

时效同步的毛细管流变物料零切黏度动态反演方法

李冰栩¹, 宫正文¹, 周士龙¹, 刘岩¹, 张国辉^{2*}, 张冰^{1*}

(1. 北京化工大学机电工程学院, 北京 100029 ;

2. 山西北方兴安化学工业有限公司, 山西 太原 030008)

摘要 : 本研究针对毛细管流变仪无法直接测量零切黏度的问题, 提出了一种时效同步的动态反演方法。研究将高速摄像机与毛细管流变仪的数据时效同步, 确保实验过程中压力、温度等关键数据的准确记录, 结合高速摄像机画面, 便于计算物料实时挤出速率, 减小了因数据时效不同步所造成的误差。研究采用幂律模型, 通过实验与仿真相结合, 提高测量精度计算零切黏度范围。首先对毛细管流变仪做挤出实验, 获得物料挤出速度实测值。仿真实验部分采用调试法, 通过调整仿真输入参数, 使仿真获得的挤出速率与实验测得值匹配, 从而推算物料的真实零切黏度。研究基于幂律模型推导了物料挤出速率与零切黏度的数学关系。实验与仿真数据对比表明, 该方法能够测得物料零切黏度范围, 并最终确定实验物料零切黏度范围在 275~395 Pa·s。

关键词 : 毛细管流变仪; 零切黏度; 时效同步; 动态反演

中图分类号 : TQ330.64

文献标识码 : B

文章编号 : 1009-797X(2025)06-0039-05

DOI:10.13520/j.cnki.rpte.2025.06.009

0 引言

流变仪是用于研究材料在外力作用下的流动和流变特性的仪器。它能够检测和量化材料的黏度、剪切应力、剪切速率等流变学参数, 帮助研究者了解材料结构及其物理性能, 对于优化加工工艺、提高产品质量至关重要。许多传统流变仪只能在低剪切速率或低应力条件下工作, 难以测量高剪切速率下的流动行为。

毛细管流变仪不仅可以用于测取物料的物性还可以用于研究挤出胀大等挤出过程中出现的问题^[1]。根据运行方案不同分为恒压和恒速两种类型。恒压式毛细管流变仪是保持活塞杆的压力不变, 测量物料从毛细管挤出的速度; 恒速式毛细管流变仪是保持活塞杆运动速度不变, 测量口模出入口压力差。

物料在料筒内经过导热油的热传导加热到熔融状态, 传感器测的此时的物料温度, 当温度达到实验设置的温度时, 柱塞杆在动力系统的驱动下将熔融态物料从毛细管口模中挤出, 当物料通过毛细管时, 受到剪切应力的作用而发生流动和变形, 在这个过程中, 毛细管内的流体表面张力效应和物料的黏性特性对物料的流动行为有重要影响。表面张力会导致毛细管内产生一定的压力梯度, 而物料的黏性则决定了其流动的阻力^[2]。而物料的物性参数(如零切黏度)是没有

办法通过毛细管流变仪直接测得的, 因此需要在实验过程中根据测得数据和已知的数据, 再通过相应数学关系来进行动态反演求解^[3]。

由于毛细管流变仪基础实验中挤出速度极快, 挤出时长很短, 导致根据普通摄像机拍摄画面计算出的挤出速率误差较大。因此本研究引入使用高速摄像机, 并将高速摄像机拍摄画面与毛细管流变仪中物料参数数据精确对齐, 时效同步。通过摄像画面, 摄像机可以在物料挤出的瞬间开始同时记录压力、温度等传感器的同步数据。这种方法确保了每一帧图像都对应有精确的实验参数, 再根据零切黏度与基础速率的数学模型对零切黏度进行计算, 得到物料零切黏度范围。如下图 1 所示为是国外一些知名公司所生产的高压毛细管流变仪。

1 实验原理与实验准备

1.1 实验原理

针对零切黏度的数值获取问题, 采用了一种创新的方法“调试法”。具体而言, 通过改变仿真输入中

作者简介 : 李冰栩 (2001—), 男, 硕士研究生在读, 主要从事精密挤出成型工艺与设备方面的研究。

* 为通讯作者



(a) Gottfert RG20 (b) HAAKE RS 6000
图1 国外知名企业的高压流变仪

的零切黏度值，观察并记录下物料在不同条件下的挤出速率。随后，将这些仿真获得的数据与实验实际测量值进行详细对比，找出两者之间的最佳匹配点，如图2所示。通过这种对比分析的方式，成功地确定了零切黏度的近似值范围。

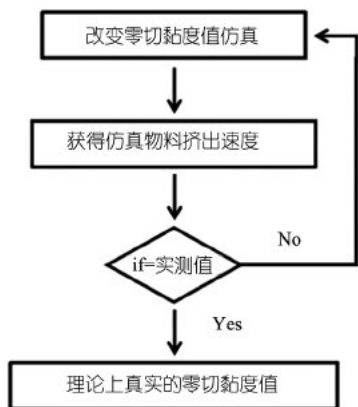


图2 调试法流程图

1.2 实验设备

实验装置主要由毛细管流变仪、电控柜、液压工作站、循环加热装置四部分构成，如下图3所示：



(a) 高压毛细管流变仪 (b) 控制柜

图3 实验装置实物图

为确保时效同步的采集效果，在PLC控制系统联动高速摄像机、毛细管流变仪、电控柜、液压工作站与循环加热装置等实验装置。如下图4所示。

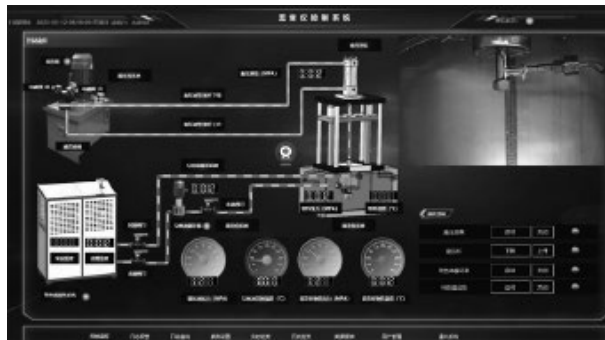


图4 PLC控制面板

在进行实验前，需要做好准备工作，检查各部件之间管路与线路是否连接正常，检查动力装置和循环加热装置是否正常，设定高速摄像机合适的帧率和曝光时间，以平衡图像质量与捕捉速度；其次调整摄像机的拍摄角度、焦距及光圈等参数，并在实验前进行充分的预调试和校准，确保记录下来的图像数据能够准确反映物料在挤出瞬间的流动状态和变化趋势。传感器的结构如下图5所示。

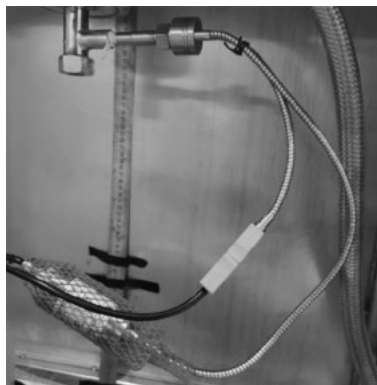


图5 高温熔体温压一体传感器

由于实验中需要采集的数据有温度、压力和速度，由于流变检测装置需要对物料进行温度和压力检测，且传感器安装位置空间狭小，因此采用型号为PT124B-125T的温压一体传感器^[4]。

1.3 数学模型及参数

不同的流变学模型有着相对应的使用范围，本实验所使用的聚合物材料适用幂律模型。

剪切黏度与剪切速率满足下面的关系：

$$\eta = \eta_0 (\dot{\gamma})^{\eta-1}$$

在实际实验时，流体大多数是非牛顿流体，因此需要通过Rabinowitsch方程对剪切速率及剪切黏度进行修正，然后代入幂律模型公式经整理得下面的挤出速率与零切黏度的数学模型公式：

$$r = \frac{\pi \eta}{3n+1} \sqrt{\frac{(\Delta P - \Delta P_0)}{2L\eta_0^{2n-1}}}$$

式中：

r ——毛细管的半径，m；

n ——非牛顿流动指数；

ΔP ——毛细管两端压力差，Pa；

ΔP_0 ——入口压力降，Pa；

η_0 ——零切黏度，Pa.s；

λ ——松弛时间，s。

2 实验测试及仿真

2.1 实验过程

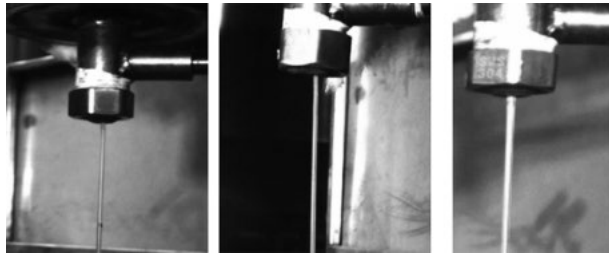
挑选所需长径比的毛细管口模安装在料筒的下方，打开电源开关，通过控制柜启动电液泵，在 PLC 控制面板上通过设置赫兹值来实现对电液泵电机转速的控制，通过 PLC 控制面板实现推杆的上升和下降，调试限位器的限制距离，防止柱塞杆与毛细管口模发生碰撞，安装高速相机并与电脑相连调试相机，相机位置安装在口模前侧，打开辅助灯，保证拍摄清晰。如下图 6 所示。



图 6 高速摄像机布置图

控制推杆上升到顶部，添加物料至料筒中。由于物料是小型颗粒状，可用漏斗来辅助加料。点 PLC 控制面板上“循环泵启动”按钮来启动模温机的循环泵，并调节循环速度。在 PLC 控制面板“液压油温度设定”下方框输入液压油温度的数值。观察控制面板上面物料温度显示值，当达到试验温度后，稳定一段时间，点 PLC 控制面板上面的“推杆下降”按钮，通过柱塞杆挤出物料，记录数据。柱塞杆退出，拆掉口模，清理物料，口模中的物料通过微型打孔器来清理。实验结束或重复上述步骤进行下一组实验。

如下图 7 所示为三种不同长径比口模挤出的物料照片。



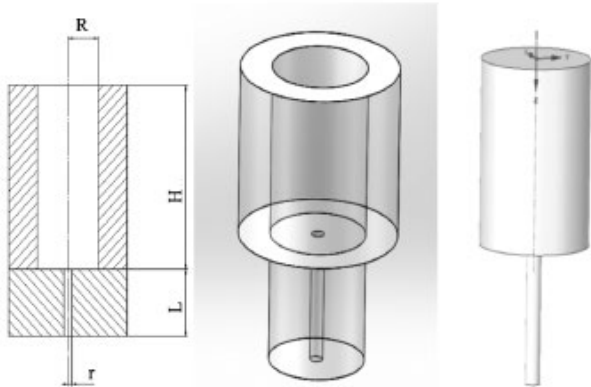
(a) 长径比 15/2 (b) 长径比 10/1.5 (c) 长径比 30/2

图 7 物料从三种长径比口模挤出图片

2.2 ANSYS 仿真实验

实验研究是基于物料实现的，在仿真模拟过程中做出以下假设：物料为不可压缩的非牛顿流体；流道中物料温度相等，流场的分布与温度和时间无关；流体流动是稳态层流动且物料充满流道；熔体的重力和惯性力远小于其黏性，所以忽略不计；壁面无滑移。

如下图 8 所示，根据流道二维结构示意图分析出流道结构，建立流道的三维模型，通过 ANSYS Workbench 的 Geometry 模块导入流道结构模型



(a) 流道二维结构示意图 (b) 流道结构三维示意 (c) 流道三维建模

图 8 流道处二维与三维示意图

在 Workbench 平台中新建一个 mesh 模块，进行边界层的定义与网格的划分，网格划分情况如下图 9 所示：

基于幂律模型，设置与毛细管流变仪实验相同的数据参数，先对长径比为 15/2 的毛细管流道进行建模仿真，通过多次数值模拟获得了初步零切黏度值，再代入长径比为 10/1.5、30/2 得模型对理论上真实的零切黏度值进行验证，得到理论上真实的零切黏度值。按照物料的特性进行参数的设置，再根据上表的边界条件进行设置，随后展开仿真计算。

3 数据对比与结论

3.1 数据处理与对比

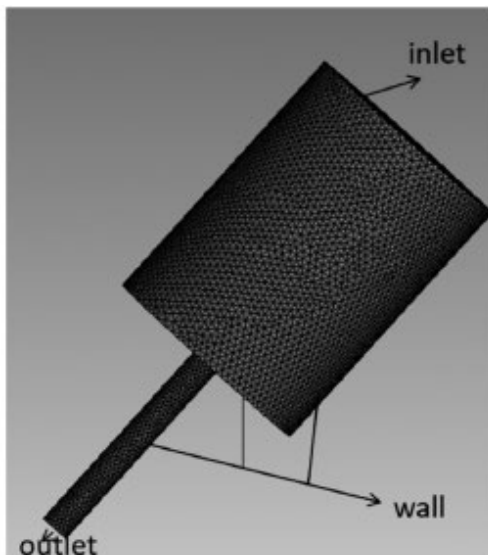


图9 流道网格划分图

实验数据处理与分析本次实验对三组不同长径比的口模分别做了物料在 80℃、85℃、90℃ 下的实验, 获得了物料温度、液油温度、料管压力、物料挤出速度等数据经过处理得到了物料的剪切应力、剪切速率、剪切黏度等数值, 具体见下表 1 所示。

表1 实验数据

长径比 (L/D)	10/1.5			15/2			30/2		
物料温 $T/^\circ\text{C}$	80	85	90	80	85	90	80	85	90
□ 模压	50	40	26	38.25	33.75	23.06	48.93	39.94	36
△ $P(\text{MPa})$									
物料挤出速度 $v(\text{m}\cdot\text{s}^{-1})$	5	4.6	4.52	5.8	6	5	5.724	4.11	4.8

通过长径为 15/2 的模型进行多组仿真后获得一个理论零切黏度值, 将该值带入另外两个模型中验证, 发现在该数值下输出的参数与实际有差距, 再通过“调试法”对另外两个模型继续研究分析, 最后得到中的物料挤出流动速度的云图如图 10 所示。

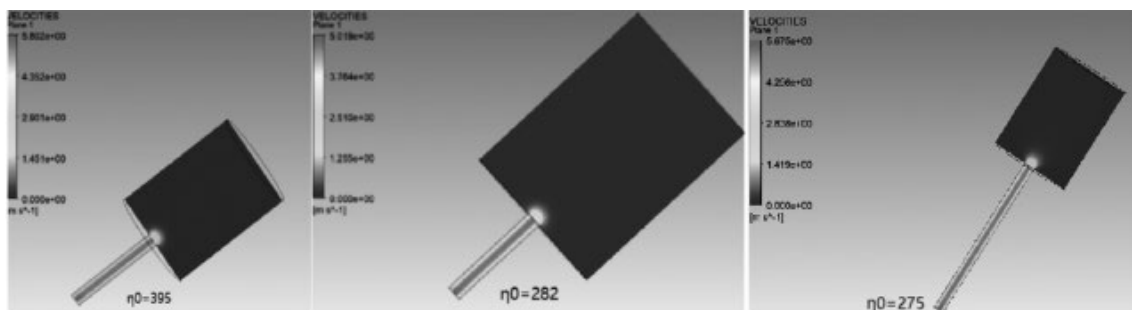


图10 15/2、10/1.5、30/2 流道速度分布云图

将云图中呈现的最大挤出速率数据与对应的零切黏度值再加上毛细管流变仪实验获得的挤出速率进行汇总对比, 汇总如下表 2 所示:

表2 实验数据与仿真实验对比

长径比	零切黏度 $\eta_0/(\text{Pa}\cdot\text{s})$	速率 v_0 仿真值 / $(\text{m}\cdot\text{s}^{-1})$	速率 v 实测值 / $(\text{m}\cdot\text{s}^{-1})$
15/2	400	5.6	5.8
	395	5.8	5.8
10/1.5	290	4.7	5.0
	282	5.0	5.0
30/2	300	4.6	5.7
	275	5.7	5.7

由上述表可知, 当仿真的结果分别为 5.8 m/s、5.0 m/s、5.68 m/s 时, 其数值与真实值近似相等, 此时其所对应的零切黏度值分别为: 395 Pa·s、282 Pa·s、275 Pa·s, 为了更直观地展示这一关系, 将数据进行了拟合并绘制成了图表, 如下图 11 所示。

根据上述曲线图所呈现的信息, 可以观察到, 图中的灰色区域就是零切黏度取值范围, 图中所标注点

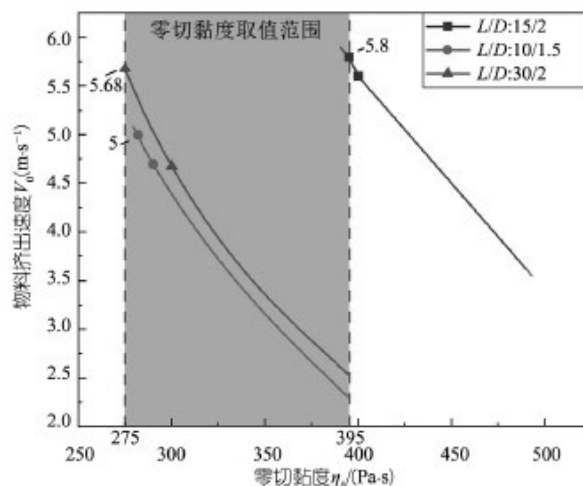


图11 零切黏度与挤出速率曲线图

的数值即三种长径比模型数值模拟要输出的终点值。由此可以推测出物料的零切黏度范围为: 275~395 Pa·s。

3.2 实验结果讨论

研究将高速摄像机与毛细管流变仪的数据时效同步,将高速摄像机拍摄画面与毛细管流变仪中物料参数数据精确对齐,保证了实验过程中物料挤出时刻压力、温度等关键数据的准确记录,结合高速摄像机画面,便于计算物料实时挤出速率,减小了因数据时效不同步所造成的误差。

通过数值模拟与实验数据对比,确定了物料的零切黏度范围为 275~395 Pa·s,并验证了基于幂律模型的数学公式 $\eta = \frac{\eta_0}{3n+1} \cdot \sqrt{\frac{(\Delta P - \Delta P_0)r}{2L\eta_0 \dot{\gamma}^{n-1}}}$ 进行流变分析

的有效性。当仿真计算的物料流动速度与实验测得值接近时,对应的零切黏度较为准确。

这一研究方法解决了毛细管流变仪无法直接测量零切黏度的问题。为物料流体流变特性的研究提供了新的实验思路。

参考文献:

- [1] 周国奎. 高压毛细管流变仪的研制 [D], 2015.
- [2] 赵凯晨. 高黏度双料筒流变仪的研制与三基发射药流变性能的研究 [D], 2021.
- [3] 郭泽元, 胡少伟, 金文繁, 等. PVC-U 轴向中空壁管挤出成型工艺优化与数值模拟 [J]. 塑料工业, 2023, 51(09):94-101.
- [4] 丁亚军, 应三九. 螺杆挤出过程中物料在线流变行为及其数值模拟 [J]. 兵工学报, 2015, 36(08):1 437-1 442.
- [5] 何家隆, 谷琳, 朱钰婷, 等. 固体推进剂螺旋压伸挤出过程流变模型建立 [J]. 中国塑料, 2021, 35(02):58-62.

Dynamic inversion method for zero shear viscosity of capillary rheological materials with time synchronization

Li Bingxu¹, Gong Zhengwen¹, Zhou Shilong¹, Liu Yan¹, Zhang Guohui^{2*}, Zhang Bing^{1*}

(1. Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China;

2. Shanxi North Xing'an Chemical Industry Co. LTD., Taiyuan 030008, Shanxi, China)

Abstract: In order to solve the problem that capillary rheometer cannot directly measure zero shear viscosity, a dynamic inversion method based on time synchronization was proposed in this study. This method synchronizes the data from the high-speed camera and capillary rheometer to ensure accurate recording of key parameters such as pressure and temperature during the experimental process. Combined with the real-time image of the high-speed camera, the extrusion rate of the material is accurately calculated, effectively reducing errors caused by asynchronous data. The study adopted a power-law model and improved the measurement accuracy of zero shear viscosity through a combination of experiments and simulations. The specific steps are as follows: Firstly, conduct an extrusion experiment using a capillary rheometer to obtain the measured extrusion speed of the material. Subsequently, in the simulation experiment, the debugging method was used to adjust the simulation input parameters, so that the extrusion rate obtained from the simulation matched the measured value in the experiment, and then the true zero shear viscosity of the material was calculated. The mathematical relationship between material extrusion rate and zero shear viscosity was derived based on a power law model. The comparison between experimental and simulation data shows that this method can effectively measure the zero shear viscosity range of materials, and ultimately determine the zero shear viscosity range of the experimental materials to be 275~395 Pa·s.

Key words: capillary rheometer; zero shear viscosity; time synchronization; dynamic inversion

(R-03)

