

凝胶推进剂粘度振动法测量技术研究

刘 阳, 窦双庆, 王宏亮, 张惠君, 李林永
(西安航天动力试验技术研究所, 陕西 西安 710100)

摘要: 介绍了凝胶推进剂粘度测量系统的组成、原理和测量方法, 重点阐述基于振动法的凝胶推进剂粘度测量原理, 论证了粘度计不同安装方式对测量结果造成的影响。结合校准原理, 研究粘度计在现场校准应用环境下的校准技术, 并给出校准测试数据。通过试验验证, 总结出凝胶推进剂粘度现场测量中减小测量误差的有效方法就是实现现场校准。

关键词: 粘度; 粘度计; 振动法测量

中图分类号: V513 - 34 文献标识码:A 文章编号: 1672 - 9374(2017)05 - 0080 - 06

Research on vibration method measuring technology for gelled propellant viscosity measurement

LIU Yang, DOU Shuangqing, WANG Hongliang, ZHANG Huijun, LI Linyong
(Xi'an Aerospace Test Technology Institute, Xi'an 710100, China)

Abstract: The principle, composition and measurement method of the gelled propellant viscosity measurement system are introduced in this paper. The principle of the gelled propellant viscosity measurement based on the vibration method is expatiated emphatically. The effect of different installation ways of viscosity meter on the measurement result is verified. The calibration technology of viscosity meter in the field calibration environment is studied in combination with the calibration principle. The measured calibration data is given. The experimental verification result indicates that effective method of reducing the error in the site measurement of gelled propellant viscosity is spot calibration.

Keywords: viscosity; viscosity meter; measurement with vibration method

0 引言

凝胶推进剂是集固、液体特点的新型推进剂, 以高密度、可长期贮存、流量可控等优点得到应用。凝胶推进剂的流变性能通常以粘度、屈

服应力等参数表征, 主要流变特性可以通过粘度反映。在以凝胶推进剂为燃料的液体火箭发动机试验中, 为实现发动机预定工况点火, 需要向凝胶推进剂贮箱增压, 通过推进剂供应管路保证发动机入口压力满足试验要求。粘度特性是造成推

收稿日期: 2017-04-24; 修回日期: 2017-08-12

基金项目: 国防技术基础科研项目 (JSJL2014203B020)

作者简介: 刘阳 (1985—), 男, 工程师, 研究领域为液体火箭发动机试验测控技术

进剂的供应系统流动阻力的重要因素。由于粘度计在试验现场与实验室测量时环境及结构存在差异, 凝胶推进剂粘度现场测量时使用实验室计量校准结果, 测量误差较大, 对发动机试验时管路流阻计算带来较大困难, 发动机在预定工况下点火需要多次推进剂箱压的调整。故开展试验现场使用环境下的凝胶推进剂的粘度测量与校准技术研究是非常必要的。

由文献可知各类型粘度计测量方法的研究已经比较成熟, 但凝胶推进剂现场校准测量的技术研究十分有限, 有必要开展深入的研究工作。

为实现对凝胶推进剂在液体火箭发动机试验环境下的现场测量校准, 开展了凝胶推进剂粘度振动法测量技术研究, 建立了一套液体火箭发动机试验环境下的凝胶推进剂粘度现场测量校准系统, 试验结果表明粘度计现场校准可有效降低测量误差。

1 粘度测量方法

常用的粘度测量方法有毛细管法、落球法、旋转法、振动法等。毛细管法是粘度的绝对测量, 其误差在 1% 左右。但毛细管法对样品的纯度要求较高, 不适合高温下使用, 一般在实验室作为计量、检定手段使用; 落球法适用于粘度较大的透明液体, 误差在 1% ~ 3%, 其测量精度低于毛细管, 不能用于在线测量; 旋转法适用于所有流体, 但设备结构复杂、价格昂贵, 旋转粘度计测量精度约为 2% ~ 3%, 一般用于流体的取样测定。

振动法主要分为衰减式和强制式两种。衰减振动是浸入液体中作振动的物体由于受到液体的粘性阻力, 其扭转振幅会衰减, 测量出衰减振幅和衰减周期, 即可获得液体的粘度; 强制振动原理是由外界补充振动物体, 由于粘性所损耗的能量, 使振动物体维持恒定振动频率和振幅, 由补充的能量和液体粘度之间的关系测量粘度值。

振动式粘度计测量前端结构见图 1。振动部分可以是柱状、球状或杆状。振动探头以固有频率振动, 驱动杆引起振动球产生剪力波, 当探头完全浸入被测物料, 振动探头受到流体粘性阻力

的影响, 探头振幅按图 2 指数函数形式衰减, 为维持一定量的扭力波, 测量电路用于补充由于粘性阻尼所消耗的能量。振动探头线圈的输出电压 U 与被测流体的粘度 η 和密度 ρ 的关系见式 (1)。

$$U \propto \sqrt{\eta\rho} \quad (1)$$

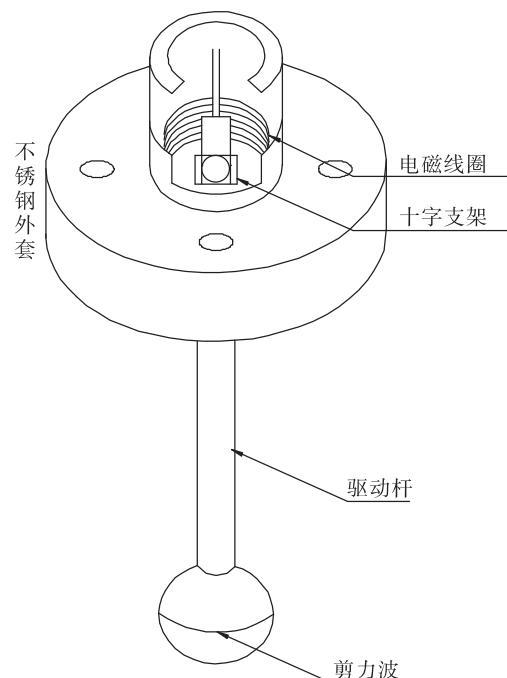


图 1 粘度计测量装置结构

Fig. 1 Structure of viscosity meter device

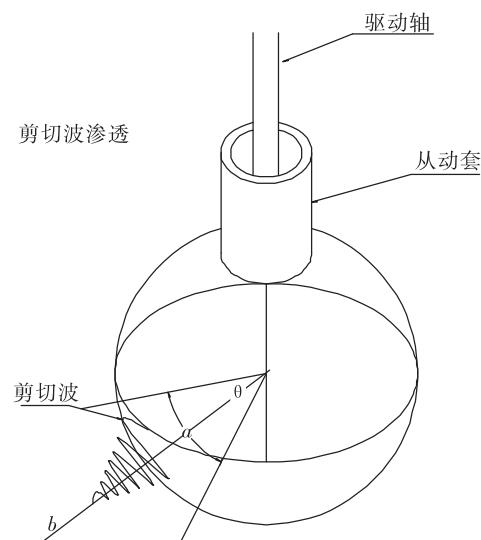


图 2 振动探头振幅衰减

Fig. 2 Amplitude fading of vibration probe

相比较其他粘度测量方法而言，扭转振动式粘度计不受使用条件、测量环境及温度的影响，响应速度快、可实时显示，一般仪表的灵敏度为 $\pm 1\% \text{ FS}$ 。适用于液体火箭发动机试验环境下的凝胶推进剂粘度现场校准与测量。

2 凝胶推进剂粘度测量系统组成及原理

凝胶推进剂粘度测量系统由推进剂贮箱、供管路、透明观察管、回收容器、粘度计、测量

仪、采集计算机等组成，如图 3 所示。

对推进剂贮箱进行增压，通过透明管段对系统内的凝胶推进剂流动情况进行观察。当管路内无气泡时开始进行粘度测量。改变贮箱压力到合适值，使得推进剂在系统内的流量达到预定值。按照预定的测量时间对系统内的各项参数进行记录。完成后进行相关计算。凝胶推进剂粘度测量系统硬件由粘度传感器、压力变送器、质量流量计、温度传感器、EX1000 测量仪、采集计算机等组成，粘度测量系统原理见图 4。

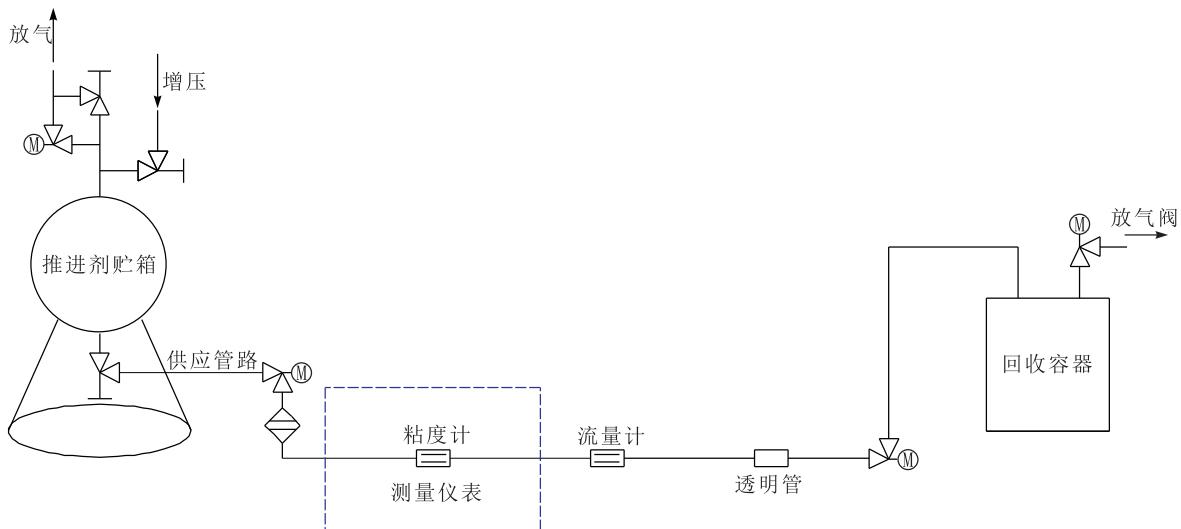


图 3 凝胶推进剂粘度测量工艺系统组成图

Fig. 3 Composition of measurement system for gelled propellant viscosity

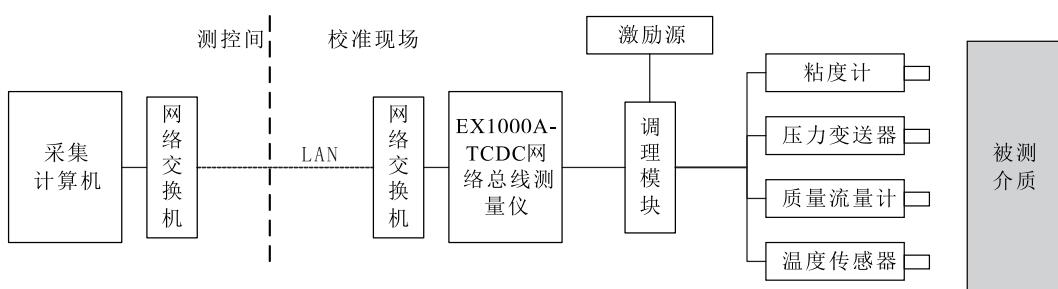


图 4 粘度测量系统原理图

Fig. 4 Principle diagram of viscosity measurement system

EX1000 测量仪是目前电压测量系统成熟的解决方案，EX1000 基于 LXI 总线网络测试平台。

LXI 与 CPIB、VXI 和 PXI 等总线模块兼容，该技术已广泛应用于运载火箭测试系统，经过长期工

程实践考验在测试精度和可靠性等方面均可满足项目测试要求。

根据现场校准系统设计功能要求, 粘度测量系统提供变送器的电源激励, 测试压力、流量、温度等信号由通信电缆引出, 采用 mini - TC Jack 连接器与测量系统相连, 测量信号在转接机箱中经信号调理器转换为电压信号后, 统一进入 EX1000 测量仪进行采集记录。EX1000 测量仪接收传感器的输出信号, 粘度、压力、流量等根据预先设定的线性系数获得物理量, 温度信号与内部高精度冷端进行比较, 根据分度表计算得到物理量。

3 粘度计安装方式

振动式粘度计的安装工艺是粘度精准测量的关键环节之一, 在测量粘度之前应先选择正确的工艺安装方式, 才能获得准确的测量结果。

图 5 中标出系统中粘度计的多个安装位置。位置 A ~ E 为釜罐式安装, F ~ K 分别为管道的出口式安装、复线式安装及入口式安装。基于振动式粘度计的测量原理, 虽然在线粘度计探头质量一般在 2 kg 以上, 若粘度计探头因安装位置产生谐振, 将使测量值产生明显漂移、对测量结果产生影响。

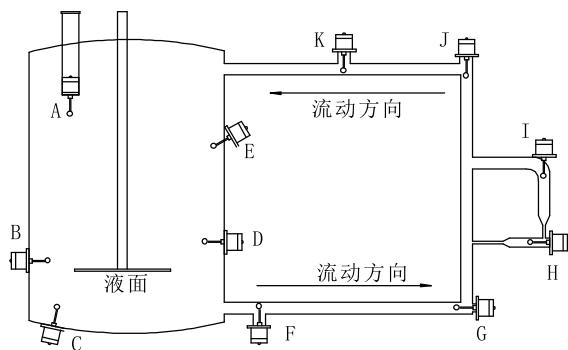


图 5 工艺系统中粘度计的安装位置

Fig. 5 Installation position of viscosity meter in process system

3.1 釜罐式安装

图 5 中 A ~ E 是典型釜罐式安装。由于釜罐振动小、内部物料流速低, 釜罐式比管道式安装的测量精度高, 其测量值的准确性和重复性最

好, 而且其缺点是探头因挂胶体损坏, 需要清洗或更换时, 必须在釜罐置换倒空后进行。

3.2 出口式安装

图 5 中位置 F 和 G 安装在管道上、靠近釜罐的出口。F 的测量探针与流体方向垂直, G 的测量探针流体方向一致, 为避免探头振动大、随时拆装维护, 这两种方式都要附带粘度计固定基座, 但是 F 位置振动杆会长时间受到单方向侧力作用, 探头易损坏, 此安装方式是效果最差的一种, 在实际应用中基本不采用此方式。

3.3 复线式安装

图 5 中位置 H 和 I 安装在与主管路平行的复线支路上, 测量探针与流体流动方向一致。复线式安装的优点是探头一旦挂胶体或损坏可随时清洗或更换。采用这种安装方式可以最大程度降低管线振动, 实际应用时采用粘度计与地面等基础连接固定, 基本能够正常测量。

3.4 入口式安装

图 5 中位置 K 和 J 安装在管道上、靠近釜罐的入口。K 的测量探针与流体方向一致, J 的测量探针与流体方向垂直, 安装位置 J 方式适用于连续式生产, 由于连续式生产在管线传输过程中反应不间断, 安装点尽量靠近出口处可以得到流体的最终粘度。对于流体性能稳定的凝胶推进剂出口式 G、入口式 J 安装方式无明显的差别。

3.5 安装方式选择与分析

本文所介绍的粘度测量系统中采用了图 5 中 G 的安装方式。

A ~ E 是釜罐式安装, 这种安装方式所测得的结果与在系统管线上安装粘度计的方式还存在差异, 不适用于本文所述的测量环境。在发动机试验推进剂粘度现场校准测量系统中, 推进剂的压力、温度、流量等保持稳定, 故其粘度特性并无较大变化。同时为保护粘度计不受损伤, 应避免其在使用中受单向力作用。所以应该选择图 5 中包括 G, H, I 和 K 安装方式。在实际使用中, 复线式安装的 H 和 I 点测得值与主管线中推进剂流动时的情况存在差异, 不能选用。G 和 K 点效果相同, 由于在发动机试验系统中, 推进剂不经过 K 点, 所以最终选择 G 点的安装方式。

4 粘度计现场校准与测量

4.1 现场校准

凝胶推进剂粘度测量采用 VA300 系列在线粘度计。VA300 系列粘度计基于“扭转微振荡”原理，其振动传感器是一个不锈钢圆柱体，可在苛刻的流体中长期连续使用，测量凝胶粘度前采用标准模拟液进行校准。校准粘度计处于工艺管路的中心位置，并全部被标准液浸没；维持标准液的压力、温度稳定，同步记录粘度、压力、温度。待粘度计表头的示值稳定后，重复记录两次数据 η_1 和 η_2 ，取两次记录数据的算术平均值 $\bar{\eta}$ 作为标准液的校准值，计算测试数据的重复性。 $(\eta_1 - \eta_2) / \bar{\eta}$ 或 $(\eta_1 - \eta_2) / \eta_{\text{标准}}$ 应符合重复性指标

$\pm 2.5\%$ 的要求， $(\eta_1 - \eta_2) / FS$ 应符合重复性指标 $\pm 2\%$ 的要求。

再现性测量。对同类型的粘度计应该至少用两种粘度的标准模拟液进行校准。取两次校准结果 $K_1(\bar{\eta}_1)$ 和 $K_2(\bar{\eta}_2)$ 的算术平均值 $K_{\text{平均值}}(\bar{\eta}_{\text{平均值}})$ ，作为该粘度计的校准结果， $(K_1 - K_2) / K_{\text{平均值}}$ 或 $(\eta_{\text{测定}} - \eta_{\text{标准}}) / \eta_{\text{标准}}$ 应符合再现性指标 $\pm 5\%$ 的要求， $(\bar{\eta}_{\text{平均值}} - \eta_{\text{标准}}) / FS$ 应符合再现性指标 $\pm 5\%$ 的要求。

使用凝胶模拟液对 VA300 系列粘度计进行现场校准，维持粘度计测试温度恒定在 $26 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，采用粘度值为 $2\,511\,\text{mPa} \cdot \text{s}$ 和 $1\,813\,\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的标准物进行校准测试，校准测试数据见表 1。

表 1 VA300 系列粘度计校准数据

Tab. 1 Calibration data of VA300 series viscosity meter

$\eta_1 / (\text{mPa} \cdot \text{s})$	$\eta_2 / (\text{mPa} \cdot \text{s})$	$\bar{\eta} / (\text{mPa} \cdot \text{s})$	$\Delta\eta / (\text{mPa} \cdot \text{s})$	重复性/%	再现性/%
2 454.5	2 479.1	2 466.8	-44.2	-1.00	-1.11
2 507.2	2 508.2	2 507.7	-3.3	-0.04	0.26
2 532.1	2 541.3	2 536.7	25.7	-0.36	1.22
2 557.1	2 575.0	2 566.0	55.0	-0.70	2.20
1 767.2	1 783.7	1 775.5	-37.5	-0.93	-0.82
1 812.5	1 813.1	1 812.8	-0.2	-0.03	0.43
1 833.8	1 853.7	1 843.8	30.8	-1.08	1.46

由表可知粘度计的重复性和再现性在允许范围内，现场校准符合要求。

4.2 凝胶推进剂粘度试验测试

图 6 中为粘度计测试某一种凝胶模拟液的测试曲线，分别维持 $1.3\,\text{MPa}$ 和 $2.8\,\text{MPa}$ 压力恒定，连续采集 $30\,\text{s}$ 粘度测试数据。从四组测试曲线上可以看出：粘度测试数据在 $20\,\text{s}$ 前波动较大，在 $20\sim30\,\text{s}$ 段粘度的输出数据随压力趋于稳定，即粘度较压力参数表现出一定的滞后性，这一方面是由于凝胶模拟液在系统中的流动存在滞后，另外粘度测量数据是平均测量数值的输出，所以相对于压力、流量等参数，粘度测量采用稳定测量值更真实。

在粘度测量中影响粘度变化的因素较多，其中压力、温度的影响比较突出。凝胶推进剂多为

肼类和氮氧化物液体，具有易挥发、强腐蚀的特点，这类凝胶推进剂在常压下只发生有限的弹性形变，当压力超过某个限值时，其粘度测试值出现快速下降，粘性液体内部发生连续的、无限的变形（即凝胶推进剂的屈服现象），这表明压力对凝胶推进剂粘度存在着重要的影响。对比图 6 中 $1.3\,\text{MPa}$ 和 $2.8\,\text{MPa}$ 压力下粘度数据测试曲线：凝胶推进剂粘度受压力的影响表现明显，其变化趋势为：随着压力的增大、推进剂粘度明显减小。在压力超过凝胶推进剂的屈服压力时，凝胶推进剂明显地表现出常规液体推进剂的流动特性，其非牛顿流体的特性基本消失，这一规律符合非牛顿流体剪切变稀的特性。

此外凝胶推进剂的粘度测量对温度都十分敏感，一般来说液体的温度升高、粘度变小。因为

当温度升高时, 液体的体积膨胀, 液体中空缺的数目增加, 分子间的距离及链段间自由体积增大、

固着力减小, 故粘度减小, 温度对凝胶推进剂的粘度测量结果影响仍需进一步进行深入研究。

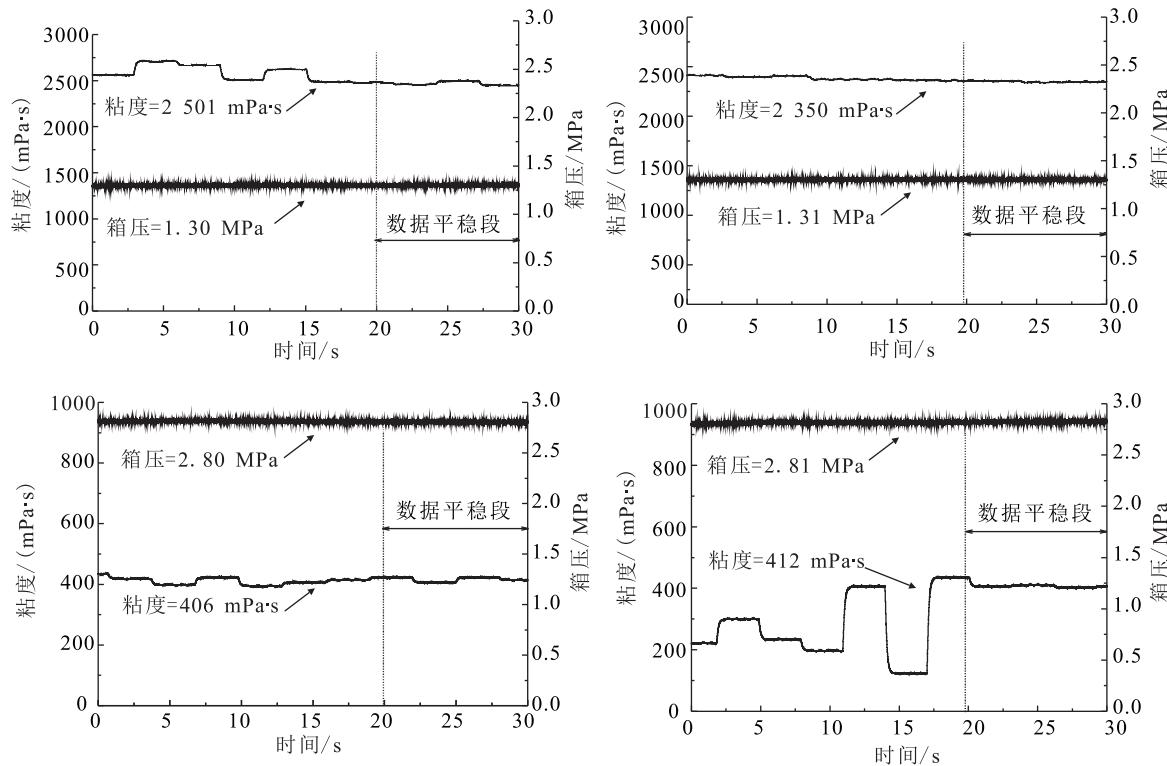


图6 不同压力下凝胶模拟液粘度实测数据曲线

Fig. 6 Measured data curve of gelled simulation fluid under different pressures

5 结论

通过振动法粘度测量技术研究, 得到以下结论:

1) VA300 振动粘度计适于在线粘度测量, 测量精度较高、响应时间短, 可以在一定温度范围内进行温度自动补偿; 正确的粘度计安装工艺方式保证了粘度测量的准确度, 同时方便设备仪器的清洗维护。

2) 粘度计现场校准减小了测量系统误差, 实际测量中对粘度测量数据结果还要进行必要的温度和压力修正。

3) 凝胶推进剂粘度受压力的影响表现明显, 随着压力的增大、推进剂粘度明显减小, 在压力超过凝胶推进剂的屈服压力时, 凝胶推进剂明显地表现出常规液体推进剂的流动特性, 其非牛顿流体的特性基本消失。

参考文献:

- [1] 吴德志, 徐东亮, 吴耀楚. 粘度测定原理与应用 [J]. 中国仪器仪表, 2002(6): 41-43.
- [2] 韩伟, 杜宗罡, 符全军, 等. 四氧化二氮凝胶推进剂的配方研究 [J]. 火箭推进, 2008, 34(1): 54-58.
HAN Wei, DU Zonggang, FU Quanjun, et al. Study on the formulation of NTO gelled propellant [J]. Journal of rocket propulsion, 2008, 34(1): 54-58.
- [3] 杜忠选, 胡亚非, 张始斋. 粘度测量原理与方法 [J]. 煤矿机械, 2006, 27(6): 71-72.
- [4] 施庆珊, 王计伟, 欧阳友生, 等. 非牛顿流体粘度测定方法研究进展 [J], 发酵技术通讯, 2001, 40(2): 42-45.
- [5] 马敬东. 粘度测量中的温度修正及其应用 [J]. 上海计量测试, 2005(2): 31-32.
- [6] 童刚, 陈丽君, 冷健. 旋转式粘度计综述 [J]. 自动化博览, 2007(2): 68-70.
- [7] 肖文涛, 张国忠, 刘坤, 等. 同轴圆筒旋转粘度计测

- 量误差的分析与修正[J], 现代科学仪器, 2012(2): 114-118.
- [8] 唐冬富. 船用润滑油粘度在线测量技术研究[D]. 大连: 大连海事大学, 2009.
- [9] 何政. 振动式粘度计的研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2011.
- [10] 郑慧琴, 杨黎黎. 流变剪切粘度测量不确定度的评定[J]. 合成技术及应用, 2008, 23(3): 55-60.
- [11] 王巧梭. 在线粘度测量及其应用[J]. 玻璃, 2001(4): 26-29.
- [12] 王淑红, 庄侃, 郭强. 振动式在线黏度计在合成橡胶生产中的应用[J]. 仪器仪表与应用, 2005(4): 62-64.
- [13] 唐为义. 流体粘度在线测量系统的设计与研究[D]. 青岛: 青岛科技大学, 2008.
- [14] WAKABAYASHI T. Viscosity correlation with specific gravity and molecular weight of crude oil fraction [J]. Fuel, 1997, 76(11): 1049-1056.
- [15] NAGASHIMA A. Recent development and applications of an optical method for measurements of thermo physical properties [J]. International journal of thermophysics, 1995, 16(5): 1069-1086.

(编辑:陈红霞)

(上接第 68 页)

- [7] 孙得川, 陈杰, 刘昌国, 林庆国. 喷管性能计算的软件实现 上海航天, 2002, 19(6): 18-20.
- [8] HASHIMOTO A. The effect of H₂O gas on volatiles of planet-forming ma or elements: I. experimental determination of thermodynamic properties of CaAl-and Si-hydride gas molecules and its application to the solar nebula [J]. Cosmochim Acta, 1992, 56: 511-532.
- [9] LI Wei. Degradation of CVD-SiC coated C/SiC composites exposed to the monopropellant combustion products based on hydroxylammonium nitrate (HAN) [J]. Corrosion science, 2013, 74(2): 149-153.

(编辑:陈红霞)