

4. VAJA: DOLOČANJE VISKOZNOSTI NEWTONSKIH (IDEALNIH) IN NENEWTONSKIH (NEIDEALNIH) SISTEMOV

4.1 Definicija reologije in reometrije ter namen določanja reoloških lastnosti snovi

Izraz REOLOGIJA izhaja iz grškega jezika in je sestavljen iz dveh besed: RHEOS, kar pomeni tok, in LOGOS, kar pomeni veda.

Številni avtorji navajajo različne definicije reologije:

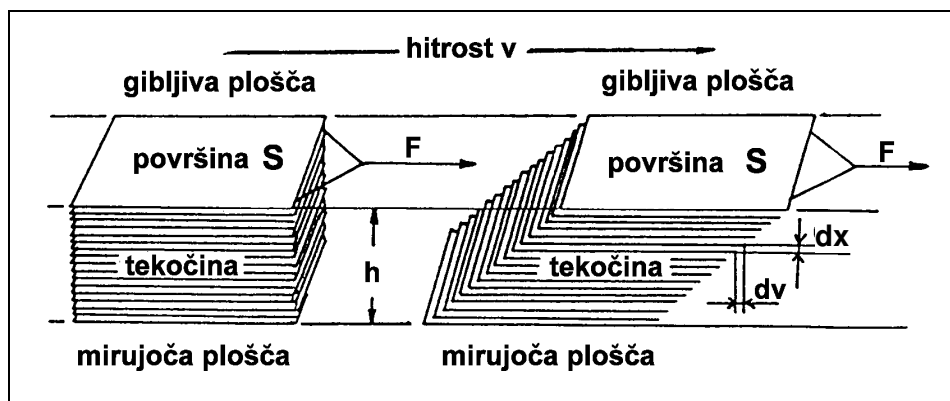
- Reologija je veda o pretočnih lastnostih snovi in snovnih sistemov. Ne obsega samo zakonitosti pretoka kapljev, pač pa tudi takšnih sistemov, katerih viskoznost je odvisna od njihove notranje strukture.
- Reologija je veda o obnašanju kapljev pod vplivom različnih strižnih sil in opisuje pretočne lastnosti snovi. Preiskave reoloških lastnosti snovi segajo od pravih kapljev (voda, eter, olje), preko poltrdnih teles (mazila, kreme, paste), vse do trdnih snovi.
- Reologija je veda o deformaciji, preoblikovanju in toku kapljev pod vplivom napetosti mehanskih sil na enoto ploskve.

Reologija ima pomembno mesto tudi v farmaciji in kozmetiki, saj nam omogoča razjasnitev notranje strukture farmacevtskih sistemov, spremljanje fizikalne stabilnosti posameznih vhodnih materialov in zdravilnih pripravkov, obnašanja snovi pod vplivom temperature, pomaga pri optimizaciji in kontroli kakovosti vhodnih surovin in končnih izdelkov, izbiri ustreznih vhodnih surovin, itd.

4.2 Definicije reoloških parametrov

Osnovne reološke parametre predstavlja preprost model (slika 1). Med dvema vzporednima ploščama s površino A [m^2] in medsebojno razdaljo h [m] je preiskovana tekočina. Medtem ko spodnja plošča miruje, zgornjo premikamo z določeno silo F [N] in hitrostjo v [$m \cdot s^{-1}$]. Nastane plasti laminarni tok (do turbulence ne sme priti). Posamezne tekočinske plasti se gibljejo z različnimi hitrostmi, kar pomeni, da se sosednje tekočinske plasti gibljejo relativno druga na drugo.

Izberemo si dve sosednji plasti, ki sta razmaknjeni za dx prečno glede na smer gibanja. Razlika hitrosti med gibanjem teh dveh sosednjih plasti je dv .



Slika 1: Model za razlago osnovnih reoloških parametrov

Definiramo:

Strižna deformacija: Silo, ki deluje v smeri ploskve, imenujemo strižna sila in je odgovorna za spremembo oblike telesa. Delovanje strižne sile povzroči določen premik plasti, kar opišemo s strižno deformacijo oziroma s strigom (γ):

$$\gamma = \frac{dy}{dx} = \tan \theta \cong \theta, \text{ y-premik, x-višina (debelina)}$$

Po prenehanju delovanja mehanske sile se lahko atomi (molekule) vrnejo v prvotni položaj. V tem primeru govorimo o prožni ali elastični deformaciji. Elastična deformacija pomeni razteg kemijskih vezi med atomi. Razdalje med atomi v kristalu se povečajo le v tolikšni meri, da ne pretrgamo vezi. Trdne snovi zelo težko elastično raztezamo, pri polimernih molekulah pa je elastično raztezanje možno v širšem območju.

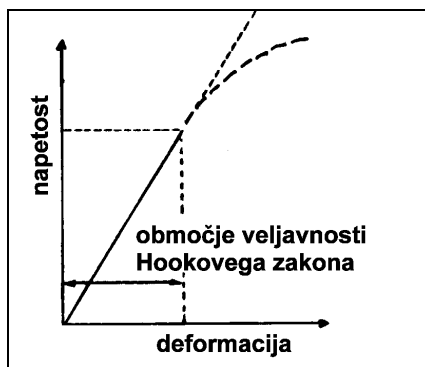
Če pa se atomi med obremenjevanjem preveč odmaknejo in se niso sposobni vrniti na prvotno mesto, ali če pride do njihovega preurejanja in se zaradi tega prekinejo kemijske vezi, opredelimo deformacijo kot plastično ali trajno. Vrsta deformacije je tako odvisna od zgradbe sistema ter od velikosti in trajanja deformacije.

Strižna napetost τ (Shear stress, die Schubspannung) je kvocient sile F , ki leži v ploskvi (strižna sila), in površine S .

$$\tau = \frac{F}{S}$$

enota: Pa = (N.m⁻²), stara enota: [dyn.cm⁻² = 0.1 Pa]

Pri elastičnem obnašanju je strižna mehanska napetost v linearni zvezi z deformacijo. Za trdne snovi to premosorazmernost opisuje Hookov zakon.



Slika 2: Odvisnost strižne napetosti od velikosti deformacije - Hookov zakon.

To pomeni, da ob razbremenitvi telesa popusti napetost v snovi in deformacija se sorazmerno zmanjša. Hookov zakon opisuje naslednja zveza:

$$\tau = \frac{F}{S} = G \times \Theta$$

Strižna napetost - τ (Pa), ki jo povzročata para nasprotno enakih strižnih sil, povzroči strižno deformacijo (γ), ki jo podamo s kotom zasuka (Θ). V Hookovem zakonu predstavlja G premosorazmerni parameter, ki se imenuje strižni modul (Pa) in nam predstavlja merilo odpornosti oziroma rigidnosti telesa proti spremembi oblike. Kadar imamo opraviti z zelo majhnimi strižnimi deformacijami lahko kot zasuka Θ (v radianih) izrazimo kar s strižno deformacijo γ . Zveza za Hookov zakon se tako glasi:

$$\tau = G \times \gamma$$

Hookov zakon velja le v tistem območju, ko je mehanska napetost premosorazmerna z deformacijo. Ko pa majhno povečanje zunanje sile povzroči relativno veliko deformacijo, ne pa tudi napetosti, smo že v območju plastične deformacije.

Strižna hitrost $\dot{\gamma} = D$ (Shear rate, die Schergeschwindigkeit) je mera tekočinske deformacije oz. kvocient med diferencialom hitrosti dv in razmikom med sosednjima tekočinskima plastema dx .

$$D = \frac{dv}{dx}$$

enota: [s⁻¹]

Strižna hitrost v primeru poltrdnih in trdnih sistemov $\dot{\gamma}$ je obravnavana kot odvod deformacije $d\gamma$ po času dt .

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt}$$

enota: (s⁻¹)

Viskoznost η (viscosity, die Viskosität)

a) dinamična viskoznost η (dynamic viscosity, die dynamische Viskosität) je sorazmernostni faktor med strižno napetostjo τ in strižno hitrostjo D in predstavlja notranjo upornost tekočin pri pretakanju:

$$\frac{F}{S} = \eta * \frac{dv}{dz} \Rightarrow \tau = \eta D$$

enota: [Pa.s], stara enota: [P] (P=Poise), 1 mPas=1 cP, (viskoznost vode=1 cP)

Če viskoznost med obremenitvijo ni konstantna, jo imenujemo navidezna viskoznost.

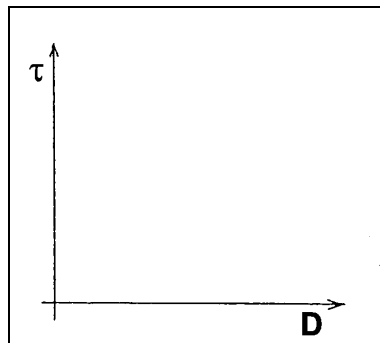
b) kinematična viskoznost (kinematic viscosity, die kinematische Viskosität) je kvocient med dinamično viskoznostjo η in gostoto sistema ρ pri točno določeni temperaturi.

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}$$

enota: [m²·s⁻¹], stara enota: [cSt = mm²·s⁻¹] (St=Stokes)

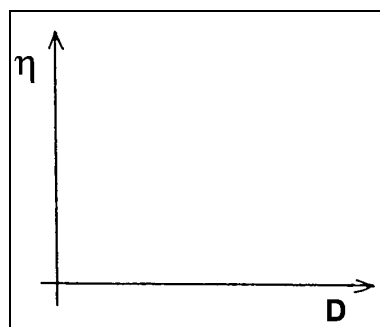
4.3 Reološka razdelitev sistemov

Najlaže prikažemo pestrost tokovnega obnašanja sistemov (tekočih, poltrdnih in trdnih) z **reogrami** (flow curve, die Fließkurve), kjer na absciso nanašamo strižno hitrost D [s⁻¹], na ordinato pa od te odvisno oz. merjeno strižno napetost τ [Pa] (slika 3).



Slika 3: Reogram

Druga možnost je prikaz odvisnosti viskoznosti η [Pa.s] od strižne hitrosti D [s⁻¹]. To je tako imenovani **viskoznostni diagram** (viscosity curve, die Viskositätsfunktion) (slika 4).



Slika 4: Viskoznostni diagram

Sisteme v grobem razdelimo na idealne ali **Newtonske** in realne ali **ne-Newtonske**. Za vsako vrsto sistemov obstajajo različni reološki modeli, ki skušajo čim bolj oz. čim natančneje opisati njihovo obnašanje tako, da bi dajali teoretično izračunani parametri enake vrednosti kot eksperimentalno izmerjeni. Postavitev ali izbira primerne reološkega modela omogoča napoved reoloških lastnosti, razlago tokovnega obnašanja pri pogojih, ko eksperimentalna določitev zaradi raznih razlogov ni mogoča.

4.3.1 Newtonski sistemi

To so idealizirane tekočine (plini, voda, raztopine topljencev z nizko molekulsko maso, mineralna olja), pri katerih je viskoznost neodvisna od delovanja sile na sistem (mehanske obremenitve) in njenega trajanja. Viskoznost je samo funkcija temperature in atmosferskega tlaka $\eta=f(T, p)$ (sliki 4, 5). Matematično jo opisuje Newtonov zakon:

$$\eta = \frac{\tau}{D}$$

4.3.2 Ne-newtonski sistemi

Realne kapljevine, poltrdni in trdni sistemi se v glavnem obnašajo ne-Newtonsko in so bolj kompleksni. Njihova viskoznost je odvisna od obremenitve, kar pomeni od delovanja mehanske sile na sistem, za nekatere sisteme pa tudi od časa delovanja le-te.

A) PSEVDOPLASTIČNI (pseudoplastic behaviour = shear thinning, Pseudoplastisches Fließverhalten = Scherentzähung)

- so tisti sistemi, pri katerih viskoznost z naraščajočo strižno obremenitvijo pada (polimerne raztopine, nizko koncentrirane suspenzije). Razlog za takšno obnašanje je ureditev strukturnih elementov v smeri toka kot posledica striga oz. prehod v bolj urejeno stanje (npr. polimerni klobčič se raztegne), ali zmanjševanje efektivnega hidrodinamskega volumna delcev zaradi odstranjevanja solvatnih plasti ob delcu. Delovanje zunanje sile povzroči orientiranje polimernih molekul vzdolž osi, kar zmanjša notranje trenje med molekulami in dolge polimerne verige lažje zdrsnejo ena ob drugi. Sekundarne vezi se pretrgajo in pride do znižanja viskoznosti npr. disperzije polimera. (sliki 5 in 6).

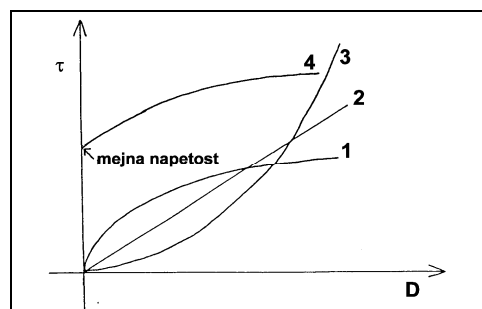
B) DILATANTNI (dilatant behaviour = shear thickening, Dilatantes Fließverhalten = Scherverzähung)

- so sistemi, pri katerih viskoznost z večanjem strižne obremenitve narašča (visoko koncentrirane suspenzije, določene vrste tenzidov). Pojav je ravno nasproten psevdoplastičnosti (sliki 4 in 5). Razlog za takšno obnašanje je, da se z večanjem obremenitve strukturni elementi premaknejo, tako da se med njimi pojavi večje število medsebojnih interakcij. Delci se pri gibanju zato medsebojno bolj ovirajo.

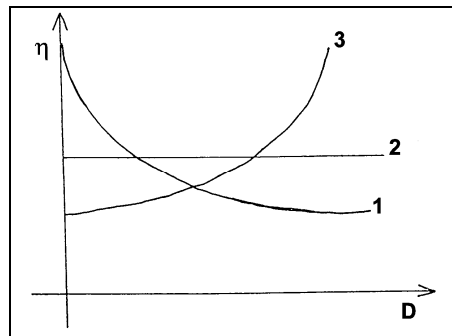
C) PLASTIČNI (plastic behaviour = substances with yield point, Plastisches Fließverhalten=die Stoffe mit einer Fließgrenze)

- so tisti sistemi, za katere je značilno, da je potrebna določena sila, da snovi stečejo. To je mejna ali plastična napetost (slika 5). Po definiciji je to strižna napetost τ , ko je strižna hitrost $\gamma = 0$. Sila, ki deluje od zunaj (F_{ext}), mora biti večja od znotraj delujoče sile strukture (F_{int}). Velja:

- če je $F_{ext} \leq F_{int}$, potem snov ne teče;
- če je $F_{ext} > F_{int}$, potem snov teče.



Slika 5: Reogrami za Newtonske (2), psevdoplastične (1), dilatantne (3) in plastične (4) sisteme



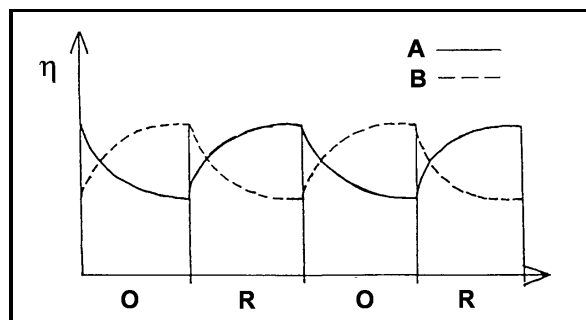
Slika 6: Viskoznostne krivulje za Newtonske (2), psevdoplastične (1) in dilatantne (3) sisteme.

D) TIKSOTROPNI (thixotropic behaviour, Thixotropes Fließverhalten)

- so sistemi, katerih obnašanje je odvisno tudi od časa delovanja mehanske sile. Viskoznost tiksotropnih sistemov s časom in naraščajočo obremenitvijo pada (geli, paste). Razlog za tiksotropijo je porušenje strukture sistema v obremenitveni fazi, v razbremenitveni fazi pa se po določenem času struktura ponovno zgradi (reverzibilen proces). Če je čas do vzpostavitve prvotne strukture neskončen, pravimo, da je to nepopolna tiksotropija (ireverzibilen proces) (slika 7).

E) REOPEKSNI (rheoplectic behaviour, Rheopexes Fließverhalten)

-so tisti sistemi, katerih obnašanje je tako kot za tiksotropne sisteme odvisno od trajanja obremenitve. Reopeksija je nasproten pojav tiksotropiji, kar pomeni, da se v obremenitveni fazi strukturiranost veča, kar vodi k zvečanju viskoznosti. V razbremenitveni fazi pa gre v prvotno stanje (reverzibilen proces) (lateks) (slika 7).



Slika 7: Odvisnost viskoznosti od časa v obremenitveni (O) in razbremenitveni (R) fazi za tiksotropen sistem (A) in za reopeksni sistem (B).

F) VISKOELASTIČNI sistemi (viscoelastic behaviour, Viskoelastisches Fließverhalten)

so reološko najbolj kompleksni. Kažejo viskozno in elastično obnašanje. Po razbremenitvi pa shranjena energija omogoča vrnitev viskoelastičnih sistemov v prvotno obliko, za tisti delež, ki pripada elastičnosti.

Viskoelastičnih sistemov ni mogoče karakterizirati z enostavnimi reološkimi enačbami v obliki

$\tau = f(\dot{\gamma})$ saj se obnašajo zelo kompleksno. Med obremenitvijo se namreč del energije izgublja in se pretvarja v toploto zaradi viskoznega trenja, del energije pa sistem shrani kot elastično trdno telo. Pomembna je tako hitrost deformacije, kot tudi njeno trajanje, kar pomeni, da so viskoelastični sistemi časovno in obremenitveno odvisni. V začetni fazi deformacije se takšen sistem obnaša kot trdna snov, z naraščajočo obremenitvijo pa kot tekočina.

4.4 Merjenje viskoelastičnih lastnosti sistemov

Reometrija nam pomaga reološke parametre meriti in kasneje tudi vrednotiti. Poznamo več različnih metod in instrumentov, s katerimi lahko merjene sisteme ocenimo.

Za določanje viskoznosti tekočin lahko uporabljamo enostavne viskozimetre npr. pretočne, kroglične, pri bolj konsistentnih sistemih pa za opredelitev viskoznosti oziroma viskoelastičnih lastnosti uporabljamo oscilacijske in rotacijske viskozimetre.

3.5 Kapilarni viskozimetri

Viskoznost določamo s kapilarnimi viskozimetri in, če ni drugače predpisano, pri temperaturi $20^{\circ}\text{C}\pm 0,1$ (iz evropske farmakopeje). S štoparico izmerimo čas, ki ga tekočina potrebuje, da preteče dve oznaki na viskozimetru. Čas določimo na desetinko sekunde natančno. Kot rezultat vzamemo povprečno vrednost najmanj treh meritev. Dinamično viskoznost izračunamo po naslednji enačbi:

$$\eta = k\rho t$$

kjer je η viskoznost, ρ je gostota, t čas, ki ga tekočina potrebuje za pretok med oznakama in k konstanta kapilarnega viskozimetra (mm^2/s^2). Konstanto k običajno določimo s tekočino z znano viskoznostjo. Običajno uporabljamo v te namene posebna olja (standarde). Kinematično viskoznost izračunamo po naslednji enačbi:

$$\frac{\eta}{\rho} = \nu = kt$$

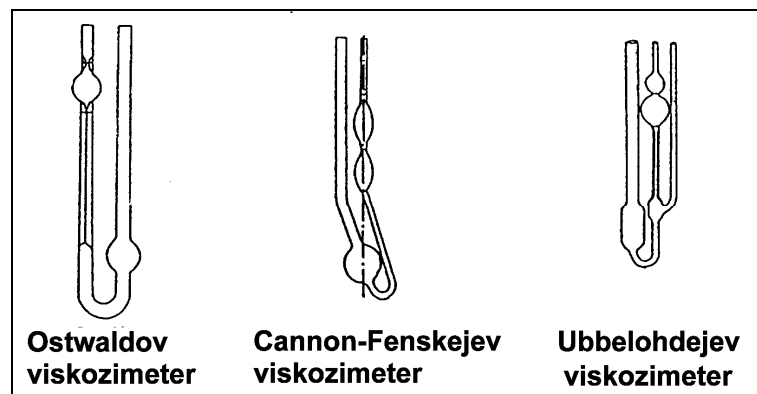
Velikokrat določamo viskoznost glede na vodo in to tako, da določimo najprej pretočni čas vode in nato še neznane tekočine. Viskoznost izračunamo potem tako:

$$\frac{\eta_0}{\eta_1} = \frac{\rho_0 t_0}{\rho_1 t_1} \text{ oz.}$$

$$\eta_1 = \frac{\eta_0 \rho_1 t_1}{\rho_0 t_0} \text{ kjer so}$$

η_0 viskoznost, ρ_0 gostota in t_0 pretočni čas vode oz. druge standardne tekočine, ρ_1 in t_1 gostota oz. pretočni čas merjene tekočine.

V laboratorijih uporabljamo več vrst kapilarnih viskozimetrov: npr. Ostwaldovega, Cannon-Fenskejevega in Ubbelohdejevega (slika 8).



Slika 8: Kapilarni viskozimetri.

Merjenje

Izberemo primeren viskozimeter, t.j. takšnega, pri katerem so pretočni časi okrog 200 s. Potem viskozimeter speremo s kromžveplovo kislino, da ga razmastimo. Sledovi maščob in prahov zelo vplivajo na rezultate. Pripravimo si pipeto (valj ali čašo), npr. 20 ml, s katero vtočimo v viskozimeter merjeno tekočino. Viskozimeter vpnemo v stojalo in pri tem pazimo, da je res navpično postavljen, zlasti velja to za Ostwaldov viskozimeter. V širši krak zlijemo tekočino, ki naj sega do približno 2/3 bučke. Počakamo, da se vzpostavi temperaturno ravnotežje, in s sesanjem (vodna črpalka ali gumijasta ročna črpalka) dvignemo tekočino v drugi ožji krak nad zgornjo oznako. Krak odkrijemo in določimo čas za pretok med obema oznakama. Meritev ponovimo najmanj trikrat.

4.6 Hoepplerjev viskozimeter

Hoepplerjev viskozimeter je primer viskozimetra s padajočo kroglico. Omogoča določanje absolutne vrednosti dinamične viskoznosti. Viskoznost lahko določamo newtonovskim in nenevtonskim sistemom. Z variiranjem premera in mase kroglice ter nagiba cevke z vzorcem se da določiti viskoznost v precej širokem intervalu. Viskozimeter odlikujejo:

- ponovljivost merjenja,
- možnost natančnega termostatiranja in
- zaprtost vzorca, kar preprečuje odparevanje vzorca in prisotnost zraka oz. vlage.

Princip merjenja

Padanje kroglice v vzorcu je povezano z njegovo viskoznostjo z naslednjo enačbo:

$$\eta = t(\rho_2 - \rho_1)k, \text{ kjer so:}$$

η =viskoznost v mPa•s,

t=čas, potreben, da kroglica pade oz. se prekotali med oznakama na cevki z vzorcem,

ρ_1 =gostota tekočine, ki ji merimo viskoznost,

ρ_2 =gostota padajoče kroglice (g/cm³),

k=konstanta (mPa cm³/g)

Kroglici z oznako k₁ in k₂ sta stekleni, ostale kroglice so kovinske.

Tabela 1: Konstante kroglic, ki jih uporabljamo za določanje viskoznosti s Hoepplerjevim viskozimetrom.

Kroglica	m (g)	ρ (g/cm ³)	k (mPa cm ³ /g)
k ₁	4,60510	2,228	0,0091750
k ₂	4,45600	2,228	0,074351
k ₃	16,06220	8,135	0,12280
k ₄	14,39180	8,144	1,2046
k ₅	10,03650	7,710	10,0535
k ₆	4,06500	7,764	39,99

Merjenje

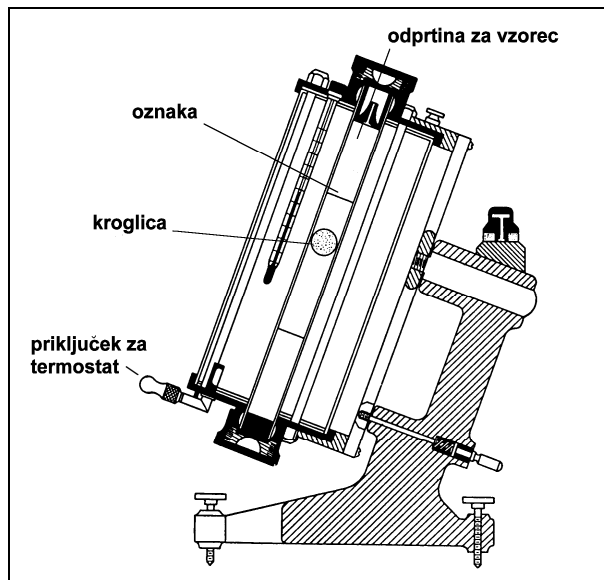
Pripravimo Hoepplerjev viskozimeter (ga očistimo, priključimo na termostat), odpremo zgornji del merilne cevke in vanjo natočimo tekočino, ki ji določamo viskoznost (do 2,5 cm pod rob). Kroglica mora biti popolnoma čista in jo prijemamo le s posebno pinceto. Vložimo kroglico in cev zapremo. Če so prisotni zračni mehurčki, jih odstranimo s pomočjo steklene palčke (kroglico potapljam). Med začetnim termostatiranjem mora biti cevka za vzorec odprta, zapremo jo šele po vzpostavitvi želene temperature. Čas padanja kroglice izmerimo s štoparico in ne sme biti nižji od 60 s pri k₁ oz. 30 s pri k₂-k₆. **Merimo od najvišje do najnižje oznake.** Viskoznost izračunamo po že omenjeni enačbi iz povprečja najmanj treh meritev. Ko pade kroglica na dno cevke, viskozimeter obrnemo in ponovno določimo čas padanja.

Območje merjenja: 0,5-80×10³ mPa•s

Nagib cevke: 80 ° (DIN standard), lahko pa so še manjši.

Temperaturno območje: od -60 °C do 150 °C.

Volumen vzorca: ≈ 40 cm³.



Slika 9: Hoepplerjev viskozimeter

4.7 Rotacijski viskozimetri

Naprave delujejo na principu, da na trdno rotirajoče telo (vreteno), potopljeno v tekoči ali poltrdni vzorec, deluje zaviralna sila, ki je premosorazmerna z viskoznostjo vzorca. Prednost rotacijskih viskozimetrov je v tem, da lahko merimo v širokem območju strižnih sil. Naprave omogočajo merjenje viskoznosti v odvisnosti od časa ali od velikosti strižnih sil. V osnovi ločimo dva načina merjenja:

- meritve s kontrolirano strižno napetostjo
- meritve s kontrolirano strižno hitrostjo

Metoda stalnega striga nam omogoča določiti potek reograma in viskoznostne krivulje, mejne strižne napetosti, tiksotropno ali reopeksno krivuljo. Slabost metode je v njeni grobosti, saj pride med merjenjem do porušanja notranje strukture vzorca. Odziv sistema na obremenitev ni tak kot bi bil v primeru nepoškodovane notranje zgradbe. Pri tem je pomembno vedeti, ali se del energije, ki se porablja za premagovanje upora zaradi viskoznosti snovi, pretvarja v toploto. Ker je viskoznost odvisna od temperature, je nadzor le te zelo pomemben.

Merilni deli rotacijskih viskozimetrov so lahko različnih oblik (oblika vesla, diska, veternice...). Mnogi merilni deli niso primerni za merjenje ne-Newtonskih sistemov. Za merjenje ne-Newtonskih sistemov morajo biti merilni deli geometrijsko opisljivi, ker enačbe za računanje viskoznosti temeljijo na njihovih dimenzijah. Poznamo različne tipe rotacijskih viskozimetrov, ki se razlikujejo po merilnih sistemih, območju merjenja, možnosti uravnavanja temperature, izpisu reograma itd. Najboljše so naprave z možnostjo linearnega spreminjanja vrtenja in takojšnjega izpisa reograma.

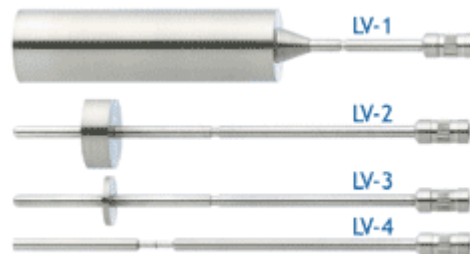
4.7.1 Brookfieldov viskozimeter



Slika 10: Brookfieldov viskozimeter

Brookfieldov viskozimeter (Brookfield engineering laboratories, Massachusetts, ZDA) je pogosto uporabljan rotacijski viskozimeter. Princip delovanja naprave je preprost. Sinhroni motor vrti vreteno, ki je potopljeno v preiskovani snovi. Sila, ki je potrebna, da se vreteno vrti in s tem preseže upor vzorca, se meri s pomočjo kalibrirane vzmeti. Napetost vzmeti se odčita kot odklon kazalca na merilni skali.

Vsaki napravi pripada več vreten različnih dimenzij za merjenje vzorcev različnih viskoznosti. Prav tako je mogoče regulirati hitrost vrtenja vretena (kvadratni vijak na levi strani).



Slika 11: LV vretena za Brookfieldov viskozimeter

K napravi so priložene tabele, s pomočjo katerih lahko na merilni skali odčitane vrednosti preračunamo v viskoznost.

Tabela 2: Koeficienti za izračun viskoznosti pri različni hitrosti vrtenja LV vreten.

Št. vretena →	LV1&61	LV2&62	LV3&63	LV4&64
↓ $v(\text{min}^{-1})$				
0,3	200	1000	4000	20000
0,6	100	500	2000	10000
1,5	40	200	800	4000
3	20	100	400	2000
6	10	50	200	1000
12	5	25	100	500
30	2	10	40	200
60	1	5	20	100

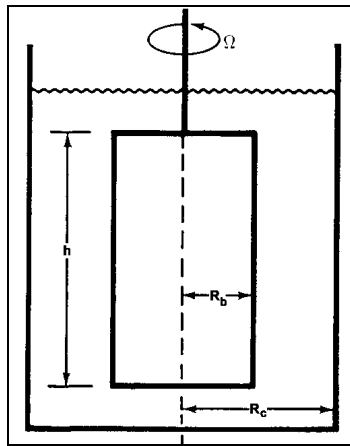
Ko najdemo ustrezno vreteno vzorec analiziramo pri vseh hitrostih vrtenja. Rezultat posamezne meritve (v cps oz. v mPa s) dobimo tako, da odčitano vrednost na merilni skali viskozimetra (slika 12) pri vsaki hitrosti vrtenja vretena pomnožimo z ustreznim koeficientom, ki ga najdemo v tabeli 2 (številka vretena je napisana na vretenu).



Slika 12: Merilna skala Brookfieldovega viskozimetra

4.8 Cilindrični viskozimetri

Merilni del je sestavljen iz rotirajočega notranjega cilindra in stacionarnega zunanjskega cilindra (slika 13).



Slika 13: Shematski prikaz cilindričnega sistema.

Notranji cilindrični rotor se vrti zaradi delovanja točno določene sile. Velikost strižnih sil se uravnava s spreminjanjem na notranji cilindrični rotor delujoče sile. Hitrost vrtenja meri števec, ki je priključen na notranji cilindrični rotor. Izračun viskoznosti omogoča Mergulesova enačba:

$$\eta = \frac{\left(\frac{1}{R_b^2} - \frac{1}{R_c^2}\right) T}{4\pi h \omega}$$

R_b = polmer notranjega cilindra,

R_c = polmer zunanjega cilindra,

ω = kotna hitrost,

h = višina notranjega cilindra,

T = torzija ali odklon kazalca (je v sorazmerju s silo, ki je potrebna za vrtenje rotorja).

4.8.1 Sistem stožec ploščica

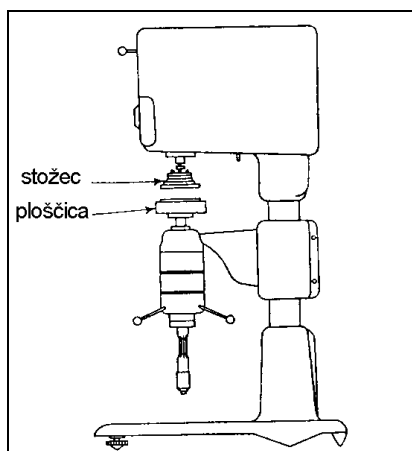
Sistem stožec ploščica predstavlja Ferranti-Shirley viskozimeter (slika 14). Sestavljata ga ploščica, na katero damo vzorec, in stožec, ki se vrti na vzorcu. Viskozimeter je primeren za merjenje kadar je vzorca zelo malo (npr. kri, solze in druge telesne tekočine). Viskoznost izračunamo iz naslednje enačbe:

$$\eta = C \frac{T}{v}$$

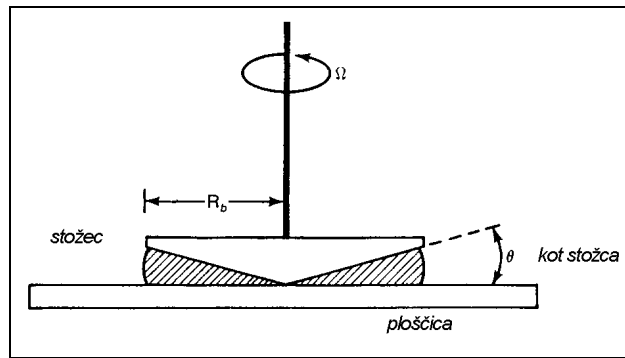
T = torzija

C = konstanta instrumenta

v = hitrost vrtenja stožca



Slika 14: (Ferranti-Shirleyev viskozimeter)



Slika 15: Sistem stožec ploščica

4.9 Oscilacijski viskozimetri

To so najnovejši viskozimetri, ki nam v primerjavi z ostalimi metodami omogočajo natančnejšo določitev elastičnih in plastičnih lastnosti viskoelastičnih sistemov, ne da bi med meritvijo bistveno posegli v notranjo strukturo vzorca. S tem mislimo porušenje sekundarnih vezi. Oscilacijsko metodo imenujemo tudi mehanska spektroskopija, saj v sistem vnesemo natančno določeno količino energije. Vzorec, ki ga namestimo med merilni sistem in spodnjo ploščo, izpostavimo stalnim, različno velikim oziroma hitrim strižnim obremenitvam, kar dosežemo z osciliranjem merilnega sistema. Vzorec se premikanju levo in desno upira z določenim navorom, ki ga zazna merilna vzmet, s katero je povezan. Signal se pretvori v električnega, s pomočjo računalniškega programa pa lahko izračunamo različne reološke parametre.

Oscilacijske meritve so nekoliko dolgotrajnejše od rotacijskih. V ta namen lahko uporabljamo enake merilne sisteme, kot pri rotacijski viskozimetriji. Določiti moramo linearno viskoelastično območje s čimer določimo kako velikim deformacijam lahko izpostavimo vzorec, ne da bi porušili notranjo strukturo sistema. Določimo frekvenčno odvisnost viskoznosti vzorca pri konstantni deformaciji. Spremljamo različne reološke parametre kot funkcijo temperature ali časa pri predhodno določenih pogojih (deformacija, frekvenca).

Metode določanja viskoznosti, ki jih predpisuje Evropska farmakopeja

2.2.8. VISCOSITY

The *dynamic viscosity* or *viscosity coefficient* η is the tangential force per unit surface, known as *shearing stress* τ and expressed in pascals, necessary to move, parallel to the sliding plane, a layer of liquid of 1 square metre at a rate (v) of 1 metre per second relative to a parallel layer at a distance (x) of 1 metre.

The ratio dv/dx is a speed gradient giving the *rate of shear* D expressed in reciprocal seconds (s^{-1}), so that $\eta = \tau / D$.

The unit of dynamic viscosity is the pascal second (Pa.s). The most commonly used submultiple is the millipascal second (mPa.s).

The kinematic viscosity ν , expressed in square metres per second, is obtained by dividing the dynamic viscosity η by the density ρ expressed in kilograms per cubic metre, of the liquid measured at the same temperature, i.e. $\nu = \eta / \rho$. The kinematic viscosity is usually expressed in square millimetres per second.

A capillary viscometer may be used for determining the viscosity of Newtonian liquids and a rotating viscometer for determining the viscosity of Newtonian and non-Newtonian liquids.

Other viscometers may be used provided that the accuracy and precision is not less than that obtained with the viscometers described below.

2.2.9. CAPILLARY VISCOMETER METHOD

The determination of viscosity using a suitable capillary viscometer is carried out at a temperature of 20 ± 0.1 °C, unless otherwise prescribed. The time required for the level of the liquid to drop from one mark to the other is measured with a stop-watch to the nearest one-fifth of a second. The result is valid only if two consecutive readings do not differ by more than 1 per cent. The average of not fewer than three readings gives the flow time of the liquid to be examined.

Calculate the dynamic viscosity η (2.2.8) in millipascal seconds using the formula:

$$\eta = k\rho t$$

k = constant of the viscometer, expressed in square millimetres per second squared,

ρ = density of the liquid to be examined expressed in milligrams per cubic millimetre, obtained by multiplying its relative density (d_{20}^{20}) by 0.9982,

t = flow time, in seconds, of the liquid to be examined.

The constant k is determined using a suitable Pharmacopoeia viscometer calibration liquid.

To calculate the kinematic viscosity ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$), use the following formula: $\nu = kt$.

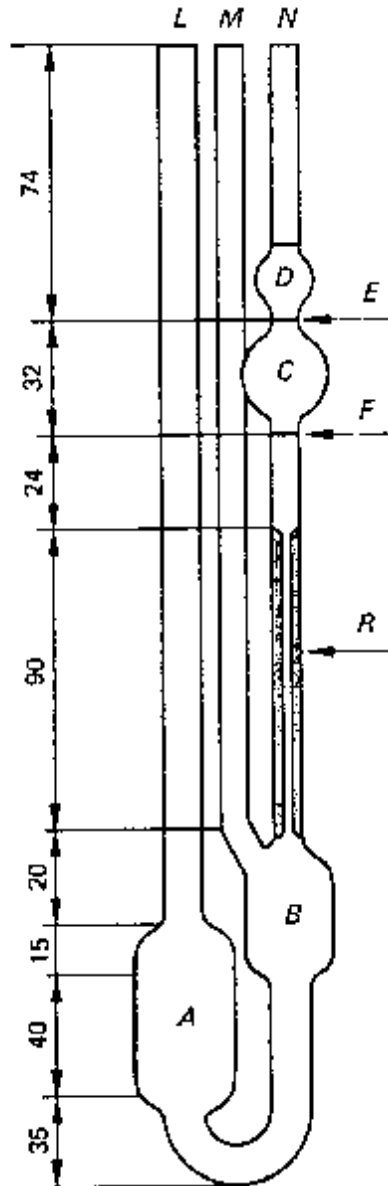
The determination may be carried out with apparatus (Figure 2.2.9.-1) having the following specifications(1):

Table 2.2.9.-1

Size number	Nominal constant of viscometer	Kinematic viscosity range	Internal diameter of tube R	Volume of bulb C	Internal diameter of tube N
	$\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-2}$	$\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	mm ($\pm 2\%$)	ml ($\pm 5\%$)	mm
1	0.01	3.5 to 10	0.64	5.6	2.8 to 3.2
1A	0.03	6 to 30	0.84	5.6	2.8 to 3.2
2	0.1	20 to 100	1.15	5.6	2.8 to 3.2
2A	0.3	60 to 300	1.51	5.6	2.8 to 3.2
3	1.0	200 to 1000	2.06	5.6	3.7 to 4.3
3A	3.0	600 to 3000	2.74	5.6	4.6 to 5.4
4	10	2000 to 10 000	3.70	5.6	4.6 to 5.4
4A	30	6000 to 30 000	4.07	5.6	5.6 to 6.4
5	100	20 000 to 100 000	6.76	5.6	6.8 to 7.5

The minimum flow time should be 350 s for size no. 1 and 200 s for all other sizes.

Method. Fill the viscometer through tube (*L*) with a sufficient quantity of the liquid to be examined, previously brought to 20 °C unless otherwise prescribed, to fill bulb (*A*) but ensuring that the level of liquid in bulb (*B*) is below the exit to ventilation tube (*M*). Immerse the viscometer in the bath of water at 20 ± 0.1 °C, unless otherwise prescribed, maintain it in the upright position and allow to stand for not less than 30 min to allow the temperature to reach equilibrium. Close tube (*M*) and raise the level of the liquid in tube (*N*) up to a level about 8 mm above mark (*E*). Keep the liquid at this level by closing tube (*N*) and opening tube (*M*). Open tube (*N*) and measure, with a stop-watch to the nearest one-fifth of a second, the time required for the level of the liquid to drop from mark (*E*) to (*F*).



Suspended Level Viscometer
Dimensions in millimetres

Figure 2.2.9. - 1. — Suspended Level Viscometer

(1) The European Pharmacopoeia describes the system proposed by the International Organisation for Standardisation (ISO).

2.2.10. ROTATING VISCOMETER METHOD

Commonly used types of rotating viscometers are based on the measurement of shearing forces in a liquid medium placed between two coaxial cylinders, one of which is driven by a motor and the other is made to revolve by the rotation of the first. Under these conditions, the viscosity (or apparent viscosity) becomes a measurement (M) of the angle of deflection of the cylinder made to revolve, which corresponds to a moment of force expressed in Newton metres.

For laminar flow, the dynamic viscosity η expressed in pascal seconds is given by the formula:

$$\eta = \frac{1}{\omega} \left(\frac{M}{4\pi \cdot h} \right) \cdot \left(\frac{1}{R_A^2} - \frac{1}{R_B^2} \right)$$

where h is the height of immersion in metres of the cylinder made to revolve in the liquid medium, R_A and R_B are the radii in metres of the cylinders, R_A being smaller than R_B , and ω is the angular velocity in radians per second. The constant k of the apparatus(1) may be determined at various speeds of rotation using a Pharmacopoeia viscometer calibration liquid. The viscosity then corresponds to the formula:

$$\eta = k \frac{M}{\omega}$$

Method. Measure the viscosity according to the instructions for the operation of the rotating viscometer. The temperature for measuring the viscosity is indicated in the monograph. For pseudoplastic and other non-Newtonian systems, the monograph indicates the type of viscometer to be used and the angular velocity or the shear rate at which the measurement is made. If it is impossible to obtain the indicated shear rate exactly, use a shear rate slightly higher and a shear rate slightly lower and interpolate.

(1) Commercially available apparatus is supplied with tables giving the constants of the apparatus in relation to the surface area of the cylinders used and their speed of rotation.

NALOGE

- 1.) S kapilarnim viskozimetrom določite viskoznost olja relativno glede na glicerol. Za vsak vzorec izvedite tri ponovitve. Viskoznost glicerola dobite z merjenjem s Hoeplerjevim viskozimetrom. Viskoznost obeh tekočin lahko izračunate tudi z uporabo konstante, ki je napisana na viskozimetru ali napisana na certifikatu viskozimetra. Komentirajte rezultate.
- 2.) S Hoeplerjevim viskozimetrom določite viskoznost glicerola.
- 3.) Z Brookfildovim viskozimetrom izmerite viskoznost olja in pripravljene kreme. Na milimetrski papir (ali z računalnikom) narišite viskoznostni krivulji in reograma ter opredelite sistema.

Vaja JE NI priznana.

Datum:

Pregledal: