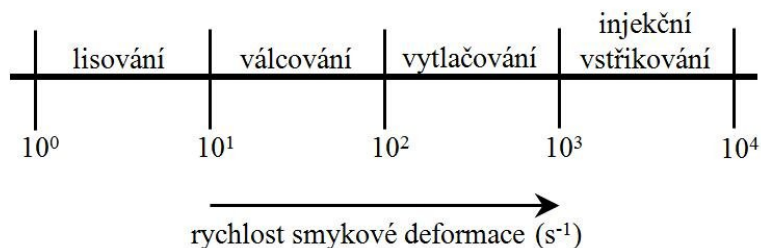


5 Měření tokových vlastností

K měření tokových vlastností se používají tzv. *reometry*.

Vzhledem k faktu, že jednotlivé polymerní procesy probíhají při rozdílných rychlostech smykové deformace (Obr. 5.1), je nutno stanovit reologické vlastnosti v takto širokém rozmezí.



Obr. 5.1: Rozmezí rychlostí smykové deformace při běžných zpracovatelských procesech

Rozlišujeme dva základní typy reometrů:

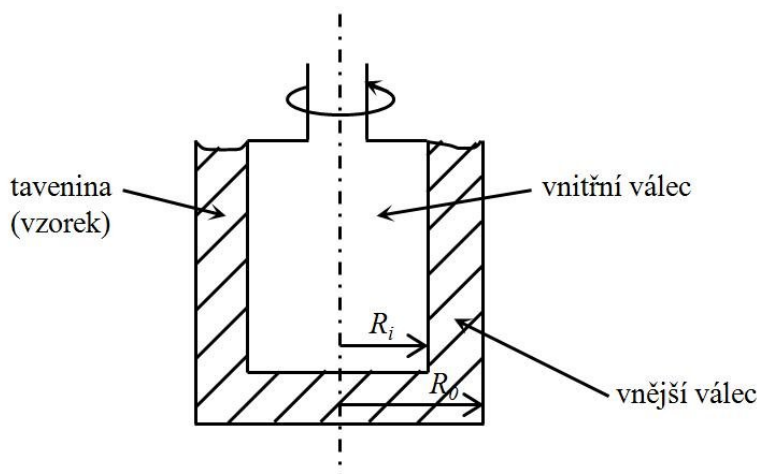
- rotační - pro měření při nízkých rychlostech smykových deformací (10^{-2} - 10^2 s^{-1})
- kapilární – pro měření v oblasti středních až vysokých rychlostí smykových deformací (10 - 10^3 s^{-1}).

5.1 Rotační reometry

5.1.1 Typ válec-válec

Toto geometrické uspořádání je vhodné pro nízkoviskózní materiály.

Polymerní tavenina je podrobena smykovému namáhání mezi dvěma soustřednými válci, z nichž jeden (většinou vnitřní) se otáčí konstantní úhlovou rychlostí Ω a druhý je stacionární (Obr. 5.2).



Obr. 5.2: Reometr typu válec-válec

Rychlost smykové deformace se u tohoto geometrického uspořádání rotačního reometru mění s polohou (s poloměrem) r :

$$\dot{\gamma} = r \frac{d\omega}{dr} \quad (5.1)$$

Smykové napětí vyjadřuje vztah:

$$\tau = \frac{M}{2\pi r^2} \quad (5.2)$$

kde:

M - krouticí moment

ω - úhlová rychlost na poloměru r .

Pro malou mezeru mezi válci lze tyto veličiny vyjádřit přibližnými vztahy:

$$\dot{\gamma} = \frac{R_a \Omega}{R_0 - R_i} \quad (5.3)$$

$$\tau = \frac{M}{2\pi R_a^2} \quad (5.4)$$

kde:

R_0 - poloměr vnějšího válce

R_i - poloměr vnitřního válce

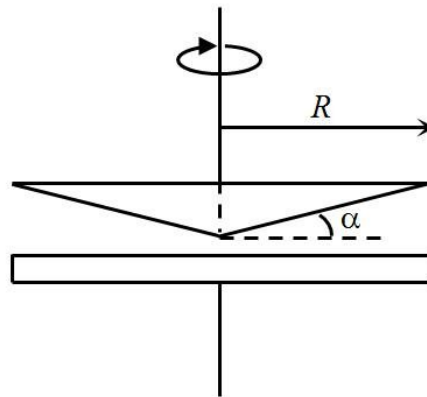
R_a - některá definice středního průměru poloměru mezi R_0 a R_i .

Chyba výpočtu s použitím těchto přibližných vztahů je méně než 1% pro soustavu válců kde $R_0/R_i = 1,1$.

5.1.2 Typ kužel-deska

Nespornou výhodou tohoto uspořádání je, že tokové podmínky jsou přesně definovány.

Uspořádání rotačního reometru typu kužel-deska je schématicky znázorněn na Obr. 5.3.



Obr. 5.3: Reometr typu kužel-deska

Deska je stacionární a kužel s poloměrem R rotuje kolem své osy konstantní úhlovou rychlostí Ω . Testovaný vzorek je umístěn mezi deskou a kuželem.

Za předpokladu, že úhel α mezi deskou a kuželem je malý (několik stupňů), lze rychlost smykové deformace odvodit obdobně jako u Newtonova zákona:

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega r - 0}{r\alpha} = \frac{\omega}{r} \quad (5.5)$$

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3} \quad (5.6)$$

Při tomto geometrickém uspořádání jsou tedy rychlost smykové deformace, a stejně tak smykové napětí, nezávislé na pozici mezi kuželem a deskou.

Díky možnosti snímat normálovou sílu F (viz schéma na Obr. 5.3) můžeme na rotačním reometru změřit reakci měřeného materiálu v normálovém směru, způsobenou snahou materiálu oddálit od sebe kužel a desku a vypočítat z ní 1. rozdíl normálových napětí:

$$N_1 = \frac{2F}{\pi R^2} \quad (5.7)$$

Při smykovém namáhání tato reakce v normálovém směru způsobí oddálení kužele a desky.

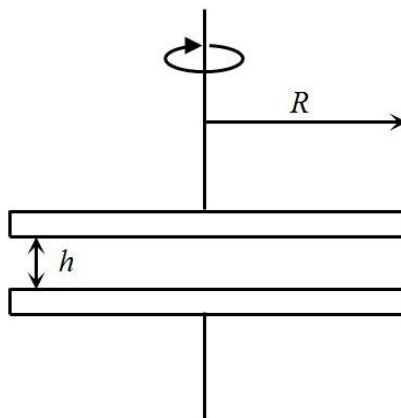
5.1.3 Typ deska-deska

Podstatným rozdílem v geometrickém uspořádání rotačního reometru deska-deska (Obr. 5.4) oproti reometru typu kužel-deska je, že rychlost smykové deformace je závislá na vzdálenosti mezi deskami h :

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega R}{h} \quad (5.8)$$

Smykové napětí získáme z měřené veličiny – krouticího momentu:

$$\tau = \frac{2M}{\pi R^3} \quad (5.9)$$



Obr. 5.4: Reometr typu deska-deska

5.2 Kapilární reometry

Nejjednodušším typem kapilárního reometru (Obr. 5.5) je zařízení pro měření **indexu toku taveniny** (tavného indexu) *ITT*.

ITT udává množství taveniny v gramech, které proteče kapilárou o definovaném průřezu (2,095 mm) a délce (8 mm) za 10 minut při definované teplotě a zatížení.

Jedná se o normovanou zkoušku zpracovatelnosti tavenin polymerních materiálů. Hodnotu *ITT* udává běžně výrobce polymerních granulátů v tzv. materiálovém listu.

Z definice *ITT* je zřejmé, že představuje pouze jeden bod na tokové křivce, slouží proto jen k rychlé orientaci v tokových vlastnostech materiálů

Rychlost smykové deformace a smykové napětí lze pro newtonské materiály vyjádřit vztahy:

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dr} = \frac{4\dot{Q}}{\pi R^3} \quad (5.10)$$

$$\tau = \frac{\Delta p R}{2L} \quad (5.11)$$

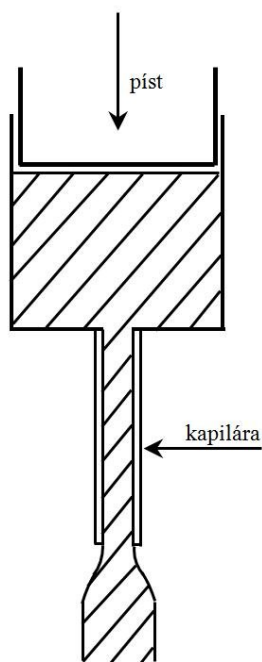
kde:

Δp – tlakový spád v kapiláře

\dot{Q} – objemový průtok v kapiláře

L – délka kapiláry

R – poloměr kapiláry.

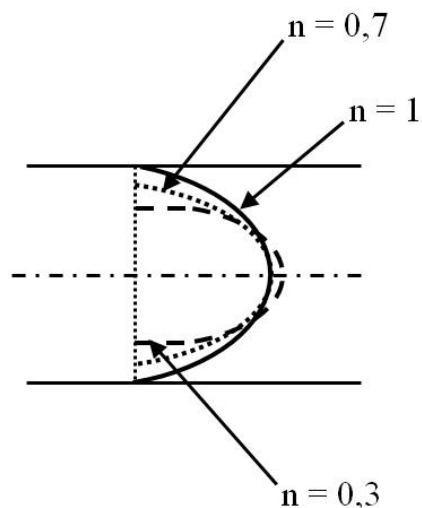


Obr. 5.5: Schéma kapilárního reometru

Pro nenewtonské látky získáme použitím těchto rovnic pouze zdánlivé hodnoty rychlosti smykové deformace i smykového napětí, pro výpočet skutečných hodnot je nutné vztahy korigovat.

5.2.1 Korekce rychlosti smykové deformace

Rabinowitschova korekce představuje zahrnutí odchylky od ideálního – newtonského – tvaru tokového profilu kapilárou Obr. 5.6:



Obr. 5.6: Rychlostní profily polymerních tavenin

$$\dot{\gamma}_{sk} = \frac{4}{\pi R^3} \frac{3n+1}{4n} = \dot{\gamma}_{zd} \left(\frac{3}{4} + \frac{1}{4} \frac{d \log \dot{\gamma}}{d \log \tau} \right) \quad (5.12)$$

Pro pseudoplastické látky je tedy skutečná (korigovaná) rychlost smykové deformace $\dot{\gamma}_{sk}$ menší než zdánlivá $\dot{\gamma}_{zd}$.

V průmyslové praxi se občas používá ke korigování hodnot rychlostí smykové deformace i empirického vztahu dle Schumera:

$$\dot{\gamma}^* = x^* \dot{\gamma}_{zd} \quad (5.13)$$

$$x^* = \left(\frac{3n+1}{4n} \right)^{n/(n-1)} \quad (5.14)$$

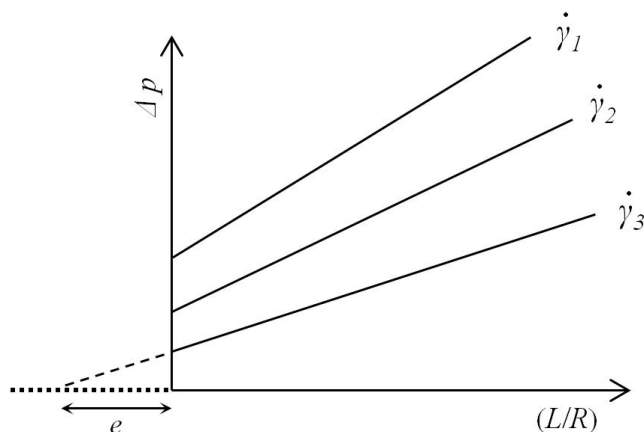
Experimentálně bylo zjištěno, že pro látky s newtonským indexem $n = 0,36-1,2$ platí $x^* = 0,83 \pm 4 \%$.

5.2.2 Korekce smykového napětí

Hodnoty smykového napětí změřené na kapilárním reometru je nutno též korigovat, neboť vztah (5.11) je odvozen pro situaci, kdy změřený tlakový spád odpovídá tlaku v kapiláře. Nepředpokládají se tedy žádné tlakové ztráty na přechodu ze zásobníku do kapiláry. Tlakové ztráty lze stanovit jednoduchým experimentem.

Použijeme nejméně tři kapiláry se stejným poloměrem a rozdílnou délkou. S jejich použitím proměříme tokové chování pro různé rychlosti smykové deformace. Poté vyneseme do grafu hodnoty změřeného tlakového spádu versus poměr L/R kapiláry pro různé hodnoty rychlostí smykové deformace. Je zřejmé, že pokud tlakový spád odpovídá tlaku v kapiláře (nulové

tlakové ztráty) bude po extrapolaci na nulovou délku kapiláry jeho hodnota rovna 0. V opačném případě (Obr. 5.7) lze tlakové ztráty určit a vztah pro výpočet skutečné hodnoty smykového napětí upravit.



Obr. 5.7: Korekce smykového napětí

Nejčastěji používaná korekce smykového napětí je **Bagleyho korekce**, která využívá tzv. efektivní délku kapiláry eR a upravuje vztah pro výpočet skutečného (korigovaného) smykového napětí τ_{sk} následovně:

$$\tau_{sk} = \frac{\Delta p R}{2(L + eR)} \quad 5.15$$

5.3 Další faktory komplikující stanovení hodnot reologických veličin

5.3.1 Disipační teplo

Smykové namáhání polymerní taveniny generuje disipační teplo. Mnoho organických a polymerních materiálů má nízkou teplotní vodivost, a proto viskózní disipace působí značné zvýšení teploty v tavenině. Jelikož viskozita klesá s rostoucí teplotou exponenciálně, způsobuje disipované teplo pokles krouticího momentu či tlakového spádu a výsledně smykového napětí. Vliv disipačního tepla lze kvantifikovat prostřednictvím např. *Nahme čísla* Na :

$$Na = \frac{\alpha \tau \dot{\gamma} R^2}{4k} \quad (5.16)$$

kde:

$\dot{\gamma}$ – rychlost smykové deformace

τ – napětí

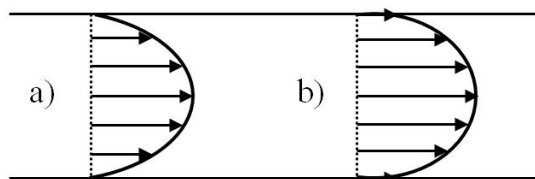
α – exponenciální faktor

R – poloměr kapiláry

k – teplotní vodivost.

5.3.2 Skluz na stěně

Některé materiály, zejména koncentrované suspenze, gely a polymerní roztoky mají během toku tendenci ke skluzu na stěně tokového kanálu. Při skluzu na stěně dochází ke změně rychlostního profilu, jak je znázorněno na Obr.5.8.



Obr.5.8. Rychlostní profil bez skluzu (a) a se skluzem (b) na stěně

V takové situaci je tedy nutno korigovat hodnoty rychlosti smykové deformace navíc na skluzovou rychlost. Rychlost skluzu lze kvantifikovat pomocí tzv. *Mooneyho metody*. Při tomto postupu provedeme měření např. na kapilárním reometru pro nejméně 3 kapiláry lišící se svým průměrem, avšak mající stejný L/D poměr. Pro látky, které nevykazují skluz na stěně, dostaneme jednu tokovou křivku, v opačném případě získáme různé tokové křivky.

$$\dot{\gamma}_{zd} = \dot{\gamma} + \frac{4\dot{\gamma}_{slip}}{R} \quad (5.17)$$

$$\left| \frac{\partial \left(\frac{32\dot{Q}}{\pi D^3} \right)}{\partial \left(\frac{1}{D} \right)} \right|_{\tau} = 8\dot{\gamma}_{slip} \quad (5.18)$$