

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **234171**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **421900**

(51) Int.Cl.

G01N 11/02 (2006.01)

G01N 11/08 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **13.06.2017**

(54)

Reometr kapilarny

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

17.12.2018 BUP 26/18

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

31.01.2020 WUP 01/20

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA ŁÓDZKA, Łódź, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

PIOTR DOMAGALSKI, Swędów, PL

HENRYK FIDOS, Łódź, PL

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Marcin Wróblewski

PL 234171 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest reometr kapilarny przeznaczony do wyznaczania właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich, zwłaszcza niestabilnych reologicznie – tiksotropowych i antytiksotropowych.

Do badania parametrów reologicznych cieczy nienewtonowskich stosuje się przede wszystkim dwa podstawowe typy reometrów - reometry rotacyjne i reometry kapilarne, przy czym do badania cieczy nienewtonowskich reologicznie niestabilnych stosuje się głównie reometry rotacyjne. Reometry takie dają możliwość uzyskiwania podczas badań różnych szybkości ścinania, które można zmieniać poprzez zmiany prędkości obrotowej organu roboczego reometru. Klasyczna konstrukcja tego typu przyrządów, na skutek istnienia określonej dynamiki działania układu pomiarowego sprawia problem z rzetelnością pomiaru naprężeń powstających w badanej cieczy – mierzonych podczas gwałtownie zmienianych szybkości ścinania. Dynamika przyrządu sprawia, że wartości mierzone mogą się różnić od rzeczywiście istniejących w chwili pomiaru.

Znane są reometry kapilarne wyposażone w umieszczony w termostатовanym naczyniu zbiornik ciśnieniowy z przelotowym otworem w dnie, w którym to otworze jest zamocowany wlot usytuowanej pionowo kapilary umieszczonej w termostатовanej obudowie. Reometr wyposażony jest w zawór do zamykania wlotu kapilary. Zbiornik ciśnieniowy, w którym zainstalowany jest czujnik temperatury, jest zamknięty od góry głowicą, w której znajduje się doprowadzenie badanej cieczy i doprowadzenie sprężonego gazu z układu ciśnieniowego połączonego ze zbiornikiem gazu. Znane są także reometry kapilarne wyposażone w dwie kapilary.

Z amerykańskiego zgłoszenia US20140309951 znany jest reometr kapilarny do badania cieczy nienewtonowskich, który składa się z pojemnika zawierającego ciecz, której pewna objętość jest przenoszona do układu pomiarowego za pomocą pompy wporowej. Wylot pompy połączony jest z elementem dystrybucyjnym, który rozdziela strumień cieczy na trzy pionowe kapilary o różnych średnicach. W rozwiązaniu tym ciecz doprowadzana jest naprzemiennie do każdej z kapilar.

Z kolei z polskiego opisu wynalazku P. 414004 znany jest reometr kapilarny przeznaczony do wyznaczania właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich, zwłaszcza niestabilnych reologicznie, wyposażony w termostатовany zbiornik mieszający oraz zestaw kapilar o różnych długościach i/lub różnych średnicach. Reometr ten pozwala na dokonanie jednoczesnego wielopunktowego pomiaru w systemie kapilarnym. Przeprowadzenie pomiarów właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich reologicznie niestabilnych metodą kapilarną jest możliwe dzięki temu, iż reometr jest wyposażony w zestaw wymiennych kapilar o różnych średnicach i/lub długościach, przez które zachodzi przepływ badanej cieczy, powodowany ustalonym i mierzonym nadciśnieniem w zbiorniku ciśnieniowym. Pomiar ten odbywa się jednocześnie podczas przepływu przez wszystkie kapilary. Sprawia to, iż zarówno wartości naprężeń stycznych, jak i szybkości ścinania są określane wymiarami geometrycznymi kapilar (ich długościami i średnicami) i wartością ciśnienia w zbiorniku pomiarowym. Pozwala to podczas badań cieczy reologicznie niestabilnych zastąpić wyniki pomiarów uzyskiwane za pomocą reometru rotacyjnego, pracującego przy zmienianych kolejno szybkościach ścinania, a także zwiększyć dokładność tych danych, ze względu na fakt wyeliminowania wpływu dynamiki reometru rotacyjnego. Reometr tego typu posiada złożoną konstrukcję o znaczących wymiarach. Do przeprowadzenia pomiarów właściwości reologicznych wymagana jest znaczna objętość cieczy w termostатовanym zbiorniku umożliwiającym mieszanie cieczy. Co więcej, jego konstrukcja posiada ograniczenia w zakresie możliwych do uzyskania wartości szybkości ścinania.

Celem wynalazku jest dostarczenie niewielkiego reometru o prostej, niezawodnej konstrukcji, pozwalającej na uzyskanie wyższych szybkości ścinania, umożliwiającego kompleksowe badanie właściwości reologicznych cieczy tiksotropowych i antytiksotropowych.

Istotą wynalazku jest reometr kapilarny przeznaczony do wyznaczania właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich, zawierający zasobnik cieczy badanej, termostатовany segment niszczenia struktury oraz termostатовany układ pomiarowy w postaci co najmniej dwóch kapilar pomiarowych o różnych wymiarach. Segment niszczenia struktury zbudowany jest z elementu przepływowego, wyposażonego w różnicowy czujnik ciśnienia, przyłączonej do niego pompki wporowej oraz kapilary cyrkulacyjnej połączonej z elementem przepływowym poprzez zawór oraz pompkę wporową. Segment niszczenia struktury połączony jest z termostатовanym układem pomiarowym za pomocą zaworu. Segment niszczenia struktury wyposażony jest w przepływomierz. Termostатовany układ pomiarowy wy-

posażony jest w ciśnieniomierz na wlocie, a każda z kapilar pomiarowych wyposażona jest w przepływomierz. Zasobnik cieczy badanej przyłączony jest do pompki waporowej segmentu niszczenia struktury poprzez zawór. Segment niszczenia struktury wewnętrznej służy do dokonania kontrolowanej degradacji struktury wewnętrznej cieczy podczas jej przepływu. Segment niszczenia struktury pozwala na długotrwałą cyrkulację cieczy.

Reometr korzystnie zawiera zbiorniczek buforowy przyłączony w segmencie niszczenia struktury, zapewniający rozszerzenie możliwości wykonywania wielokrotnych serii pomiarów, gdyż jego zastosowanie powoduje powiększenie objętości płynu poddawanego niszczeniu struktury.

Układ pomiarowy ma korzystnie postać zestawu wymiennych kapilar.

Zawór łączący element przepływowy z kapilarą cyrkulacyjną oraz zawór łączący segment niszczenia struktury wewnętrznej z układem pomiarowym ma korzystnie postać zaworu trójdrożnego. Wszystkie zawory reometru są korzystnie sterowane automatycznie, co umożliwi nadanie właściwej w określonej fazie pomiaru konfiguracji pracy reometru w sposób natychmiastowy.

Element przepływowy ma korzystnie postać kanału meandrycznego, kanału spiralnego lub mieszadła statycznego, co wspomaga niszczenie struktury wewnętrznej płynu.

Reometr korzystnie zawiera prostoliniową referencyjną kapilarę w segmencie niszczenia struktury, wyposażoną w czujnik ciśnienia, pozwalającą na jednoznaczne określenie warunków (prędkości ścinania) niszczenia struktury wewnętrznej cieczy.

Reometr jest korzystnie wyposażony w układ odpowietrzający, pozwalający na całkowite wypełnienie segmentu niszczenia struktury wewnętrznej i układu pomiarowego badanym płynem.

Reometr kapilarny według wynalazku charakteryzuje się prostą konstrukcją, która przez brak ruchomych części zwiększa niezawodność oraz pozwala na obniżenie kosztów produkcji. Prostota konstrukcji pozwala także na miniaturyzację reometru. Ponadto reometr charakteryzuje się zminimalizowaną inercją cieplną, co zwiększa precyzję kontroli temperatury. Konstrukcja reometru kapilarnego według wynalazku pozwala także na uzyskanie dużo wyższych szybkości ścinania niż w przypadku reometrów rotacyjnych.

Reometr kapilarny według wynalazku umożliwi przeprowadzanie pomiarów wielopunktowych metodą kapilarną, gdyż wyposażony jest w układ pomiarowy, wyposażony w czujnik ciśnienia, zawierający zestaw kapilar o różnych wymiarach geometrycznych (średnicach i ewentualnie długościach) wyposażonych w czujnik ciśnienia na wlocie i indywidualne czujniki do pomiaru prędkości przepływu. Pomiar tych wartości pozwala na określenie wartości naprężeń stycznych i szybkości ścinania w kapilarach. Umożliwi to badanie cieczy reologicznie niestabilnych (tikotropowych i antytikotropowych), gdyż po osiągnięciu równowagowych wartości naprężeń stycznych w cieczy cyrkulującej w segmencie mieszającym istnieje możliwość dokonania wielopunktowego pomiaru kapilarnego poprzez jednoczesne pomiary parametrów przepływu przez równoległe kapilary o różnych średnicach i długościach.

Jednoczesny pomiar parametrów reologicznych cieczy o określonym stopniu zniszczenia jej struktury wewnętrznej – w tym przypadku cieczy cyrkulującej w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej z odpowiednią intensywnością – aż do uzyskania wartości równowagowej – przy możliwej do określenia szybkości ścinania, określanej na podstawie pomiarów ciśnienia różnicowego w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej (dalsze zmiany mierzonych wartości tego ciśnienia już przy tej szybkości ścinania nie zachodzą), pozwala zastąpić dane uzyskiwane za pomocą reometru rotacyjnego przy zmienianych kolejno szybkościach ścinania, a także zwiększyć ich dokładność.

Przedmiot wynalazku przedstawiono w przykładzie wykonania na rysunku, na którym Fig. 1 przedstawia reometr w ujęciu schematycznym, Fig. 2 – układ zaworów w fazie niszczenia struktury, Fig. 3 – układ zaworów w fazie pomiaru.

Reometr przeznaczony do wyznaczania właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich zbudowany jest z zasobnika cieczy badanej 1, termostowanego segmentu niszczenia struktury wewnętrznej 2 oraz układu pomiarowego 3. Zasobnik cieczy badanej 1 jest połączony z segmentem niszczenia struktury wewnętrznej 2 za pomocą zaworu 4. Segment niszczenia struktury wewnętrznej 2 jest połączony z układem pomiarowym 3 za pomocą zaworu 11. Segment niszczenia struktury wewnętrznej 2 stanowi element przepływowy 5, wyposażony w różnicowy czujnik ciśnienia 6, kapilara cyrkulacyjna 7 oraz pompka waporowa 8 i zawór 9. Segment niszczenia struktury wewnętrznej 2 jest wyposażony w przepływomierz 10. Układ pomiarowy 3 zawiera pięć wymiennych kapilar pomiarowych 12. Kapilary pomiarowe 12 mają różną średnicę i różną długość. Kapilary pomiarowe 12 wyposażone są w czujnik do pomiaru ciśnienia 13 i indywidualne czujniki do pomiaru strumienia przepływu 14.

Wyznaczenia właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich niestabilnych reologicznie za pomocą reometru według wynalazku dokonuje się w następujący sposób. Badana ciecz przetłaczana jest z zasobnika cieczy badanej 1 do segmentu niszczenia struktury wewnętrznej 2 za pomocą pompki wyporowej 8 przy otwartym zaworze 4. Następnie po zamknięciu zaworu 4, otwarciu zaworu 9 i zamknięciu zaworu 11, ciecz w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 2 cyrkuluje w układzie: element przepływowy 5 – kapilara cyrkulacyjna 7 – pompka wyporowa 8 – do czasu osiągnięcia równowagowej wartości stanu zniszczenia struktury wewnętrznej cieczy przy zastosowanej prędkości przepływu co przejawia się osiągnięciem stałej w czasie wartości spadku ciśnienia, rejestrowanego przez różnicowy czujnik ciśnienia 6. Po uzyskaniu równowagowej wartości stanu zniszczenia struktury wewnętrznej cieczy cyrkulującej w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 2, następuje zmiana konfiguracji zaworów, mianowicie: zamknięcie zaworu 9 i otwarcie zaworu 11, co sprawia że ciecz z tą samą wydajnością, z jaką płynęła w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 2, przepływa do zestawu kapilar pomiarowych 12 o różnych średnicach i długościach wyposażonych w czujnik ciśnienia 13 na wlocie i niezależne układy pomiaru strumienia przepływu 14. Rejestracja warunków przepływu w każdej z kapilar (pomiar i rejestracja ciśnienia na wlocie oraz strumienia przepływu w każdej z kapilar) pozwala wyznaczyć wartości parametrów reologicznych badanej cieczy o strukturze wewnętrznej zniszczonej do wartości równowagowej przy różnych szybkościach ścinania, jakie panują w poszczególnych kapilarach pomiarowych (pomiar wielopunktowy). W czasie przepływu z segmentu niszczenia struktury wewnętrznej 2 do kapilar pomiarowych 12 ciecz nie zmienia stanu swojej struktury wewnętrznej, a więc w kapilarach pomiarowych 12, badana jest ciecz o tej samej strukturze wewnętrznej, jaką miała podczas przepływu przez segment niszczenia struktury wewnętrznej 2.

Ten sposób przeprowadzenia badań pozwala określić przebieg krzywej płynięcia cieczy o określonym stanie struktury wewnętrznej. Wartości parametrów reologicznych, oszacowanych na podstawie pomiarów parametrów przepływu w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 2 pozwalają oszacować położenie punktu równowagowego krzywej płynięcia dla szybkości ścinania, jaka miała miejsce w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 2. Dla cieczy o tak określonym stanie zniszczenia struktury można w następnym etapie pomiaru, w kapilarach układu pomiarowego dokonać pomiaru wielopunktowego przy różnych prędkościach ścinania, charakteryzując tym samym tiksotropowe bądź antytiksotropowe właściwości cieczy w sposób kompleksowy.

Opisany cykl badań może być przeprowadzony kolejno dla innych wartości strumienia objętościowego przepływu cieczy w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 2, co umożliwi wykreślenie krzywych płynięcia odpowiadających różnym stanom zniszczenia struktury wewnętrznej cieczy.

W przypadku użycia reometru do badania cieczy reologicznie stabilnych reometr stosuje się jako wielopunktowy reometr kapilarny (nie powoduje się wówczas cyrkulacyjnego przepływu badanej cieczy przez segment niszczenia struktury wewnętrznej).

Zastrzeżenia patentowe

1. Reometr kapilarny przeznaczony do wyznaczania właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich, zwłaszcza niestabilnych reologicznie, zawierający zasobnik cieczy badanej, termostatowany segment niszczenia struktury oraz termostatowany układ pomiarowy w postaci co najmniej dwóch kapilar pomiarowych o różnych wymiarach, **znamienny tym**, że segment niszczenia struktury (2) zbudowany jest z elementu przepływowego (5), wyposażonego w różnicowy czujnik ciśnienia (6), przyłączonej do niego pompki wyporowej (8), kapilary cyrkulacyjnej (7) połączonej z elementem przepływowym (5) poprzez zawór (9) oraz pompkę wyporową (8), przy czym segment niszczenia struktury połączony z termostatowanym układem pomiarowym (3) za pomocą zaworu (11), wyposażony jest w przepływomierz (10), termostatowany układ pomiarowy wyposażony jest w ciśnieniomierz (13) na wlocie, a każda z kapilar pomiarowych (12) wyposażona jest w przepływomierz (14), natomiast zasobnik cieczy badanej (1) przyłączony jest do pompy (8) segmentu niszczenia struktury (2) poprzez zawór (4).
2. Reometr według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do segmentu niszczenia struktury (2) przyłączony jest zbiornik buforowy.
3. Reometr według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że układ pomiarowy ma postać zestawu wymiennych kapilar (12).

4. Reometr według z zastrz. 1 albo 2, albo 3, **znamienny tym**, że zawory (11) i (9) są zintegrowane w postaci zaworu trójdrożnego.
5. Reometr według dowolnego z zastrz. od 1 do 4, **znamienny tym**, że zawory (11), (9) lub (4) są sterowane automatycznie.
6. Reometr według dowolnego z zastrz. od 1 do 5, **znamienny tym**, że element przepływowy (5) ma postać kanału meandrycznego, kanału spiralnego lub mieszadła statycznego.
7. Reometr według dowolnego z zastrz. od 1 do 6, **znamienny tym**, że w segmencie niszczenia struktury posiada prostoliniową referencyjną kapilarę wyposażoną w czujnik ciśnienia.
8. Reometr według dowolnego z zastrz. od 1 do 7, **znamienny tym**, że wyposażony jest w układ odpowietrzający.

Rysunki

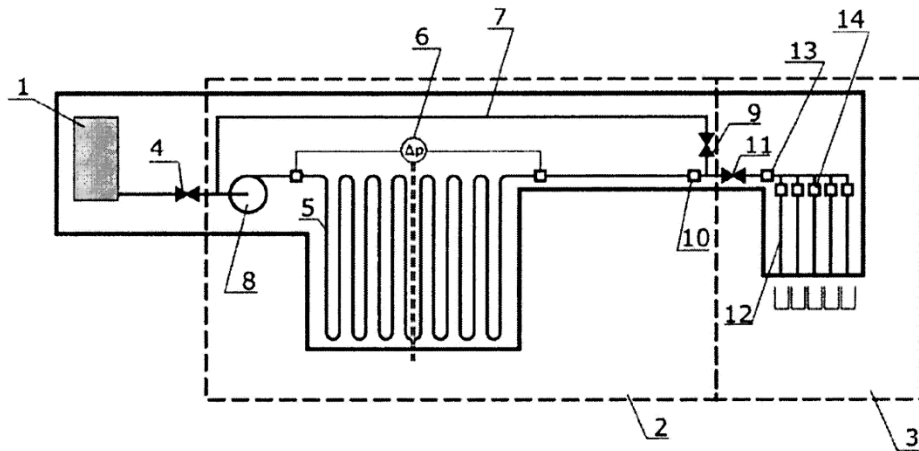


Fig.1

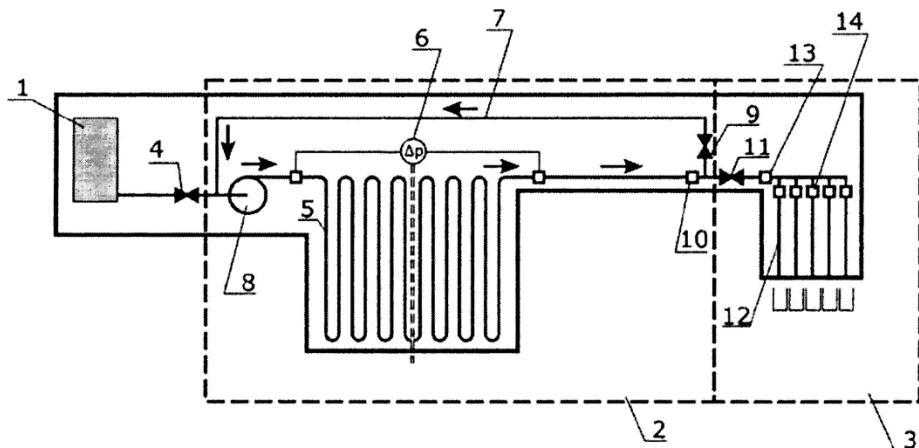


Fig.2

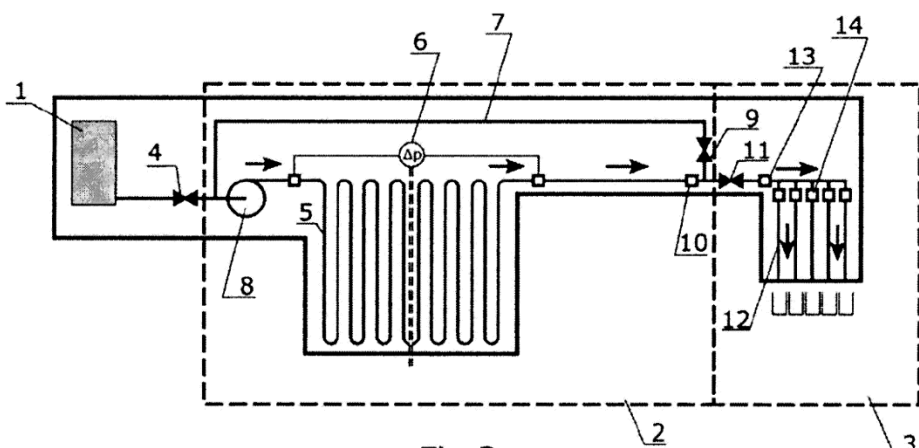


Fig.3