

REOMETRY PŘEKONÁVAJÍ DOSAVADNÍ LIMITY

Způsob, jakým se materiály deformují nebo jak tečou, pokud na ně působí síla, má přímý vztah k mnoha vlastnostem finálních výrobků. Věda o toku látek, reologie, bývá vnímána jako matematicky dosti náročná disciplína, i když po fenomenologické stránce je to obor často velmi vzrušující. Například takový druh jogurtu, který vykazuje relativně vysokou mez kluzu, bude bezpečně spočívat na lžici, bude hustý a krémovitý, zatímco jiný druh jogurtu, u něhož naměříme mez kluzu naopak relativně nízkou, se bude jevit jako řidká a vodnatá substance.

Nátěrová barva ve stojící nádobě může „na první dotek“ vyhlížet jako téměř tuhé těsto o vysoké viskozitě, a nejprve se zdá, že ji zřejmě vůbec nebude lehké rozmíchat. Překvapivě, při prvním pokusu rozetřít hmotu štětcem se hmota chová jako normální zředěná barva a vytváří ochotně rovnoměrnou nestékající vrstvu.

V každodenním životě se najde mnoho podobných příkladů, na kterých by bylo možno dobře demonstrovat souvislost mezi reologickými charakteristikami látek a mezi jejich chováním. Odborníci často identifikují určité parametry látek, jistá čísla, která jsou pro danou vlastnost typická, ale tento úkol může být pro méně zkušené adepty reologie poněkud složitý. Nová generace reometrů nabízí zkušenost a znalosti reologie, které jsou zabudovány přímo do ovládacího systému přístrojů.

Pokročilejší uživatelské rozhraní

Reometry dnes běžně umožňují provádět mnoho typů testů, přičemž všechna měření jsou založena na snímání odezvy vzorku buďto na definovaně působící napětí anebo na vloženou deformaci. U dnešních přístrojů je kvalita a intuitivita jejich uživatelského rozhraní klíčovou vlastností.

Jednotliví uživatelé pracují s reometry na různých úrovních a používají je rozmanitými způsoby, takže něco jako jeden univerzální typ reometru pro všechny je těžko představitelný koncept. Reometr Kinexus (Malvern Instruments, Ltd., Malvern, Worcestershire, U.K.) (Obr. 1) navede uživatele na úroveň, která odpovídá jeho zkušenosti a zadání měření (Obr. 2). Uživatel, který není v reologii pokročilý, ale přesto chce provést měření a správně své výsledky interpretovat, může začít třeba tím, že se bude snažit řešit specifický fyzikální problém. Například suspenze farmaceutika je nestálá, povrch částic nebo proces jejich přípravy z nějakého důvodu selhává: může v tomto případě reologické testování pomoci s vysvětlením a nápravou?

Inteligentní software, v němž je reologie již zapracovaná, umožňuje získat odpověď na podobné otázky. Softwarový průvodce systémem obsahuje reologická vysvětlení a naviguje uživatele tak, aby testování vzorku

Obr. 1 – „Kinexus rheometer platform“



vedlo k vyřešení problému. Presentace dat odpovídá běžným normám pro danou oblast výzkumu a výroby. Pro uživatele je výběr nebo vypracování správné metodiky měření a analýza dat mnohem jednodušší. Výsledky poskytují detailní pohled na souvislosti mezi parametry vzorku a jeho chováním a pomáhají dobře porozumět specifickému problému.

Obr. 2 – Uživatelé jsou navedeni na úroveň, která odpovídá jejich znalostem problematiky



Zkušenější reolog, který dobře ví, co chce měřit, ale chce přitom využít co nejlépe kapacitu přístroje, potřebuje patrně poněkud odlišný způsob navigace. Zde pomáhají předem nadefinované sekvence, které nabízejí důkladně zpracované průvodce nastavením parametrů přístroje a pomáhají tak optimalizovat kvalitu snímaných dat.

Je pochopitelné, že jednotlivé uživatelské úrovně se prolínají. Uživatel může volit různé výchozí stavy, a to podle úrovně svých reologických znalostí a podle kýženého cíle měření. Schopnost přístroje přizpůsobit se úrovni uživatele činí také reologii s reometrem Kinexus přístupnou širšímu okruhu badatelů. Možnost modifikace parametrů přístroje anebo vypracování postupu pro nový test je důležitým bodem.

Kvalita dat

Snadný přístup k datům je zcela zásadní. Význam má také kvalita dat produkovaných poté, co metodika měření byla vybrána či vyvinuta. Definice a reprodukovatelnost celého analytického procesu jsou kritické.

Použití standardního operačního postupu (SOP-based approach) k analýze dat potlačuje rozdíly mezi výsledky jednotlivých uživatelů. Postupy jsou rozděleny na sekvence přesně definovaných kroků, z nichž mnohé jsou plně automatizovány a operátor je jen občas vyzván, aby zadal specifickou informaci nebo příkaz potřebný v dané fázi experimentu. Postupy měření jsou v softwaru přesně popsány, takže odpadá značná část času nutného k zaučení na přístroji a zrovna tak je snadné převádět postupy mezi stejnými přístroji v různých laboratořích.

Hardware pro 21. století

Vývoj v softwaru reometru doplňují změny v hardwaru vlastního systému. V rotačním reometru je vzorek umístěn v prostoru mezi dvěma měřicími plochami, většinou se používá uspořádání deska-deska nebo kužel-deska, popř. válec-válec. Měřicí plochy pak vůči sobě vzájemně rotují tak, aby na vzorek bylo vynaloženo smykové napětí. Geometrické parametry měřicích prvků musejí odpovídat použitému materiálu a typu testu. Výměna měřicích prvků je v reologické laboratoři denní rutinou. U reometru Kinexus usnadňuje výměnu měřicí geometrie tzv. „one-click“ hřídelkový mechanismus. Systém aktuální geometrii automaticky rozpozná a sám se nakonfiguruje pro dané měření. Tzv. „expert-system“, což je část uživatelského softwaru, dokonce nabízí další optimalizaci měřicí geometrie pro daný vzorek.

Obr. 3 – Jeden z plug and play modulů zajišťující řízení parametrů prostředí



Reologické vlastnosti látek jsou vesměs funkcemi teploty. Některé materiály jsou obzvláště citlivé na změny teploty, a proto vyžadují přesnou kontrolu podmínek prostředí v okolí vzorku. K tomu slouží tzv. „plug and play“ moduly umožňující snadné přestavění řídicích prvků v okolí vzorku, přičemž všechna nezbytná propojení jsou automaticky aktivována nasunutím modulu (Obr. 3).

Inteligentní software rozpozná použitý modul a automaticky vloží do systému správné konfigurační hodnoty. Tím se zjednodušují kroky počátečního nastavení a eliminuje se tak risk použití nesprávného hardwaru pro daný test. Propojení integrovaného SOP softwaru s hardwarem přístroje výrazně usnadňuje vkládání vzorku (sample loading) mezi měřicí prvky. Tato operace bývá totiž často zdrojem rozptylu hodnot a chyb v počátečních fázích měření.

Rozšířené funkce reometru

Vylepšení v samotném přístroji umožňují charakterizovat reologické vlastnosti širokého spektra materiálů a to více způsoby, než bylo dosud možné. Kupříkladu reologická charakterizace adheziv citlivých na tlak se neobejde bez možnosti měřit poměrně vysoký krouticí moment (rotační sílu), zato slabě strukturované biologické kapaliny vyžadují zcela jiné, mnohem jemnější pod-

mínky měření. Síly působící na vzorek jsou vyvíjeny a řízeny motorem o velmi nízké setrvačnosti unášeném vzduchovými ložisky o ultra-nízkém krouticím momentu. Je možné testovat dokonce velmi malá množství slabě strukturovaných kapalin, což je významnou výhodou pro aplikace reometrie v medicíně a farmakologii, kde jsou často dostupné pouze velice malé objemy nesmírně drahých vzorků. Přesnost pozice rotoru dosahuje rozlišení jednoho mikroradiánu i většího, a to umožňuje aplikovat „ultra nízké“ deformace v případě látek charakterizovaných velkou citlivostí jejich struktury. Správné fungování reometru při vyšším krouticím momentu není vysokou citlivostí v oblasti malých sil ohroženo. Hodnota spolehlivě snímaného či vyvíjeného krouticího momentu u Kinexu se může pohybovat v rozpětí osmi řádů. Z toho vyplývá, že tento přístroj je vhodný pro charakterizaci rozličných materiálů v extrémně širokém rozpětí.

K takto přesnému řízení rotačních sil se přidružuje vysoká citlivost řízení či snímání normálových sil. Velmi jemně reagující systém řídicí normálové síly umožňuje optimalizovat postup při zakládání vzorku do přístroje. Chování materiálů, u nichž dochází k rychlým změnám struktury, může být snímáno přesně např. pomocí portu USB 2, který dovoluje vysokou rychlost

a nepřerušovaný tok dat.

Díky pokroku v designu teplotních okruhů bylo dosaženo minimalizace tepelných gradientů ve vzorku a také v teplotní stabilitě měřicího systému. Pro silně teplotně závislá měření jsou tato vylepšení velkou výhodou. Zlepšení v uživatelském rozhraní ocení jistě také uživatelé z výrobní praxe, kterým se tak do rukou dostává nástroj, s jehož pomocí mohou vytěžit z reologie mnoho vysoce užitečných funkcí.

Závěr

Možnosti reometrické platformy Kinexu ukazují, kam až se reometrie vyvinula v poslední době. Bylo dosaženo značných zlepšení v samotném hardwarovém jádře reometru, ale zásadní pokrok zaznamenalo zejména uživatelské rozhraní i snadná dostupnost vysoce kvalitních dat. Zapracování reologických znalostí do software přístroje umožňuje i nováčkům v oboru se snadněji v reometrii vyškolit. Sofistikovaný software přístroje vede navigaci prováděným testem, poskytuje rozhraní pro různé úrovně měření a také přispívá k interpretaci dat. Reometr umožňuje zjednodušený set-up i intuitivní interpretaci výsledků.

*Ing. Jiří HRDLIČKA,
Anamet s.r.o.,
hrdlicka@anamet.cz*