

Hold styr på viskositeten ved produktion af komplekse væsker

Med et nyudviklet måleinstrument kan kontrol af viskositet automatiseres.



Af Anders L. Østergård og Fridolin Okkels, Fluidan ApS

Hvor svært kan det være? Ret svært, faktisk! I malingproduktion må 10-60 procent af de producerede batches efterjusteres, fordi viskositeten ikke rammer plet i første forsøg. Ved kontinuert produktion af sæber og vaskemidler kan fabrikken lave mange tons, som ikke holder specifikationen, før processen bliver justeret ind - og i situationer med hyppige skift af recept, når man dårligt at få processen under kontrol, før den næste skal i gang.

Roden til problemet er variationer i

råvarer og procesforhold, som kan føre til uventede viskositetsudsving, selv om man følger præcist den samme recept som sidst. Og når den eneste måde man kan måle viskositeten på, er ved at udtage en prøve og hver gang bruge 15-90 minutter på at måle på offline-instrumenter, så kan man ikke etablere et effektivt kontrol-loop, hvor udsving hurtigt bliver opdaget og bragt under kontrol. Vi har udviklet et procesreometer (RheoStream), som åbner for helt nye kontrolmuligheder, da det fuldautomatisk måler produktets viskositet hvert 1-3 minut og videregiver måleværdien til fabrikens kontrolsystem.

Automatisk kapillarreometer til ikke-newtonske væsker

Der findes mange rigtig gode inline viskosimetre, som opfylder vigtige funktioner ved proceskontrol. Imidlertid er de bedst egnede til måling af newtonske væsker, som er kendetegnet ved, at viskositeten ikke varierer ved en ændring af forskydningshastigheden (shear rate). For mange tykke væsker (for eksempel maling) ændrer viskositeten sig med forskydningshastigheden. Viskositeten afhænger også af væskens temperatur (typisk 2-5 procent per °C), og da både den lokale forskydningshastighed og temperaturen kan variere omkring



Det nye kapillarreometer installeret i en malingfabrik.

det punkt, hvor et procesviskosimeter er installeret, vil sådan et instrument ikke måle væsken ved de standardbetingelser, som ligger til grund for produktspecifikationen.

I denne artikel fokuseres på måling af ikke-newtonske væsker, som er forskydningsfortyndende (shear thinning). For eksempel kan viskositeten af en maling være omkring 20 Pa·s ved en forskydningshastighed på 1 s⁻¹, men kun 0,1 Pa·s ved en forskydningshastighed på 1.000 s⁻¹.

Viskositet er en kritisk kvalitetsparameter for maling, og skal derfor kontrolleres for hver eneste batch. Der findes ingen procesinstrumenter, som måler maling-viskositet pålideligt, og derfor er industrien henvist til at lave manuelle målinger på prøver udtaget fra produktionen. Nogle fabrikker bruger meget simple målemetoder lokalt på fabriksgulvet, mens andre tager prøverne med på QC-laboratoriet og bruger egentlige reometre med god kontrol over temperatur og forskydningshastigheder. Med RheoStream stiles der mod at løse disse udfordringer, og dermed at gøre reologi

til en procesparameter, som kan kontrolleres og reguleres automatisk.

RheoStream er et fuldautomatisk kapillarreometer, som installeres på en stander tæt ved den tank eller det rør, hvor væsken skal måles (figur 1). Væsken flyder ind i instrumentet, som dermed kan overtage kontrollen af både forskydningshastighed og temperatur.

Kernen i reometeret er et kapillarrør med en differenstrykmåling. Viskositeten bestemmes som:

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad (1)$$

hvor η er viskositeten, σ er forskydningsspændingen og $\dot{\gamma}$ er forskydningshastigheden.

Forskydningsspændingen er proportional med det målte differenstryk. Forskydningshastigheden afhænger af væskens flydehastighed gennem kapillarrøret.

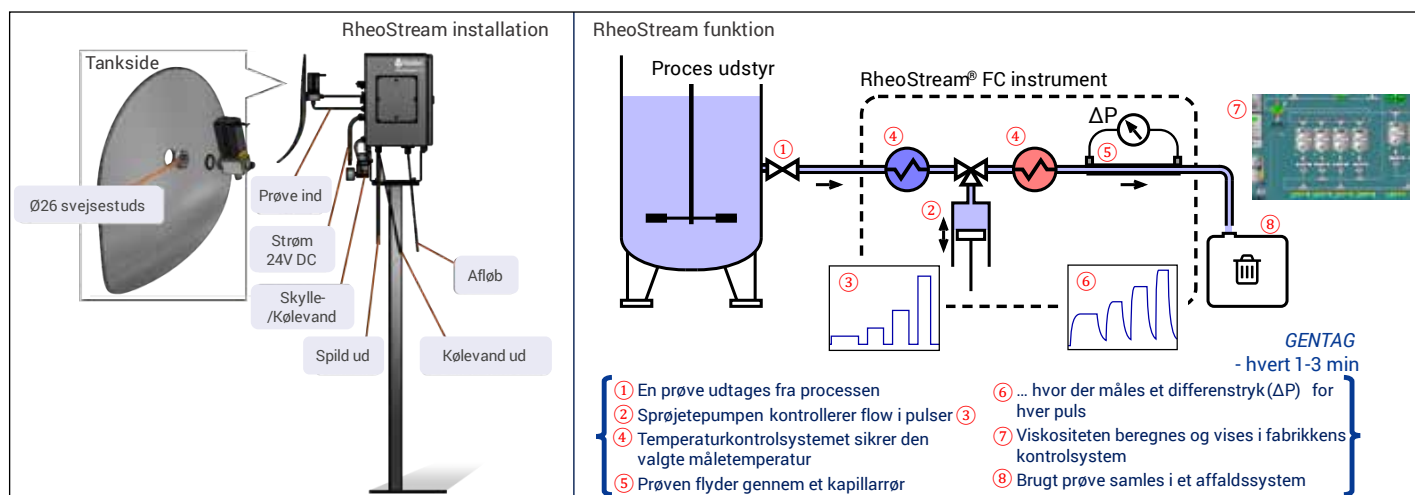
I RheoStream kontrolleres flydehastigheden af en sprøjtepumpe, og ved at variere pumpehastigheden kan målingen

omfatte et spænd af forskydningshastigheder. For eksempel er malingproducenter interesserede i viskositeten ved en lav forskydningshastighed (for eksempel under 10 s⁻¹), som er karakteristisk for lagring og langsom omrøring, og de er ofte også interesserede i viskositeten ved for eksempel 1.000 s⁻¹, som repræsenterer påføring med pensel eller rulle (figur 2, side 18). Instrumentet bliver derfor programmeret til at pumpe væsken gennem kapillarrøret i en sekvens af flydehastigheder, som dækker det spænd af forskydningshastigheder, som den enkelte bruger har behov for at analysere.

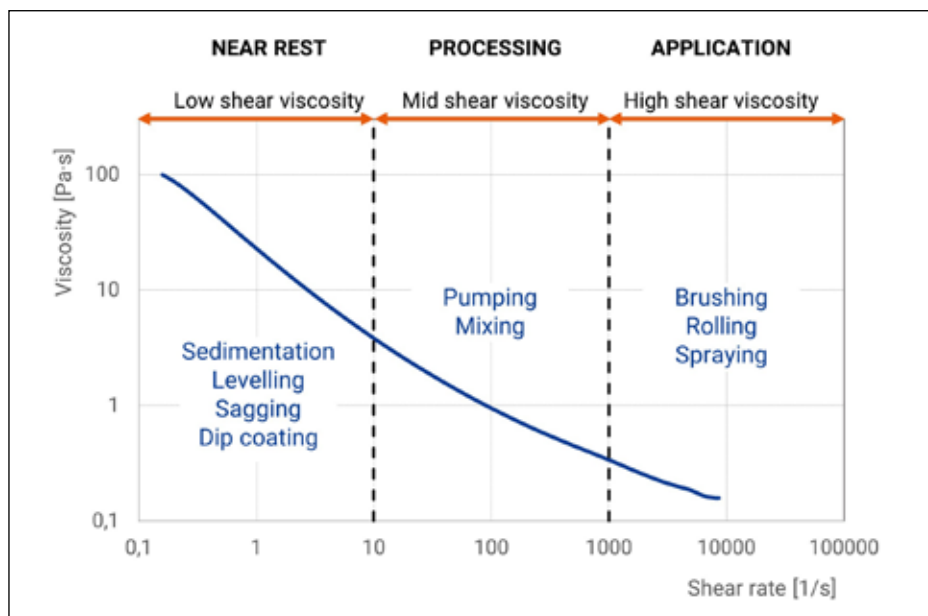
Måling af klæbemiddel i en kontinuert produktionsproces

En større producent af "hvid lim" opløser polyvinylalkohol (PVOH) i en kontinuert proces, som typisk holdes i gang i dage eller uger, herunder med flere skift af råvarebatch og leverandør. Producenten udtager i dag prøver cirka hver time, og de analyseres manuelt på QC-laboratoriet med et standard Brookfield viskosimeter. Der går typisk 45 minutter fra en prøve udtages, til resultatet foreligger, og der produceres flere tons i denne periode. Med RheoStream installeret måles viskositeten hvert 3. minut ved den ønskede forskydningshastighed. Den friske opløsning af PVOH er 60-70°C, når den suges ind i instrumentet, hvor et kølesystem sørger for, at temperaturen holdes på de ønskede 20±0,5°C. Figur 3, side 18, viser et forløb på cirka 2½ døgn (med enkelte stop).

Der ses generelt en god overensstemmelse med QC-metoden, som dog viser lidt større udsving, som tilskrives den manuelle håndtering af prøven og målingen, herunder at tiden fra prøveudtag til måling varierer en del. I den viste måleperiode var kapillarreometeret programmeret til at foretage en grundig



Figur 1. Sådan fungerer RheoStream.



Figur 2. Viskositet af maling og sammenhæng mellem typiske håndteringer og forhold omkring malingen og shear rate (forskydnings hastighed).

selv-skylning hvert 90. minut. Det giver korte ophold i den ellers kontinuerede strøm af viskositetsdata fra instrumentet (ses som stiplede linje uden x'er). Med det nye reometer kan producenten nu undgå de hyppige ture til QC-laboratoriet; de undgår at færdes i produktionsområdet, som er ATEX-zone (mulig eksplosionsfare), og først og fremmest opnår de at have nær-realtids information om viskositeten, så de kan justere opløsningsprocessen automatisk.

Måling af maling i en batchproces

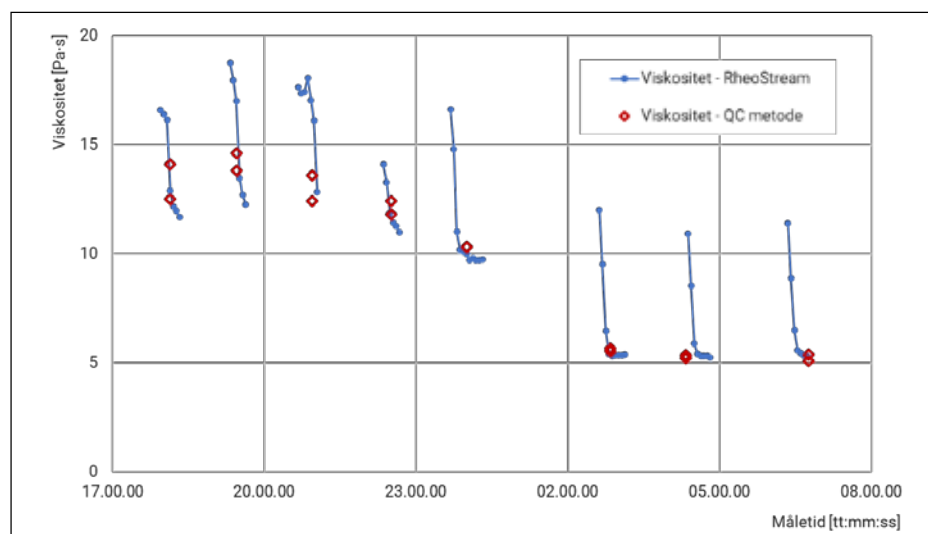
Batchproduktion af maling foregår ved sekventiel tilsætning af råvarerne i en blandetank. Viskositeten kontrolleres ved måling af samples bragt til QC-laboratoriet, når malingen er færdigblandet og er overført til en lagertank. RheoStream kan løbende monitorere viskositeten og kan dermed tillade operatørerne eller kontrolsystemet at færdigjustere batchens viskositet under de sidste tilsætninger af råvarer, hvor-

ved en efterfølgende, længerevarende justeringsproces af reologien helt kan undlades. Et eksempel er vist i figur 4 med målinger fra en testinstallation hos en international malingproducent.

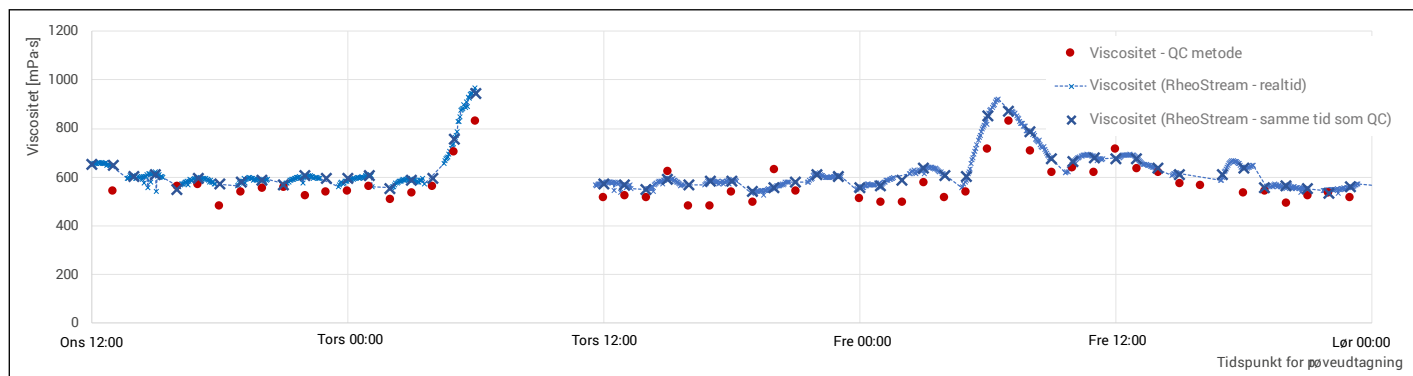
Her er reometeret installeret på en

blandingstank, hvor den følger ændringerne i viskositeten, mens de sidste ingredienser tilsættes undervejs i den afsluttende fortyndingsproces (blå serie). Malingproducentens egne viskositetsmålinger (dubletter) udtaget på cirka samme tid er tilføjet (røde romber). De målte viskositeter kan også erstatte manuelt målte QC-viskositeter. I eksemplet i figur 5 er instrumentet installeret i forbindelse med et recirkuleringssystem hos en anden malingproducent, hvorved viskositeterne fra indholdet i de tilknyttede blandetanke kan måles. Figuren viser målinger af en række forskellige batches med RheoStream-målingerne på den lodrette akse, sammenlignet med den nuværende manuelle QC-metode på den vandrette akse. Data på grafen stammer fra måling under produktion af 14 forskellige typer af maling.

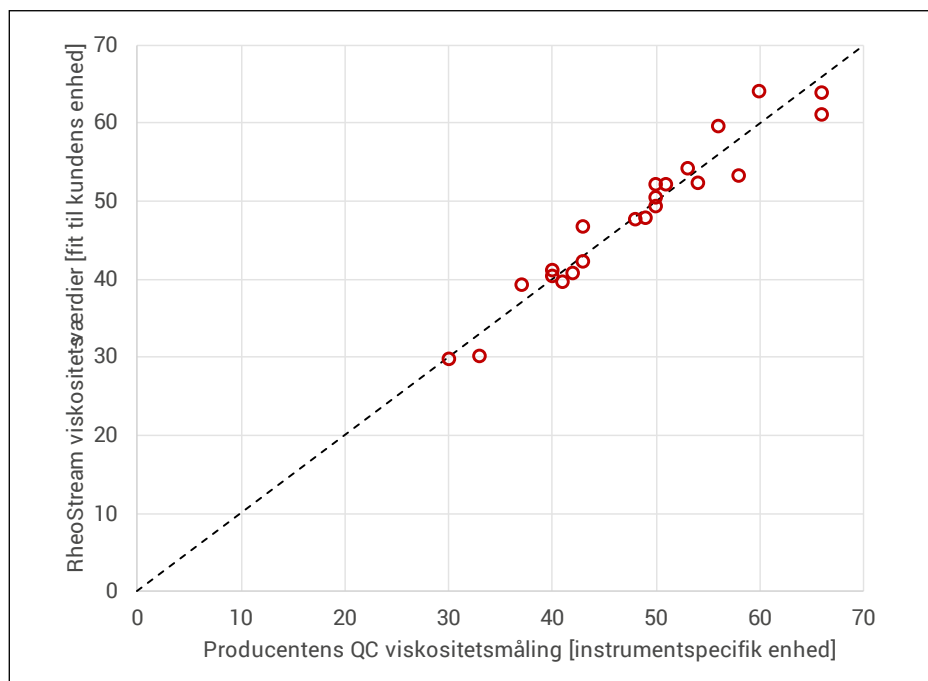
Den gode overensstemmelse viser, hvordan det nye reometer kan måle pålidelige viskositetsværdier over en stor gruppe forskellige malinger, og gør det muligt for producenten at erstatte den tidskrævende manuelle procedure og efterfølgende manuelle justering af viskositeten med en fuldautomatisk og langt hurtigere procedure. På DTU har The



Figur 4. Viskositeten af maling i den afsluttende fortyndingsfase. 8 batches.



Figur 3. Kontinueret viskositetsmåling i klæbemiddelproduktion.



Figur 5. Sammenligning af viskositet af maling målt med manuel QC-metode og med automatisk kapillareometer installeret i processen.

Hempel Foundation Coatings Science and Technology Centre (CoaST), som er en del af Kemiteknik, undersøgt en tidligere prototype af RheoStream. I et ph.d.-projekt blev målinger sammenlignet med laboratorie-reometer-målinger af en række modelmalinger med særligt fokus på tixotrope malinger [1].

Andre anvendelser

Procesviskosimetre anvendes i mange industrier, primært til monitorering af newtonske væsker. Hvis en produktionsvirksomhed i stedet har valgt at udtage prøver

løbende til manuel viskositetskontrol, er det et klart tegn på, at kontrollen af reologi er vigtig, og at normale viskosimetre ikke har været en løsning. Vi har her nævnt klæbemidler og maling som eksempler. Andre processer, som har lignende forhold, er fremstilling af blæk, hudplejeprodukter, flydende vaskemidler og sæber/shampoo samt visse fødevarerprocesser, for eksempel chokolade og ketchup.

E-mail:
Anders L. Østergård:
anders.ostergard@fluidan.com

■ Viskositet og reologi

Viskositet er et mål for en væskes modstand mod at flyde. Hvor tyk er væsken?

Reologi er en bredere term - karakterisering af deformation af materialer.

Viskositet er dermed en af flere parametre, som tilsammen beskriver en væskes flydeegenskaber.

Viskositet er forholdet mellem forskydningsspænding og forskydnings hastighed (ligning 1).

Newtonske væsker har samme viskositet ved alle forskydnings hastigheder: Kraften, som skal til for at forskyde, er proportional med forskydnings hastigheden (for eksempel omrøring). Eksempler er vand, olie og honning.

Mange væsker bliver tyndere (lavere viskositet), når de forskydes (for eksempel omrøres) hurtigere. Det gælder for eksempel maling, flydende vaskemidler og lotioner. Disse betegnes **ikke-newtonske**.

Når viskositeten af ikke-newtonske væsker skal måles, må man have styr på forskydnings hastigheden i sit måleudstyr.

Referencer

1. Shicong Luo, Claus Erik Weinell, Fridolin Okkels, Anders Landeira Østergård, Søren Kiil, *On-line, non-Newtonian capillary rheometry for continuous and in-line coatings production*; J. of Coatings Technology & Research; **18**, p. 611-626 (2021).



HUSK

Dansk Kemi kan også læses online

Få besked hver gang en ny udgave er tilgængelig.

Tilmeld dig på TechMedia.dk

Nyttig viden fra TechMedia