

Reometr kapilarny

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

10 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
15 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.

20 Znane są reometry kapilarne wyposażone w umieszczony w termostatowanym naczyniu zbiornik ciśnieniowy z przelotowym otworem w dnie, w którym to otworze jest zamocowany wlot usytuowanej pionowo kapilary umieszczonej w termostatowanej obudowie. Reometr wyposażony jest w zawór do zamykania wlotu kapilary. Zbiornik ciśnieniowy, w którym zainstalowany jest czujnik temperatury, jest zamknięty od góry
25 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.

30 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 wyporowej. 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 termostatowany zbiornik mieszający oraz
5 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
10 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
15 cieczy reologicznie niestabilnych zastąpić wyniki pomiarów uzyskiwane za pomocą reometru rotacyjnego, pracującego przy zmieniających 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
20 wymagana jest znaczna objętość cieczy w termostatowanym zbiorniku umożliwiającym mieszanie cieczy. Co więcej, jego konstrukcja posiada ograniczenia w zakresie możliwych do uzyskania wartości szybkości ścinania.

25 W nieopublikowanym zgłoszeniu patentowym P.421900 ujawniony został także reometr kapilarny pozwalający na badanie cieczy tiksotropowych zbudowany z zasobnika, termostatowanego segmentu niszczenia struktury oraz termostatowanego układu pomiarowego w postaci co najmniej dwóch kapilar pomiarowych o różnych wymiarach. Segment niszczenia struktury zbudowany jest z elementu przepływowego,
30 wyposażonego w różnicowy czujnik ciśnienia, przyłączonej do niego pompki wyporowej oraz kapilary cyrkulacyjnej połączonej z elementem przepływowym poprzez zawór oraz pompkę wyporową. Segment niszczenia struktury pozwala na długotrwałą cyrkulację

cieczy, która po osiągnięciu stanu równowagowego zniszczenia struktury jest kierowana do segmentu pomiarowego. Poziom złożoności jego budowy stanowi jednak wyzwanie dla układu sterowania utrudniając korzystanie z urządzenia, ponadto w takim wykonaniu przyrządu istnieje obawa o zachowanie czystości i sterylności z uwagi na

5 zintegrowanie z urządzeniem zasobnika i pompy, które są trudne do utrzymania w czystości, co jest częstym wymogiem.

Celem wynalazku jest opracowanie niewielkiego reometru o znacząco uproszczonej konstrukcji, gwarantującej wysoką niezawodność, obniżającą koszt produkcji i

10 eksploatacji, a także ułatwiającej utrzymanie sterylności i czystości, umożliwiającą kompleksowe badanie właściwości reologicznych cieczy tiksotropowych i antytiksotropowych.

Istotą wynalazku jest reometr kapilarny przeznaczony do wyznaczania właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich, zwłaszcza niestabilnych reologicznie,

15 zawierający termostatowany segment niszczenia struktury wewnętrznej cieczy oraz termostatowany układ pomiarowy w postaci co najmniej dwóch kapilar pomiarowych o różnych wymiarach który zawiera ponadto co najmniej dwie strzykawki, połączone z układem sterowania za pomocą co najmniej jednego elementu napędowego. Strzykawki przyłączone są po przeciwnych stronach segmentu niszczenia struktury, który

20 wyposażony jest w różnicowy czujnik ciśnienia. Strzykawka, przyłączona bliżej układu pomiarowego, segment niszczenia struktury oraz termostatowany układ pomiarowy połączone są za pomocą układu zaworów. Termostatowany układ pomiarowy wyposażony jest w ciśnieniomierz na wlocie, a każda z kapilar pomiarowych wyposażona jest w przepływomierz.

25

Układ pomiarowy ma korzystnie postać zestawu wymiennych kapilar.

Układ zaworów jest korzystnie sterowany automatycznie, co umożliwia nadanie właściwej w określonej fazie pomiaru konfiguracji pracy reometru w sposób

30 natychmiastowy.

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

5 W korzystnym przykładzie wykonania segment niszczenia struktury wyposażony jest w prostoliniową kapilarę referencyjną zawierającą w czujnik ciśnienia, pozwalającą na jednoznaczne określenie warunków (szybkości ścinania) niszczenia struktury wewnętrznej cieczy.

10 W korzystnym przykładzie wykonania strzykawki ułożone są szeregowo i posiadają wspólny tłok, a układ niszczenia struktury wyposażony jest w zawór napowietrzający.

W korzystnym przykładzie wykonania układ zaworów ma postać zaworu trójdrożnego.

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

20 Reometr kapilarny według wynalazku charakteryzuje się prostą konstrukcją, która przez minimalizację liczby ruchomych części zwiększa niezawodność oraz pozwala na obniżenie kosztów produkcji. Prostota konstrukcji pozwala także na miniaturyzację reometru.

25 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 typowych reometrów rotacyjnych. Konstrukcja reometru kapilarnego według wynalazku dzięki zastosowaniu jednorazowych strzykawek pomaga w utrzymaniu czystości włącznie z utrzymaniem wymogów sterylności, co jest istotne w przypadku próbek biologicznych i badań w przemyśle spożywczym.

30

Zastosowanie strzykawek połączonych z układem sterowania wyposażonym w co najmniej jeden element napędowy umożliwia naprzemienne przetłaczanie badanego

płyn przez segment niszczenia struktury, co pozwala na dokonanie kontrolowanej degradacji struktury wewnętrznej cieczy podczas jej przepływu.

Reometr kapilarny według wynalazku umożliwia przeprowadzanie pomiarów wielopunktowych metodą kapilarną, gdyż wyposażony jest w układ pomiarowy, zawierający zestaw kapilar o różnych wymiarach geometrycznych (średnicach i/lub 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. Umożliwia to badanie cieczy reologicznie niestabilnych (tiksotropowych i antytiksotropowych), 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 naprzemiennie przetłaczanej z zadaną prędkością przez segment niszczenia struktury wewnętrznej - 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 z w fazie niszczenia struktury, Fig. 2 reometr w fazie pomiaru. Fig. 3 reometr w przykładzie wykonania ze strzykawkami o wspólnym tłoku w fazie niszczenia struktury, Fig. 4 reometr w przykładzie wykonania ze strzykawkami o wspólnym tłoku w fazie pomiaru.

Przykład 1

Reometr przeznaczony do wyznaczania właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich zbudowany jest z dwóch strzykawek 1 i 2 połączonych z układem sterowania (3) poprzez dwa elementy napędowe (16', 16''), termostatowanego układu niszczenia struktury 4 oraz z układu pomiarowego 5, przy czym strzykawki 1, 2
 5 przyłączone są po przeciwnych stronach układu niszczenia struktury 4. Segment niszczenia struktury wewnętrznej 4 jest połączony z układem pomiarowym 5 za pomocą układu zaworów 6 (zawory 6', 6'' i 6'''). Segment niszczenia struktury wewnętrznej 4 zawiera element przepływowy 7, wyposażony w różnicowy czujnik ciśnienia 8. Układ pomiarowy 5 zawiera pięć wymiennych kapilar pomiarowych 9. Kapilary pomiarowe 9
 10 mają różną średnicę i różną długość. Kapilary pomiarowe 9 wyposażone są w czujnik do pomiaru ciśnienia 10 i indywidualne czujniki do pomiaru strumienia przepływu 11. Segment niszczenia struktury 4 zawiera prostoliniową kapilarę referencyjną 12 wyposażoną w różnicowy czujnik ciśnienia 13, przyłączoną za elementem przepływowym 7. Segment niszczenia struktury 4 zawiera zawór napowietrzający 14
 15 oraz zawór odpowietrzający 15.

Wyznaczenia właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich niestabilnych reologicznie za pomocą reometru według wynalazku dokonuje się w następujący sposób. Badana ciecz przetłaczana jest naprzemiennie pomiędzy strzykawkami 1 i 2
 20 przez segment niszczenia struktury 4 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 8. Naprzemienny przepływ cieczy sterowany jest za pomocą układu sterującego 3 połączonego za strzykawkami za pomocą dwóch
 25 elementów napędowych (16', 16''). Warunki niszczenia struktury są określane przez wielkość spadku ciśnienia odczytanego z ciśnieniomierza 13 kapilary referencyjnej 12. Po uzyskaniu równowagowej wartości stanu zniszczenia struktury wewnętrznej cieczy cyrkulującej w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4, następuje otwarcie zaworu 6'' i zamknięcie zaworu 6''' oraz zatrzymanie strzykawki 2, co sprawia, że ciecz z
 30 tą samą wydajnością, z jaką płynęła w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4, przepływa do zestawu kapilar pomiarowych 9 o różnych średnicach i długościach wyposażonych w czujnik ciśnienia 10 na wlocie i niezależne układy pomiaru strumienia

przepływu 11. 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 4 do kapilar pomiarowych 9 ciecz nie zmienia stanu swojej struktury wewnętrznej, a więc w kapilarach pomiarowych 9, badana jest ciecz o tej samej strukturze wewnętrznej, jaką miała podczas przepływu przez segment niszczenia struktury wewnętrznej 4.

10

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 4 pozwalają oszacować położenie punktu równowagowego krzywej płynięcia dla szybkości ścinania, jaka miała miejsce w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4. Dla cieczy o tak określonym stanie zniszczenia struktury można w następnym etapie pomiaru, w kapilarach układu pomiarowego dokonać pomiaru wielopunktowego przy różnych szybkościach ścinania, charakteryzując tym samym tiksotropowe bądź antytiksotropowe właściwości cieczy w sposób kompleksowy.

20

Opisany cykl badań może być przeprowadzony kolejno dla innych wartości strumienia objętościowego przepływu cieczy w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4, co umożliwia wykreślenie krzywych płynięcia odpowiadających różnym stanom zniszczenia struktury wewnętrznej cieczy.

25

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

30 Przykład 2

Reometr przeznaczony do wyznaczania właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich zbudowany jest z dwóch strzykawk 1, 2 umieszczonych szeregowo

- na wspólnym elemencie napędowym (16''') układu sterowania (3), termostатовanego segmentu niszczenia struktury 4 oraz z układu pomiarowego 5 przy czym strzykawki 1, 2 przyłączone są po przeciwnych stronach układu niszczenia struktury 4. Segment niszczenia struktury wewnętrznej 4 jest połączony z układem pomiarowym 5 za pomocą układu zaworów 6 (zawory 6', 6'' i 6'''). Segment niszczenia struktury wewnętrznej 4 zawiera element przepływowy 7, który wyposażony jest w różnicowy czujnik ciśnienia 8. Układ pomiarowy 5 zawiera pięć wymiennych kapilar pomiarowych 9. Kapilary pomiarowe 9 mają różną średnicę i różną długość. Kapilary pomiarowe 9 wyposażone są w czujnik do pomiaru ciśnienia 10 i indywidualne czujniki do pomiaru strumienia przepływu 11. Segment niszczenia struktury 4 zawiera prostoliniową kapilarę referencyjną 12 wyposażoną w różnicowy czujnik ciśnienia 13, przyłączoną za elementem przepływowym 7. Segment niszczenia struktury 4 zawiera także zawór napowietrzający 14 oraz zawór odpowietrzający 15.
- 15 Wyznaczenia właściwości reologicznych cieczy nienewtonowskich niestabilnych reologicznie za pomocą reometru według wynalazku dokonuje się w następujący sposób. Badana ciecz przetłaczana jest naprzemiennie pomiędzy strzykawkami 1 i 2 przez segment niszczenia struktury 4 do czasu osiągnięcia równowagowej wartości stanu zniszczenia struktury wewnętrznej cieczy przy zastosowanej prędkości przepływu, co
- 20 przejawia się osiągnięciem stałej w czasie wartości spadku ciśnienia, rejestrowanego przez różnicowy czujnik ciśnienia 8. Naprzemienny przepływ cieczy sterowany jest za pomocą układu sterującego połączonego za strzykawkami za pomocą elementu napędowego (16''') . Warunki niszczenia struktury są określane przez wielkość spadku ciśnienia odczytanego z ciśnieniomierza 13 kapilary referencyjnej 12. Po uzyskaniu
- 25 równowagowej wartości stanu zniszczenia struktury wewnętrznej cieczy cyrkulującej w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4, następuje otwarcie zaworu 6'' i zamknięcie zaworu 6''' , co sprawia że ciecz ze strzykawki 1, z tą samą wydajnością, z jaką płynęła w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4, przepływa do zestawu kapilar pomiarowych 9 o różnych średnicach i długościach wyposażonych w czujnik
- 30 ciśnienia 10 na wlocie i niezależne układy pomiaru strumienia przepływu 11. 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 4 do kapilar pomiarowych 9 ciecz nie zmienia stanu
5 swojej struktury wewnętrznej, a więc w kapilarach pomiarowych 9, badana jest ciecz o tej samej strukturze wewnętrznej, jaką miała podczas przepływu przez segment niszczenia struktury wewnętrznej 4.

Ten sposób przeprowadzenia badań pozwala określić przebieg krzywej płynięcia cieczy o
10 określonym stanie struktury wewnętrznej. Wartości parametrów reologicznych, oszacowanych na podstawie pomiarów parametrów przepływu w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4 pozwalają oszacować położenie punktu równowagowego krzywej płynięcia dla szybkości ścinania, jaka miała miejsce w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4. Dla cieczy o tak określonym stanie zniszczenia struktury można
15 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
20 objętościowego przepływu cieczy w segmencie niszczenia struktury wewnętrznej 4, co umożliwia wykreślenie krzywych płynięcia odpowiadających różnym stanom zniszczenia struktury wewnętrznej cieczy.

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

Marcin Wróblewski

RZECZNIK PATENTOWY