\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$	$\eta_{\text{ref}}/\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$	$\Delta\eta\cdot\eta^{-1}/\%$
303.2	491.1	495.8	-0.95
313.3	441.4	442.4	-0.22
323.2	396.7	400.1	-0.86
333.2	363.2	362.0	0.34
343.2	335.2	330.2	1.52
353.1	301.2	302.0	-0.28
363.2	276.6	277.8	-0.41
373.3	254.5	256.5	-0.81
383.0	234.1	236.8	-1.16
393.1	220.8	219.6	0.54
403.2	202.1	203.9	-0.85
413.2	192.4	189.2	1.69
423.2	176.2	176.2	-0.02
433.1	164.2	163.9	0.16
443.2	152.7	152.8	-0.09
453.1	141.6	142.2	-0.40
463.2	132.2	132.4	-0.21
473.1	122.8	123.2	-0.30
483.1	113.9	114.5	-0.47
493.1	106.9	106.1	0.78
503.0	99.5	98.2	1.28

表 2 正庚烷动力黏度测量值与参考值对比

T/K	$\eta_{\text{exp}}/\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$	$\eta_{\text{ref}}/\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$	$\Delta\eta\cdot\eta^{-1}/\%$
303.2	384.8	381.9	0.76
313.2	342.2	343.5	-0.39
323.0	309.7	310.5	-0.27
333.1	283.4	282.8	0.22
343.3	256.2	258.4	-0.85
353.3	238.2	236.4	0.75
363.2	220.7	218.0	1.24
373.3	202.7	201.0	0.86
383.2	185.3	186.1	-0.46
393.2	171.7	172.6	-0.52
403.2	159.0	159.4	-0.23
413.2	148.8	149.0	-0.18
423.2	139.2	138.8	0.25
433.2	130.8	129.3	1.19
443.4	119.3	120.5	-0.96
453.1	113.5	112.3	1.14
463.2	104.7	104.5	0.28
473.2	97.8	97.0	0.84
483.1	89.6	89.9	-0.33
493.2	81.7	82.9	-1.47
503.2	74.5	76.0	-1.91

1.3.3 二元混合物黏度的测量 为进一步检测双毛细管黏度测量装置对于混合碳氢化合物的测量精度,对质量比为 1:1 的正辛烷与正庚烷混合溶液在 $p=5.1\text{ MPa}$ 、 $T=303.2\sim 503.2\text{ K}$ 时的动力黏度进行测量并与 NIST 参考值进行了对比,结果如表 3 所示(最大相对误差为 1.13%、相对误差绝对平均值为 0.47%)。由此可见,双毛细管黏度测量方法对于二元混合物是可行的,且具有较好的测量精度。

表 3 正辛烷与正庚烷二元混合溶液动力黏度测量值与参考值对比

T/K	$\eta_{\text{exp}}/\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$	$\eta_{\text{ref}}/\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$	$\Delta\eta\cdot\eta^{-1}/\%$
303.2	437.3	438.4	-0.26
313.2	393.1	393.5	-0.10
323.4	353.5	355.0	-0.40
333.2	322.7	323.1	-0.12
343.2	295.8	295.1	0.22
353.2	271.5	270.6	0.35
363.2	249.1	248.9	0.07
373.2	231.6	229.9	0.76
383.2	213.8	212.8	0.48
393.1	198.2	197.4	0.38
403.2	184.3	183.4	0.47
423.2	160.4	159.2	0.76
433.1	149.5	148.6	0.61
443.2	137.5	138.7	-0.86
453.2	130.0	129.5	0.36
463.2	120.3	120.9	-0.47
473.1	113.8	112.9	0.77
483.2	106.1	105.3	0.72
493.2	99.2	98.1	1.13
503.2	91.5	91.3	0.28
513.2	84.8	84.7	0.05

1.3.4 实验不确定度分析 实验中测量压力的压力变送器量程为 0~27.6 MPa,测量精度在 10:1 的量程比时为 $\pm 0.075\%$;测量压差的差压变送器量程为 0~250 kPa,测量精度在 1:1 的量程比时为 0.075%;温度测量的不确定度包括流体温度测量的不确定度和恒温控制系统温度的波动度,分别为 0.33 K 和 0.058 K;参考流体的黏度由 NIST 数据库提供,经计算可获得测量黏度的标准不确定度为 1.1%~2.6%。

2 结 论

本文提出了一种双毛细管式黏度测量原理和测试方法,该测量方法适用于高压下单组分和多组分碳氢化合物液相黏度的在线测量。实验利用正辛烷和正庚烷作为标准物质,对双毛细管黏度测量系统进行了标定和验证。通过测量值与参考值比较显示,该黏度测量系统的相对误差绝对平均值在 0.72% 以内。通过对正辛烷与正庚烷二元混合物的动力黏度的测量,进一步验证了双毛细管黏度测量方法对于多组分碳氢化合物液相黏度测量的可靠性。

参考文献:

- [1] RADOVANOVIC M, VENDERBOSCH R H, PRINS W, et al. Some remarks on the viscosity measurement of pyrolysis liquids [J]. *Biomass and Bioenergy*, 2000, 18(3): 209-222.
- [2] PECAR D, DOLECEK V. Isothermal compressibilities and isobaric expansibilities of pentane, hexane, heptane and their binary and ternary mixtures from density measurements [J]. *Fluid Phase Equilibria*, 2003, 211(1): 109-127.
- [3] ABDULAGATOV I M, AZIZOV N D. (ρ , ρ , T , x) and viscosity measurements of $\{x_1$ n-heptane + $(1-x_1)$ n-octane $\}$ mixtures at high temperatures and high pressures [J]. *Journal of Chemical Thermodynamics*, 2006, 38(11): 1402-1415.
- [4] MENG X, ZHENG P, WU J, et al. Density and viscosity measurements of diethyl ether from 243 to 373 K and up to 20 MPa [J]. *Fluid Phase Equilibria*, 2008, 271(1): 1-5.
- [5] DENG H W, ZHANG C B, XU G Q, et al. Viscosity measurements of endothermic hydrocarbon fuel from (298 to 788) K under supercritical pressure conditions [J]. *Journal of Chemical & Engineering Data*, 2012, 57(2): 358-365.
- [6] BONED C, ZBERG-MIKKELSEN C K, BAYLAUCQ A, et al. High-pressure dynamic viscosity and density of two synthetic hydrocarbon mixtures representative of some heavy petroleum distillation cuts [J]. *Fluid Phase Equilibria*, 2003, 212(1): 143-164.
- [7] DIOGO J C F, CAETANO F J P, FARELEIRA J M N A, et al. Viscosity measurements of three ionic liquids using the vibrating wire technique [J]. *Fluid*

Phase Equilibria, 2013, 353: 76-86.

- [8] SPARKS D, SMITH R, CRUZ V, et al. Dynamic and kinematic viscosity measurements with a resonating microtube [J]. *Sensors and Actuators: A Physical*, 2009, 149(1): 38-41.
- [9] GASCOIN N, FAU G, GILLARD P. Novel viscosity determination method: validation and application to fuel flow [J]. *Flow Measurement and Instrumentation*, 2011, 22(6): 529-536.
- [10] MAY E F, MOLDOVER M R, BERG R F, et al. Transport properties of argon at zero density from viscosity-ratio measurements [J]. *Metrologia*, 2006, 43(3): 247-258.
- [11] MAY E F, BERG R F, MOLDOVER M R. Reference viscosities of H_2 , CH_4 , Ar, and Xe at low densities [J]. *International Journal of Thermophysics*, 2007, 28(4): 1085-1110.
- [12] ZHANG J T, LIN H, CHE J. Effects of connecting tubing on a two-capillary viscometer [J]. *Metrologia*, 2013, 50(4): 377-384.
- [13] 陈惠钊. 粘度测量 [M]. 北京: 中国计量出版社, 2003: 1-378.

[本刊相关文献链接]

- 毕胜山,赵贯甲,吴江涛,等. HFE7000、HFE7200 的表面张力和黏度实验研究. 2015, 49(7): 1-5. [doi:10.7652/xjtuxb201507001]
- 樊祥山,孙德魁,王井山,等. 利用分子理论估算四氢呋喃的热物理特性参数. 2015, 49(3): 44-49. [doi:10.7652/xjtuxb201503008]
- 宋渤,徐龙起,张桂铭,等. 采用微传感器的黏/密度实验系统及其性能测试. 2014, 48(3): 44-48. [doi:10.7652/xjtuxb201403009]
- 张雷,车立新,毕胜山,等. 天然气膨胀预冷混合制冷剂液化流程操作条件优化. 2014, 48(2): 111-117. [doi:10.7652/xjtuxb201402019]
- 王太,李会雄,李阳. 同轴两个气泡融合特性的数值研究. 2013, 47(7): 1-6. [doi:10.7652/xjtuxb201307001]
- 张建波,孟现阳,邱国盛,等. 高压振动弦黏度计实验系统的研制. 2012, 46(11): 30-34. [doi:10.7652/xjtuxb201211006]
- 孙艳军,王晓坡,周永,等. 一个新的二甲醚气液相密度方程. 2012, 46(9): 1-5. [doi:10.7652/xjtuxb201209001]
- 马宁,魏进家. 中等浓度表面活性剂溶液流变特性的实验研究. 2012, 46(1): 30-34. [doi:10.7652/xjtuxb201201006]

(编辑 荆树蓉)