Советы и подсказки Джо Флоу - Ротационный режим

Обладая нужными знаниями, вы можете быстро и легко охарактеризовать вязкостные свойства ваших образцов с помощью ротационных испытаний.

Что такое ротационный режим? И как часто он нужен?

В ротационном режиме измерительный шпиндель вращается, а нижняя плоскость или стакан неподвижны. При этом должно соблюдаться условие ламинарного течения в образце.

Существуют два основных типа измерений в ротационном режиме:

- С контролируемой скоростью сдвига (CSR или CR тест). В данном случае, задается угловая скорость и измеряется крутящий момент, либо в реологических параметрах: задается скорость сдвига и измеряется напряжение сдвига.
- С контролируемым напряжением сдвига (CSS или CS). В этом случае задается крутящий момент и измеряется скорость вращения, что в реологических параметрах идентично заданию напряжения сдвига и измерению скорости сдвига.

Вязкость рассчитывается по формуле:

$$Viscosity\ \eta = \frac{Shear\ stress\ \ \tau}{Shear\ rate\ \dot{\gamma}}$$

Различные варианты ротационных тестов:

- **Измерение в одной точке:**

В этом типе тестов вязкость измеряется при одной скорости сдвига. Это измерение подходит для ньютоновских жидкостей, вязкость которых остается постоянной независимо от скорости сдвига. Кроме того, этот тест часто используется при контроле качества неньютоновских жидкостей.

- **Зависимость от времени:**

Этот тест позволяет определить зависимость вязкости образца от времени при постоянных заданных параметрах, например, в реакциях отверждения и гелеобразования.

- **Кривые течения и вязкости:**

Кривая течения – это зависимость напряжения сдвига от скорости сдвига (напряжение сдвига τ обычно располагается по оси Y, а скорость сдвига ẏ – по оси X), кривая вязкости – это зависимость вязкости от скорости сдвига (по оси Y обычно откладывают вязкость η, а скорость сдвига ẏ на оси X). Большинство образцов показывают псевдопластичное поведение (уменьшение вязкости с увеличением скорости сдвига). На рисунке 1 представлены кривые вязкости для наиболее распространенных случаев.

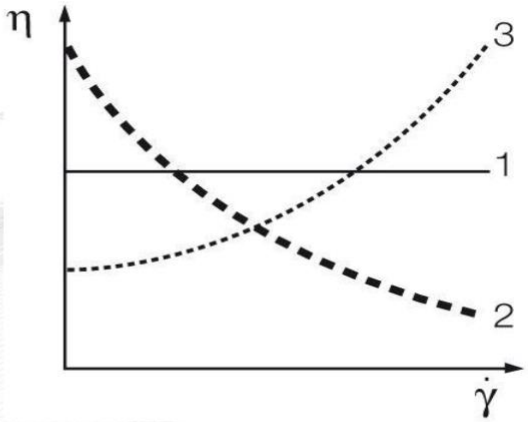

Рисунок 1: Кривые вязкости: (1) идеально вязкое или ньютоновское поведение потока, (2) поведение потока со сдвиговым утоньшением, (3) поведение потока со сдвиговым утолщением

- **Трехинтервальный тест:**

Этот тест используется для определения тиксотропных свойств веществ. Он основан на измерении вязкости образца до и после разрушения его структуры. Более подробно об этом тесте вы сможете узнать в следующих выпусках.

- **Температурная зависимость:**

Определение вязкости как функции от температуры.

Какие условия нужно задать для построения кривых течения и вязкости?

Главный совет: измеряйте образец в условиях, близких к эксплуатационным для имитации реальных процессов. Вы можете найти большое количество шаблонов для измерений в программном обеспечении RheoCompass. Их можно изменять, объединять по мере необходимости, например, возможно добавлять интервалы релаксации или термостатирования.

Чтобы определить текучесть образца, для скорости сдвига я советую пользоваться логарифмической шкалой. Это означает, что точки измерения равномерно распределяются по декадам, что приводит к тому, что большее количество точек измеряется в диапазоне более низких скоростей сдвига (когда вы смотрите на график, вы как будто держите в руке увеличительное стекло). Например, для неизвестных образцов оказался полезным диапазон скорости сдвига от 0,1 $с^{-1}$ до 100 $с^{-1}$. Если вы выберете, например, 22 точки измерения, у вас будет 7 точек измерения в каждой декаде.

Это означает, что 7 точек измерения в диапазоне скорости сдвига от 0,1 $с^{-1}$ до 1 $с^{-1}$, 7 точек между 1 $с^{-1}$ и 10 $с^{-1}$ и 7 точек от 10 $с^{-1}$ до 100 $с^{-1}$. Если вы выбираете линейную шкалу для того же диапазона скорости сдвига с тем же количеством точек измерения, вторая точка измерения уже находится прибл. 5 $с^{-1}$. Напротив, вы получите большое количество точек измерения при более высоких скоростях сдвига. Однако кривая при более высоких скоростях сдвига часто адекватно описывается меньшим количеством точек измерения. Обычно поведение образца при низких скоростях сдвига представляет интерес, потому что именно здесь вязкость изменяется больше всего, особенно у образцов с пределом текучести.

На рисунках 2 и 3 показаны две кривые вязкости в линейной и логарифмической настройках скорости сдвига (одинаковое количество точек измерения) в линейной и логарифмической шкале.

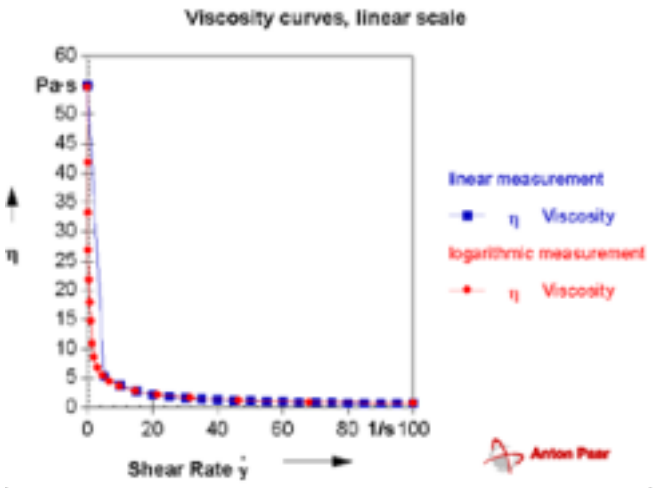

Рис. 2. Кривые вязкости в линейных координатах (с линейным и логарифмическим ростом скорости сдвига)

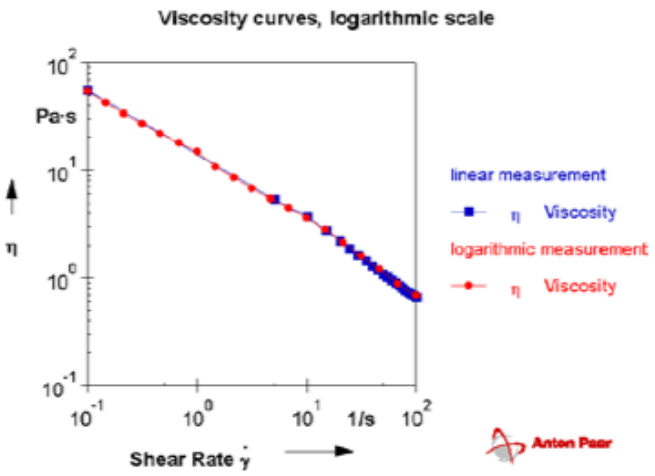

Рисунок 3: Кривые вязкости в логарифмических координатах (с линейным и логарифмическим ростом скорости сдвига)

На что нужно обратить внимание при проведении измерений?

При приложении сдвига по образцу начинает передаваться возмущение от слоя к слою в ламинарном режиме (рис. 4). Это время называется переходным процессом. Выбор времени измерения точки очень важен. Если время на точку слишком мало, то не весь образец в измерительном зазоре будет вовлечен в движение (рис. 4б) и данные, полученные на реометре, будут очень сильно занижены.

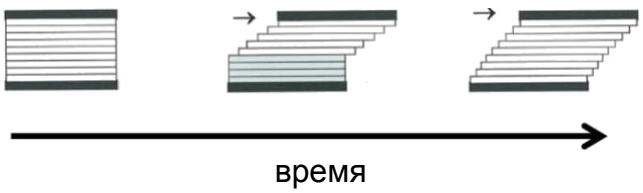

Рисунок 4: Формирование ламинарного потока во время воздействия нагрузки

Для скоростей сдвига менее 1 $с^{-1}$ действует следующее эмпирическое правило: время на точку = 1 / скорость сдвига.

В диапазоне скорости сдвига от 0,1 $с^{-1}$ до 100 $с^{-1}$ для первой точки измерения требуется время 10 с при скорости сдвига 0,1 $с^{-1}$. С увеличением скорости сдвига время, необходимое для формирования равномерного ламинарного потока, становится короче, и продолжительность точки измерения также может быть уменьшена. Поэтому в логарифмических координатах скорости сдвига полезно также задавать «обратное» логарифмическое изменение длительности точки измерения. Это гарантирует, что тест не будет выполняться слишком долго. Для скоростей сдвига более 1 $с^{-1}$ я рекомендую продолжительность точки измерения 1 с.

На рис. 5 показаны кривые вязкости дисперсии с недостаточным временем измерения точки (кривые 1 и 2) и достаточным (кривая 3).

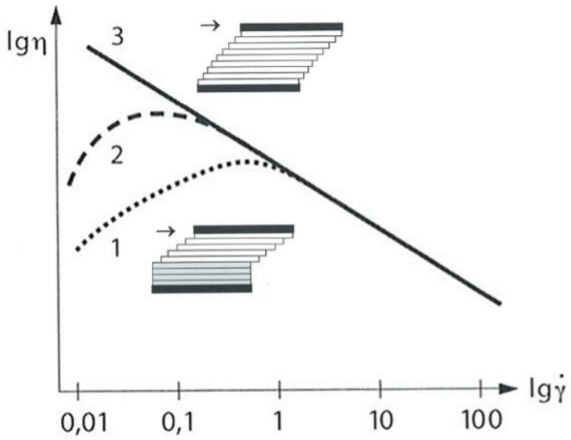

Рис. 5: Кривые вязкости дисперсии, полученные при низких скоростях сдвига и различным временем на точку: (1) – очень коротким, (2) – коротким, (3) – нормальным.

Ошибки измерения могут иметь множество причин и обычно обнаруживаются на кривой вязкости. Часто они даже более очевидны на кривой течения.

Кривые течения и вязкости в условиях постоянного сдвига

Кривые течения и вязкости, можно построить по значениям, полученным с постоянным напряжением сдвига (CSS-режим) и с постоянной скоростью сдвига (CSR-режим). Рис. 6 показывает две кривые течения с линейно заданным набором значений скорости сдвига, полученных в CSR- и CSS-режимах.

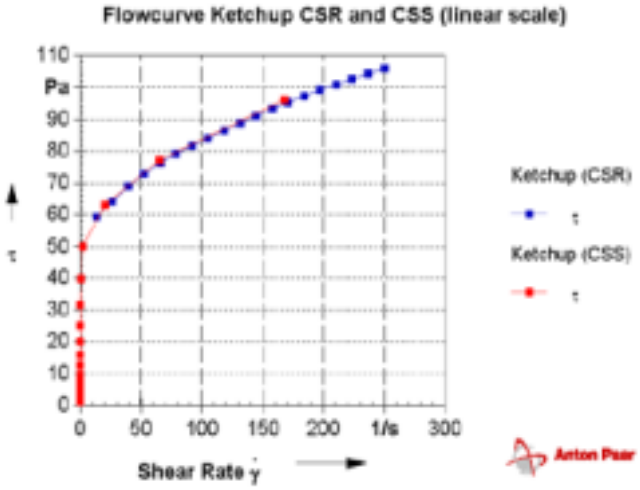

Рисунок 6: Сравнение кривых полученных в режимах CSR и CSS

Когда образец течет при заданном напряжении сдвига, могут возникнуть очень высокие скорости сдвига, и результирующие центробежные силы могут привести к выходу образца из зазора.

По этой причине использование CSR-режима более предпочтительно на сегодняшний день.

Если провести измерение воды при напряжении сдвига 1 Па (значение вязкости примерно 1мПа*с), например, и глицерина (значение вязкости примерно 1Па*с), то в результате скорость сдвига у воды составит 1000 $с^{-1}$, а у глицерина – примерно, 1 $с^{-1}$. CSS-режим наиболее часто используется, чтобы определить предел текучести.

Еще больше информации в следующих выпусках.