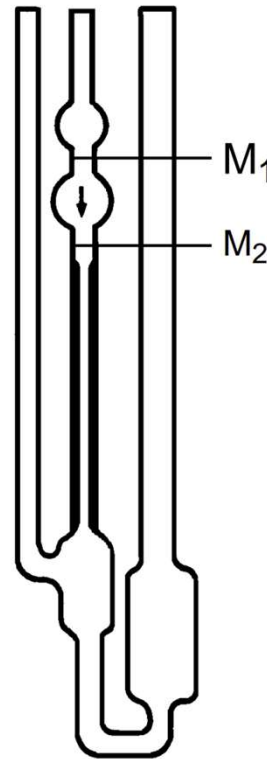


Strumenti per analisi reologiche

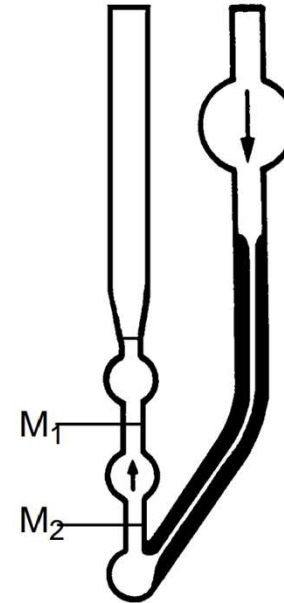
- Viscosimetri capillari
 - Viscosimetri a caduta
 - a caduta di sfera
 - su piano inclinato (consistometro Bostwick)
 - Viscosimetri rotazionali
 - Reometri rotazionali
-

Viscosimetri capillari

- Tipologia varia



Ubbelohde Type



Cannon-Fenske Type

Viscosimetri capillari

Viscosimetri capillari a caduta libera

Il flusso del campione è dovuto solo alla forza di gravità. Il campione riempie una riserva, da cui entra nel capillare sottostante, sotto la spinta del proprio peso.

Viscosimetri capillari

■ Valutazione della viscosità:

- Si misura il tempo Δt perché un certo volume di liquido (in genere compreso tra M_1 e M_2) passi attraverso il capillare
- Dalla misura del Δt si ottiene la viscosità “cinematica” ν , che è il rapporto tra viscosità e densità

$$\nu = C4 \cdot \Delta t \text{ (C4 = costante strumentale)}$$

Come riferimento l'analisi deve essere effettuata anche sull'acqua (a pari temperatura)

Il tempo di flusso dipende da densità ed è direttamente proporzionale alla viscosità del fluido.

$$\text{Viscosità fluido} = t \text{ (s) flusso fluido} / t \text{ (s) flusso acqua}$$

Viscosità cinematica

$$\nu = \eta / \delta = \mathbf{m^2 \cdot s^{-1}}$$

$$\begin{aligned} \eta &= \mathbf{Pa \cdot s = N \cdot s / m^2 =} \\ &= \mathbf{kg \cdot s^{-1} / m} \end{aligned}$$

$$\delta = \mathbf{kg / m^3}$$

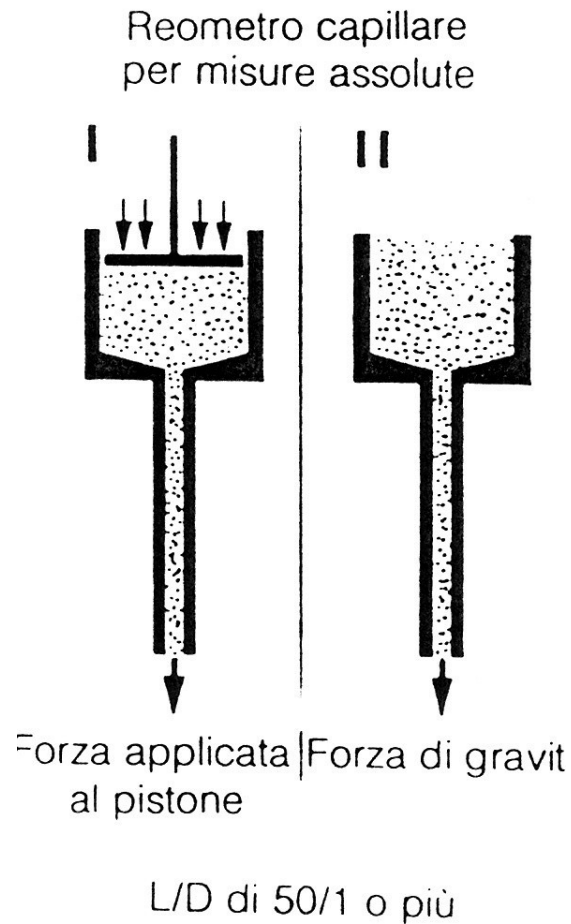
Viscosimetri capillari

- Esistono viscosimetri con diverso diametro del capillare per l'applicazione a fluidi con diversa viscosità (in ogni caso, diametro capillare $\ll$ altezza capillare $\varnothing/L \leq 50:1$). È importante che il tempo di flusso sia compreso tra 100 s e 500 s.
 - Caratteristiche:
 - **Economico**
 - **Utile per valutare viscosità di liquidi poco concentrati con viscosità medio/bassa (acqua, solventi, soft drinks)**
 - **Utile per valutare cambiamenti di viscosità di liquidi per effetto di processi (omogeneizzazione,)**
 - **Non forniscono indicazioni sul comportamento newtoniano e non-newtoniano (flusso a shear force costante = $m \times g$)**
-

Viscosimetri capillari

- **Viscosimetri capillari a pressione variabile**
 - Un pistone (o un estrusore) forza il campione a scorrere attraverso il capillare ad una velocità maggiore
 - Per valutare le proprietà reologiche (es. curva di flusso) occorre effettuare test a diverse velocità (diversi ΔP)
 - Utilizzati nel settore dei polimeri
-

Viscosimetri capillari



Forza applicata al pistone può essere convertita in shear force e velocità di caduta può essere convertita in shear rate.

Viscosimetri a caduta di sfera

- Utilizzabile per liquidi trasparenti di viscosità media e bassa
- Applicato in industria e per ricerca

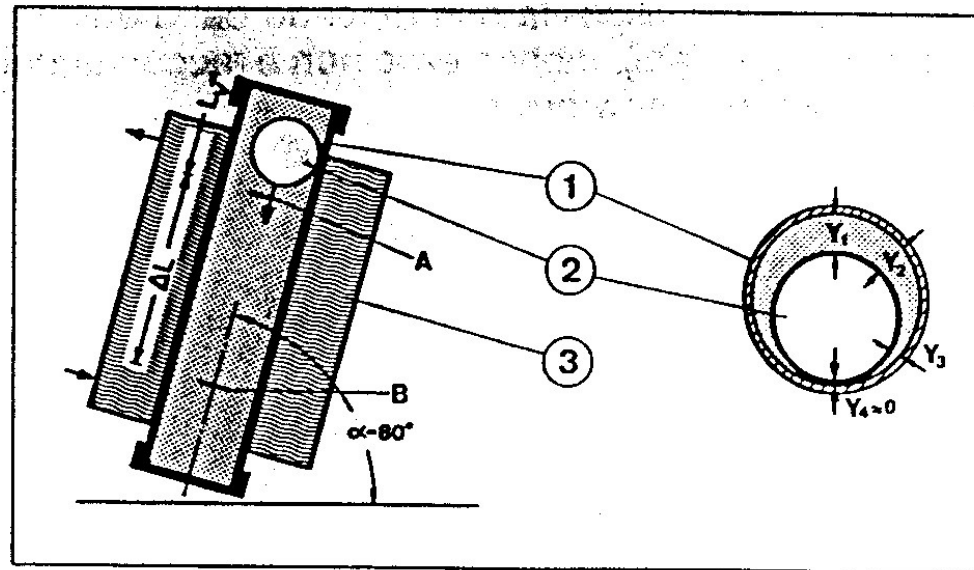


fig. 27 Spaccato di un reometro a sfera cadente

Viscosimetri a caduta di sfera

- Funzionamento

La camera interna (inclinata di 10° rispetto alla verticale e termostata) è riempita del fluido.

Si valuta il tempo di percorrenza della sfera per percorrere il tratto ΔL (10 cm).

Richiede una preliminare taratura con liquidi newtoniani (acqua)

Viscosimetri a caduta di sfera

Misurano la viscosità dinamica:

$$\eta = k \cdot (\rho_1 - \rho_2) \Delta t$$

ρ_S = densità sfera

ρ_L = densità fluido

k = costante che dipende dal raggio della sfera ($\text{mPa} \cdot \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)

Viscosimetri a caduta



Consistometro Bostwick

(derivati vegetali, pomodoro, yogurt)

Costituito da una vaschetta in acciaio inox di 2 mm di spessore e 100 ml di capacità, con piedini di regolazione e bolla di livello.

Una paratia mobile separa lo spazio per il campione (5 x 5 cm) da una corsia inclinata di scorrimento, larga 5 cm e lunga 25 cm ca. La corsia di scorrimento è graduata fino a 23 cm (graduazione primaria 1 cm, secondaria 0,5 cm).

Il campione viene collocato nella vaschetta, chiusa da una paratia, avendo cura di pareggiarne il livello con una spatola. Dopo aver rilasciato la paratia agendo sul sistema a scatto, il campione scorre a caduta lungo il piani inclinato e si legge la corsa del campione nel tempo (t previsto dal metodo).

Il risultato della prova (mm^2/s) è una stima della viscosità cinematica.

La diluizione del campione, il tempo di scorrimento e il risultato della prova dipendono dalla metodica seguita.

Viscosimetri-Reometri rotazionali

■ Diversa geometria

- Ad immersione (cilindro, disco o sfera rotante)
- Cilindri coassiali
- Piatto/piatto, Piatto/cono

Viscosimetro:

Misura la viscosità di fluidi, dotato di cilindri o cilindri coassiali

Reometro:

misura reologia di corpi viscosi e viscoelastici, dotato di cilindri coassiali, piatto-piatto e piatto cono.

Viscosimetri-Reometri rotazionali

- **Diverse modalità di funzionamento**

- Stress controlled (sforzo controllato):

Alla parte mobile applicano uno sforzo di taglio controllato e misurano poi la deformazione o la velocità.

- Strain controlled (deformazione controllata)

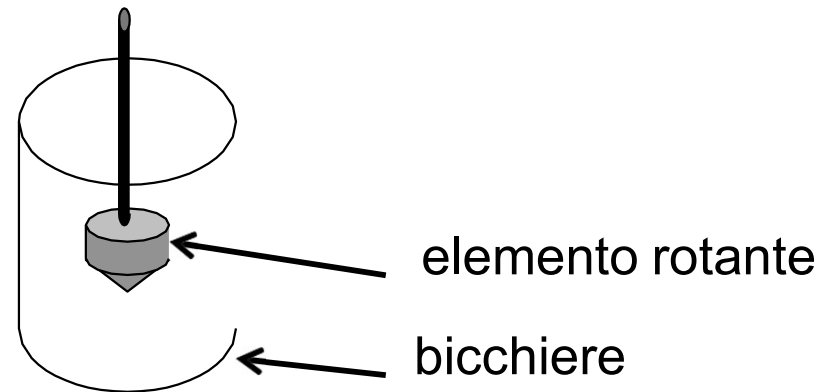
Alla parte mobile applicano una deformazione o velocità, controllata e misurano lo sforzo.

Sono i più utilizzati

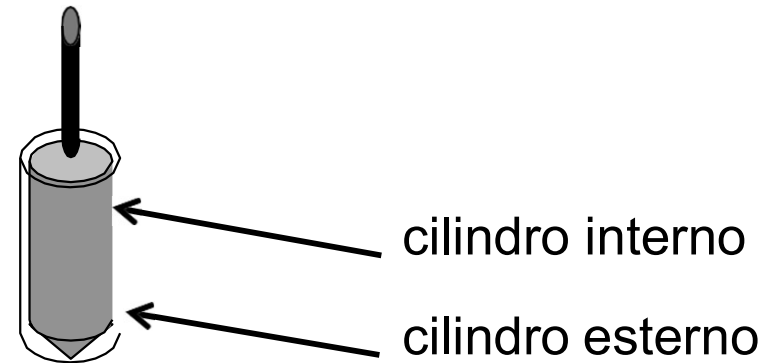
- Stress/strain controlled

Viscosimetri rotazionali: geometrie

Rotazionale
ad immersione



Cilindri coassiali



Viscosimetri rotazionali: esempi

Tipo Fungilab

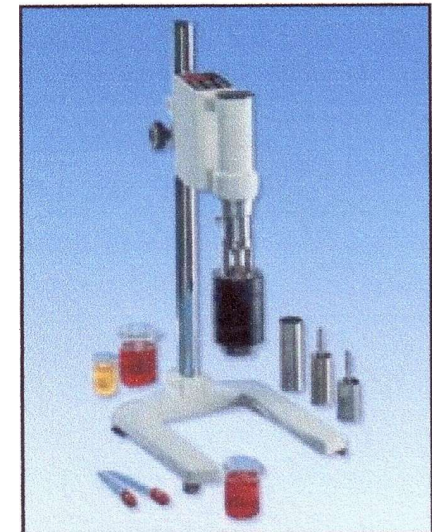


Tipo Brookfield



Viscotester VT6/7 plus

Cilindri coassiali



Viscotester VT550

Viscosimetri rotazionali a cilindri coassiali

Sistema *Searle*

Il cilindro interno ruota ad una certa velocità mentre quello esterno è fermo. Permette la termostatazione del campione. Tra il motore e il cilindro rotante (o “rotore”) è inserito un elemento di misura della coppia stessa che valuta lo sforzo di taglio applicato dalla parete del rotore al liquido in moto.

Limiti per liquidi ad alta viscosità o per le alte shear-rate (moti turbolenti)

Viscosimetri rotazionali a cilindri coassiali

Sistema *Couette*

Opposto a quello Searle: il cilindro esterno ruota ad una certa velocità mentre quello interno è fermo.

Migliore stabilità nei confronti delle forze centrifughe

Risultati uguali a quelli ottenibili con il sistema Searle

N.B. Talora i due sistemi sono definiti allo stesso modo (Couette) seppure le norme DIN li differenzino

Reometri rotazionali

Reometri:

permettono di misurare lo sforzo sia a velocità che a deformazioni note.

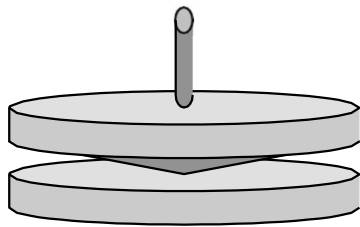
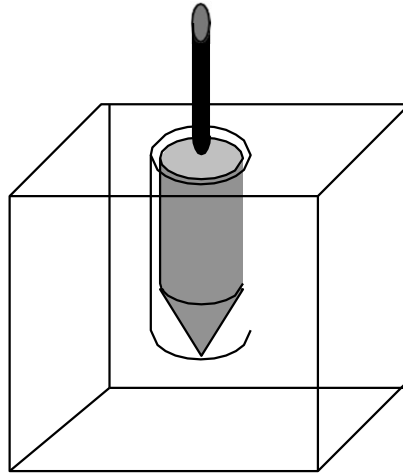
Sono adatti a espletare misure reologiche sia su corpi viscosi che viscoelastici.

Sono termostatati.

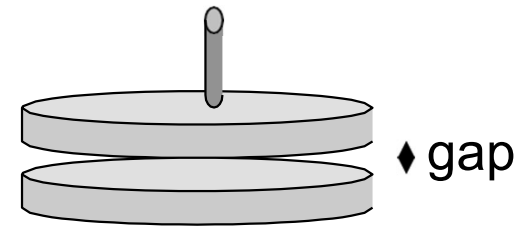
Sono dotati di diversi accessori con diverse geometrie a seconda del tipo di alimento da analizzare (liquido o viscoelastico).

Reometri rotazionali: geometrie

Cilindri coassiali



Piatto-cono



Piatto-piatto

La valutazione della viscosità di alimenti durante il processo produttivo

■ Installazione

- Nell'impianto in cui fluisce il prodotto
 - In-line: nel flusso del prodotto
 - On-line: in un anfratto dell'impianto nel quale viene convogliato il prodotto
 - Fuori dall'impianto in cui fluisce il prodotto
 - In area processo per valutare la viscosità di prodotti in tank o serbatoi.
-

Criteri di scelta per viscosimetri da inserire nel processo produttivo

- Conformità agli standards
 - Modalità di installazione (in-line, on-line, immersione)
 - Tipologia di segnale di risposta (intermittente, continuo, ...)
 - Parametri di controllo (viscosità, altri parametri correlati, es. yield point, G')
 - Caratteristiche del fluido (soluzione, multifase,)
 - Caratteristiche reologiche (newtoniano, non-newtoniano, ...)
 - Condizioni di processo (temperatura, pressione, flusso laminare, ...)
 - Caratteristiche del viscosimetro (precisione richiesta, ripetibilità, affidabilità, materiale di costruzione, facilità di pulizia, ermeticità,)
-

Viscosimetria nei processi ed applicazioni

■ Rotazionali:

- Funzionamento: un elemento (a forma cilindrica, disco o sfera) ruota continuamente nel liquido e si misura la coppia (torque) da cui si valuta lo sforzo di taglio necessario per ruotare il perno alla velocità applicata.
 - Applicabile in-line, on-line ed in immersione
 - Sensibili, lavorano a basse shear rate
 - Svantaggi: rischi di insudiciamento (tra perno in movimento e fase stazionaria); non applicabile in impianti ad alta pressione (es. spray-drying) e in liquidi con bolle.
-

Viscosimetria nei processi ed applicazioni

■ Vibrazionali:

- ❑ Funzionamento: registra il segnale in oscillazione fornito dal sottile strato di fluido che circonda la sonda.
 - ❑ Applicabile in-line
 - ❑ Semplice geometria, buona ripetibilità dei risultati, applicabile in impianti ad alta pressione (es. spray-drying) e su fluidi particolati
 - ❑ Non permette di definire il gradiente di velocità, perché complessivamente dipende dalle caratteristiche della sonda (geometria, frequenza ed ampiezza della vibrazione) e del fluido (densità e viscosità)
-

Viscosimetria nei processi ed applicazioni

■ A tubo:

- ❑ Funzionamento: si basa sul flusso (indotto da una differenza di pressione) del fluido attraverso un cilindro. Registra dati di caduta di pressione e di velocità di flusso volumetrico
 - ❑ Semplice geometria, flusso continuo, tempo di caricamento campione breve.
 - ❑ Ideale per liquidi alimentari particolari
 - ❑ Se la velocità di flusso è costante, i dati di viscosità ottenuti possono essere correlati con quelli ottenuti off-line.
-

Le basi teoriche della reologia: la reologia dei corpi elastici e viscoelastici

Elasticità

- Un corpo è perfettamente elastico (*hookeiano*) quando la deformazione subita è proporzionale allo sforzo che la produce (Legge di Hooke)
- Per una compressione UNIASSIALE

$$\tau = E \varepsilon$$

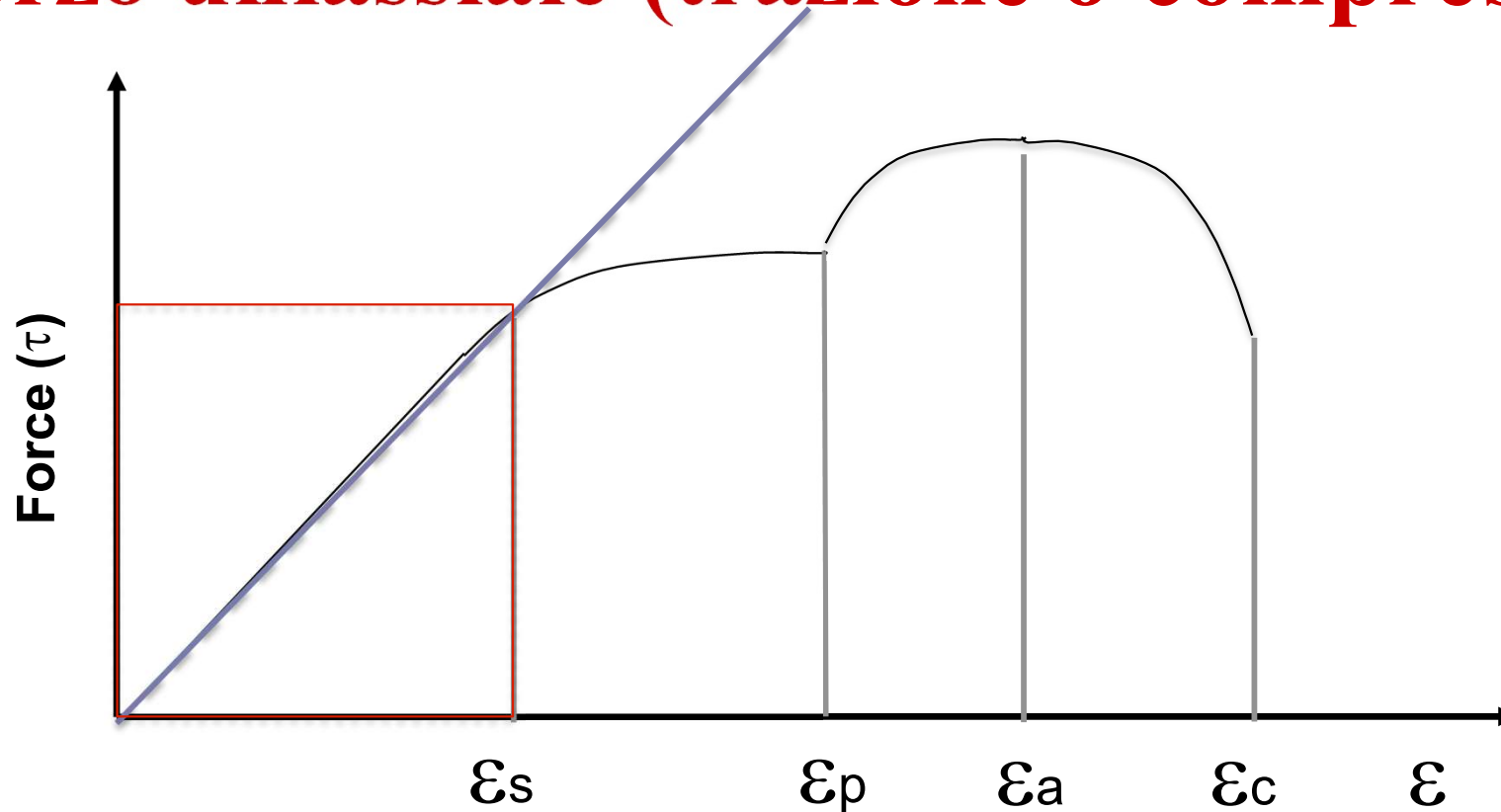
τ = sforzo (Pa)

ε = deformazione longitudinale relativa ($\Delta L/L$)
adimensionale

E = modulo di Young (Pa)

- Il coefficiente di proporzionalità E è detto anche modulo elastico

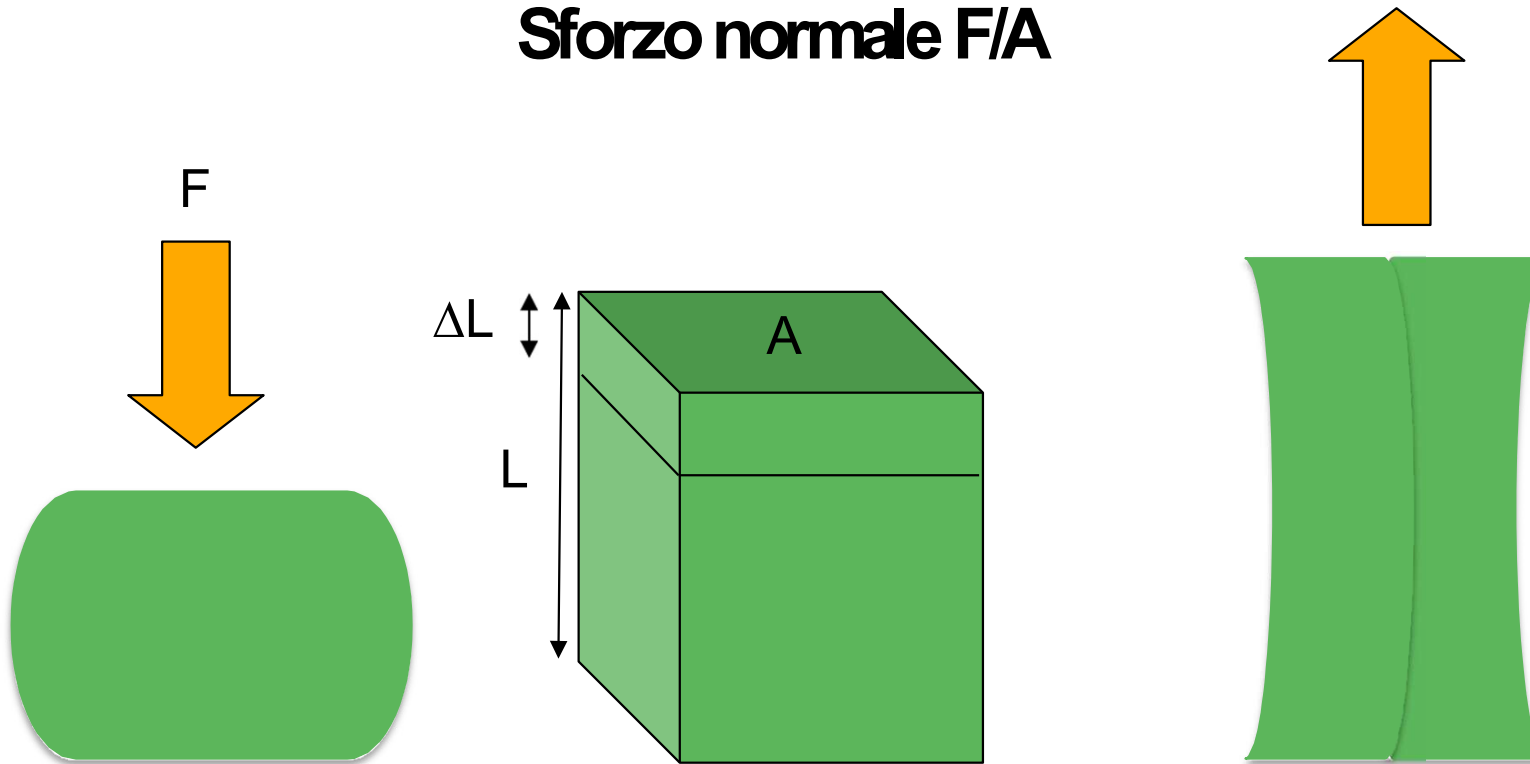
Sforzo uniassiale (trazione o compressione)



Curva lineare fino a ϵ_s punto di snervamento (***zona di elasticità lineare***), poi, ulteriormente, la deformazione diminuisce il modulo elastico fino al raggiungimento di ϵ_p , dopo di cui si può avere un comportamento plastico (deformazione non recuperabile) fino ad ϵ_a , dopo di cui si determina **assottigliamento del materiale** con riduzione del modulo elastico fino a ϵ_c in cui si ha il cedimento strutturale.

Sforzo uniassiale: deformazione e assottigliamento

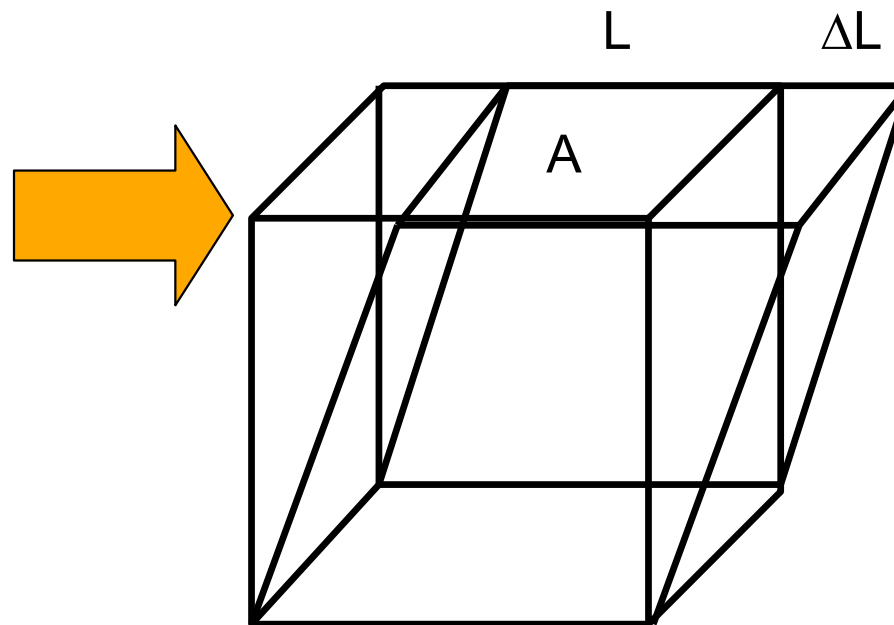
Sforzo normale F/A



**A non costante per tutta l'estensione di L (altezza del campione)
durante il test: deformazione non controllata**

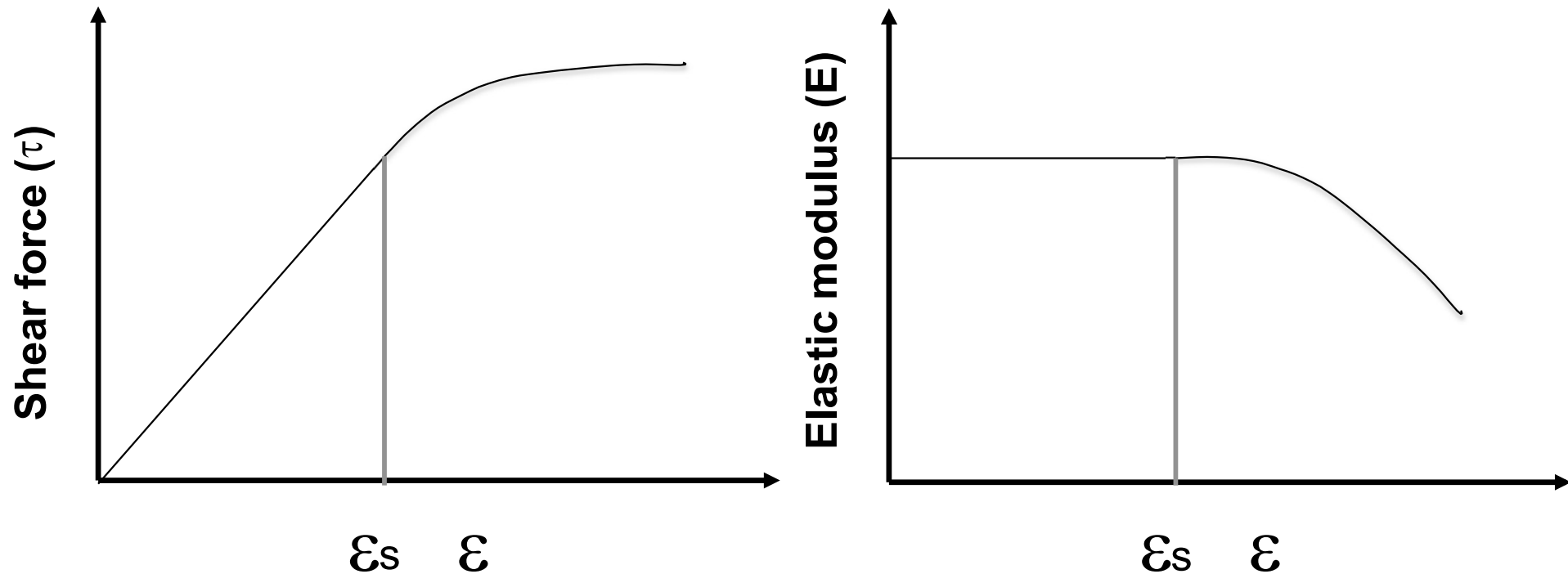
Sforzo di taglio: deformazione tangenziale

Sforzo tangenziale o di taglio
(*shear-stress*) F/A



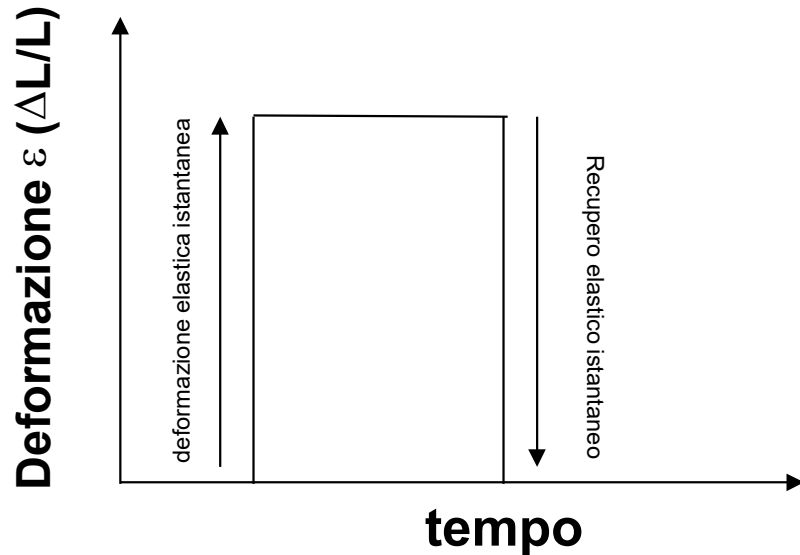
**A costante per tutta l'estensione di L durante il test:
deformazione controllata**

Test reologico: curva di Hooke



Curva lineare fino a $\Delta L/L = \epsilon_s$ che corrisponde al punto di snervamento o di flusso ($0-\epsilon_s = \textbf{zona di elasticità lineare}$), poi se il materiale viene ulteriormente deformato diminuirà il suo modulo elastico E fino al raggiungimento di $\Delta L/L = \epsilon_s$, dopo il quale si assiste a deformazioni irreversibili

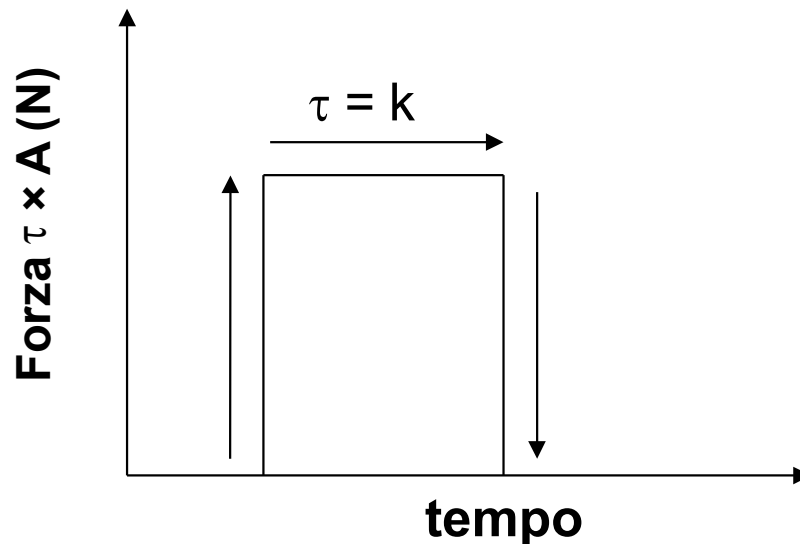
Aspetti temporali della deformazione



Solido di Hooke

Sotto l'azione di una forza costante applicata *'istantaneamente'* (es. un peso sulla faccia superiore del solido) i solidi si deformano istantaneamente, accumulano energia e recuperano immediatamente la deformazione applicata quando la forza viene rimossa.

(N.B. solo nella zona di elasticità lineare)



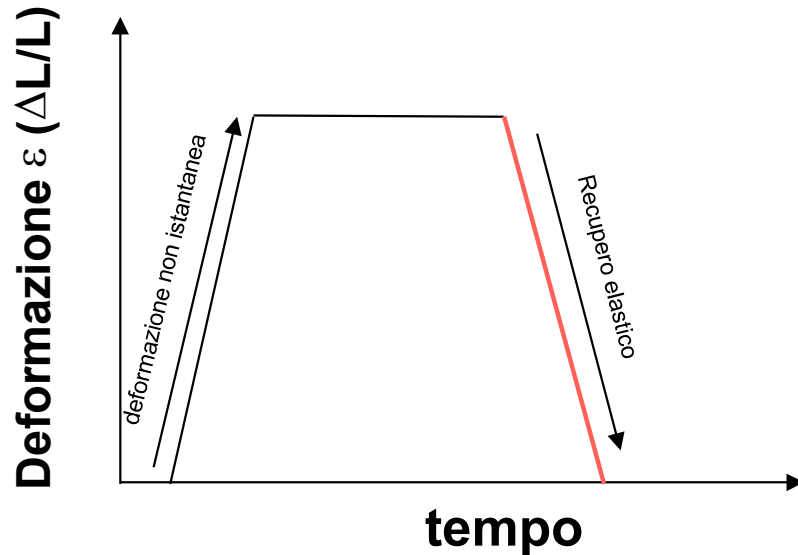
Solido di Hooke

Sotto l'azione di una forza costante applicata *'istantaneamente'* i solidi accumulano energia ($\tau \times \Delta L$) e non si rilassano $\tau = k$ (conservano energia), o meglio si rilassano in tempo infinito. Se la forza viene rimossa rilasciano subito l'energia accumulata recuperando la forma.

(N.B. solo nella zona di elasticità lineare)

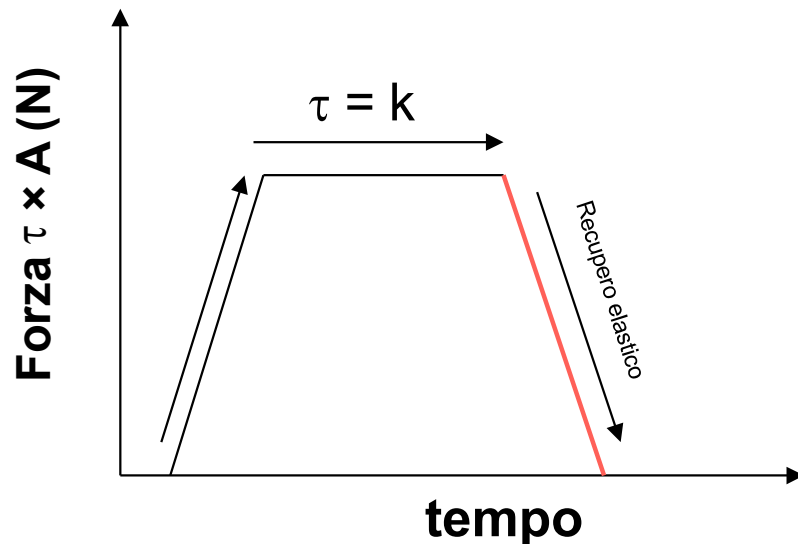
N.B. Condizione ideale: non è possibile applicare *istantaneamente* una forza

Aspetti temporali della deformazione



Solido di Hooke

Se deformato un solido sotto l'azione di un pistone fino a raggiungere una deformazione ε , la deformazione non è istantanea, il solido accumula progressivamente energia. Recupera la deformazione applicata in tempi molto brevi se la forza viene rimossa in tempi ugualmente brevi.

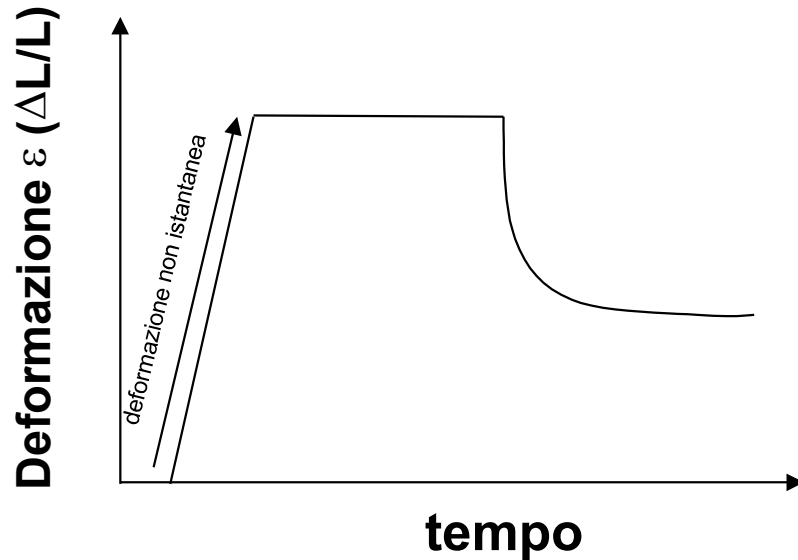


Solido di Hooke

Sotto l'azione di una deformazione crescente i solidi rispondono con forza crescente ed accumulano energia ($\tau \times \Delta L$). Se la forza viene rimossa molto velocemente, essi rilasciano l'energia accumulata altrettanto velocemente la forza si riduce a zero in tempi brevissimi.

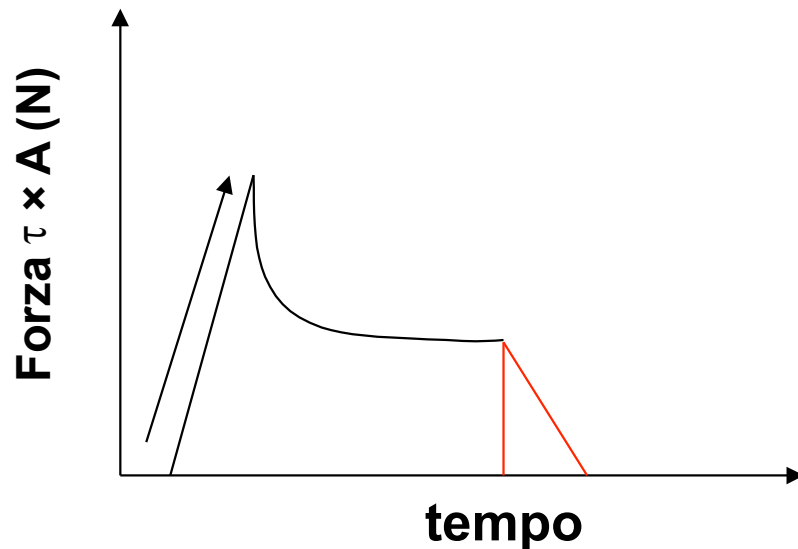
Se la forza viene rimossa progressivamente la riduzione della forza è progressiva.

Corpi non hookeiani (non elastico)



Non recuperano la deformazione

Sotto l'azione di una forza il solido accumula progressivamente energia fino a raggiungere una deformazione ε ma non recupera la deformazione applicata **in tempi brevi** anche se la forza è rimossa molto velocemente.



Rilassano le forze interne

Sotto l'azione di una deformazione crescente i solidi rispondono con forza crescente ed accumulano energia ($\tau \times \Delta L$). Se la deformazione viene mantenuta costante, essi comunque dissipano l'energia accumulata attraverso scorrimento.

Tempo di rilassamento

Tempo che un campione impiega per ridurre di circa la metà ($1/e \sim 63\%$) lo sforzo interno indotto dalla deformazione

Per un liquido: tende a zero

Per un solido elastico: tende all'infinito

I materiali possono essere classificati secondo il loro tempo di rilassamento

	Tempo di rilassamento (s)
Liquidi	$10^{-5} - 10^{-3}$
Viscoelastici (gel)	$10^{-3} - 10^2$
Solidi elastici	$10^2 - 10^5$

Tempo di rilassamento

Tempo che un campione impiega per ridurre di circa la metà lo sforzo interno indotto dalla deformazione

Per un liquido: tende a zero

Per un solido elastico: tende all'infinito

I materiali possono essere classificati secondo il loro tempo di rilassamento

	Tempo di rilassamento (s)
Liquidi	$10^{-5} - 10^{-3}$
Viscoelastici (gel)	$10^{-3} - 10^2$
Solidi elastici	$10^2 - 10^5$

Tempo di rilassamento

Le montagne scorrono di fronte al Signore

(Deborah, Antico Testamento, Salmi)

Ogni sistema può esibire comportamenti di tipo solido o liquido in funzione di:

- Tempo di rilassamento del materiale (acqua: 10^{-12} s; vetro 10^n s) (Λ)
- Scala temporale dell'osservazione o della deformazione (t)
- Numero di Deborah, $De = \Lambda/t$

Se la deformazione è veloce (Λ molto piccolo), De è piccolo: il materiale si comporta come liquido

Se la deformazione è lenta (Λ grande), De è grande: il materiale si comporta come solido

Tempo di rilassamento

Liquido
viscoso

Acqua che scorre in un canale

Una vetrata, nei secoli

Solido
elastico

Goccia d'acqua che impatta
una superficie

Una vetrata, in un giorno

Quando $De = 1$ (velocità di deformazione materiale = tempo di rilassamento caratteristico) il materiale si comporta come

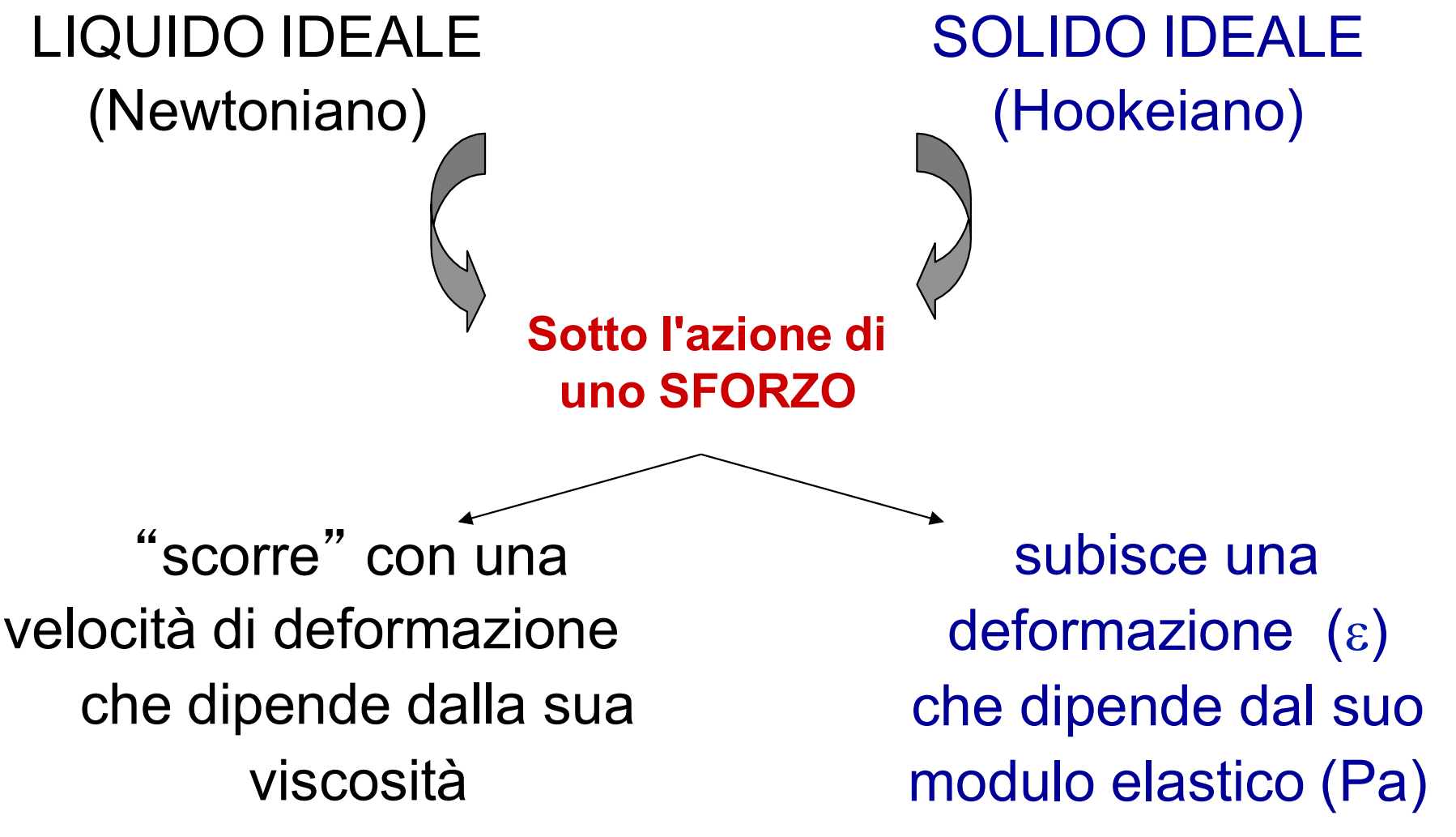
viscoelastico

In questo caso l'analisi del suo comportamento reologico è più complessa poiché devono essere definite le componenti elastiche e viscose, in funzione della velocità di deformazione

Comportamento della materia

LIQUIDO IDEALE
(Newtoniano)

SOLIDO IDEALE
(Hookeiano)



Sotto l'azione di
uno **SFORZO**

“scorre” con una
velocità di deformazione
che dipende dalla sua
viscosità

subisce una
deformazione (ϵ)
che dipende dal suo
modulo elastico (Pa)

Alimenti e viscoelasticità

- **In alimenti solidi esiste una componente viscosa:**
sforzi sufficientemente elevati determinano deformazioni irreversibili. Il recupero non è completo, né istantaneo
- **In alimenti liquidi esiste una componente elastica:**
quando lo sforzo viene rimosso si osserva, in tempi discreti, un parziale recupero delle deformazioni

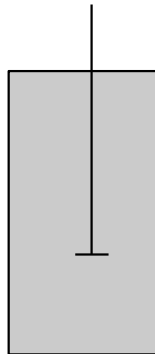
Comportamento della materia

LIQUIDO IDEALE
(Newtoniano)

SOLIDO IDEALE
(Hookeiano)

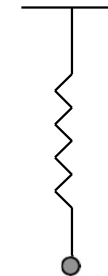
Al cessare dello
SFORZO

Non recupera la deformazione
“irreversibilità”



Rappresentazione grafica
“ammortizzatore”

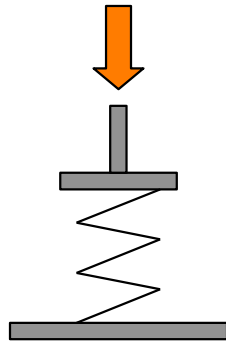
Recupera la deformazione
“reversibilità”



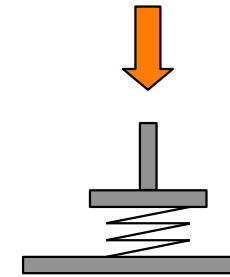
Rappresentazione grafica
“molla”

Viscoelasticità: modello di Maxwell

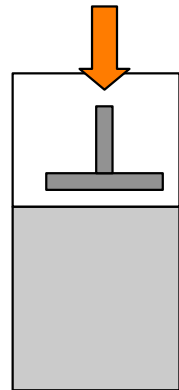
Solido
elastico



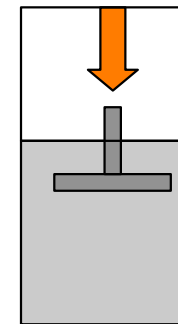
Si deforma -
recupera la
deformazione
(reversibile)



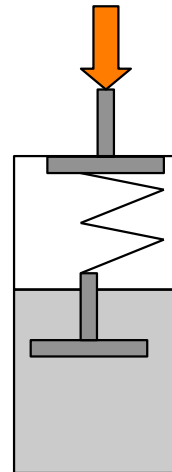
Liquido
viscoso



Scorre –
non recupera la
deformazione
(irreversibile)



Corpi reali
viscoelastici



**Modello di
Maxwell**

Rappresentazione in serie di
una molla ed un dissipatore