VŠB - Technická univerzita Ostrava Fakulta strojní Katedra hydromechaniky a hydraulických zařízení

Měření tokových křivek plastických maziv

The Measurement of Flow Curves for Plastic Grease

Student:

Vedoucí bakalářské práce:

Josef Dobeš Dr. Ing. Lumír Hružík

Ostrava 2010

VŠB - Technická univerzita Ostrava Fakulta strojní Katedra hydromechaniky a hydraulických zařízení

Zadání bakalářské práce

Student:	Josef Dobeš	
Studijní program:	B2341 Strojírenství	
Studijní obor:	2302R007 Hydraulické a pneumatické stroje a zařízení	
Téma:	Měření tokových křivek plastických maziv	
	The Measurement of Flow Curves for Plastic Grease	

Zásady pro vypracování:

- 1. Popište reologické vlastnosti plastických maziv.
- Uveďte postup měření tokové křivky (reogramu) maziva pomocí programovatelného rotačního viskozimetru Brookfiel.
- Změřte tokové křivky vybraného maziva. S ohledem na tixotropii maziva proměřte celou hysterézní křivku.
- 4. Aproximujte naměřenou tokovou křivku vhodným reologickým modelem.

Seznam doporučené odborné literatury:

BEČKA, J. Tribologie. Praha: ČVUT Praha, 1997. 211 s. ISBN 80-01-01621-8. NEVRLÝ, J., PAVLOK, B. Metodika návrhu větvených mazacích obvodů s podporou moderních výpočetních systémů: Závěrečná zpráva ke grantovému úkolu GAČR 101/98/0946. Brno: VUT Brno, 2000. 267 s.

HRUŽÍK, L.; PAVLOK, B. Experimentální ověření použití Bulkley – Herschellova reologického modelu při výpočtu tlakové ztráty ve vedení při proudění plastického maziva. In *Mezinárodní vědecká konference při příležitosti 50 let založení fakulty strojní. Sekce 9 Mechanika tekutin a tekutinové mechanismy.* Ostrava: VŠB-TU Ostrava, 2000, s.107-110. ISBN 80-7078-803-8.

SYNPO a.s., S. K. Neumanna 1316, 53207 Pardubice, BROOKFIELD ENGINEERING LABORATORIES, Inc., 240 Cushing Street Stoughton, MA 02072 USA. Programovatelný viskozimetr Brookfield Model DV-II+Pro Pracovní návody Manuál č. M/03-165. 87 s. Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí bakalářské práce: Dr.Ing. Lumír Hružík

Konzultant bakalářské práce: Ing. Lukáš Dvořák, Ph.D.

Datum zadání: 18.12.2009 Datum odevzdání:

21.05.2010

doc. RNDr. Milada Kozubková, CSc. vedoucí katedry

seath!

prof. Ing. Radim Farana, CSc. děkan fakulty

~

Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě

.....

podpis studenta

Prohlašuji, že:

- jsem byl seznámen s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 - školní dílo.
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská Technická univerzita Ostrava (dále jen "VŠB-TUO") má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že bakalářská práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci, obsažené v Záznamu o závěrečné práci, umístěném v příloze mé kvalifikační práce, budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohou jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do její skutečné výše).
- beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě:....

Podpis

Jméno a příjmení autora práce: Adresa trvalého pobytu autora práce: Josef Dobeš Dobrá 846, 739 51 DOBRÁ

ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

DOBEŠ, J. *Měření tokových křivek plastických maziv: bakalářská práce*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra hydromechaniky a hydraulických zařízení, 2010, 50 s. Vedoucí práce: Dr. Ing. Hružík, Lumír.

Bakalářská práce se zabývá měřením tokových křivek plastických maziv. V úvodu jsou popsány reologické vlastnosti plastických maziv. Poté jsou uvedeny reometry pro měření tokových křivek, zvláště pak princip měření na programovatelném rotačním reometru Brookfield, na kterém se měření provádí. V další kapitole jsou popsány reologické modely pro nenewtonské kapaliny, které poté jsou použity pro aproximaci naměřených tokových křivek. V další části bakalářské práce je uveden postup měření tokových křivek. Dále jsou interpretovány výsledky naměřených tokových křivek maziva s ohledem na tixotropii. Tokové křivky plastického maziva jsou aproximovány pomocí vhodných reologických modelů pro plastické kapaliny.

ANNOTATION OF BACHELOR THESIS

DOBEŠ. J. The Measurement of Flow Curves for Plastic Grease : Bachelor Thesis. Ostrava: VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Hydromechanics and Hydraulic Equipments, 2010, 50 p. Thesis head: Dr. Ing. Hružík, Lumír.

The bachelor thesis focuses on measurement flow curves of plastic greases. The introduction lists rheological properties of plastic greases. Then rheometers are presented for measuring of flow curves, especially, the principle of measuring using a programmable rotational rheometer Brookfield that is used for measuring. In the next chapter rheological models for non-newtonian fluids are described and then these models are used for approximation the measured flow curves. In the next section of bachelor thesis shows procedure of measuring of flow curves of the plastic grease. Then results of measuring flow curves are interpreted with reference to thixotropy. The flow curves of plastic fluids are approximated using an appropriate rheological model.

Chtěl bych poděkovat vedoucímu své bakalářské práce, Dr. Ing. Lumíru Hružíkovi za rady, připomínky, za čas který mi věnoval, vedení pro zpracování tohoto zajímavého tématu mé bakalářské práce. Zároveň chci poděkovat Ing. Lukáši Dvořákovi, Ph.D. za cenné rady ohledně měření a vysvětlení postupu aproximace naměřených hodnot reologickým modelem.

Obsah

		strana
Sez	znam použitých značek a symbolů	9
1.	Úvod	10
2.	Vlastnosti plastických maziv	11
2	2.1 Konzistence plastických maziv	11
2	2.2 Bod skápnutí	12
2	2.3 Složení plastického maziva	13
2	2.4 Viskozita nenewtonských kapalin	15
2	2.5 Teplotní vliv na viskozitu maziva	16
2	2.6 Plasticita	17
2	2.7 Tixotropie	18
2	2.8 Reopexie	19
3.	Reometry	21
3	3.1 Kapilární reometry	21
3	3.2 Reometry rotační	21
3	3.3 Programovatelný reometr Brookfield	22
4.	Software Brookfield 32	25
4	I.1 Rheocalc 32 V2.5	25
4	I.2 Programovatelný jazyk B.E.A.V.I.S	27
5.	Reologické modely	28
5	5.1 Nenewtonské modely plastických kapalin	28
6.	Měření tokové křivky	29
7.	Tokové křivky	31
8.	Aplikace reologického modelu	
8	3.1 Reologické modely naměřených hodnot	40
9.	Závěr	48
10.	Seznam použité literatury	49
11.	Seznam příloh	50

Seznam použitých značek a symbolů

Značka	Název veličiny	Jednotka
Μ	krouticí moment	[N.m]
h	hloubka ponoření vnitřního válce	[m]
k	součinitel konzistence	[Pa.s]
n	index toku	[1]
Ý	deformační gradient rychlosti	[s ⁻¹]
η	dynamická viskozita	[Pa.s]
η_B	Binghamova viskozita	[Pa.s]
η_d	diferenciální viskozita	[Pa.s]
μ_A	zdánlivá viskozita	[Pa.s]
μ_B	Binghamova viskozita	[Pa.s]
υ	kinematická viskozita	[m ² .s ⁻¹]
Q	hustota	[kg.m ⁻³]
τ	smykové napětí	[Pa]
$ au_P$	počáteční smykové napětí	[Pa]
ω	úhlová rychlost	[rad.s ⁻¹]
$rac{du}{dy}$	gradient rychlosti	[s ⁻¹]
$\frac{dv}{dy}$	gradient rychlosti	[S ⁻¹]

1. Úvod

Plastické mazivo je směs dvou fází, jehož základ tvoří kapalina, většinou olej a zahušťovadlo. Plastické mazivo se vyrábí smícháním a vařením mazacího oleje se zahušťovadlem, kde zahušťovadlem můžou být mýdla, nejčastěji jsou to mýdla sodná, vápenná, kombinovaná, lithná. Jako další zahušťovadla můžou být použité anorganické látky, organické polymery aj. [1]. Pro vylepšení vlastností, např. pro dosažení specifických vlastností, můžou plastická maziva obsahovat i další přísady např. grafit, sirník molybdeničitý (MoS₂) aj. K popisu vlastností plastických maziv nám slouží několik ukazatelů. Jedním ze stěžejních ukazatelů je tzv. konzistence plastických maziv, resp. penetrace, která je klasifikována dle stupnice NLGI (National Lubricating Grease Institute). Dalším ukazatelem je bod skápnutí. K těmto důležitým vlastnostem patří také samotné reologické vlastnosti plastických maziv.

Reologie je vědní obor zabývající se zkoumáním deformací hmot těles v pevném, kapalném nebo plynném skupenství. Především se snaží popsat vztahy mezi napětím a rychlostí deformace, nebo samotnou deformací. Reologie se dělí na reologii pevných látek a reologii kapalin [13]. Obecně kapaliny můžeme rozdělit na newtonské a nenewtonské. Kapaliny newtonské mají poměr tečného napětí a gradientu rychlosti konstantní. Nenewtonské kapaliny tento poměr konstantní nemají, proto se závislost tečného napětí na gradientu rychlosti uvádí pomocí reologických modelů a také v grafické podobě, jako toková křivka, neboli reogram. Mezi kapaliny nenewtonské patří kapaliny dilatační, pseudoplastické, skutečné plastické, ideální plastické, tzv. Binghamovy kapaliny [3]. Mezi zástupce dilatačních kapalin patří např. tiskařské barvy. Kapaliny pseudoplastické jsou např. suspenze nesouměrných částic. Kapaliny plastické se vyznačují trojrozměrnou strukturou a jsou schopny odolávat napětí do určité hodnoty, která se označuje jako mez toku, nebo také počáteční napětí. Kapaliny Binghamovy se liší od skutečných plastických kapalin tím, že u skutečných maziv je průběh tokové křivky po překročení počátečního napětí nelineární, podobný jako u pseudoplastických kapalin, oproti tomu u Binghamových kapalin je průběh po počátečním napětí lineární. Mezi plastické kapaliny můžeme zařadit především plastická maziva, dále zrnité suspenze, bahno, pasty, různé směsi kapalin a tuhých částic aj. [12].

Cílem této bakalářské práce je uvést základní reologické vlastnosti plastických maziv, provést měření tokové křivky, reogramu, pro dvě různé teploty, pro případ bez grafitu i s grafitem a při různém stupni prohnětení daného plastického maziva Renolit LZR 000 od fy Fuchs na programovatelném rotačním reometru Brookfield Model DV-II+Pro. V další části této práce je naměřená křivka aproximována vhodným reologickým modelem.

2. Vlastnosti plastických maziv

Plastická maziva tvoří "mezeru" mezi kapalnými a pevnými mazivy. Lze je také definovat jako tuhé či polotekuté disperze zahušťovadla v kapalném mazivu [2]. Například Americká společnost pro testování a materiály (ASTM) definuje plastické mazivo takto: "Pevné nebo polotekuté mazivo skládající se ze zhušťovacího přípravku a kapalného maziva. K nim můžou být přidány přísady přinášející speciální vlastnosti plastického maziva." [4] Tato definice je z poloviny 60. let 20. stol., dnes je již ovšem přepracována do mnohem obsáhlejší podoby, zahrnující mnoho vlastností, včetně reologických. Základní parametry plastických maziv jsou popsány v normách, např. ISO 6743-9, nebo DIN 51 825 [2]. Tyto normy definují konzistenci, horní a dolní provozní teplotu, odolnost proti vodě, únosnost.

V této části práce uvedeme důležité vlastnosti plastických maziv, které je potřeba znát a vědět pro řešení problematiky tokového chování plastických maziv, obecně nenewtonských kapalin. Začátkem této kapitoly si představíme obecné kritéria rozdělení plastických maziv. Zde patří konzistence plastických maziv, bod skápnutí. Dále jsou uvedeny vlastnosti plastických maziv v závislosti na použitém zahušťovadle. Následující podkapitoly jsou věnovány již reologickým vlastnostem.

2.1 Konzistence plastických maziv

Penetrace neboli stupeň konzistence je vlastnost plastického maziva, které závisí na druhu a množství použitého zahušťovadla, kdy samotná konzistence se zvyšuje s rostoucím obsahem zahušťovadla. Samotné zahušťovadlo mění kapalné mazivo na konzistentní látku, zároveň ovšem mění také její vlastnosti. Vlastnosti plastických maziv, které jsou na bázi kovových mýdel, závisí nejen na samotném složení maziva, ale i na tom, jakým způsobem se zahušťovadlo připraví a disperguje [2]. Obecně kovová mýdla použitá jako zahušťovadlo zlepšují vlastnosti maziva jako např. odolnost proti vodě, přilnavost ke kovovým povrchům, odolnost proti vysokým teplotám a v neposlední řadě se vyznačují velkou tažností [10].

Samotná konzistence (penetrace) se klasifikuje dle stupnice NLGI (National Lubricating Grease Institute), je také popsána v normě ČSN ISO 2137 (65 6307) Ropné výrobky – Plastická maziva – Stanovení penetrace kuželem [16]. Mazivo je před samotným měřením hloubky vniknutí kužele prohněteno po dobu 60 sekund 60 dvojzdvihy děrované destičky.

Bakalářská práce

Klasifikace je založena na hloubce vniknutí normalizovaného kužele do maziva, který se nechá po dobu 5 s při 25 °C vnikat do plastického maziva. Tato hloubka je pak v řádech desetin mm. Čím je nižší třída NLGI, tím je mazivo měkčí. Stupeň konzistence nám dává možnost přiřadit plastické mazivo pro danou aplikaci, kdy existují určitá doporučení, ať již výrobců ložisek, nebo výrobců plastických maziv. Tabulka tříd NLGI a přiřazené hodnoty hloubky vniknutí (penetrace) nalezneme v odborných literaturách, např. [7].

Třída NLGI	Penetrace po prohnětení (mm/10)
000	445-475
00	400-430
0	355-385
1	310-340
2	265-295
3	220-250
4	175-205
5	130-160
6	85-115

2.2 Bod skápnutí

Bod skápnutí představuje nejnižší teplotu, při které dojde k oddělení první kapky maziva. Tato zkouška je normalizovaná dle ČSN ISO 2176 (65 6305) – Ropné výrobky – Plastická maziva – Stanovení bodu skápnutí [16], [18]. Mazivo je zahříváno stanovenou rychlostí v normovaném kelímku a sleduje se teplota, při které se oddělí první kapka maziva.

Z bezpečnostního hlediska je doporučeno pro aplikace provozovat mazivo o 30 až 70 °C níže než se nachází bod skápnutí [4]. Určení tohoto bodu bývá často problematická záležitost. Více vypovídající schopnost má mez plasticity a její změna s teplotou [10].

Obecně je požadováno, aby v celém teplotním intervalu použitelnosti bylo mazivo dostatečně měkké [18]. Použitelnost při nízkých teplotách se hodnotí smluvně, např. stanovením penetrace při dané teplotě, nebo chováním maziva ve valivém ložisku. Tato zkouška je popsána v ASTM D-1478 Standard Test Method for Low-Temperature Torque of Ball Bearing Greases [18].

2.3 Složení plastického maziva

Plastická maziva jsou nejčastěji dvoufázové, koloidní soustavy. Kdy disperzní fázi tvoří mazací olej, dispergovanou část maziva tvoří zpevňovadlo [10]. Olej bývá převážně ropného původu, u maziv šetrných k životnímu prostředí se používají jako základové oleje rostlinné a syntetické. Procentní podíl mazacího oleje se pohybuje v rozmezí 70 až 90 %. Zpevňovadlo bývá zastoupeno v rozmezí 5 až 30 % objemu maziva. Z toho přibližně 90 % užitých zahušťovadel jsou kovové mýdla, které vznikají reakcí hydroxidu kovu s mastnými kyselinami [7]. Mezi příklady kovového mýdla patří stearát lithia [7], známý také jako lithné mýdlo, dalšími kovy můžou být sodík, vápník, hliník. Dále můžou být přidány zušlechťující přísady, ty jsou zastoupeny v rozsahu 0,5 až 5 % objemu maziva, které nevytvářejí samotnou strukturu maziva, mezi tyto přísady patří např. grafit, sirník molybdeničitý (MoS₂), teflon (PTFE) aj. [1], [15], [17].

Samotné zahušťovadlo je tvořeno mřížkou vláken mýdla, prostory jsou pak vyplněny olejem, podobný princip kdy voda vyplňuje póry v houbě, a slouží jako zásobníky mazacího oleje [7]. Když houbu stiskneme, voda začne vytékat z houby ven. To samé si můžeme představit pro mazací olej, pokud mřížku vystavíme mechanickému namáhání, začne se olej vylučovat z prostorů mezi mřížkami. Avšak zřídka narazíme na tak velké mechanické namáhání nebo hnětení, které by způsobilo vyloučení oleje [7]. Důležitou úlohu zpevňovadlo zajišťuje v případě vzniku smíšeného a mezného tření. Při vysokém tlaku a teplotě reaguje zpevňovadlo s povrchem kluzné plochy kovu a vytváří na něm ochrannou vrstvu [15]. K vylučování oleje dochází častěji při zvýšení teploty nad optimální provozní podmínky. Proto se doporučuje používat takové plastické mazivo, které odpovídá typu ložiska a také provozním podmínkám.

Mezi olejovou fází a krystality zahušťovadla působí síly vzájemné přitažlivosti, fyzikální adsorbce, případně chemická adsorbce [10]. Poměr povrchu krystalitů k jejich objemu určuje jak bude daná soustava stálá. Větší poměr znamená stálejší soustavu. Samotné krystality mají různý průměr vlákna a délku vlákna, dle druhu kationtu a složení zpevňovadla, obecně vláknitá maziva mají délku větší než 50 µm, hladká pod 2 µm.

Dle typu a množství zahušťovadla mají maziva různou konzistenci dle stupnice NLGI. Typické znaky maziva pro jednotlivé druhy zpevňovadla udává tabulka 2.3.1 [10], [15], [17].

Tabulka 2.3.1 –	Charakteristické zna	ky plastických	maziv dle u	žitého zahušťovadla
-----------------	----------------------	----------------	-------------	---------------------

Druh zpevňovadla	Vlastnosti plastických maziv při daném druhu zpevňovadla
vápenatá mýdla	Nejstarší druh plastického maziva. Vyznačuje se hladkou, máslu podobnou strukturou a velmi dobrou odolností proti vodě. Jeho použitelnost je však omezeno na teploty do 70 °C. Nad touto teplotou mazivo změkne, po zpětném ochlazení již mazivo neobnoví svojí konzistenci. V případě komplexního mýdla tohoto typu lze zajistit teplotní stabilitu až do 120 °C.
sodná mýdla	Na rozdíl od vápenatých plastických maziv nejsou odolná proti vodě. Vyznačují se dobrou přilnavostí a těsnícím účinkem. Jejich použití je možné zpravidla do 100 °C. Mají vláknitou strukturu, proto jsou především určené pro mazání převodovek.
lithná mýdla	Mají podobnou strukturu jako vápenatá plastická maziva (hladkou, máslovitou). Sdružují v sobě výhody vápenatých i sodných plastických maziv (odolnost proti vodě a vyšší teploty použití). Jejich přilnavost ke kovovým povrchům a odolnost proti vysokým teplotám je velmi dobrá. Ve vodě jsou prakticky nerozpustná. V současné době jsou celosvětově nejvíce používaná. Rozsah teplotní použitelnosti je od -30 do +120 °C. Tyto maziva jsou obvykle označována jako víceúčelová.
hlinitá mýdla	Jsou dobře odolná proti vodě, přilnavá a velmi tažná. Rozsah teplotní použitelnosti je od -15 do +80 °C.
komplexní mýdla	V komplexních plastických mazivech je zpevňovadlo tvořeno kromě kovového mýdla i další látkou (jinou sloučeninou stejného kovu). Nejrozšířenější jsou vápenatá, lithná a hlinitá komplexní maziva. Komplexní mýdla zvyšují hraniční teplotu použitelnosti maziva oproti běžným mýdlům na bázi téhož kationtu. Vápenaté komplexní mýdla mají dobrou snášenlivost s vodou a většinou se používají pro "mokré" aplikace. Při vyšších teplotách a dlouhodobějšímu skladování mají sklon k tvrdnutí, kvůli tomu se většinou používají při ztrátovém mazání s permanentním domazáváním. Jejich horní aplikační teplota je 130 °C, krátkodobě i 140 °C. Lithná komplexní mýdla mají aplikační teplotu do 150 °C. Při použití syntetických základových olejů se může ještě tento aplikační rozsah teplot zvýšit. Nachází uplatnění v těžko přístupných ložiscích v průmyslu, ale také i v ložiscích osobních a nákladních automobilů.

2.4 Viskozita nenewtonských kapalin

Viskozita představuje míru vnitřního tření kapaliny [3]. Toto tření vzniká v kapalině v důsledku pohybu jedné vrstvy oproti jiné vrstvě kapaliny. Smyk nastává kdykoliv je kapalina uvedena do pohybu, ať již se jedná o jakýkoliv druh dopravy v potrubí, nebo míchání atd. Pro newtonské kapaliny platí poměr tečného napětí τ k deformačnímu gradientu rychlosti $\dot{\gamma}$ jako konstantní, za předpokladu laminárního proudění, značí se η a nazývá se dynamická viskozita. Tato dynamická viskozita určuje směrnici přímky grafické závislosti napětí na deformačním gradientu rychlosti [3]. Toto ovšem neplatí pro nenewtonské kapaliny, ty jsou popsány obecně rovnicí [10]:

$$\tau = \tau(\dot{\gamma}) \tag{2.4.1}$$

nebo lze upravit rovnici na tvar, se kterým se můžeme setkat v různých výpočtech či odborných publikací [3], [10]:

$$\tau = \eta \cdot \left(\frac{dv}{dy}\right) \tag{2.4.2}$$

kde:

 $\frac{dv}{dv}$ je gradient rychlosti.



Obr. 2.4.1 Deformace vrstev při toku vazké kapaliny

Následně pak můžeme definovat dynamickou viskozitu η [3], [10]:

$$\eta = \frac{\tau}{\frac{dv}{dy}} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$
(2.4.3)

Kinematická viskozita v se následně vypočte [3], [10]:

$$v = \frac{\eta}{\rho} \tag{2.4.4}$$

U nenewtonských kapalin se navíc zavádí pojem zdánlivá viskozita μ_A , která se vypočte 3:

$$\mu_A = \frac{\tau}{\frac{dv}{dy}} \tag{2.4.5}$$

Z důvodu že zdánlivá viskozita není látkovou konstantou, u nenewtonských kapalin, je třeba uvádět grafickou závislost tečného napětí na deformačním gradientu rychlosti, což je reogram neboli toková křivka [10].



Obr. 2.4.2 Typické průběhy tokových křivek

1 – newtonská kapalina, 2 – pseudoplastická kapalina, 3 – skutečná vazkoplastická kapalina,
 4 – ideální vazkoplastická kapalina, 5 – dilatantní kapalina

Viskozita kapalin závisí především na fyzikálně-chemickém složení látky, velký vliv má teplota látky, tlak, rychlost smykové deformace, závisí také na tzv. "historii", tedy zdali byla kapalina v klidu či pohybu, jak dlouho a jak intenzivně byla rozrušována.

2.5 Teplotní vliv na viskozitu maziva

Jedná se o jeden z nejjasněji zaznamenatelných faktorů, který má efekt na reologické chování plastického maziva. Zahušťovací mýdlo umožňuje velmi slabý přenos tepla, proto může být brán jako izolátor většího množství maziva [4]. Některé materiály jsou poměrně citlivé na teplotu, relativně malá změna teploty bude mít za výsledek výraznou změnu hodnoty viskozity [9]. Dle kinetické teorie [10], zvýšením teploty kapaliny dojde k intenzivnějšímu pohybu molekul, při kterém samotné mezimolekulární síly se zmenšují. Díky tomu viskozita se zvyšující se teplotou klesá.

2.6 Plasticita

Plastické mazivo je obvykle tvořeno disperzí dvou nebo více látek, kdy nejméně jedna látka je schopna vytvořit pevnou síťovitou strukturu. Tato struktura klade odpor proti pohybu maziva. Samotný odpor je dán jistou hodnotou smykového napětí, kterou je potřeba překonat k tomu, aby se mazivo začalo pohybovat. Tato mez mezi pevnou strukturou a tokem maziva se nazývá mez plasticity τ_0 , existuje i jiné značení v podobě τ_P . Po překonání této hodnoty dojde k rozpadu síťovité struktury, následující průběh reogramu může být stoupající, klesající nebo lineární [10].

Plastické kapaliny s mezí plasticity τ_0 a následujícím lineárním průběhem tokové křivky se nazývají binghamské kapaliny. Na základě vykreslení křivky lze definovat tzv. zdánlivou viskozitu μ_A (někdy se označuje jako η_A), která je definovaná ve vztahu (2.4.5), dále můžeme definovat diferenciální viskozitu η_d dle vzorce [10]:

$$\eta_d = \frac{d\tau}{d\dot{\gamma}} \tag{2.6.1}$$

U kapaliny Binghamské se diferenciální viskozita označuje jako Binghamova viskozita, označeni η_B .



Obr. 2.6.1 Reogram binghamské kapaliny

Skutečná plastická kapalina se nahrazuje často Binghamovou kapalinou, kdy hodnota n značí index toku, obr. 2.6.2. Na obr. 2.6.2 si můžeme všimnout, že počáteční napětí τ_P Binghamovy kapaliny je větší než je tomu u skutečných plastických kapalin.



Obr. 2.6.2 Reogram skutečné plastické kapaliny, Binghamovy kapaliny

2.7 Tixotropie

Tixotropie je změna reologických vlastností v průběhu času a projevuje se na reogramu jako hysterezní smyčka, obr. 2.7.1. Velikost smykového napětí r se při dané velikosti deformačního gradientu rychlosti $d\dot{\gamma}$ snižuje s rostoucí dobou prohnětení maziva [5], [13]. Tento pokles je oproti neprohnětenému stavu často ze začátku mechanického namáhání velmi výrazný, s rostoucím prohnětením se velikost poklesu napětí τ postupně zmenšuje. Po odlehčení smykového napětí τ se struktura kapaliny většinou obnovuje resp. hodnota dynamické viskozity η se zvyšuje. Tento proces může být mnohem zdlouhavější (několik hodin, dní) obr. 2.7.2.

Teorie tixotropního chování vychází z předpokladů rozpadu struktury založené na slabých vazbách (iontové, aj.) působením deformačního gradientu, obr. 2.7.2 [10]. Při samotném viskozimetrickém měření, zejména při vyšších smykových rychlostech, může dojít k těmto nevratným změnám, působící mechanickou destrukci struktury [13].



Obr. 2.7.1 Reogram tixotropní kapaliny



Obr. 2.7.2 Průběh dynamické viskozity tixotropní kapaliny

2.8 Reopexie

Reopexie je opakem tixotropie, kdy viskozita kapaliny s časem roste. Proto se pojem reopexie dá nalézt v literatuře i jako antitixotropie [13]. Je to jev málo se vyskytující. Projeví se v tokové křivce hysterezní smyčkou, podobně jako v případě tixotropie, kdy jediný rozdíl činí směr nárůstu a poklesu tokové křivky, kdy v případě reopexie je to proti směru hodinových ručiček [3]. Tento jev se vysvětluje tím, že v důsledku působení smykového napětí mění látka své fyzikální nebo chemické vlastnosti, kdy kapalina podléhá např. gelovatění, zahušťování apod. [10]. Některé jevy jsou nevratné, u některých dojde k opětovnému snížení dynamické viskozity po určité době klidu, obr. 2.8.2.



Obr. 2.8.2 Průběh dynamické viskozity reopektické kapaliny

Některé struktury maziva se můžou měnit i v klidu. Časem dochází k odloučení olejové složky, tzv. synerezi. To může nakonec způsobit i rozpadnutí homogenního koloidu na viskózní složku a v ní nerozpustný koloid, tzv. xerogel. Tyto maziva, podléhající takovémuto rozpadu, jsou označována jako koloidně nestálá. Takto nestálá bývají často směsi plastických maziv rozmanitého druhu. Proto se nedoporučuje míchat různé druhy plastických maziv [10].

3. Reometry

Pro uskutečnění měření reologických vlastností plastického maziva, obecně nenewtonské kapaliny, slouží reometr. Rozlišujeme dva základní typy reometrů [8], rotační a kapilární. Kapilární reometry se uplatňují v rozsahu středních až vysokých rychlostí smykových deformací, přibližně v hodnotách 10 až 10³ s⁻¹. Oproti nim rotační viskozimetry nacházejí uplatnění při nízkých rychlostech smykových deformací v rozsahu 10⁻² až 10² s⁻¹ [8]. V následujících kapitolách si přiblížíme princip jednotlivých reometrů. Zvláště se pak zaměříme na reometr, který je použit pro měření tokové křivky, od fy Brookfield Model DV-II+Pro, zároveň je proveden krátký úvod do programu Rheocalc32 V2.5 kterým je ovládán reometr Model DV-II+Pro.

3.1 Kapilární reometry

Mezi nejjednodušší modely kapilárního reometru patří zařízení pro měření indexu toku taveniny, neboli tavného indexu, zkráceně ITT [8]. Tento index udává množství kapaliny v gramech, které proteče kapilárou o definovaném průřezu, průměr kapiláry 2,095 mm a délka 8 mm, po dobu 10 minut při definovaném zatížení a teplotě. Takto získáme pouze jeden bod na tokové křivce. Toto měření slouží tedy k hrubé a rychlé orientaci v tokových vlastnostech materiálů [8].

3.2 Reometry rotační

Pomocí těchto rotačních reometrů můžeme měřit viskozitu newtonských, v tom případě se jedná o rotační viskozimetr, a nenewtonských kapalin [3]. Princip těchto přístrojů vychází z Couetteova proudění v mezikruží mezi dvěma válci, které jsou souosé, z nichž jeden se otáčí. Měříme zde úhlovou rychlost, nebo otáčky, za čas a krouticí moment, který vzniká jako důsledek odporu proudící kapaliny. Vzorec pro výpočet momentu v libovolném místě mezery mezi válci na poloměru r [3]:

$$M = 2 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot h \cdot \tau \tag{3.2.1}$$

kde τ představuje tečné napětí [3]:

$$\tau = \eta \cdot \frac{r \cdot d\omega}{dr} \tag{3.2.2}$$

Spojením dvou výše uvedených rovnic, rovnice pro výpočet momentu a tečného napětí, dostaneme vztah pro výpočet dynamické viskozity η [3]:

$$\eta = \frac{M}{4 \cdot \pi \cdot h \cdot \omega} \cdot \left[\frac{1}{R_1^2} - \frac{1}{R_2^2}\right]$$
(3.2.3)

kde R₁ a R₂ jsou poloměry válců, resp. mezery mezi válci.

Je mnoho různých variant rotačních reometrů. Ovšem můžeme je rozdělit do dvou hlavních skupin, reometry s označením CS a CR. Typ CS jsou reometry, kde je řízeno smykové napětí, které zajišťujeme konstantním krouticím momentem a měříme otáčky. Typ CR jsou reometry s řízením smykové deformace, což je zajištěno konstantní rychlostí otáčení a měříme krouticí moment. Typ CR můžeme dále rozdělit dle toho, zda se otáčí vnitřní nebo vnější válec, obr. 3.2.1. Dále se můžeme setkat i s reometry, které nepoužívají jen válcové vřetenové tělíska, ale můžou být například válcové s kuželovým zakončením, pouze deska, šroubovitý tvar vřetena a mnoho dalších [3].



Obr. 3.2.1 Ukázky reometrů, typ CR: a) typ Searle, b) typ Couett

3.3 Programovatelný reometr Brookfield

Tento reometr je typu CR [6]. Samotným principem fungování reometru DV-II+Pro je rotace vřetena, které je ponořeno do vzorku měřené kapaliny, pomocí kalibrované pružiny. Rotace válcového vřetena je známá jako Couettův tok, popis dynamických a kinematických vlastností tohoto toku můžeme nalézt v literatuře [13]. Viskozitní působení látky na vřeteno se měří stupněm deflexe pružiny [11]. Tato deflexe se měří rotačním převodníkem. Měřící rozsah reometru je určen rychlostí rotace vřetena, velikostí a tvarem vřetena, dále nádobkou, v které vřeteno rotuje a úplným rozsahem krouticího momentu kalibrované pružiny.

Bakalářská práce

Reometr umožňuje nastavení podmínek pro měření přímo, pomocí tlačítek pod svým displejem, nebo komunikuje přes kompatibilní sériový port RS232 s počítačem. Existují dva programy pro komunikaci s programovatelným reometrem, první je Wingather32, druhý Rheocalc32 [11]. První umožňuje sběr dat a jejich následnou analýzu, druhý je určen pro kompletní externí ovládání modelu DV-II+Pro. Samotné pracovní prostředí v programu Rheocalc 32, se kterým je obsluhován reometr pro reologické měření, je popsáno později. Analogový výstup krouticího momentu je v rozsahu 0 až 1 V stejnosměrného proudu, což odpovídá 0 až 100 % rozsahu samotného krouticího momentu. Přesnost viskozitního měření činí $\pm 1 \%$ z celého rozsahu stupnice, proto se doporučuje měření v rozsahu krouticího momentu 10 až 100%. Reometr nám umožňuje snímat teplotu, což je důležité z hlediska měření viskozity v závislosti na teplotě. Nastavování teploty je provedeno pomocí TC 502 Thermostat/Controller zařízení od fy Brookfield. Toto zařízení zajistí konstantní teplotu po celou dobu měření. Analogový výstup teploty nabývá hodnot 0 až 3,75 V stejnosměrného proudu, což odpovídá 10 mV/1°C s přesností $\pm 1 \%$ pro teploty od -100 °C až +149 °C. Opakovatelnost hodnot viskozity je zatíženo chybou $\pm 0,2 \%$.



Obr. 3.3.1 Počítač se spuštěným programem Rheocalc V2.5, programovatelný reometr fy Brookfield, adaptér na malé vzorky, zařízení TC 502 pro temperaci vzorku

Bylo již řečeno v úvodu této kapitoly, jedná se o reometr typu CR. Znamená to tedy, že nastavujeme otáčky vřetena n a měříme moment odporu M kapaliny ve zkušební nádobce. Hlavní části reometru jsou popsány na obrázku obr. 3.3.2. Moment odporu M je úměrný smykovému napětí v kapalině τ [6], otáčky vřetena n jsou přímo úměrné rychlosti smykové deformace $\dot{\gamma}$. Přepočet zajišťuje řídící jednotka reometru.



Obr. 3.3.2 Schéma rotačního reometru Brookfield

1 – rám, 2 – nádobka s vodou pro temperování vzorku, 3 – nádobka se vzorkem
 měřené kapaliny, 4 – měřící vřeteno, 5 – elektromotor pohonu, 6 – snímač momentu,
 7 – teplotní čidlo, 8 – řídící jednotka

Pro externí ovládání měření, jak již bylo zmíněno dříve, je využit program Rheocalc 32 V2.5. Tímto programem je možno nastavovat otáčky a sledovat teplotu, která je nejdůležitějším faktorem ovlivňující reologické měření. Dále je možno sledovat dynamickou viskozitu, procento krouticího momentu (které je důležité sledovat z důvodu přesnosti měření, viz předchozí stránka), smykové napětí, smykovou rychlost neboli deformační gradient. Dále je zde možnost odečtené hodnoty exportovat do tabulek, které následně je vhodné zpracovat pomocí tabulkového programu, např. MS Excel. Samotné ovládání, nastavení, sběr a přenos dat, analýza naměřených hodnot a mnoho dalších výhod tohoto programu jsou popsány v následující kapitole, která se tímto programem bude zabývat.

4. Software Brookfield 32

V předchozí části je zmíněn software Wingather 32 a Rheocalc 32. Měření je provedeno v softwaru Rheocalc 32. Nyní se seznámíme se samotným prostředím softwaru Rheocalc 32 V2.5, jeho možnostmi, které nám nabízí. V tomto programu existuje písemný jazyk, který umožňuje formulaci programů pro řízení reometru DV-II+Pro. Jedná se o písemný jazyk B.E.A.V.I.S. (Brookfield Advanced Viscometer Instruction Set) [14], osvětlíme si tvoření B.E.A.V.I.S. programu, který nám významně usnadňuje reologické měření na reometru fy Brookfield.

4.1 Rheocalc 32 V2.5

Před samotným spuštěním programu Rheocalc je nutno zkontrolovat zdali je reometr Brookfield připojen sériovým portem k počítači. Nejdříve je zapnut reometr a pomocí šipky je vybrána možnost "External Mode" [11]. Nyní je reometr připraven k obsluze pomocí programu Rheocalc. Zapneme tedy tento program a objeví se hlavní obrazovka ovládacího programu, obr. 4.1.1. Nyní tlačítkem "Zero" je vynulován reometr, toto nulování musí probíhat bez připojeného vřetena a zátěže k reometru, na což nás upozorní samotný software sám. Teprve po tomto vynulování můžeme našroubovat vřeteno k reometru, ovšem pozor, zde je levý závit [11]. Dále zde nastavíme vřeteno, se kterým chceme provést měření, pro tento případ měření má použité vřeteno označení SC4-28. Výchozí jednotky jsou SI, teplota v °C.



Obr. 4.1.1 Pohled na obrazovku řídícího programu Rheocalc V2.5

Bakalářská práce

Pomocí příkazu "Run" je možno nastavit otáčky a sledovat hodnoty na displeji (viskozitu, procento krouticího momentu, smykové napětí, smykovou deformaci a teplotu). Tento postup nám může posloužit pro určení měřené oblasti otáček pro rozsah krouticího momentu 10 až 100 %. Takto zjištěné otáčky (pohybující se okolo 15 až 20 % krouticího momentu) můžeme pak použít pro nastavení počáteční rychlosti reometru v měření dle programu B.E.A.V.I.S. v záložce "Programs" programu Rheocalc [11]. Seznámení s tvořením B.E.A.V.I.S. programu bude uvedeno v následující kapitole.

V záložce "Spindles" je zobrazen rozsah viskozit pro daná vřetena. Záložka "View/Edit" je vhodná k zobrazení naměřených hodnot v tabulce a k jejich exportu do tabulkové podoby (MS Excel). V záložce "Plot" je možnost nechat si vykreslit závislosti smykového napětí na deformačním gradientu, příklad obr. 4.1.2, ale i další závislosti, závislost viskozity na rychlosti, nebo i na čase a mnohé další. Poslední záložka, "Analysis", je pro analýzu naměřených hodnot matematickými modely, model dle Binghama, Cassona, NCA/CMA Cassona, Power Law a IPC Paste. Zároveň vyčíslí hodnoty specifické pro daný model, dále hodnotu s jakou přesností daný model odpovídá naměřeným hodnotám.



Obr. 4.1.2 Vykreslení grafu závislosti smykového napětí au na smykové deformaci $\dot{\gamma}$

4.2 Programovatelný jazyk B.E.A.V.I.S.

Tento písemný jazyk je využíván DVLOADER, což je program založený na Windows, standardně dodávaný na CD spolu s DV-II+Pro viskozimetrem. Použitím mnoha kombinací příkazů, uvedených v níže umístěné tabulce [11], je možno formulovat programy, které velice usnadní měření daného vzorku. Příkazy jsou vkládány, v záložce "Programs", přes tlačítko "Insert", kde zvolený příkaz se převede do levého seznamu, který bude tvořit následný program pro měření. Případné odebrání příkazu je provedeno přes tlačítko "Delete". Vytvořený program lze uložit pro budoucí potřeby měření.

Kód příkazu		Požadovaný popis parametrů příkazů
WTI	Doba (MM:SS)	Program čeká při tomto kroku, dokud neuplyne specifikovaná doba, MM:SS = minuty:sekundy
WPT	% hodnot krouticího momentu (%)	Program čeká při tomto kroku, dokud se aktuální % krouticího momentu nerovná specifikované hodnotě.
WTP	Hodnota teploty (ºC)	Program čeká při tomto kroku, dokud se aktuální teplota nerovná specifikované teplotě.
SSN	Hodnota rychlosti (RPM)	DV-II+Pro začne rotovat při specifikované rychlosti.
SPI	Čas (MM:SS)	DV-II+Pro tiskne data na vybrané tiskárně, nebo posílá data do programu v počítači při specifikované rychlosti, MM:SS = minuty:sekundy
SSI	+/- hodnota rychlosti (RPM)	Zvýšení nebo snížení rychlosti o nadefinovaný krok
LSC	Počet měřících smyček	Udává nám počet kolikrát se smyčka pro odečtení hodnot opakuje
LEC	Uzavření jednoho měřícího cyklu	Uzavírá měřící cyklus
DSP	Jednorázové odeslání dat	Tento příkaz nám vyobrazí řádek hodnot získaných z měření

Tabulka 4.2.1 Seznam příkazů B.E.A.V.I.S

5. Reologické modely

Výstupem z měření reologických vlastností, který je získán měřením vzorku maziva na reometru (které jsou popsány v kapitole 3.), je grafická závislost smykového napětí τ na rychlosti deformace neboli deformačním gradientu rychlosti ý. Pro potřebu výpočtů, např. tlakových ztrát ve vedení při proudění plastického maziva [12] se naměřená závislost proloží vhodným reologickým modelem. Reologický model by měl být co nejjednodušší a zároveň dostatečně přesný.

Samotným základem reologických modelů je Newtonův vzorec [9], který popisuje kapaliny newtonské. Pro pseudoplastické látky existují mnoho vzorců, pojmenovaných dle svých objevitelů, jako např. model dle Ostwalda de Waela, který je zároveň nejjednodušší a nejpoužívanější, jeho nevýhodou pro plastické kapaliny je, že nezohledňuje vliv počátečního napětí. Mezi další patří model dle Siska, Ellise, Prandtla, Prandtla a Eyringa, Crosse, Carreaua aj. [10]. Pro naši potřebu budeme ovšem pracovat s modely pro vazkoplastické látky. Obecně reologické modely jsou dvouparametrové nebo tříparametrové, časově nezávislé rovnice [10].

5.1 Nenewtonské modely plastických kapalin

Jako první se snažil popsat tokové chování nenewtonských kapalin Bingham, který vytvořil model pro ideální plastickou kapalinu, známý jako Binghamův model [3]:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \left(\frac{du}{dy}\right) \tag{5.1.1}$$

kde:

 τ_P představuje počáteční tečné napětí,

 μ_B je binghamova viskozita, která je směrnicí přímky obdobně jako u newtonské kapaliny.

Pro skutečné plastické kapaliny ovšem Binghamův model nevyhovuje, byla sestavena řada dalších, např. Casson, NCA CMA Casson, Vočaldo, Trilskij, Šulman, aj. [9], [10]. Nejpoužívanějším modelem je ovšem Bulkley-Herschellův model [3]:

$$\tau = \tau_P + k \cdot \left(\frac{du}{dy}\right)^n \tag{5.1.2}$$

kde:

k, n jsou parametry pro danou látku, které jsou vypočteny z naměřených hodnot.

6. Měření tokové křivky

Byla změřena toková křivka pro plastické mazivo Renolit LZR 000 od fy Fuchs pro dvě různé teploty, 20 °C a 40 °C, a při této teplotě pro dva stavy. První stav bylo mazivo neprohněteno, kdy křivka při prvním zvyšování rychlosti tento stav charakterizuje. Tato křivka při prvním zvyšování rychlosti byla následně proložena reologickým modelem. Při druhém stavu byl vzorek před samotným měřením prohněten po dobu 60 s, otáčkami n = 20 min⁻¹. Pro proložení naměřených hodnot reologickým modelem byla užita křivka při posledním zvyšování rychlostí, kdy křivka v této oblasti již byla v ustáleném stavu, mazivo tedy bylo řádně prohněteno. Každé měření, stav prohněteno nebo neprohněteno, bylo provedeno pro čistý vzorek maziva a vzorek maziva s grafitem. Při měření maziva s grafitem byl grafit zastoupen ve vzorku 10 % objemu celkového vzorku. Každé měření SC4-28, kdy objem vzorku činí 11,5 ml. Vzorek maziva, popřípadě maziva s grafitem, byl umístěn v adaptéru na malé vzorky [5]. Zajištění konstantní teploty daného vzorku plastického maziva pro reologické měření bylo provedeno pomocí zařízení TC 502 od fy Brookfield.

Zapnutím reometru a pokynem šipkou nahoru byl převeden reometr do "External Mode", kdy kompletní obsluha a analýza dat byla provedena pomocí počítače, resp. příslušného softwaru Rheocalc V 2.5. Ve spuštěném programu Rheocalc bylo nastaveno vřeteno, typ SC4-28, jednotky měření a pomocí příkazu "Zero" byl vynulován reometr bez připojeného vřetena a zátěže. Přístroj TC 502 byl nastaven na teplotu požadovanou pro viskozimetrické měření, tedy 20 °C nebo 40 °C. Teplota vzorku byla sledována v pracovním prostředí programu Rheocalc V 2.5. Pomocí příkazu "Run" byla nastavena hodnota otáček vřetena, zároveň bylo sledováno procento krouticího momentu. Při minimální hodnotě otáček by procento krouticího momentu nemělo překročit hodnotu nižší než 10 %. Maximální otáčky pro daný reometr Model DV-II+Pro jsou 200 otáček za minutu. Rychlost kolem 20 % byla použita jako startovní rychlost pro následný program B.E.A.V.I.S. Pro měření s ohledem na tixotropii daného plastického maziva bylo potřeba měřit tokovou křivku zvyšováním a snižováním rychlosti několikrát za sebou do té doby, než se toková křivka již měnila nepatrně. Příklad takto sestaveného programu použitého pro měření tokové křivky, vysvětlení jednotlivých příkazů, je uvedeno na následující stránce, tabulka 6.1.

Po měření se v záložce "View/Edit" zobrazila tabulka s naměřenými hodnotami, pomocí příkazu "Export" byla tato tabulka převedena do tabulkového programu MS Excel. V tomto programu byla provedena dvě vykreslení grafické závislosti tečného napětí τ na rychlosti

smykové deformace $\dot{\gamma}$. První toková křivka byla s ohledem na tixotropii maziva. U druhé tokové křivky byla provedena aplikace reologického modelu (Bingham, Bulkley - Herschell), viz následující kapitola.

Název příkazu	Hodnota zadaného příkazu	Vysvětlení
SSN	5	Měření začne při rotaci vřetena otáčkami n = 5 min ⁻¹
LSC	39	Počet měřících stupňů (měřený rozsah otáček je 5 až 200 min ⁻¹)
SSI	5	Pro další stupeň program zvedne rychlost otáčení o n = 5 min ⁻¹
WTI	00:05	Program vyčká při dané rychlosti 5 sekund, (MM:SS)
DSP		Program zaznamená jednu řadu naměřených hodnot
LEC		Konec měřícího stupně
LSC	39	Počet měřících stupňů
SSI	-5	Pro další stupeň program sníží rychlost otáčení o n = 5 min ⁻¹
WTI	00:05	Program vyčká při dané rychlosti 5 sekund (MM:SS)
DSP		Program zaznamená jednu řadu naměřených hodnot
LEC		Konec měřícího stupně
LSC	39	Počet měřících stupňů
SSI	5	Pro další stupeň program zvedne rychlost otáčení o n = 5 min ⁻¹
WTI	00:05	Program vyčká při dané rychlosti 5 sekund (MM:SS)
DSP		Program zaznamená jednu řadu naměřených hodnot
LEC		Konec měřícího stupně
LSC	39	Počet měřících stupňů
SSI	-5	Pro další stupeň program sníží rychlost otáčení o n = 5 min ⁻¹
WTI	00:05	Program vyčká při dané rychlosti 5 sekund (MM:SS)
DSP		Program zaznamená jednu řadu naměřených hodnot
LEC		Konec měřícího stupně

Tabulka 6.1. Příklad programu měření tokové křivky

7. Tokové křivky

V této kapitole jsou uvedeny dosažené výsledky v grafické podobě, toková křivka s ohledem na tixotropii maziva, pro daný případ měření.

První měření bylo provedeno pro teplotu t = 20 °C, vzorek před samotným měřením nebyl prohněten.



Graf 7.1 Vykreslení závislosti smykového napětí maziva na rychlosti deformace

Zde na tomto grafu můžeme vidět tixotropní chování látky, kdy křivka při zvyšování a následném snižování otáček nejsou shodné. Při stálém vystavování vzorku maziva smykovému namáhání se rozdíl mezi křivkami při zvyšování a snižování otáček zmenšuje, až dojde k "ustálenému" stavu, kdy může být vidět jen nepatrný rozdíl mezi křivkami. Měření č. 2 bylo provedeno pro teplotu t = 40 °C, vzorek opět nebyl vystaven smykovému namáhání před samotným měřením.



Graf 7.2 Vykreslení závislosti smykového napětí maziva na rychlosti deformace

Zde si můžeme všimnout rychlého poklesu napětí při prvním snižování otáček. Hodnoty smykových napětí τ jsou zde níže přibližně o hodnoty 10 až 20 Pa v celém rozmezí rychlosti smykové deformace, v porovnání s grafem 7.1.





Graf 7.3 Vykreslení závislosti smykového napětí maziva na rychlosti deformace

Zde si můžeme všimnout že "ustálený" stav dosáhneme již při prvním snižování otáček, to můžeme přisoudit "historii" vzorku, kdy již před samotným měřením byl smykově namáhán. Ustálený stav přibližně odpovídá neprohnětenému vzorku, znázorněn na grafu 7.1, kdy teplota nastavená při měření v prvním případě a v tomto případě je 20 °C.

Měření č. 4 bylo provedeno pro prohnětený stav a teplotu t = 40 °C. Prohněteno otáčkami n = 20 min⁻¹ po dobu 60 s.



Graf 7.4 Vykreslení závislosti smykového napětí maziva na rychlosti deformace

Z grafu lze vysledovat prudký pokles napětí při snižování otáček, obdobně jako u grafu 7.2. "Ustálený" stav odpovídá přibližně vzorku neprohnětenému při stejné teplotě, tj. 40 °C. Měření č. 5 - neprohnětený stav vzorku maziva při teplotě t = 20 °C s přidaným grafitem. Objem grafitu byl 10 % z celkového objemu vzorku.



Graf 7.5 Závislost smykového napětí maziva s grafitem na rychlosti deformace

Tato suspenze, směs plastického maziva a grafitu, se projevuje mírnou tixotropií oproti vzorku, kde nebyl přítomen grafit. "Ustálený" stav odpovídá přibližně vzorku čistého maziva pro 20 °C a neprohnětenému stavu.

Měření č. 6 - neprohnětený stav vzorku maziva při teplotě t = 40 °C s přidaným grafitem. Objem grafitu byl 10 % z celkového objemu vzorku.



Graf 7.6 Závislost smykového napětí maziva s grafitem na rychlosti deformace

Při této teplotě vzorek suspenze se chová obdobně jako vzorek čistého maziva, je zde také patrná tixotropie. "Ustálený stav" zde je při přibližně stejných hodnotách smykového napětí jako v případě vzorku čistého maziva, viz graf 7.2.

Měření č. 7 - mazivo při teplotě t = 20 °C s přidaným grafitem. Objem grafitu byl 10 % z celkového objemu vzorku. Prohnětený stav, otáčkami n = 20 min⁻¹ po dobu 60 s.



Graf 7.7 Závislost smykového napětí maziva s grafitem na rychlosti deformace

Zde na tomto grafu můžeme vidět nepatrný projev tixotropie, "Ustálený" stav se zde nachází přibližně při stejných hodnotách smykových napětí τ jako pro čistý vzorek maziva při prohněteném stavu a při teplotě 20 °C, viz graf 7.3.

Měření č. 8 - mazivo při teplotě t = 40 °C s přidaným grafitem. Objem grafitu byl 10 % z celkového objemu vzorku. Prohnětený stav, otáčkami n = 20 min⁻¹ po dobu 60 s.



Graf 7.8 Závislost smykového napětí maziva s grafitem na rychlosti deformace

Zde vidíme případ tixotropního chování vzorku maziva s grafitem při 40 °C, prohněteném stavu. Můžeme zde vidět obdobný průběh jako v případě čistého vzorku maziva při stejné teplotě a při prohněteném stavu, viz graf 7.4.

8. Aplikace reologického modelu

V této kapitole je uveden postup aplikování reologického modelu, který je následně použit pro naměřené hodnoty. Aplikován bude model pro ideální plastické kapaliny, Binghamův model a model pro skutečné plastické kapaliny, Bulkley – Herschellův model. Oba tyto modely jsou popsány v kapitole 5.1.

Začneme s jednodušším, avšak méně přesným, Binghamovým modelem (v grafech znázorněno červeně). Tento model je přímka, procházející naměřenými body. Přímka je získána tak, že jsou vybrány hodnoty, které se nenacházejí na začátku tokové křivky, kde je patrné zakřivení. Jsou vyneseny hodnoty, od nichž se toková křivka vykresluje jako přímka. Je tedy vynesena křivka od 15. naměřené hodnoty do poslední, 40. naměřené hodnoty. Následně je pomocí příkazu "Přidat spojnici trendu" proložena regresní přímkou a zároveň je zobrazena rovnici regrese. Tato rovnice regrese je Binghamovým modelem pro naměřené hodnoty. Kde číslo v rovnici u neznámé x představuje binghamovu viskozitu μ_B , druhé číslo představuje počáteční napětí τ_p . Pro vykreslení grafu Binghamova modelu je následně přepočítáno napětí dle získaných hodnot přímkové regrese.

Model Bulkley – Herschell (v grafech znázorněno žlutě) je daleko přesnější než Binghamův model, je také ovšem daleko pracnější. Nejdříve je potřeba určit hodnotu počátečního smykového napětí τ_p . Tato hodnota je získána proložením počátečních bodů přímkovou regresí. Pro určení hodnoty k, součinitele konzistence, a index n, index toku, je proveden převod naměřených hodnot (1. až 40. naměřená hodnota) skutečné plastické kapaliny na hodnoty pseudoplastické kapaliny, které je možno popsat jednoduchým mocninným modelem, např. model Ostwald de Wael. Tento převod je proveden následně. Naměřené hodnoty smykového napětí jsou zmenšeny o počáteční napětí τ_p , tedy že počáteční napětí upravené řady τ_{pU} se nyní bude rovnat 0. Grafická řada "Upravené hodnoty" je vynesena do grafu (v grafech znázorněno zeleně). Nyní pomocí příkazu "Přidat spojnici trendu" je proložen graf "Upravené hodnoty" mocninou regresí, zároveň je zobrazena tato rovnici regrese a také hodnota spolehlivosti R. Hodnotu spolehlivost je možno upravit tak, že upravujeme hodnotu počátečního napětí τ_{pU} , až dosáhneme námi požadované přesnosti. Mocninný model je tedy modelem pro pseudoplastické látky, abychom z něho obdrželi model pro skutečné plastické látky, je přičtena k němu hodnota počátečního smykového napětí τ_{nU} . V MS Excelu je možno sestavit rovnici pro Bulkley – Herschellův model takto. Vezmeme mocninný model z grafické řady "Upravené hodnoty" a k němu je přičteno počáteční napětí τ_{nII} . Poté pomocí takto získané rovnice je přepočteno smykové

39

napětí pro dané deformační rychlosti a následně jsou vyneseny tyto hodnoty jako grafická řada "Bulkley - Herschellův model" do grafu.

8.1 Reologické modely naměřených hodnot

V této podkapitole jsou uvedeny jednotlivé grafy s rovnicemi reologických modelů pro dané teploty, 20 °C a 40 °C, stav neprohněten nebo prohněten a také pro případ maziva bez grafitu a s grafitem.

První měření vzorku čistého maziva proběhlo při 20 °C, vzorek nebyl prohněten.



Graf 8.1.1 Binghamův a Bulkley – Herschellův model pro naměřené hodnoty

Binghamův model:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \dot{\gamma} = 74,612 + 0,5749 \cdot \dot{\gamma} \tag{8.1.1}$$

jednotky τ (Pa) pro Binghamův model dosáhneme dosazením veličin v jednotkách:

 au_P - (Pa) μ_B - (Pa.s) $\dot{\gamma}$ - (s⁻¹) Bulkley-Herschellův model:

 $\tau = \tau_P + k \cdot \dot{\gamma}^n = 31 + 14,984 \cdot \dot{\gamma}^{0,4067}$ (8.1.2) jednotky τ (Pa) pro Bulkley-Herschellův model dosáhneme dosazením veličin v jednotkách:

> τ_P - (Pa) k - (Pa.s) $\dot{\gamma}$ - (s⁻¹) n - (1)

Vzorek čistého maziva při 40 °C, vzorek nebyl prohněten.



Graf 8.1.2 Binghamův a Bulkley – Herschellův model pro naměřené hodnoty

Binghamův model:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \dot{\gamma} = 58,365 + 0,2113 \cdot \dot{\gamma} \tag{8.1.3}$$

$$\tau = \tau_P + k \cdot \dot{\gamma}^n = 15 + 24,009 \cdot \dot{\gamma}^{0,212} \tag{8.1.4}$$

Vzorek čistého maziva při 20 °C, prohnětený stav. Prohnětený stav znamená, že jsou využity hodnoty naměřené při posledním zvyšování rychlosti, které by již měly být v ustáleném, prohněteném stavu.



Graf 8.1.3 Binghamův a Bulkley – Herschellův model pro naměřené hodnoty

Binghamův model:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \dot{\gamma} = 58,947 + 0,8085 \cdot \dot{\gamma} \tag{8.1.5}$$

$$\tau = \tau_P + k \cdot \dot{\gamma}^n = 20 + 13,511 \cdot \dot{\gamma}^{0,4536} \tag{8.1.6}$$

Vzorek čistého maziva při 40 °C, prohnětený stav. Prohnětený stav znamená, že jsou využity hodnoty naměřené při posledním zvyšování rychlosti, které by již měly být v ustáleném, prohněteném stavu.



Graf 8.1.4 Binghamův a Bulkley – Herschellův model pro naměřené hodnoty

Binghamův model:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \dot{\gamma} = 27,867 + 0,4984 \cdot \dot{\gamma} \tag{8.1.7}$$

$$\tau = \tau_P + k \cdot \dot{\gamma}^n = 15 + 4,7714 \cdot \dot{\gamma}^{0,5241} \tag{8.1.8}$$

Vzorek maziva s grafitem (10 % objemu vzorku) při 20 °C, vzorek před měřením nebyl prohněten.



Graf 8.1.5 Binghamův a Bulkley – Herschellův model pro naměřené hodnoty

Binghamův model:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \dot{\gamma} = 45,287 + 1,1769 \cdot \dot{\gamma} \tag{8.1.9}$$

$$\tau = \tau_P + k \cdot \dot{\gamma}^n = 30 + 4,2625 \cdot \dot{\gamma}^{0,728} \tag{8.1.10}$$

Vzorek maziva s grafitem (10 % objemu vzorku) při 40 °C, vzorek před měřením nebyl prohněten.



Graf 8.1.6 Binghamův a Bulkley – Herschellův model pro naměřené hodnoty

Binghamův model:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \dot{\gamma} = 61,777 + 0,2685 \cdot \dot{\gamma} \tag{8.1.11}$$

$$\tau = \tau_P + k \cdot \dot{\gamma}^n = 20 + 20,472 \cdot \dot{\gamma}^{0,2576} \tag{8.1.12}$$

Vzorek maziva s grafitem (10 % objemu vzorku) při 20 °C, prohnětený stav. Prohnětený stav znamená, že jsou využity hodnoty naměřené při posledním zvyšování rychlosti, které by již měly být v ustáleném, prohněteném stavu.



Graf 8.1.7 Binghamův a Bulkley – Herschellův model pro naměřené hodnoty

Binghamův model:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \dot{\gamma} = 50,854 + 0,886 \cdot \dot{\gamma} \tag{8.1.13}$$

$$\tau = \tau_P + k \cdot \dot{\gamma}^n = 24 + 9,0814 \cdot \dot{\gamma}^{0,524} \tag{8.1.14}$$

Vzorek maziva s grafitem (10 % objemu vzorku) při 40 °C, prohnětený stav. Prohnětený stav znamená, že jsou využity hodnoty naměřené při posledním zvyšování rychlosti, které by již měly být v ustáleném, prohněteném stavu.



Graf 8.1.8 Binghamův a Bulkley – Herschellův model pro naměřené hodnoty

Binghamův model:

$$\tau = \tau_P + \mu_B \cdot \dot{\gamma} = 22,427 + 0,4325 \cdot \dot{\gamma} \tag{8.1.15}$$

$$\tau = \tau_P + k \cdot \dot{\gamma}^n = 13 + 3,2827 \cdot \dot{\gamma}^{0,5695} \tag{8.1.16}$$

9. Závěr

Bakalářská práce se zabývá měřením tokových křivek plastických maziv. V úvodu jsou popsány plastické maziva, jejich klasifikace dle základních ukazatelů (bod skápnutí, penetrace). Následně jsou popsány reologické vlastnosti plastických kapalin. Jsou rovněž popsány reometry, na kterých se měření provádí, zvláště pak je popsán princip měření na reometru od fy Brookfield Model DV-II+Pro. Jsou zde popsány reologické modely pro nenewtonské kapaliny, také je popsán postup aplikace reologického modelu na naměřené tokové křivky. Je zde uveden rovněž samotný postup měření, který se provedl pomocí programu formulovaného v programu Rheocalc 32 V2.5.

Byly změřeny tokové křivky pro plastické mazivo Renolit LZR 000. Rovněž byly změřeny tokové křivky plastického maziva s příměsí grafitu. Měření bylo provedeno pro teploty 20 °C, 40 °C. Naměřené tokové křivky jsou aproximovány Binghamovým modelem, Bulkley – Herschellovým modelem. Tyto modely, pro vzorek čistého maziva a maziva s grafitem, jsou porovnány v grafech pro dané teploty (<u>Příloha A, B, C, D</u>) a také pro stav kdy vzorek maziva je prohněten nebo neprohněten (<u>Příloha E, F</u>).

Z grafu Prohnětený vzorek maziva, maziva s grafitem (<u>Příloha F</u>) je patrný vliv teploty na průběh smykového napětí τ v celém rozsahu smykových deformací $\dot{\gamma}$. Změna teploty z 20 °C na teplotu 40 °C způsobí pokles tečného napětí τ přibližně o hodnotu 15 až 20 Pa v měřeném rozsahu smykových deformací ý. Dále je v tomto grafu vynesena toková křivka pro plastické mazivo s grafitem pro teploty 20 °C, 40 °C. Pro obě teploty platí, že křivka pro plastické mazivo s grafitem se nachází pod křivkou čistého plastického maziva pro danou teplotu. Pokles hodnot napětí τ vzorku maziva s grafitem, v porovnání s vzorkem čistého maziva, pro teplotu 20 °C je při nízkých rychlostech deformace ($\dot{\gamma} < 15$) v řádech jednotek Pa. Pro rychlost deformace ($\dot{\gamma} > 15$) se pak pokles smykových napětí τ plastického maziva s grafitem ustálí přibližně o hodnotu 5 až 7 Pa nižší než pro vzorek čistého maziva. Tento pokles hodnot smykových napětí je pak dodržen v celém zbývajícím rozsahu rychlostí smykových deformací ý. Pro teplotu 40 °C se rovněž toková křivka plastického maziva s grafitem nachází pod tokovou křivkou plastického maziva v celém rozsahu deformačních rychlostí $\dot{\gamma}$. Pro zvyšující se rychlosti smykových deformací $\dot{\gamma}$ je vidět postupný nárůst rozdílu hodnot smykových napětí r mezi vzorkem čistého maziva a maziva s grafitem v celém rozmezí smykových deformací ý. Samotný rozdíl je v řádu jednotek Pa, 5 až 7 Pa pro nižší rychlosti smykové deformace y, až po rozdíl 10 až 12 Pa pro vysoké rychlosti smykové deformace $\dot{\gamma}$. Byl také porovnán neprohnětený vzorek čistého maziva a maziva s grafitem

48

pro teploty 20 °C, 40 °C (<u>Příloha E</u>). Pro teplotu 20 °C se toková křivka plastického maziva s grafitem přibližuje tokové křivce čistého maziva až přibližně pro hodnotu rychlosti smykové deformace $\dot{\gamma} = 53 \ s^{-1}$ se tyto křivky protínají. Pro případ kdy teplota vzorku je 40 °C je toková křivka plastického maziva s grafitem výše než toková křivka čistého maziva. Tyto rozdílné průběhy křivek pro neprohnětený vzorek maziva může být způsoben nepřesnostmi měření, ať již se to týče samotné přípravy vzorku pro měření, nebo jeho historii. Z naměřených průběhu je vidět významný vliv teploty na průběhu tokové křivky a rovněž na koncentraci grafitu v plastického mazivu. Znalost reogramů je významná pro výpočet tlakových ztrát při proudění plastického maziva v potrubních rozvodech mazacích systémů.

10. Seznam použité literatury

- [1] BEČKA, J. Tribologie. Praha: ČVUT Praha, 1997. 211 s. ISBN 80-01-01621-8, s. 35-36.
- [2] DOBEŠ, P. Hydraulické oleje a plastická maziva. *T+T Technika a trh*, 2005, roč. 13,
 č. 11-12, s. 26-27. ISSN 1210-5902.
- [3] DVOŘÁK,L. Sylabus předmětu Vlastnosti tekutin. Studijní opora pro podporu studia v oboru "Hydraulické a pneumatické zařízení" BS studijního programu "Strojírenství" [online]. c 27. 11. 2009, [cit.2010-02-20]. VŠB-TUO v Ostravě, Fakulta strojní, Katedra hydromechaniky a hydraulických zařízení, 62 s. Dostupné na: <<u>http://www.338.vsb.cz/PDF/vlastnosti%20tekutin.pdf</u>>
- [4] HAMNELID, L. Introduciton to Rheology of Lubricating Grease Publication [online].
 c 17.2.2005, poslední aktualizace 17.2.2005 [cit.2010-02-22]. ELGI. 17 s. Dostupné na:
 http://www.elgi.org/joomla/WGroups/Inntroduction_to_Rheology.pdf>
- [5] HRUŽÍK, L. Experimentální úlohy v tekutinových mechanizmech [online]. c 15.12.2008 [cit.2010-01-13]. VŠB-TU Ostrava, 2008, 61 s. Dostupné na: <<u>http://www.338.vsb.cz/PDF/Experimentalniulohyvtekutinovychmechanizmech.pdf</u>>
- [6] KOZUBKOVÁ, M. a KOL. Mechanika tekutin návody pro laboratorní měření [online]. c 13.11.2007 [cit.2010-02-10]. VŠB -TU Ostrava, 2007, 113 s. Dostupné na: <<u>http://www.338.vsb.cz/PDF/navod.pdf</u>>
- [7] Mazání plastickým mazivem [online]. [cit.2009-12-14]. VK Ložiska. 2 s. Dostupné na: <<u>http://www.vkloziska.cz/editor/filestore/File/Mazani%20plastickym%20mazivem.pdf</u>>
- [8] 5 Měření tokových vlastností [online]. c 3.12.2009, datum poslední aktualizace 3.12.2009 [cit.2009-12-10]. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. 7 s. Dostupné na: <<u>http://ufmi.ft.utb.cz/texty/fyzika_pol/FP_05.pdf</u>>

- [9] More solutions to sticky problems [online]. c 6.12.2005, datum poslední aktualizace 20.3.2006 [cit.2010-02-24]. Brookfield Engineering Labs., Inc. 55 s. Dostupné na : <<u>http://www.brookfieldengineering.com/download/files/more_solutions.pdf</u>>
- [10] NEVRLÝ, J., PAVLOK, B. A KOL. Metodika návrhu větvených mazacích obvodů s podporou moderních výpočetních systémů: Závěrečná zpráva ke grantovému úkolu GAČR 101/98/0946. Brno: VUT Brno, 2000. 267 s.
- [11] SYNPO a.s., S. K. Neumanna 1316, 53207 Pardubice, BROOKFIELD ENGINEERING LABORATORIES, Inc., 240 Cushing Street Stoughton, MA 02072 USA. Programovatelný viskozimetr Brookfield Model DV-II+Pro Pracovní návody Manuál č. M/03-165. 87 s.
- [12] ŠŤÁVA, P., PAVLOK, B.: Mazací technika. Skripta. VŠB-TU Ostrava, 2006. 72 s. ISBN 80-248-1000-X.
- [13] WEIN, O. Úvod do reologie. VUT v Brně, Fakulta chemická, 1996, 84 s.
- [14] <<u>http://www.brookfieldengineering.com/</u>>
- [15] <<u>http://oleje.cz/</u>>
- [16] <<u>http://www.technicke-normy-csn.cz/</u>>
- [17] <<u>http://www.tribotechnika.sk/</u>>
- [18] STRNAD, Karel. Plastická maziva [online]. 27. dubna 2010 8:55; [cit. 2010-4-27]. Osobní komunikace.

11. Seznam příloh

- Přiloha A Tokové křivky plastického maziva pro teploty 20 °C, 40 °C, neprohněteno
- Přiloha B Tokové křivky plastického maziva pro teploty 20 °C, 40 °C, prohněteno
- Přiloha C Tokové křivky plastického maziva s grafitem, teploty 20 °C, 40 °C, neprohněteno
- Přiloha D Tokové křivky plastického maziva s grafitem, teploty 20 °C, 40 °C, prohněteno
- Přiloha E Neprohnětený vzorek maziva, maziva s grafitem
- Přiloha F Prohnětený vzorek maziva, maziva s grafitem

Příloha A



Graf 1. Tokové křivky plastického maziva pro teploty 20 °C, 40 °C, neprohněteno

Příloha B





Příloha C



Graf 3 Tokové křivky plastického maziva s grafitem, teploty 20 °C, 40 °C, neprohněteno

Příloha D



Graf 4 Tokové křivky plastického maziva s grafitem, teploty 20 °C, 40 °C, prohněteno

Příloha E



Graf 5 Neprohnětený vzorek maziva, maziva s grafitem

Příloha F



Graf 6 Prohnětený vzorek maziva, maziva s grafitem