

高压振动弦黏度计实验系统的研制

张建波, 孟现阳, 邱国盛, 吴江涛

(西安交通大学热流科学与工程教育部重点实验室, 710049, 西安)

摘要: 为了获得准确的流体黏度数据, 基于振动弦理论, 研制了一套高压振动弦黏度测量实验系统. 该系统具有精度高、稳定可靠、测量范围大等特点, 测量温度范围为 243~400 K, 压力范围为 0~40 MPa. 利用标准物质甲苯对实验系统进行了标定和检验, 黏度测量的不确定度为 $\pm 2.0\%$. 此外, 利用制冷剂 R134a 对实验系统进行了检验, 并将实验结果与文献值进行了比较. 结果表明, 实验系统准确可靠, 可以用于流体黏度的高精度测量.

关键词: 振动弦; 黏度; 甲苯; R134a

中图分类号: TK124 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-987X(2012)11-0030-05

Development of Vibrating-Wire Viscometer for Liquid at High Pressure

ZHANG Jianbo, MENG Xianyang, QIU Guosheng, WU Jiangtao

(Key Laboratory of Thermo-Fluid Science and Engineering, Ministry of Education, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: A new two-end-pinned vibrating-wire viscometer was developed for liquid viscosity measurement at high pressure to obtain the accurate viscosity data of fluids. The working equations describing the motion of the wire clamped in such a way are applied to calculate the viscosity with a known density as an input. The instrument developed can provide considerably accurate viscosity results in the wide temperature and pressure ranges (243-400 K, 0-40 MPa). Toluene was used to calibrate the radius of the wire at 298.15 K and 0.1 MPa, and then viscosity of toluene was measured at temperatures from 248.15 to 348.15 K and at pressures up to 40 MPa. The uncertainty of the viscosity measurement was estimated to be $\pm 2.0\%$. Additionally, the viscosity of R134a at temperatures from 248.15 to 348.15 K and at pressures up to 40 MPa was reported. The comparison between the results of this work and the data in literature was presented.

Keywords: vibrating-wire; viscosity; toluene; R134a

黏度是流体重要的迁移性质之一, 用以描述动量传递现象, 准确的黏度数据对于能源、化工、冶金等领域的工程实际应用有着非常重要的意义. 目前, 可靠的理论预测仅能适用于稀薄气体, 对于稠密液体, 通过实验测量获得高精度的黏度数据仍是主要的研究方法. 黏度测量方法主要包括毛细管法、落体法、振动盘、振动弦、光学法等. 其中, 毛细管法通常适用于常压或低压下的黏度测量, 落体法和光学法

受到测量精度的限制. 相比较而言, 振动弦法工作方程完善, 测量范围广, 精度高, 便于实现自动化测量, 已成为黏度实验研究的主要方法之一^[1]. 本文针对课题组已有的振动弦黏度/密度计实验压力范围有限, 试剂消耗量大等不足, 重新设计了一套高压振动弦黏度实验系统, 并对该实验系统进行了标定和检验.

1 高压振动弦黏度实验系统

1.1 实验原理

振动弦法最早是由 Tough 等^[2]于 1963 年提出的,其理论模型是一根圆形截面无限长金属丝在黏性流体中做垂直于轴向的横向振动,丝的运动与流体的黏度和密度有关,根据流体对振动的阻尼作用就可得到流体的黏度.振动弦法的基本原理在文献[3-6]中已有详细描述,此处仅给出工作方程.

本文将金属丝两端固定使其处于张紧状态并置于磁场中,然后给金属丝通入正弦交流驱动电压,金属丝在磁场力的作用下做横向振动,金属丝在磁场中的运动又产生感应电压,因此金属丝两端的电压可表示为^[6]

$$V = V_1 + V_2 \quad (1)$$

式中: V_1 是金属丝由于自身阻抗产生的压降; V_2 是金属丝横向运动切割磁力线产生的感应电压. V_1 和 V_2 的具体表达式如下

$$V_1 = a + ib + icf \quad (2)$$

$$V_2 = \frac{i\Delta f}{f_0^2 - (1 + \beta)f^2 + i(\beta' + 2\Delta_0)f^2} \quad (3)$$

式中: f 是驱动信号的频率; a, b, c 是待定系数; Δ 是幅值; f_0 是真空下的共振频率; Δ_0 是振动丝的内部阻尼系数; $\beta = (\rho/\rho_s)k$ 表示附着在丝上的流体的惯性; $\beta' = (\rho/\rho_s)k'$ 表示由于流体存在而产生的黏性阻尼; ρ 为流体的密度; ρ_s 为丝的密度; k, k' 表示流体运动对振动系统的影响,其中 k 表示惯性力的影响, k' 表示流体黏性力的影响,其定义如下

$$k = -1 + 2\text{Im}(A); \quad k' = 2\text{Re}(A) \quad (4)$$

$$A = i\left(1 + \frac{2K_1(i\Omega)^{0.5}}{(i\Omega)^{0.5}K_0(i\Omega)^{0.5}}\right) \quad (5)$$

$$\Omega = 2\pi f\rho R^2/\eta \quad (6)$$

K_0, K_1 分别表示 0 阶和 1 阶修正的 Bessel 函数, η 是流体的黏度, R 是丝的半径.工作方程(2)~(6)中,包括 $a, b, c, \Delta, f_0, \Delta_0, R, \rho_s, \rho$ 和 η 共 10 个参数,真空下共振频率 f_0 应该是个常数,不随温度变化,但由于本文中金属丝和支撑材料的热膨胀系数不一样,温度改变导致丝的张力改变,对应的真空下共振频率也随之改变,因此本文将 f_0 作为一个拟合参数进行处理. Δ_0 在真空下测量得到, R 通过标准物质标定获得,为了能够更准确地测量流体的黏度, ρ_s 和 ρ 作为已知量输入, a, b, c, Δ 以及 η 通过方程拟合确定.

1.2 实验系统

1.2.1 振动弦传感器 振动弦传感器中丝的固定方式采用两端固定的形式,相比于一端固定一端悬挂重物的形式,具有黏度测量更加准确,抗干扰能力强,不易破坏,操作方便等优点,同时可以有效缩小压力腔体的容积,结构更为紧凑.新装置大约需要的试剂体积由原来的 180 mL 减少为 60 mL.振动弦选用直径为 0.1 mm,长度为 62 mm 的钨丝;上下夹具均采用二爪卡盘式夹紧结构,通过中心定位孔将钨丝夹在中心位置,上下夹具中间采用陶瓷管连接,同时可以起到绝缘的作用,其结构如图 1 所示.

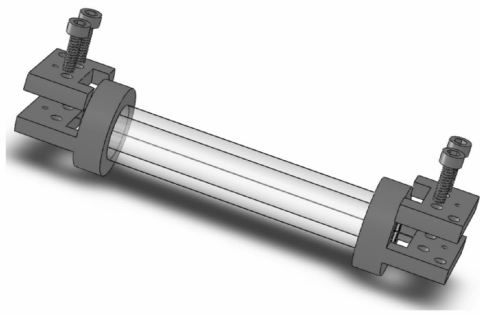
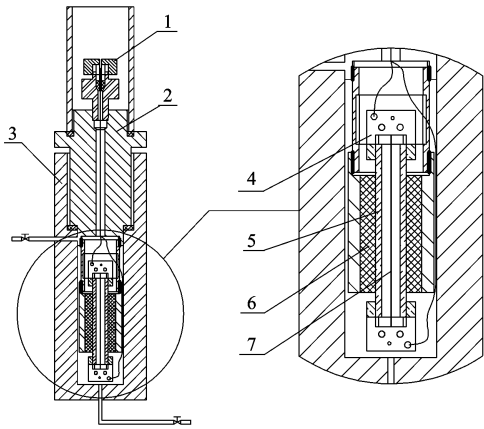


图 1 两端固定装置结构图

1.2.2 实验本体 实验本体的主要组成部分包括高压腔体、磁铁架、永久磁铁及导线密封装置等.磁场由钕钕永久磁铁(Sm2Co17)产生,中心磁场强度约为 0.3 T;高压腔体为不锈钢(1Cr18Ni9Ti),设计压力为 70 MPa,实际测试压力为 40 MPa,采用金属螺纹密封;导线密封结构为美国 Conax Buffalo 公司生产的 MHC1-032-A-4-T 型聚四氟多孔密封装置,承压能力可达 55 MPa.通过对实验本体的重新设计和导线密封结构的改进,实验系统的耐压性和稳定性得到了明显改善,具体的实验本体结构如图 2 所示.

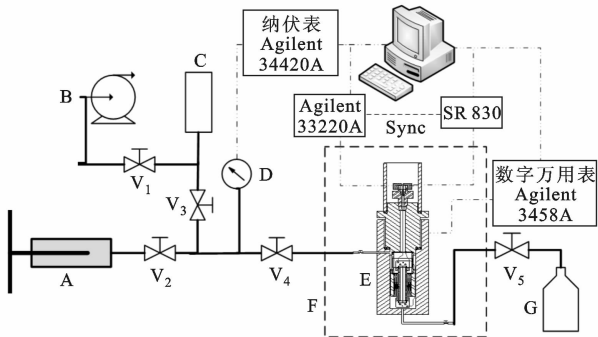
1.2.3 高压振动弦黏度计实验系统 高压振动弦黏度测量系统主要由振动弦实验装置、增压泵、真空系统、恒温系统、温度压力测量系统及相应的数据采集软件等组成.增压泵使用 HIP 公司生产的高压手动泵(型号 50-6-15),其最大工作压力为 100 MPa.压力测量使用德国 HBM 公司的 P3MB 型传感器,最大测量压力为 100 MPa,精度等级为 0.1%FS.恒温环境由美国 Fluke 7037 型恒温槽提供.恒温槽的控温范围是 -40~110 °C,恒温介质为二甲基硅油,稳定性和均匀性小于 ±2 mK.温度测量采用金属套管精密铂电阻温度计,温度测量的不确定度为 ±10 mK.正交电流由信号发生器 Agilent 33220A 产生,振动弦在磁场中产生的感应信号由 SR830 数



1:导线密封;2:容器盖;3:高压腔体;4:夹具;
5:陶瓷管;6:磁铁;7:钨丝

图 2 实验本体结构

字锁相放大器进行检测. 高压振动弦黏度测量实验系统如图 3 所示.



A:增压泵;B:真空泵;C:试剂瓶;D:压力传感器;
E:实验本体;F:恒温槽;G:试剂回收瓶;V₁~V₅:阀门

图 3 振动弦黏度测量实验系统示意图

2 实验系统的标定和检验

振动弦工作方程中, Δ_0 在真空下测量得到, R 直接测量精度无法满足实验要求,本文采用标准物质标定的方法来确定.具有准确黏度数据的标准物质主要有水、甲苯等,由于实验室获得的水的纯度难以保证,并且可能导致磁铁被腐蚀,因此本文标定物质选用了甲苯.实验中所用甲苯由天津富宇精细化工有限公司提供,纯度(本文中所用试剂纯度均为质量分数)大于等于 99.5%.标定选择在 298.15 K、0.1 MPa 状态下进行,甲苯的黏度和密度数据来自参考文献[7],分别是 $\rho_{\text{ref}} = 862.5 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, $\eta_{\text{ref}} = 0.555 \text{ mPa} \cdot \text{s}$.最终确定的 $\Delta_0 = 1.14 \times 10^{-5}$,钨丝半径 $R = 49.08 \times 10^{-6} \text{ m}$.

为了检验装置的可靠性,本文测量了温度范围在 248.15~348.15 K、压力范围在 1~40 MPa 内的甲苯黏度,结果如表 1 所示.除此之外,利用制冷剂 R134a 对系统进行了检验,试剂由中化近代环保化工(西安)有限公司生产,纯度大于等于 99.9%,采用液氮冷却收集的方法除去杂质和不凝结气体.测量的温度范围为 258.15~338.15 K、压力范围为 1~40 MPa,密度数据来源于 NIST REFPROP 8.0,在本文实验范围内密度的不确定度为 0.05%,测量的实验结果如表 2 所示.

表 1 甲苯黏度测量结果

T/K	p/MPa	$\rho/\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\eta/\text{mPa} \cdot \text{s}$
248.16	1	909.26	1.190 1
	10	914.42	1.284 6
	20	919.87	1.396 9
	30	925.06	1.521 1
273.15	1	886.31	0.776 4
	10	892.20	0.835 2
	20	898.37	0.905 2
	30	904.20	0.974 2
298.14	40	909.73	1.045 3
	1	863.32	0.558 1
	10	870.06	0.600 5
	20	877.07	0.644 0
323.13	30	883.63	0.690 9
	40	889.81	0.741 9
348.13	1	840.04	0.425 2
	10	847.82	0.456 3
	20	855.80	0.490 8
	30	863.20	0.526 7
	40	870.10	0.566 2
	1	816.20	0.335 6
	10	825.23	0.361 6
	20	834.36	0.390 7
	30	842.72	0.419 8
	40	850.44	0.449 7

图 4 给出了甲苯本文实验数据与文献值的偏差.本文测量的甲苯黏度实验数据与文献[7]方程的平均绝对偏差为 0.49%,最大偏差为 1.88%,实验结果均在文献方程的不确定度范围以内.根据实验

结果,本实验系统黏度测量的不确定度估计为 $\pm 2.0\%$.

表 2 R134a 黏度测量结果

T/K	p/MPa	$\rho/\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$\eta/\text{mPa}\cdot\text{s}$
258.15	1	1 345.5	0.325 1
	5	1 357.4	0.346 8
	10	1 370.9	0.367 5
	15	1 383.3	0.388 5
	20	1 394.8	0.409 4
	25	1 405.5	0.430 9
	30	1 415.5	0.450 2
	35	1 424.9	0.471 2
278.14	40	1 433.9	0.499 6
	1	1 280.9	0.253 6
	5	1 296.5	0.267 8
	10	1 313.9	0.285 9
	15	1 329.2	0.303 3
	20	1 343.2	0.320 9
	25	1 355.9	0.338 1
	30	1 367.7	0.354 3
298.14	35	1 378.7	0.371 2
	40	1 389.1	0.388 5
	1	1 208.8	0.196 2
	5	1 230.6	0.210 8
	10	1 253.4	0.227 3
	15	1 272.9	0.242 1
	20	1 290.0	0.256 7
	25	1 305.4	0.271 6
318.13	30	1 319.3	0.287 6
	35	1 332.2	0.301 7
	40	1 344.2	0.316 9
	2	1 132.9	0.154 9
	5	1 156.7	0.165 6
	10	1 188.2	0.182 8
	15	1 213.5	0.197 0
	20	1 234.9	0.211 1
338.13	25	1 253.5	0.225 4
	30	1 270.2	0.239 3
	35	1 285.3	0.251 1
	40	1 299.1	0.264 7
	2	1 027.7	0.115 2
	5	1 069.5	0.128 8
	10	1 116.2	0.146 6
	15	1 150.1	0.161 8
	20	1 177.3	0.175 4
	25	1 200.2	0.189 3
	30	1 220.1	0.200 7

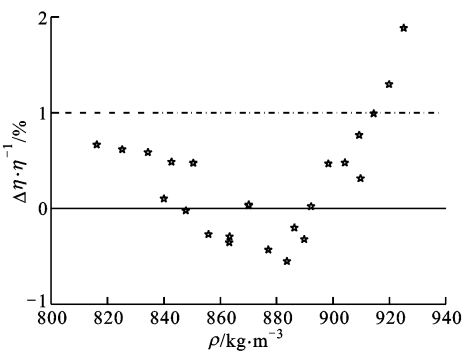


图 4 甲苯实验数据与文献[7]方程的偏差

图 5 给出了 R134a 本文实验数据与文献值的偏差. 本文测量的 R134a 黏度实验数据与 REFPROP 8.0 的计算值进行了比较,结果吻合得很好,平均绝对偏差为 0.53%,最大偏差为 2.43%. Okubo 等^[8]利用金属毛细管测量了温度区间在 213~373 K、压力区间在 1.58~30.19 MPa 内的液相黏度,与本文实验数据和 REFPROP 8.0 的计算值吻合很好,偏差在 $\pm 2.0\%$ 以内. Assael 等^[9]和 Oliveira 等^[10]采用振动弦法测量了高压下的 R134a 黏度,与 REFPROP 8.0 的计算值相比,大部分数据偏差在 3% 左右,最大偏差为 3.74%. Lavrenchenko 等^[11]测量的 R134a 黏度实验数据与本文的非常接近,与 REFPROP 8.0 的计算值的最大偏差为 2.32%. Pádua 等^[12]获得的实验数据在低温下与 REFPROP 8.0 的计算值的最大偏差达到了 6.75%. 除此之外,Comuñas 等^[13]和 Diller 等^[14]分别利用落球法及扭转晶体法对 R134a 的液相黏度进行了实验研究,黏度数据与本文及其他作者的偏差较大,最大偏差达到了 12.85%. 本文的实验数据与大部分文献值吻合较好,均在宣称的不确定度范围内,证明了该实验系统的准确性和可靠性.

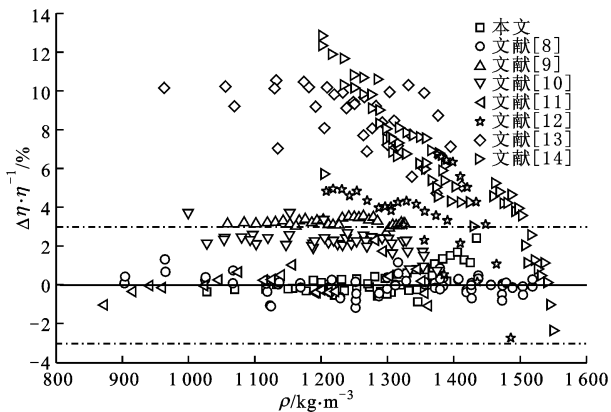


图 5 R134a 本文实验数据及文献值与 REFPROP 8.0 的计算值的比较

3 结 论

本文设计了一套高压振动弦黏度测量实验系统,适用的范围温度为243~400 K、压力范围为0~40 MPa,黏度测量的不确定度为 $\pm 2.0\%$ 。新建立的振动弦黏度计具有结构紧凑、操作方便、稳定性好、测量范围大等特点,通过标准物质甲苯和制冷剂R134a的检验,表明该系统准确、可靠,可用于替代制冷剂及燃料等工质黏度的实验研究。

参考文献:

- [1] 孟现阳. 振动弦黏度/密度计的研制及部分替代燃料黏度和密度实验研究[D]. 西安:西安交通大学,2009.
- [2] TOUGH J T, MCCORMICK W D, DASH J G. Viscosity of liquid He: II[J]. *Physical Review*, 1963, 132(6): 2373-2378.
- [3] RETSINA T, RICHARDSON S M, WAKEHAM W A. The theory of a vibrating-rod densimeter[J]. *Applied Scientific Research*, 1986, 43(2): 127-158.
- [4] RETSINA T, RICHARDSON S M, WAKEHAM W A. The theory of a vibrating-rod viscometer[J]. *Applied Scientific Research*, 1987, 43(4): 325-346.
- [5] PADUA A A H, FARELEIRA J M N A, CALADO J C G, et al. Validation of an accurate vibrating-wire densimeter: density and viscosity of liquids over wide ranges of temperature and pressure[J]. *International Journal of Thermophysics*, 1996, 17(4): 781-802.
- [6] KANDIL M E, MARSH K N, GOODWIN A R H. Vibrating wire viscometer with wire diameters of (0.05 and 0.15) mm: results for methylbenzene and two fluids with nominal viscosities at $T=298$ K and $p=0.01$ MPa of (14 and 232) mPa $\cdot$ s at temperatures between (298 and 373) K and pressures below 40 MPa [J]. *Journal of Chemical and Engineering Data*, 2005, 50(2): 647-655.
- [7] ASSAEL M J, AVELINO H M T, DALAOUTI N K, et al. Reference correlation for the viscosity of liquid toluene from 213 to 373 K at pressure to 250 MPa [J]. *International Journal of Thermophysics*, 2001, 22(3): 789-799.
- [8] OKUBO T, HASUO T, NAGASHIMA A. Measurement of the viscosity of HFC 134a in the temperature range 213-423 K and at pressures up to 30 MPa[J]. *International Journal of Thermophysics*, 1992, 13(6): 931-942.
- [9] ASSAEL M J, DYMOND J H, POLIMATIDOU S K. Measurements of the viscosity of R134a and R32 in the temperature range 270-340 K at pressures up to 20 MPa [J]. *International Journal of Thermophysics*, 1994, 15(4): 591-601.
- [10] OLIVEIRA C, WAKEHAM W A. The viscosity of liquid R134a[J]. *International Journal of Thermophysics*, 1993, 14(1): 33-44.
- [11] LAVRECHENKO G K, RUVINSKIY G Y, LLJUSHENKO S V, et al. Thermophysical properties of refrigerant R134a[J]. *International Journal of Refrigeration*, 1992, 15(6): 386-392.
- [12] PÁDUA A A H, FARELEIRA J M N A, CALADO J C G, et al. Density and viscosity measurements of 1, 1,1,2-tetrafluoroethane (HFC-134a) from 199 K to 298 K and up to 100 MPa[J]. *Journal of Chemical & Engineering Data*, 1996, 41(4): 731-735.
- [13] COMUÑAS M J P, BAYLAUCQ A, QUINONES-CISNEROS S E, et al. Viscosity measurements and correlations for 1, 1, 1, 2 - tetrafluoroethane (HFC-134a) up to 140 MPa[J]. *Fluid Phase Equilibria*, 2003, 210: 21-32.
- [14] DILLER D E, ARAGON A S, LAESECKE A. Measurements of the viscosities of saturated and compressed liquid 1,1,1,2-tetrafluoroethane (R134a), 2,2-dichloro-1,1,1-trifluoroethane (R123) and 1,1-dichloro-1-fluoroethane (R141b) [J]. *Fluid Phase Equilibria*, 1993, 88: 251-262.

[本刊相关文献链接]

- 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.
- 杨靖,陈杰蓉. 金属银负载型 SiO₂ 杂化膜的制备与性能表征. 2010,44(12):87-92.
- 吴东垠,仝利娟,姚季,等. 乳化剂和分散相含量对乳化液黏度的影响. 2010,44(11):6-11.
- 王晓坡,宋渤,吴江涛,等. 采用 PR 方程的液相制冷剂摩擦理论黏度模型. 2010,44(5):10-14.
- 毕胜山,史琳. 纳米颗粒/矿物冷冻油的流变特性研究. 2010, 44(1):27-30.
- 胡耀强,燕永利,屈撑囤,等. 单甘油脂类泡沫的稳定机理. 2009,43(8):130-134.
- 台明青,陈杰蓉,张建祺. 添加 PAM 对剩余污泥厌氧消化的影响. 2009,43(3):116-120.

(编辑 荆树蓉)