

Ćwiczenie 2:

WŁAŚCIWOŚCI REOLOGICZNE CIECZY NIENIUTONOWSKICH

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z budową i działaniem wiskozymetru rotacyjnego oraz wyznaczenie krzywych płynięcia wybranych cieczy nieniutonowskich.

2. WIADOMOŚCI WPROWADZAJĄCE

Właściwości reologiczne płynu określają jego zachowanie się w czasie przepływu. Głównym parametrem decydującym o zjawiskach zachodzących w płynie w trakcie jego ruchu jest lepkość. Ze względu na charakter zmian siły lepkości w płynach, można je podzielić na płyny niutonowskie i płyny nieniutonowskie.

Płynami niutonowskimi nazywa się takie gazy i ciecze, które w warunkach odkształcenia uwarstwionego (np. ścinanie proste pomiędzy równoległymi płytami), stosują się do prawa Newtona, czyli wykazują prostą proporcjonalność pomiędzy naprężeniem stycznym a gradientem prędkości, co można przedstawić w postaci równania

$$\tau = \eta \frac{dw}{dy} = \eta \dot{\gamma} \quad (1)$$

w którym: τ - naprężenie styczne (ścinające), Pa;
 w - prędkość, m/s;
 y - współrzędna odległości, m,
 η - dynamiczny współczynnik lepkości, Pa·s;
 $\dot{\gamma}$ - prędkość ścinania, 1/s.

Prawo Newtona jest spełniane przez wszystkie gazy oraz ciecze i roztwory o małej masie cząsteczkowej, czyli przez wszystkie płyny w których rozproszenie energii następuje w wyniku zderzeń stosunkowo małych cząstek. W praktyce często występuje ruch różnego rodzaju past, syropów, szlamów, zawiesin,

roztworów lub stopów polimerów dla których prawo Newtona nie jest spełnione. Tę właśnie grupę płynów określa się mianem nieniutonowskich.

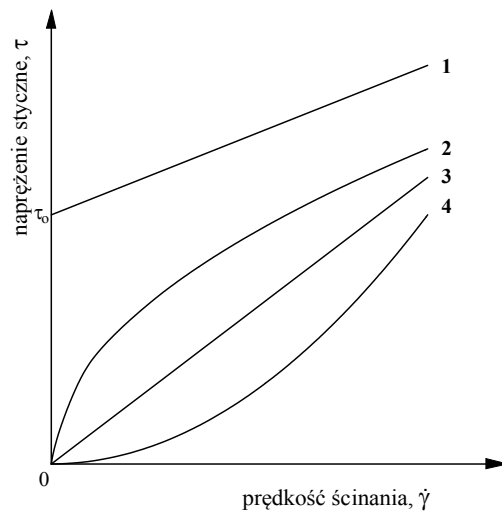
Graficzna zależność naprężenia stycznego od gradientu prędkości (tzw. prędkości ścinania) nosi nazwę krzywej płynięcia. Krzywa płynięcia płynu niutonowskiego jest linią prostą przechodzącą przez początek układu współrzędnych. Nachylenie tej linii, czyli tangens kąta jaki tworzy ona z osią odciętych, równe jest współczynnikowi lepkości dynamicznej płynu. Wszystkie ciecze, których krzywe płynięcia nie są liniami prostymi, zalicza się do cieczy nieniutonowskich. Lepkość cieczy nieniutonowskich, w określonych warunkach ciśnienia i temperatury, nie jest więc wartością stałą lecz zmienia się w zależności od wielu czynników np. od szybkości ścinania, od kształtu naczynia lub aparatu w którym ciecz jest zawarta, albo też od rodzaju procesu jakiemu uprzednio ją poddawano. Ciecze nieniutonowskie można podzielić na trzy podstawowe typy:

Typ I. Ciecze, dla których w dowolnym punkcie szybkość ścinania jest funkcją wyłącznie naprężenia stycznego panującego w danym punkcie.

Typ II. Ciecze, dla których zależność pomiędzy naprężeniem stycznym i szybkością ścinania zależy również od czasu lub też sposobu ścinania cieczy.

Typ III. Układy przejawiające pewne cechy charakterystyczne zarówno dla ciał stałych jak i dla cieczy, wykazujące częściowy powrót sprężysty po odkształceniu. Są to tzw. ciecze lepkosprężyste.

Ciecze zaliczane do **typu I**, można podzielić na trzy podgrupy: ciecze binghamowskie (liniowo plastyczne), ciecze pseudoplastyczne oraz ciecze wykazujące dilatancję. Ich krzywe płynięcia przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1. Krzywe płynięcia cieczy niutonowskiej i cieczy typu I.

1 - ciecz binghamowska, 2 - ciecz pseudoplastyczna, 3 - ciecz niutonowska, 4 - ciecz wykazująca dilatancję. τ_0 - granica płynięcia cieczy binghamowskiej (plastycznej)

Ciecz binghamowska (plastyczna)

Krzywa płynięcia cieczy binghamowskiej ma postać linii prostej, która przecina oś naprężenia stycznego w punkcie τ_0 . Minimalna wartość naprężenia stycznego powyżej której następuje płynięcie ciała, nosi nazwę granicy płynięcia. Równanie reologiczne cieczy plastycznej jest następujące

$$\tau - \tau_0 = \eta_p \dot{\gamma}; \quad \tau > \tau_0 \quad (2)$$

gdzie: τ - naprężenie styczne, Pa;

τ_0 - granica płynięcia, Pa;

η_p - lepkość plastyczna (współczynnik sztywności), Pa·s;

$\dot{\gamma}$ - prędkość ścinania, 1/s.

Hipoteza wyjaśniająca własności ciał plastycznych zakłada, że w stanie spoczynku mają one strukturę trójwymiarową, której sprężystość jest dostatecznie duża, by oprzeć się każdemu naprężeniu stycznemu, mniejszemu od granicy płynięcia τ_0 . Jeśli granica płynięcia zostanie przekroczona, struktura ta ulega zniszczeniu i układ przybiera cechy cieczy niutonowskiej, na którą działa naprężenie $\tau - \tau_0$. Z chwilą, gdy naprężenie styczne jest mniejsze od granicy płynięcia, struktura zostaje ponownie odbudowana.

Typowymi przykładami cieczy binghamowskiej (plastycznej) są zawiesiny, szlamy, farby olejne, pasta do zębów, osady odstożnikowe, itp.

Ciecz pseudoplastyczna

Ciecze pseudoplastyczne nie mają granicy płynięcia, a stosunek naprężenia stycznego do szybkości ścinania zmniejsza się w ich przypadku, w miarę zwiększania się szybkości ścinania. Krzywa płynięcia staje się linią prostą dopiero przy bardzo dużej szybkości ścinania. Logarytmiczny wykres zależności naprężenia stycznego i szybkości ścinania dla cieczy pseudoplastycznej jest często linią prostą o nachyleniu zawierającym się w zakresie od 0 do 1 i dlatego najprostszym matematycznym modelem reologicznym stosowanym do opisu krzywej płynięcia tych cieczy jest tzw. model potęgowej Ostwalda - de Waele

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad (3)$$

gdzie: τ - naprężenie ścinające,

$\dot{\gamma}$ - prędkość ścinania,

k - miara lepkości pozornej,

n - miara odchylenia cieczy od cieczy niutonowskiej.

Hipoteza wyjaśniająca zachowanie się cieczy pseudoplastycznej zakłada, że w miarę zwiększania szybkości ścinania, asymetryczne cząsteczki podlegają stopniowemu uporządkowaniu. Tak więc zamiast stanu bezładnego ułożenia istniejącego w nieruchomej cieczy, ustalenie przepływu powoduje układanie się dłuższych osi cząsteczek wzdłuż linii płynięcia. Lepkość pozorna zaczyna więc maleć w miarę zwiększania szybkości ścinania, aż do momentu, gdy ściślejsze ułożenie cząsteczek wzdłuż linii przepływu stanie się niemożliwe; krzywa płynięcia przechodzi wówczas w linię prostą. Zmniejszenie lepkości cieczy pseudoplastycznych pod wpływem zwiększenia prędkości ścinania jest przyczyną określenia ich również jako tzw. cieczy rozrzedzanych ścinaniem.

Takie właściwości wykazują zawiesiny o cząsteczkach niesymetrycznych lub roztwory polimerów, np. pochodnych celulozy.

Ciecz wykazująca dilatancję

Podobnie jak ciecze pseudoplastyczne, również ciecze przejawiające dilatancję nie wykazują granicy płynięcia, jednakże ich lepkość pozorna zwiększa się ze zwiększaniem szybkości ścinania. Z tego względu ciecze wykazujące dilatancję określane są również mianem cieczy zagęszczanych ścinaniem. Ciecze te zazwyczaj spełniają prawo potęgowe, przy czym n jest większy od jedności. Typową dilatancję wykazują zawiesiny o dużym stężeniu ciała stałego. Zjawisko to tłumaczone jest tym, że w stanie spoczynku ciecz zawarta w zawieszynie wystarcza by wypełnić wszystkie pory i podczas ścinania w zakresie małej szybkości spełnia ona rolę smaru zmniejszającego tarcie pomiędzy cząstkami stałymi. W miarę zwiększania szybkości ścinania, ciasne upakowanie cząstek ulega zniszczeniu, co powoduje pewne rozszerzenie (dilatancję) zawiesziny, a ciecz nie jest już w stanie spełniać roli smaru, a tym samym naprężenie niezbędne dla utrzymania ruchu cieczy zwiększa się.

W procesach przemysłowych ciecze przejawiające dilatancję spotyka się rzadziej niż ciecze pseudoplastyczne. W przypadkach gdy ciecz taka spełnia prawo potęgowe interpretacja właściwości obu typów cieczy jest zbliżona.

Ciecze nieniutonowskie zaliczane do **typu II**, można z kolei podzielić na: ciecze tiksotropowe oraz ciecze wykazujące reoepksję.

Ciecz tiksotropowa

Lepkość pozorna cieczy tiksotropowych uzależniona jest zarówno od szybkości ścinania jak i czasu trwania tego ścinania. Jeśli poddać ścinaniu ciecz tiksotropową, będącą dłuższy czas w spoczynku, jej lepkość pozorna ulega zmniejszeniu z upływem czasu na skutek stopniowego niszczenia struktury. Szybkość rozpadania się struktury zależy od ilości wiązań, które mogą ulec zniszczeniu. Szybkość momentalnej odbudowy struktury natomiast zwiększa się

z czasem. W końcu osiągnięty zostaje stan równowagi dynamicznej, w którym szybkość odbudowy struktury zrówna się z szybkością jej rozpadu, a lepkość cieczy tiksotropowej jest już wielkością stałą niezależną od czasu trwania ścinania. Tiksotropia jest procesem odwracalnym i w bezruchu struktura cieczy stopniowo odbudowuje się.

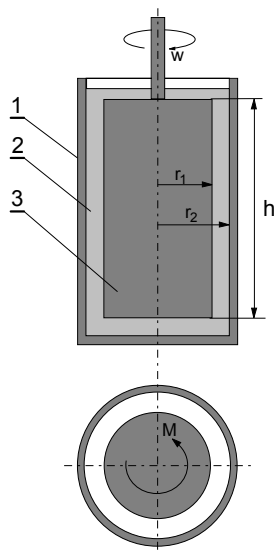
Ciecz wykazująca reopeksję

W przypadku tej grupy cieczy nieniutonowskich, przy niewielkiej prędkości ścinania następuje budowa struktury wewnętrznej cieczy. Im czas trwania ścinania jest dłuższy tym struktura jest bardziej rozbudowana, a zatem lepkość cieczy wykazującej reopeksję zwiększa się wraz z upływem czasu. Przy dużej prędkości ścinania, struktura wewnętrzna ulega jednak zniszczeniu i lepkość przyjmuje wartość stałą. W praktyce ciecze należące do tej grupy występują bardzo rzadko.

Ciecze **typu III** wykazują pewną sprężystość postaci a jednocześnie są bardzo lepką cieczą. Typowy przykład stanowić tutaj może smoła, spełniająca pod względem lepkości prawo Newtona, a ze względu na sprężystość - prawo Hooke'a.

Pomiary właściwości reologicznych płynów nieniutonowskich sprowadzają się do wyznaczenia ich krzywych płynięcia w danych warunkach. Przyrządy, które umożliwiają wyznaczenie przebiegu funkcji $\tau = f(\dot{\gamma})$ noszą nazwę wiskozymetrów; przy czym można je podzielić na: rotacyjne i kapilarne.

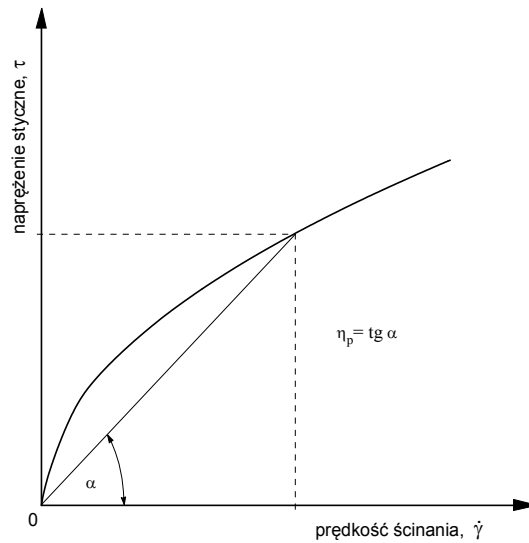
Poniżej opisano zasadę działania wiskozymetru rotacyjnego o cylindrach współosiowych, wykorzystanego do prowadzenia pomiarów będących przedmiotem niniejszego ćwiczenia. W przypadku tego przyrządu (rys. 2),



Rys. 2. Zasada działania wiskozymetru o cylindrach współosiowych

1 - cylinder nieruchomy, 2 - ciecz badana, 3 - cylinder obrotowy
 badana próbka cieczy znajduje się pomiędzy ścianami długich współosiowych cylindrów, z których jeden można obracać z dowolną prędkością kątową i mierzyć moment siły oporowej przenoszonej na cylinder nieruchomy. Zmiany momentu oporowego M , wynikające ze zmian prędkości kątowej ω , pozwalają określić zależność pomiędzy szybkością ścinania, a naprężeniem stycznym. Wiskozymetr ten jest zwykle zanurzony w łaźni o stałej temperaturze, co pozwala na wyznaczenie krzywych płynięcia dla różnych wartości temperatury.

Lepkość pozorna cieczy neniutonowskiej, jest określana dla naprężenia stycznego równego co do wartości liczbowej średniej arytmetycznej naprężeń działających na ściankach cylindrów. Na tej podstawie wykreśla się krzywą płynięcia cieczy w sposób przedstawiony na rys.3.



Rys.3. Wykreślanie krzywej płynięcia cieczy neniutonowskiej i sposób określenia jej współczynnika lepkości pozornej

Średnie wartości prędkości i naprężenia ścinające wyrażają równania

$$\bar{v} = \frac{2 r_1 r_2 \omega}{r_2^2 - r_1^2}, \quad (4)$$

$$\tau = \frac{M}{2 \pi r_1 r_2 h}, \quad (5)$$

skąd

$$\frac{\tau}{\bar{v}} = \eta_p = \frac{(r_2^2 - r_1^2)}{4 \pi r_1^2 r_2^2 h} \frac{M}{\omega}, \quad (6)$$

gdzie (zgodnie z oznaczeniami na rys. 2):

r_1, r_2 - promienie cylindra obracającego się i nieruchomego, m;

h - wysokość warstwy cieczy pomiędzy cylindrami, m;

ω - prędkość kątowa cylindra ruchomego, 1/s;

M - moment oporowy przenoszony na cylinder nieruchomy, N·m;

η_p - współczynnik lepkości pozornej, Pa·s.

Ponieważ dla cylindrów o określonych wymiarach, równania (4), (5) i (6) można zapisać jako

$$\bar{v} = C_1 \omega, \quad (7)$$

$$\tau = C_2 M, \quad (8)$$

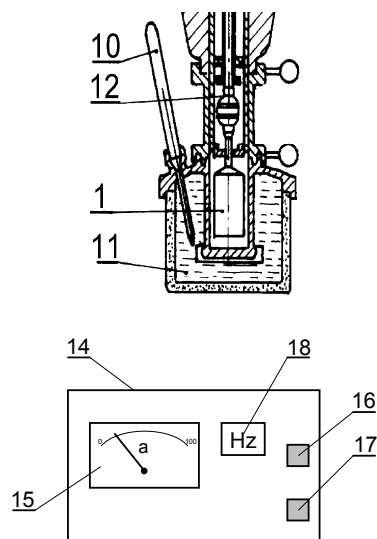
$$\eta_p = C_3 \frac{M}{\omega}, \quad (9)$$

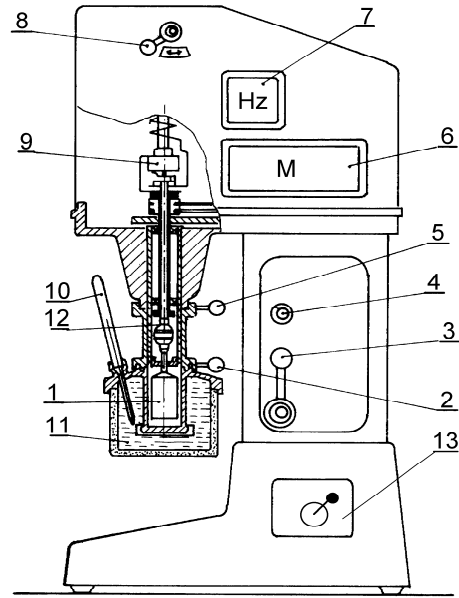
gdzie: C_1, C_2, C_3 - stałe przyrządu,

pomiary sprowadzają się do odczytu wskazań dynamometru skrętnego, przy ściśle określonej (zależnej od wybranego przełożenia układu napędowego) prędkości ścinania.

3. OPIS STANOWISKA LABORATORYJNEGO

Stanowisko pomiarowe stanowi wiskozymetr rotacyjny Rheotest 2 o wirujących współosiowych cylindrach. Schemat budowy przyrządu przedstawiono na rys. 4. W jego skład wchodzi układ dwóch cylindrów, z których jeden (1) jest połączony sprzęgłem (12) z układem napędowym i może się obracać, natomiast drugi jest połączony mechanizmem (5) z korpusem wiskozymetru. Na zewnątrz nieruchomego cylindra zewnętrznego montowana jest mechanizmem (2) łaźnia termostatyczna wypełniona cyrkulującą cieczą (11). Obrotowy cylinder wewnętrzny napędzany jest synchronicznym silnikiem elektrycznym za pośrednictwem dwustopniowej przekładni głównej i dwunastostopniowej przekładni pomocniczej. Przełożenie przekładni głównej można zmieniać dźwignią (13) (zakres a i b), przełożenie przekładni pomocniczej dźwignią (3), przy czym numer wybranego położenia odczytywany jest na wskaźniku (4). Moment oporowy, który w trakcie pomiaru działa na obracający się cylinder, mierzony jest dynamometrem skrętnym (9) o dwóch zakresach pomiarowych zmienianych dźwignią (8) (zakres I i II), przy czym sygnał mechaniczny zmieniany jest na elektryczny w układzie pomiarowym (6). Wartość uzyskiwanego sygnału można odczytać na mierniku (15), wyskalowanym w bezwymiarowych jednostkach (od 0 do 100 działek).





Rys. 4. Schemat budowy wiskozymetru Rheotest 2

1 - obrotowy cylinder wewnętrzny, 2 - dźwignia mechanizmu łączenia termostatu, 3 - dźwignia przekładni wielostopniowej, 4 - wskaźnik bieżącego położenia, 5 - dźwignia mechanizmu łączenia zewnętrznego cylindra nieruchomego, 6 - układ pomiaru momentu oporowego, 7 - silnik elektryczny synchroniczny, 8 - dźwignia zmiany zakresu pomiarowego, 9 - dynamometr skrętny, 10 - termometr, 11 - ciecz termostacyjna, 12 - sprzęgło cylindra obrotowego, 13 - dźwignia położenia przekładni głównej, 14 - panel sterowania, 15 - skala pomiarowa, 16 - włącznik napędu cylindra wewnętrznego, 17 - włącznik pomiaru momentu oporowego, 18 - miernik częstotliwości prądu zasilającego.

Miernik ten zamontowany jest na panelu sterowania (14), stanowiącym odrębną część przyrządu. Na panelu tym znajduje się również miernik częstotliwości prądu elektrycznego (18) oraz wyłączniki elektryczne silnika (16) i układu pomiarowego momentu oporowego (17). Wiskozymetr wyposażony jest w zestaw wymiennych cylindrów oznaczonych jako: N, S1, S2, S3, H dla wewnętrznych cylindrów obrotowych oraz S i H dla zewnętrznych cylindrów nieruchomych. Powyższe oznaczenia są wybite na powierzchni tych elementów. Pomiary z zastosowaniem danego układu cylindrów mogą być prowadzone przy 24 prędkościach obrotowych cylindra wewnętrznego, przy czym wartość prędkości ścinania, w zależności od rodzaju cylindra i wybranego przełożenia, określa się na podstawie danych zawartych w tabeli 1.

Tabela 1

Wartości prędkości ścinania w zależności od wybranego przełożenia przekładni głównej i pomocniczej oraz rodzaju cylindra obrotowego

Wybrane przełożenie przekładni głównej (a ÷ b) i pomocniczej (1 ÷ 12)		Prędkość ścinania, v /s, przy stosowaniu cylindra		
zakres - a	zakres - b	S1, N	S2	S3, H
	1	1,5	0,5	0,1667
	2	2,7	0,9	0,3
1		3,0	1,0	0,3333
	3	4,5	1,5	0,5
2		5,4	1,8	0,6
	4	8,1	2,7	0,9
3		9,0	3,0	1,0
	5	13,5	4,5	1,5
4		16,2	5,4	1,8
	6	24,3	8,1	2,7
5		27,0	9,0	3,0
	7	40,5	13,5	4,5
6		48,6	16,2	5,4
	8	72,9	24,3	8,1
7		81,0	27,0	9,0
	9	121,5	40,5	13,5
8		145,8	48,6	16,2
	10	218,7	72,9	24,3
9		243,0	81,0	27,0
	11	364,5	121,5	40,5
10		437,4	145,8	48,6
	12	656,0	218,7	72,9
11		729,0	243,0	81,0
12		1312,0	437,4	145,8

W tabeli 2 podano natomiast wartości stałych dynamometru w zależności od wybranego układu cylindrów oraz stosowanego zakresu pomiarowego dynamometru.

Naprężenia ścinające wyznaczać należy z równania

$$\tau = z \alpha \quad (10)$$

w którym: z - stała dynamometru wg tabeli 2,
 α - wskazanie miernika wychyłowego przyrządu (15), rys. 4.

Tabela 2

Wartości stałej dynamometru skrętnego

Wybrany układ cylindrów wiskozymetru	Stała z N/(m ² ·działka), dla wybranego zakresu pomiarowego dynamometru	
	I	II
N / N	0,315	3,08
S / S1	0,569	5,55
S / S2	0,577	5,67
S / S3	0,750	7,49
H / H	2,760	27,53

Lepkość badanej próbki cieczy jest natomiast wyznaczana na podstawie zależności

$$\eta_p = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{z \alpha}{\dot{\gamma}} 10^{-3} \quad \text{Pa}\cdot\text{s} \quad (11)$$

gdzie: z , α - jak w równaniu (10);
 $\dot{\gamma}$ - prędkość ścinania wg tabeli 1.

4. METODYKA PROWADZENIA POMIARÓW

W celu przeprowadzenia pomiarów właściwości reologicznych próbki cieczy za pomocą wiskozymetru Rheotest 2 należy:

- w zależności od spodziewanej lepkości badanej cieczy, dobrać układ cylindrów pomiarowych;
- zamontować cylinder obrotowy na wrzecionie wiskozymetru, wykorzystując w tym celu sprzęgło (12);
- napęlić wewnątrz cylindra nieruchomego próbką badanej cieczy (ok. 100ml), a następnie przy użyciu dźwigni (5) zamontować go na korpusie przyrządu;
- dźwignią (8) wybrać zakres pomiarowy dynamometru, a dźwignią (13) przełożyć przekładnię głównej;

- e) mechanizmem (2) zamontować łaźnię wodną, włączyć termostat zewnętrzny i kontrolując wskazania termometru (10) ustalić temperaturę pomiaru;
- f) przyciskiem (16) na panelu sterowania włączyć napęd cylindra obrotowego, a przyciskiem (17) wskaźnik wychyłowy dynamometru;
- g) zmieniając dźwignią 3 (bez wyłączania przycisków (16) i (17)) prędkość obrotową cylindra wewnętrznego, dokonać odczytów wskazań wskaźnika wychyłowego przy różnych wartościach prędkości ścinania próbki cieczy;
- h) po zakończeniu pomiarów wyłączyć przyciski (16) i (17), zdemontować łaźnię wodną i cylindry oraz oczyścić je;
- i) wyniki pomiarów każdorazowo notować w tabeli.

Parametry reologiczne cieczy nieniutonowskich				
Rodzaj cieczy:				
Symbol cylindra wewnętrznego:				
Symbol cylindra zewnętrznego:				
Temperatura pomiaru:				
Zakres pomiarowy dynamometru I lub II	Stała dynamometru z	Przełożenie przekładni napędowej a,b / 1÷12	Prędkość ścinania $\dot{\gamma}$	Wskazanie miernika α
-	$N/(m^2 \cdot dz)$	-	1/s	dz

5. ZAKRES OPRACOWANIA WYNIKÓW

1. Korzystając z równań (10) i (11) wyznaczyć naprężenie ścinające i lepkość cieczy przy różnych wartościach prędkości ścinania.
2. Wykreślić krzywą płynięcia dla badanej cieczy.
3. Wykreślić zależność $\eta_p = f(\dot{\gamma})$.
4. Wyznaczyć metodą najmniejszych kwadratów wartość stałej i wykładnika w potęgowym modelu płynu (równanie (3)) dla badanej cieczy.
5. Podać wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

6. LITERATURA UZUPEŁNIAJĄCA

[1] WILKINSON W. L.: Ciecze nieniutonowskie, WNT, W-wa 1963

- [2] KOCH R., NOWORYTA A.: Procesy mechaniczne w inżynierii chemicznej, WNT, W-wa 1992
- [3] KEMBŁOWSKI Z.: Reometria płynów nienewtonowskich, WNT, W-wa 1973

7. TEMATYKA ZAGADNIEŃ KONTROLNYCH

1. Rodzaje cieczy nieniutonowskich.
2. Krzywe płynięcia cieczy nieniutonowskich.
3. Matematyczne modele reologiczne cieczy.
4. Parametry reologiczne cieczy.
5. Budowa i zasada działania wiskozymetrów.