

EDN: RLVWVP

УДК 532.137:544.77.022.822

## Viscometer of Thixotropic Liquids

Andrej V. Bogoslovskij,  
Ivan S. Kozhevnikov\* and Lyubov K. Altunina  
*Institute of Petroleum Chemistry SB RAS  
Tomsk, Russian Federation*

Received 21.11.2022, received in revised form 05.02.2023, accepted 04.04.2023

**Abstract.** In the proposed work, the design of a viscometer designed to control thixotropic liquids that change fluidity as a result of applying a mechanical load is considered. The main distinguishing feature of this device: the inner side surface of the measuring vessel is made in the form of an ellipse, and during the measurement process two probes are immersed in the test sample, one of which is used to destroy the structure, and the second to measure the mechanical resistance (viscosity) of the sample. The viscometer can be used to study the thixotropic properties of oils and gel-forming systems used in enhanced oil recovery technologies.

**Keywords:** vibrational viscometry, viscosity of the destroyed structure, viscosity of the formed structure, viscometer “Rheokinetics”, thixotropic liquids.

**Acknowledgements.** A. The work was carried out within the framework of the state task of the Institute of Petroleum Chemistry of the Russian Academy of Sciences, funded by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation. B. The work was carried out within the framework of the state task of the Institute of Petroleum Chemistry Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, funded by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (R&D No. 121031500048–1).

Citation: Bogoslovskij, A.V., Kozhevnikov, I.S., Altunina, L.K. Viscometer of thixotropic liquids. J. Sib. Fed. Univ. Eng. & Technol., 2023, 16(3), 287–295. EDN: RLVWVP

## Вискозиметр тиксотропных жидкостей

А. В. Богословский, И. С. Кожевников, Л. К. Алтунина

*Институт химии нефти СО РАН  
Российская Федерация, Томск*

**Аннотация.** В предлагаемой работе рассмотрена конструкция вискозиметра, предназначенного для контроля тиксотропных жидкостей, изменяющих текучесть в результате приложения механической нагрузки. Главная отличительная особенность данного устройства: внутренняя боковая поверхность измерительного сосуда выполнена в виде эллипса, а в процессе измерения в исследуемый образец погружается два зонда, один из которых используется для разрушения структуры, а второй – для измерения механического сопротивления (вязкости) образца. Вискозиметр может быть использован при изучении тиксотропных свойств нефтей и гелеобразующих систем, используемых в технологиях повышения нефтеотдачи.

**Ключевые слова:** вибрационная вискозиметрия, вязкость разрушенной структуры, вязкость сформировавшейся структуры, вискозиметр «Реокинетика», тиксотропные жидкости.

**Благодарности.** А. Работа выполнена в рамках государственного задания ИХН СО РАН, финансируемого Министерством науки и высшего образования Российской Федерации. Б. Работа выполнена в рамках государственного задания Института химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, финансируемого Министерством науки и высшего образования Российской Федерации (НИОКТР № 121031500048–1).

Цитирование: Богословский А. В. Вискозиметр тиксотропных жидкостей / А. В. Богословский, И. С. Кожевников, Л. К. Алтунина // Журн. Сиб. федер. ун-та. Техника и технологии, 2023, 16(3). С. 287–295. EDN: RLVWVP

### Введение

Одним из способов повышения эффективности добычи углеводородного сырья является применение современных физико-химических методов увеличения нефтеотдачи, основанных на закачке в пласт специально разработанных составов с заданной динамикой изменения реологического состояния – гелеобразующих композиций [1, 2]. Для интенсификации разработки залежей тяжелых и высоковязких нефтей, рассматриваемых в качестве основного резерва мировой добычи углеводородов [3, 4], наиболее перспективно использование сочетание тепловых методов воздействия на пласт с закачкой химически эволюционирующих систем [5, 6].

После закачки гелеобразующей композиции внутри пласта могут быть сформированы слабосвязанные тиксотропные объекты. При этом энергия связи частиц такова, что встречающиеся в практике интенсивности механического воздействия достаточны для ее разрушения – разжижения. После прекращения деформирования структура и реологические свойства восстанавливаются. Кроме того, многие высоковязкие нефти обладают тиксотропными свойствами [7]. Для характеристики таких веществ одного значения вязкости, которая может быть измерена любым методом, недостаточно. Используют термины «вязкость разрушенной структуры ( $\eta_p$ )» и «вязкость сформировавшейся структуры ( $\eta_c$ )» [8, 9].

В классическом варианте для измерения этих величин применяют ротационные вискозиметры. Экспериментально получают зависимость напряжения от скорости сдвига (кривую течения). По наклону этой зависимости в области малых значений скорости вращения ротора определяют вязкость сформировавшейся структуры. Вязкость разрушенной структуры определяют как

тангенс наклона зависимости в области больших значений скорости вращения ротора. Также получают кривые течения контролируемого образца в режиме линейного возрастания (верхнюю) и последующего убывания скорости сдвига (нижнюю кривую). Площадь между полученными кривыми пропорциональна энергии разрушения тиксотропной структуры [8].

При очень низких значениях скорости сдвига возможно прямое измерение динамики восстановления тиксотропной структуры, но нельзя его провести при нулевой деформации – при отсутствии движения. Использование вибрационных режимов движения ротора является более корректным. Некоторые современные реометры позволяют изменять характер движения непосредственно в процессе эксперимента [9]. В этом случае вначале проводят разрушение образца при высокой скорости вращения. Затем продолжают измерение в динамическом режиме – при нерезонансной колебательной деформации. Высокая чувствительность такого измерения может быть достигнута только при достаточно большой амплитуде движения ротора.

Резонансные вибрационные вискозиметры имеют высокую чувствительность измерения при малой величине создаваемой деформации. Они обеспечивают непрерывную регистрацию изменяющейся вязкости и соответствуют основным требованиям, предъявляемым в данном случае к экспериментальному методу [10]. Использование указанной техники для контроля скорости восстановления тиксотропной структуры представляется естественным этапом развития реологического метода.

В ИХН СО РАН разработаны вибрационные вискозиметры для контроля маловязких жидкостей и для измерения кинетики гелеобразования («Реокинетика») [11, 12]. Основным элементом их конструкции является вибрационный датчик с пробным телом – зондом, соединенный с измерительным генератором. Если колеблющийся зонд погружен в жидкость, выходной сигнал  $U$  пропорционален значению действующей с ее стороны тормозящей силы  $F_{\text{ж}}$  – механическому сопротивлению, которое связано с вязкостью и фиксируется с помощью регистратора:

$$F_{\text{ж}} = B(\rho_{\text{ж}}\eta_{\text{ж}})^{0,5},$$

где  $\rho_{\text{ж}}$  – плотность,  $\eta_{\text{ж}}$  – вязкость жидкости,  $B$  – коэффициент пропорциональности.

### Устройство вискозиметра

Компоновка базового вискозиметра изображена на рис. 1.

В массивном основании штатива 1 размещен стабилизированный источник питания. Снизу к основанию крепятся виброзащитные ножки, на его передней панели расположены индикатор и тумблер включения питания. На соединенной с основанием посредством вертикальных стержней неподвижной платформе расположен вибрационный датчик 3. Между двумя вертикальными пластинами штатива зажат блок сбора информации 4, который отображает текущий результат измерения и обеспечивает непрерывную передачу данных в присоединенный компьютер. На передней панели блока расположен цифровой дисплей.

На подвижной платформе расположены горизонтальные ползуны, посредством которых рубашка-термостат 2 с измерительной цилиндрической ячейкой ориентируется на выбранный датчик. Платформа связана со стержнями штатива вертикальными ползунами, которые обеспечивают ее соответствующее перемещение. С помощью боковых винтов (на рисунке не показаны) она фиксируется на нужной экспериментатору высоте.

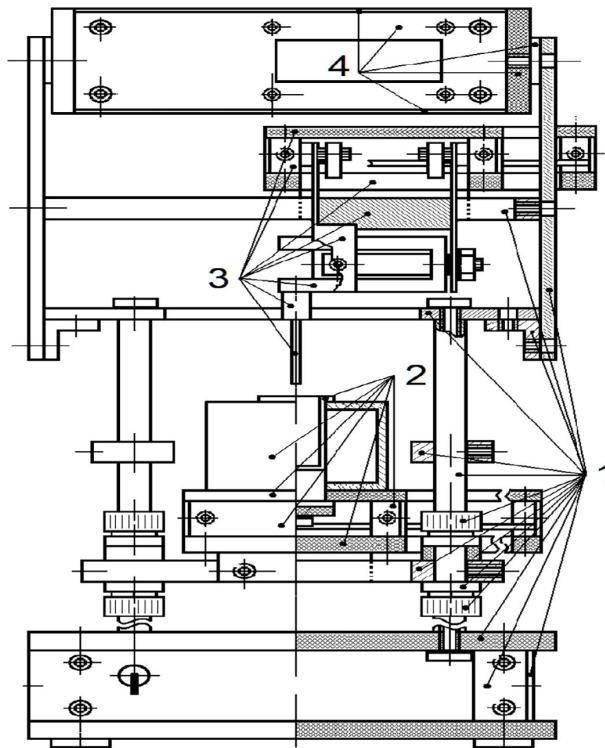


Рис. 1. Вискозиметр «Реокинетика». Расшифровка обозначений в тексте

Fig. 1. Viscometer “Rheokinetica”. Decoding of designations in the text

К камертону присоединено пробное тело – зонд. На свободной от зонда ножке камертона установлен не показанный на рисунке противовес. Также к ножкам приклеены обратимые электромеханические преобразователи – пьезоэлементы. На одной ножке камертона один – для возбуждения движения, на другой – для измерения амплитуды вибрации, которые включены в цепь обратной связи схемы генератора. Таким образом, камертон с присоединенным пробным телом колеблется на резонансной частоте, при этом амплитуда движения постоянна. Когда пробное тело погружено в жидкость, для поддержания заданной амплитуды требуется большая возбуждающая сила. Входящая в состав вискозиметра схема автоматического регулирования реагирует и создает большее электрическое напряжение ( $U_{\text{ж}}$ ).

Величина выходного напряжения  $U_0$  определяется на воздухе и связана с внутренним трением конструкции. Величина  $U_{\text{ж}}$  определяется в жидкости и связана с внутренним трением конструкции и свойствами жидкости. Величина  $\Delta U_{\text{ж}}$  пропорциональна  $F_{\text{ж}}$  и связана только со свойствами жидкости:

$$\Delta U_{\text{ж}} = U_{\text{ж}} - U_0 = A(\rho_{\text{ж}}\eta_{\text{ж}})^{0,5},$$

где  $A$  – коэффициент пропорциональности.

Перед измерением датчик калибруется по жидкости с известными характеристиками.

$$\Delta U_{\text{к}} = A(\rho_{\text{к}}\eta_{\text{к}})^{0,5},$$

где  $\rho_k$  – плотность калибровочной жидкости,  $\eta_k$  – вязкость калибровочной жидкости.

Отсюда:

$$\left(\frac{\Delta U_{ж}}{\Delta U_k}\right)^2 = \frac{\rho_{ж}\eta_{ж}}{\rho_k\eta_k} = \frac{Z_{ж}}{Z_k} = Z,$$

где  $Z_{ж}$  – механическое сопротивление исследуемой жидкости,  $Z_k$  – механическое сопротивление калибровочной жидкости,  $Z$  – относительное механическое сопротивление образца.

Тогда вязкость образца:

$$\eta_{ж} = Z * \rho_k \eta_k / \rho_{ж}.$$

С помощью присоединенного к устройству компьютера непрерывно регистрируется текущее значение выходного сигнала  $U_i$ . Далее для каждого значения  $U_i$  вычисляется  $Z_{отнi}$ . Конечный результат измерения – зависимость механического сопротивления  $Z_{отн}$  от времени или температуры.

Для работы с тиксотропными жидкостями вибрационный датчик может быть поочередно связан с высоковольтным генератором и измерительным генератором [13], вариант 1 на рис. 2. В режиме разрушения пробное тело колеблется с большой, разрушающей структуру жидкости амплитудой ( $\geq 3$  мм). В режиме измерения пробное тело колеблется с малой, не разрушающей структуру амплитудой ( $\approx 0,01$  мм). При этом область воспроизводимого интенсивного разрушения совпадает с областью измерения, так как и разрушает, и измеряет один и тот же зонд в одном и том же месте.

После завершения режима разрушения начинается режим измерения. Включают регистрацию и получают зависимость выходного сигнала датчика от времени. Ее экстраполируют к нулевому начальному моменту времени и определяют  $U_0$ . Затем находят асимптотическое значение  $U_{max}$ , к которому стремится  $U$  с увеличением времени наблюдения. Определяют механическое сопротивление разрушенной и сформировавшейся структуры. Далее находят соответствующие значения вязкости.

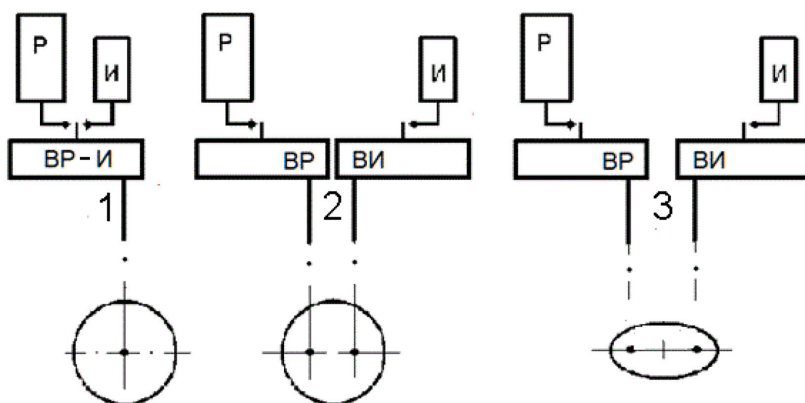


Рис. 2. Варианты организации измерения. Р – генератор разрушения, И – генератор измерения, ВР-И – переключаемый вибратор разрушения-измерения, ВР – вибратор разрушения, ВИ – вибратор измерения

Fig. 2. Variants of measurement organization. Р – destruction generator, И – measurement generator, ВР-И – switchable destruction-measurement vibrator, ВР – destruction vibrator, ВИ – measurement vibrator

В рассмотренном варианте организации измерения высокочувствительный вибратор периодически подвергается действию высокого напряжения. Это постепенно уменьшает его работоспособность и ограничивает число возможных измерительных циклов «разрушение структуры – восстановление структуры». Периодически требуется замена или реставрация датчика.

Для устранения указанного недостатка очевидным является использование двух разных вибраторов, рабочие органы (зонды) которых должны быть погружены в один измерительный сосуд с образцом (вариант 2 на рис. 2). Для разрушения – адаптированный к большим нагрузкам вибратор (диспергатор). Для измерения – высокочувствительный вибратор (измеритель). Однако при этом область воспроизводимого разрушения в общем случае не совпадает с областью измерения. Отраженные от разных участков стенок измерительного сосуда волны акустической деформации будут попадать в измерительный объем в разных фазах, зависящих от пройденного пути, и непредсказуемым образом гасить друг друга.

Для решения указанной проблемы предложен вибрационный вискозиметр тиксотропных жидкостей (рис. 3), внутренняя боковая поверхность измерительного сосуда которого выполнена в виде эллипса [14]. Проекция двух зондов на измерительный сосуд совпадают с его фокусами (вариант 3 на рис. 2). Так как по определению эллипс есть геометрическое место точек, сумма расстояний каждой из которых до двух данных точек (называемых фокусами) есть ве-

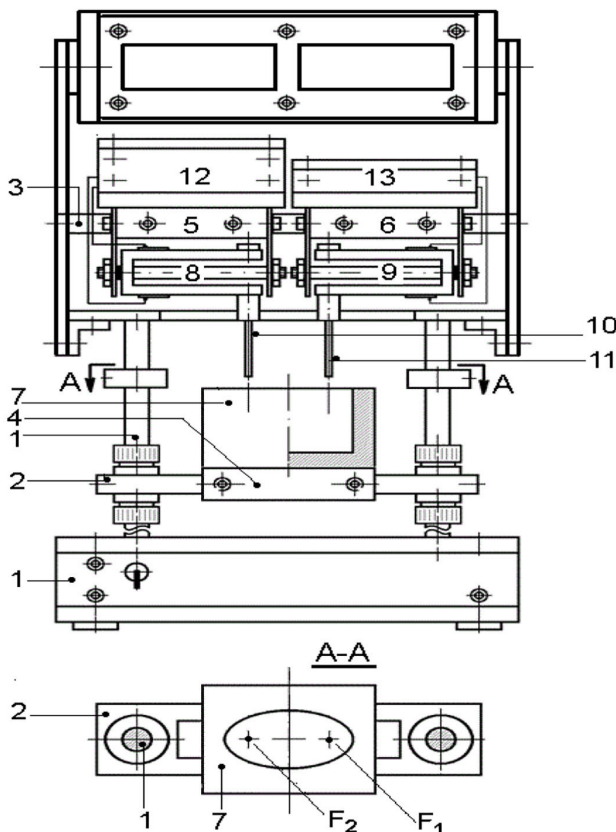


Рис. 3. Вискозиметр тиксотропных жидкостей. Расшифровка обозначений в тексте

Fig. 3. Viscometer of thixotropic liquids. Decoding of designations in the text

личина постоянная, путь от зонда диспергатора (в первом фокусе) до измерительного объема (второй фокус) будет одинаков для всех отражений. Волны деформации будут приходить в одной фазе и их взаимное гашение происходить не будет. Таким образом, диспергатор и измеритель оказываются разделенными, а область воспроизводимого интенсивного разрушения совпадает с измерительным объемом.

Устройство разработано на базе вискозиметра «Реокинетика» и имеет аналогичную компоновку измерительного узла [11]. На подвижной платформе 2 и неподвижной 3 штатива 1 расположены на горизонтальных ползунах 4, 5, 6 измерительный сосуд из нержавеющей 7 стали с внутренней поверхностью в виде эллипса, имеющего фокусы  $F_1$  и  $F_2$ , горизонтальные ползуны 3, 4, 5 и два камертонных вибратора. Слева – вибратор разрушения 8, справа – вибратор измерения 9. К вибраторам присоединены зонды в виде металлических стержней 10 и 11. Проекция зондов на измерительный сосуд совпадают с фокусами эллипса. Непосредственно над вибраторами расположены электрически соединенные с ними высоковольтный генератор (Р) 12 – слева, и измерительный автогенератор (И) 13 справа.

Вибратор разрушения имеет частоту резонанса 800 Гц. Вибратор измерения – 300 Гц. Высоковольтный генератор создает напряжение 500 В резонансной частоты, измерительный автогенератор – от 0 до 10В, которое изменяется пропорционально механической нагрузке.

### Результат и методика измерения

Измеряли вязкость тиксотропной нефти Чкаловского месторождения, получили  $\eta_c = 15000$  мПа•с,  $\eta_p = 1000$  мПа•с. Полученные значения совпадают с известными данными о вязкости указанной нефти [4] с погрешностью в пределах 6 %. В качестве калибровочной жидкости использован глицерин.

1. Вискозиметру придали состояние подготовки эксперимента; включили измерительный автогенератор.
2. Промыли и просушили измерительный сосуд и зонды; измерительный сосуд заполнили 40 мл глицерина.
3. Установили 0 выходного напряжения  $U$  на воздухе.
4. Движением платформы 2 вверх вискозиметр привели в состояние измерения; измерили  $U_k$  при положении зондов в калибровочной жидкости.
5. Движением платформы вниз вискозиметр привели в состояние подготовки эксперимента; промыли и просушили измерительный сосуд и зонды; измерительный сосуд заполнили 40 мл контролируемой жидкости.
6. Движением платформы 2 вверх вискозиметр привели в состояние измерения; включили высоковольтный генератор Р (на 10 с).
7. Выключили Р, одновременно включили измерительный автогенератор.
8. Включили регистрацию выходного напряжения  $U$  (на 350 с).
9. Записали зависимость напряжения  $U$  от времени (график).
10. Преобразовали полученную зависимость  $U(t)$  в зависимость  $Z_{отн}(t)$  путем расчета  $Z_{отнi} = U_i/U_k$  для ряда точек  $i$  полученного графика. Далее нижний индекс  $отн$  не указываем.
11. Аппроксимировали зависимость  $Z_o(t)$  с помощью уравнения  $Z = Z_0 + (Z_{max} - Z_0)(1 - e^{-t/\tau})$ , где  $\tau$  – время релаксации структуры,  $(Z_{max} - Z_0) = \Delta Z$ .

12. Экстраполяцией зависимости к начальному моменту времени и в область завершения процесса определили  $Z_0$  – сопротивление разрушенной структуры и  $Z_{\max}$  – сопротивление сформировавшейся структуры.  $Z_{\max} = 3$ ;  $Z_0 = 0,8$ .

13. Соответствующие вязкости рассчитали по уравнениям:

$$\eta_p = \frac{Z_0 * \rho_k \eta_k}{\rho_{ж}} \text{ и } \eta_c = \frac{Z_{\max} \rho_k \eta_k}{\rho_{ж}},$$

где  $\eta_k \approx 1000$  мПа\*с и  $\rho_k \approx 1,26$  г/см<sup>3</sup> – вязкость и плотность калибровочной жидкости (глицерина),  $\rho_{ж} \approx 0,81$  г/см<sup>3</sup>.

Чередовали работу высоковольтного и измерительного генераторов. Устройство выдержало более 400 таких циклов «разрушение – измерение» без потери работоспособности.

Таким образом, предлагаемое техническое решение дает возможность измерять вязкости  $\eta_c$ ,  $\eta_p$  тиксотропных жидкостей и увеличивает срок работоспособности устройства до реставрации или замены датчика.

### Заключение

Описана конструкция вибрационного вискозиметра тиксотропных жидкостей, которая предполагает использование в одном устройстве двух вибраторов с разной амплитудой движения, в процессе измерения погружаемых в заполненную образцом измерительную ячейку, внутренняя боковая поверхность которой выполнена в виде эллипса. Показана связь величины выходного сигнала с характеристиками контролируемой жидкости. Приведена методика измерений вязкости разрушенной структуры и вязкости сформировавшейся структуры.

### Список литературы / References

[1] Алтунина Л. К., Кувшинов В. А. Физико-химические методы увеличения нефтеотдачи пластов нефтяных месторождений (обзор), *Успехи химии*, 2007, 76(10), 1034–1052 [Altunina L. K., Kuvshinov V. A. Physico-chemical methods for enhanced oil recovery of oil fields (review), *Russian Chemical Reviews*, 2007, 76(10), 1034–1052 (in Rus.)]

[2] Шрамм Лорье Л. *Поверхностно-активные вещества в нефтегазовой отрасли. Состав, свойства, применение: пер. с англ. яз. под ред. М. С. Подзоровой, В. Р. Магадова*, СПб., ЦОП Профессия, 2018. 592. [Laurier L. Schramm, *Surfactants in the oil and gas industry. Compositions, properties, applications*. St. Petersburg, TsOP Professiya, 2018, 592. Edited and Translated from English to Russian by Podzorova M. S. and Magadova V. R. (in Rus.); Original Editon: Laurier L. Schramm, *Surfactants: Fundamentals and Applications in the Petroleum Industry*]

[3] Муслимов Р. Х. Повышение нефтеотдачи пластов – приоритетное направление развития нефтяной отрасли современной России, *Нефть. Газ. Новации*, 2013, 4(171), 63–73 [Muslimov R. Kh. Enhanced oil recovery is a priority direction for the development of the oil industry in modern Russia, *Neft. Gaz. Novacii*, 2013, 4(171), 63–73 (in Rus.)]

[4] Рузин Л. М., Морозюк О. А., Дуркин С. М. Особенности и инновационные направления освоения ресурсов высоковязких нефтей, *Нефтяное хозяйство*, 2013, 8, 51–53 [Ruzin L. M., Morozyuk O. A., Durkin S. M. Features and innovative directions for the development of high-viscosity oil resources, *Oil Industry*, 2013, 8, 51–53 (in Rus.)]



[5] Алтунина Л. К., Кувшинов В. А., Стасьева Л. А., Кувшинов И. В. Увеличение нефтеотдачи залежей высоковязких нефтей кислотными композициями на основе поверхностно-активных веществ, координирующих растворителей и комплексных соединений, *Георесурсы*, 2019, 21(4), 103–113 [Altunina L. K., Kuvshinov V. A., Stasyeva L. A., Kuvshinov I. V. Enhanced high-viscosity oil recovery using acid compositions based on surfactants, coordinating solvents, and complex compounds, *Georesources*, 2019, 21(4), 103–113 (in Rus.)]

[6] Кувшинов И. В., Кувшинов В. А., Алтунина Л. К. Применение термотропных композиций для повышения нефтеотдачи, *Нефтяное хозяйство*, 2017, 1, 44–47 [Kuvshinov I. V., Kuvshinov V. A., Altunina L. K. Application of thermotropic compositions for enhanced oil recovery, *Oil industry*, 2017, 1, 44–47 (in Rus.)]

[7] Рошин П. В., Петухов А. В., Васкес Карденас Л. К. Исследование реологических свойств высоковязких и высокопарафинистых нефтей месторождений Самарской области, *Нефтегазовая геология. Теория и практика*, 2013, 8(1), 1–17 [Roschin P. V., Petukhov A. V., Vasquez Cardenas L. K. Study of the rheological properties of high-viscosity and high-paraffin oils from the fields of the Samara region, *Petroleum Geology – Theoretical and Applied Studies*, 2013, 8(1), 1–17 (in Rus.)]

[8] Малкин А. Я. *Основы реологии*. СПб., ЦОП «Профессия», 2018. 336. [Malkin A. Ya. *Fundamentals of rheology*. St. Petersburg, TsOP “Professiya”, 2018. 336. (in Rus.)]

[9] Шрамм Г. *Основы практической реологии и реометрии*. М., Колосс, 2003. 311. [Shramm G. *Fundamentals of Practical Rheology and Rheometry*. Moscow, Koloss, 2003. 311. (in Rus.)]

[10] Крутин В. Н. *Колебательные реометры*. М., Машиностроение, 1985. 160. [Krutin V. N. *Oscillatory rheometers*. Moscow, Mechanical engineering, 1985. 160. (in Rus.)]

[11] Богословский А. В., Кожевников И. С., Стасьева Л. А., Алтунина Л. К. Определение точки гелеобразования полимерсодержащих составов вибрационным методом, *Вестник ТвГУ. Серия: Химия*, 2017, 4. 91–98 [Bogoslovskii A. V., Kozhevnikov I. S., Stasyeva L. A., Altunina L. K. Determination of the gelation point of polymer-containing compositions by vibration method, *Bulletin of TvGU. Series: Chemistry*, 2017, 4. 91–98 (in Rus.)]

[12] Богословский А. В., Галкин В. М., Кожевников И. С. Определение момента гелеобразования с использованием измерительных сосудов разной величины, *Газовая промышленность*, 2013, 11. 98–100 [Bogoslovskii A. V., Galkin V. M., Kozhevnikov I. S. Determination of the gelation point using measuring vessels of various sizes, *Gas industry*, 2013, 11. 98–100 (in Rus.)]

[13] Патент 2135980 РФ. Богословский А. В., Полуэктов М. А., Алтунина Л. К. Устройство для измерения вязкости. Оpubл. 27.08.1999. [Patent 2135980 RU. Bogoslovskii A. V., Poluektov M. A., Altunina L. K. Viscosity measuring device. Publ. Date 27.08.1999 (in Rus.)]

[14] Патент 2727263 РФ. Алтунина Л. К., Богословский А. В., Кожевников И. С., Галкин В. М. Вибрационный вискозиметр тиксотропных жидкостей. Оpubл. 21.07.2020. [Patent 2727263 RU. Altunina L. K., Bogoslovskii A. V., Kozhevnikov I. S., Galkin V. M. Vibration viscometer of thixotropic liquids. Publ. Date 21.07.2020 (in Rus.)]