

**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

FAKULTA STROJNÍ

Ústav procesní a zpracovatelské techniky



DIPLOMOVÁ PRÁCE

Měření reologických vlastností kolagenní hmoty

Vedoucí práce: Ing. Jan Skočilas, Ph.D.

Bc. Jan Štípek

2019

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Štípek** Jméno: **Jan** Osobní číslo: **437306**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávající katedra/ústav: **Ústav procesní a zpracovatelské techniky**
Studijní program: **Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Procesní technika**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Měření reologických vlastností kolagenní hmoty

Název diplomové práce anglicky:

Measurement of the rheological properties of collagen matter

Pokyny pro vypracování:

Identifikace tokových vlastností materiálu obzvláště s nelineárními chováními, které se často vyskytují u potravin, je klíčovým krokem předcházející návrhu zařízení určených pro transport těchto látek. Cílem práce je měření reologických vlastností kolagenní hmoty na vytlačovacím kapilárním reometru. Proveďte měření pro tři velikosti přímé obdélníkové kapiláry a dvě velikosti konvergentní a divergentní kapiláry a vyhodnoťte naměřená data.

Dílčí cíle:

- 1) Proveďte literární rešerši zaměřenou na vlastnosti kolagenní hmoty.
- 2) Proveďte měření na kapilárním reometru.
- 3) Zpracujte experimentální data vlastním programem.
- 4) Vyhodnoťte viskoelastické vlastnosti kolagenní hmoty.

Seznam doporučené literatury:

COGSWELL, F. N. Converging flow of polymer melts in extrusion dies. *Polymer Engineering and Science* [online]. 1972, 12(1), 64-73.
MACOSKO, Christopher W. *Rheology: principles, measurements, and applications*. New York: VCH, c1994. ISBN 1560815795.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:


Ing. Jan Skočilas, Ph.D., ústav procesní a zpracovatelské techniky FS


Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:


Datum zadání diplomové práce: **23.04.2019**

Termín odevzdání diplomové práce: **07.06.2019**

Platnost zadání diplomové práce: _____


Ing. Jan Skočilas, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce


prof. Ing. Tomáš Jikout, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

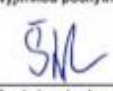

prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

30-04-2019

Datum převzetí zadání


Podpis studenta

Anotační list

Jméno autora: Jan Štípek

Fakulta: Fakulta strojní

Zadávací ústav: Ústav procesní a zpracovatelské techniky

Studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Procesní technika

Rok: 2019

Název diplomové práce: Měření reologických vlastností kolagenní hmoty

Název diplomové práce anglicky: Measurement of the rheological properties of collagen matter

Vedoucí práce: Ing. Jan Skočilas, Ph.D.

Bibliografické údaje: Počet stran: 117

Počet obrázků: 58

Počet tabulek: 35

Klíčová slova: reologie; kolagen; viskoelasticita; vytlačovací kapilární reometr

Key words: Rheology; collagen; viscoelasticity; slit rheometer

Anotace:

Tato diplomová práce se zabývá studiem reologických vlastností kolagenní hmoty používané v potravinářském průmyslu. V experimentální části je kolagen proměřován na kapilárním vytlačovacím reometru. Nejprve je vytlačován skrze obdélníkové kapiláry s neměnnými rozměry, poté skrze kapiláry s proměnnou výškou, tzv. konvergentní-divergentní. Cílem práce je zjistit reologické vlastnosti kolagenu a vyhodnotit jeho viskoelastické vlastnosti. Práce by zároveň měla sloužit jako metodická příručka pro další zkoumání viskoelastické.

Abstract:

This diploma thesis studies rheological properties of the collagen matter used in the food industry. In the experimental part of the thesis, the collagen is measured by the capillary rheometer. First, the collagen is extruded by the rectangular slit with constant proportions and also by the convergent-divergent wedge slit. The objectives of the diploma thesis are to determine rheological properties of the collagen and to evaluate its viscoelastic properties. The methodology of viscoelastic parameters assessment is presented.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval zcela samostatně a k její tvorbě použil pouze podklady uvedené v příloženém seznamu literatury.

Nemám závažný důvod proti užití tohoto školního díla ve smyslu § 60 Zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Praze dne 7.6. 2019

.....

Podpis

Poděkování

Rád bych tímto poděkoval Ing. Janu Skočilasovi, Ph.D. za odborné vedení diplomové práce, za věcné rady při konzultacích a pomoc s vyhodnocováním experimentálních dat. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Jaroslavu Štanclovi, Ph.D. za pomoc při experimentu.

Obsah

Seznam použitých zkratk a symbolů.....	9
1 Úvod.....	12
2 Teoretická část.....	14
2.1 Reologie	14
2.2 Rozdělení tekutin	15
2.3 Newtonské látky.....	15
2.4 Nenevtonské látky.....	17
2.4.1 Časově nezávislé látky.....	20
2.4.2 Časově závislé.....	23
2.4.3 Viskoelastické látky.....	24
2.4.3.1 Matematické modely používané pro popis viskoelastického chování ..	25
2.4.3.2 Měření viskoelastických látek.....	29
2.4.4 Typy reometrů.....	35
2.4.5 Chování viskoelastických látek	38
2.4.5.1 Jet swell.....	39
2.5 Kolagen	42
2.5.1 Využití kolagenu.....	42
2.5.2 Struktura kolagenu.....	42
2.5.3 Extrakce kolagenu.....	44
2.6 Shrnutí poznatků z teoretické části	45
3 Experimentální část.....	47
3.1 Metodika měření	47
3.2 Postup měření.....	51
3.3 Měření vlhkosti vzorků	54
3.4 Vyhodnocování rovinných kapilár.....	56
3.4.1 Odvození závislosti průtoku na tlakové ztrátě.....	58
3.4.2 Výsledky z minulých let	60
3.4.3 Problémy při vyhodnocování dat.....	60
3.4.4 Vypočtené hodnoty	63
3.5 Vyhodnocování viskoelastických vlastností kolagenu.....	68
3.5.1 Vyhodnocování viskoelastivity pomocí jet-swellu	68
3.5.2 Měření kolagenu na kapilárách s proměnnou výškou	71

3.5.2.1	Kapilára 5	73
3.5.2.2	Kapilára 6	75
3.5.2.3	Modelování v programu ANSYS	77
3.5.2.4	Vyhodnocování kapiláry číslo 6	82
3.5.2.5	Vyhodnocování kapiláry číslo 5	91
3.5.3	Analytické vyhodnocování viskoelastivity	94
3.5.3.1	Výsledky analytického vyhodnocování	97
4	Zhodnocení	101
5	Závěr	106
6	Použitá literatura	107
	Seznam obrázků	110
	Seznam tabulek	112
	Příloha 1 – Odvození tlakové ztráty způsobené třecími silami	114
	Příloha 2 – Metodika zkoumání viskoelastických vlastností kolagenní hmoty	116

Seznam použitých zkratk a symbolů

τ	[Pa]	smykové napětí
μ	[Pa s]	dynamická viskozita
$\dot{\gamma}$	[s ⁻¹]	rychlost smykové deformace
ν	[m ² s ⁻¹]	kinematická viskozita
ρ	[kg m ³]	hustota
η_{ap}	[Pa s]	zdánlivá viskozita
K	[Pa s ⁿ]	koeficient konzistence
n	[-]	index toku
τ_0	[Pa]	mez toku
μ_{pl}	[Pa s]	plastická viskozita
G	[Pa]	Youngův modul pružnosti ve smyku
γ	[-]	deformace materiálu
λ	[s]	relaxační doba
t	[s]	čas pozorování
De	[-]	Debořino číslo
σ	[Pa]	napětí
γ_e	[-]	elastická deformace
γ_d	[-]	zpožděnou elastickou deformaci
γ_v	[-]	nevratná vazká deformace
γ_0	[s ⁻¹]	amplituda deformace
ω	[s ⁻¹]	úhlová rychlost otáčení
f	[s ⁻¹]	frekvence otáčení
δ	[°]	ztrátový úhel
G'	[Pa]	elastický modul

G''	[Pa]	ztrátový modul
N_1	[Pa]	první diference normálového napětí
N_2	[Pa]	druhá diference normálového napětí
p	[Pa]	tlak
X	[%]	vlhkost
S	[%]	obsah sušiny
K	[Pa.s ⁿ]	koeficient konzistence
n	[-]	index toku
\dot{V}	[m ³ /s]	objemový průtok
H	[m]	výška štěrbin
W	[m]	šířka štěrbin
Dh	[m]	hydraulický průměr
τ_w	[Pa]	smykové napětí na stěně
D_e	[m]	průměr materiálu na výstupu z kapiláry
D	[m]	průměr kapiláry
W_e	[m]	šířka materiálu na výstupu z kapiláry
χ	[-]	míra nabobtnání materiálu
Wi	[-]	Weissenbergovo číslo
Re_{MR}	[-]	generalizované Reynoldsovo číslo
Re_k	[-]	kritická hodnota Reynoldsova čísla
S_{pist}	[m ²]	průřez vytlačovacího pístu
S_{kap}	[m ²]	průřez kapiláry
u_{pist}	[m/s]	rychlost pohybu pístu
$u_{kolagen}$	[m/s]	rychlost toku kolagenu v kapiláře
φ	[°]	úhel konvergence štěrbin
P_s	[Pa]	tlaková ztráta způsobená smykovým třením

P_E	[Pa]	tlaková ztráta způsobená elongací materiálu
h_0	[m]	výška kapiláry na vstupu
h_1	[m]	výška kapiláry na výstupu
$\dot{\epsilon}$	[s ⁻¹]	rychlost deformace způsobená elongací
ξ	[Pa.s]	zdánlivá viskozita
$(\sigma_{E1})_{AVR}$	[Pa]	napětí vzniklé v materiálu jeho elongací
T	[m]	šířka elementu

SD směrodatná odchylka (standart deviation)

CFD numerické modelování proudění (computational fluid dynamics)

1 Úvod

Tato diplomová práce se zabývá reologickými vlastnostmi kolagenu, jejich experimentálním měřením, vyhodnocením a analýzou pomocí matematických modelů se zaměřením na viskoelasticitu. Práce studuje proces výroby kolagenových obalů, které se využívají v potravinářství, konkrétně pro výrobu párků či jiných uzenin. První část práce se věnuje teorii reologie, její historii i současnému pojetí. Dále se práce zabývá základním rozdělením tekutin, přičemž zvláštní důraz je kladen na popis látek nenewtonských, zejména samotného kolagenu spadajícího do oblasti viskoelastických látek. V druhé části práce, experimentální, jsou použity znalosti z části teoretické k popsání metodiky a k naměření reologických vlastností kolagenu na vytlačovacím reometru. Data získaná z reometru jsou vyhodnocována pomocí mocninného modelu s využitím počítačového programu Matlab.

Kolagen je nejrozšířenější protein v lidském těle, uvádí se, že dokonce 30 % proteinů lidského těla je tvořeno kolagenem [1]. Z přítomnosti kolagenu v lidském těle je zřejmá jedna z jeho důležitých vlastností, biokompatibilita, což vybízí k jeho používání v lékařství a potravinářství. Přestože je v těchto oblastech v dnešní době hojně používán, jeho reologické vlastnosti stále nejsou zcela známy. Jejich znalost je důležitá například při výrobě cévních náhrad nebo zkoumání vlivu aditiv na vlastnosti kolagenové hmoty, tzv. crosslinking [1]. Reologické vlastnosti jsou důležité i pro použití v potravinářství, což je i zaměřením této práce. Jak bylo výše zmíněno, testovaný materiál se používá na výrobu obalů pro uzeniny. Dříve se pro tento účel používala živočišná střeva, ovšem s nárůstem poptávky po uzeninách se jako náhražka uchytil právě kolagen. Kolagen je pro tyto účely ideálním řešením - jednak kvůli zmíněné biokompatibilitě, při požití totiž nesmí negativně reagovat s lidským organismem, dále má dostatečnou pevnost a některé jeho druhy jsou schopné odolávat vyšším teplotám.

Kolagen, strukturou připomínající spíše těsto, je viskoelastická nenewtonská kapalina. V inženýrské praxi se kolagen popisuje jako pseudoplastická látka, a lze ho tudíž popsat pomocí mocninného modelu, který je pro dané aplikace postačující.

Pro zjištění reologických vlastností vzorků látek podobných kolagenu se nejčastěji využívají vytlačovací reometry. Často se také používá označení kapilární reometr nebo

slit reometr, což by se dalo z anglického originálu přeložit jako šterbinový vytlačovací reometr. Takovýto přístroj je použit i v experimentální části této práce.

Na téma reologické vlastnosti kolagenu o vysoké hmotnostní koncentraci nejsou v současné době žádné studie. Bylo publikováno mnoho článků, ve kterých byly zkoumány tokové vlastnosti kolagenu, ale vždy se jednalo o mnohem menší koncentrace než v případě materiálu proměřovaného v této práci, kdy je koncentrace rovna 7,8 % [2, 3].

Jediné dohledatelné práce zkoumající stejné hmotnostní zastoupení kolagenu jsou práce Ing. Jana Skočilase, Ph.D a jeho týmu, kde se koncentrace pohybovala v rozmezí 6–10 % [1, 4].

Experimentální část této diplomové práce je rozdělena na dvě části. Cílem první je ověření dat naměřených v roce 2016 [4], v druhé části dojde k proměření vzorků na nově vyrobených kapilárách s proměnným průřezem s cílem popsat viskoelasticitu kolagenu.

Jelikož se jedná o zcela nový přístup zjišťování viskoelasticity materiálu, jsou v experimentální části některé metody výpočtů pouze naznačeny. Práce by měla sloužit jako příručka pro budoucí zkoumání viskoelasticity, cílem práce by také mělo být posouzení současných metod měření a případné navržení metod nových.

2 Teoretická část

2.1 Reologie

O reologii jako samostatném vědním oboru se hovoří od 20. let 20. století. Označení reologie se objevilo poprvé od amerického vědce E. C. Bingham, který vyčlenil reologii jako studium deformace a toku materiálů. Na základě této formulace byla ve Spojených státech amerických v roce 1929 založena společnost *The society of Rheology* [5]. Bylo zřejmé, že pro všechny látky nemůže platit přímá úměrnost mezi napětím a deformací. Klasická teorie pružnosti i klasická hydrodynamika se na některé látky nedají aplikovat.

Název reologie je odvozen z řeckého sloganu Herakleita z Efesu, později [6] vysloveného Platonem, a sice *Panta rhei*, neboli *Všechno plyne* (teče). Z toho je tedy zřejmý i závěr a tehdejší uvažování vědců zakládajících tento obor, tedy že nelze striktně rozlišovat kapaliny a pevné látky, a tudíž je u kapalin nutné uvažovat částečné vlastnosti pevných látek (elastické chování). Stejně tak u pevných látek je třeba brát v úvahu vlastnosti kapalin (viskózní chování - tečení), což odpovídá výše zmíněnému *panta rhei*. I přes to, že by podle těchto předpokladů nemělo docházet k dělení na reologii kapalin, respektive reologii pevných látek, opak je skutečností. Je tomu tak proto, že u některých látek je elastické chování, respektive tečení, tak malé, že se dá bez problémů zanedbat. [5]

K rychlému rozvoji v oblasti reologie začalo docházet od druhé poloviny 20. století, a to především díky rozmachu používání polymerních materiálů. U těchto materiálů bylo nutné znát jejich reologické vlastnosti potřebné k návrhu technologických postupů a výrobních zařízení. Na základě pokročilých studií v této oblasti je současná reologie definována jako vědní obor mechaniky kontinua zkoumající vztahy mezi deformacemi v látkách a napětím na ně působící. [5, 7]

2.2 Rozdělení tekutin

Pojem tekutiny je souhrnným názvem pro kapaliny a plyny [7]. Tekutiny se obecně dají rozdělit podle dvou základních kritérií. U prvního kritéria se zkoumá a porovnává reakce tekutiny na vnější tlakové zatížení. Podle reakce na vnější silové působení se tekutiny rozdělují na stlačitelné a nestlačitelné. Stlačitelné tekutiny jsou logicky takové, které svůj objem při působení tlaku mění, kdežto nestlačitelné naopak. Mezi stlačitelné se zařazují převážně plyny. Kapaliny bývají považovány za nestlačitelné a větší důležitost je u nich kladena na druhou možnost dělení tekutin, a sice na kritérium zkoumající jejich reakce na smykové napětí. Podle průběhu této reakce se tekutiny dělí na newtonské a neneutonské.

- Dělení tekutin podle působení vnějších tlakových sil
 - Stlačitelné
 - Nestlačitelné
- Dělení tekutin podle reakce na působení smykového napětí
 - Newtonské
 - Neneutonské

2.3 Newtonské látky

Newtonská látka je taková látka, která se řídí zákonitostmi Newtonova zákona viskozity, jenž definuje vztah mezi napětím a rychlostí deformace. Pro nestlačitelnou newtonskou tekutinu při uvažování laminárního toku platí, že výsledné smykové napětí je přímo úměrné smykové rychlosti a viskozitě média. V Newtonově viskozitním zákoně je viskozita chápána jako materiálová konstanta. Jeho zápis je následující:

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \tag{1}$$

kde:

τ [Pa] je smykové napětí

μ [Pa s] je dynamická viskozita

$\dot{\gamma}$ [s^{-1}] je rychlost smykové deformace

Dynamická viskozita je vlastnost materiálu určující jeho rychlost deformace. Jinak řečeno: viskozita je velikost odporu toku materiálu. Je-li viskozita velká,

hovoříme o vazkém materiálu, je-li naopak viskozita nulová, hovoříme o nevazké tekutině, tzv. supertekutině. [7, 8]

Jak je z názvu patrné, newtonské látky jsou pojmenovány podle Isaaca Newtona, který jako první popsal onu diferenciální závislost smykového napětí τ na smykové rychlosti $\dot{\gamma}$. Smyková rychlost neboli rychlost smykové deformace je v tomto případě chápána jako rychlostní gradient ve směru kolmém ke směru smykového napětí [5].

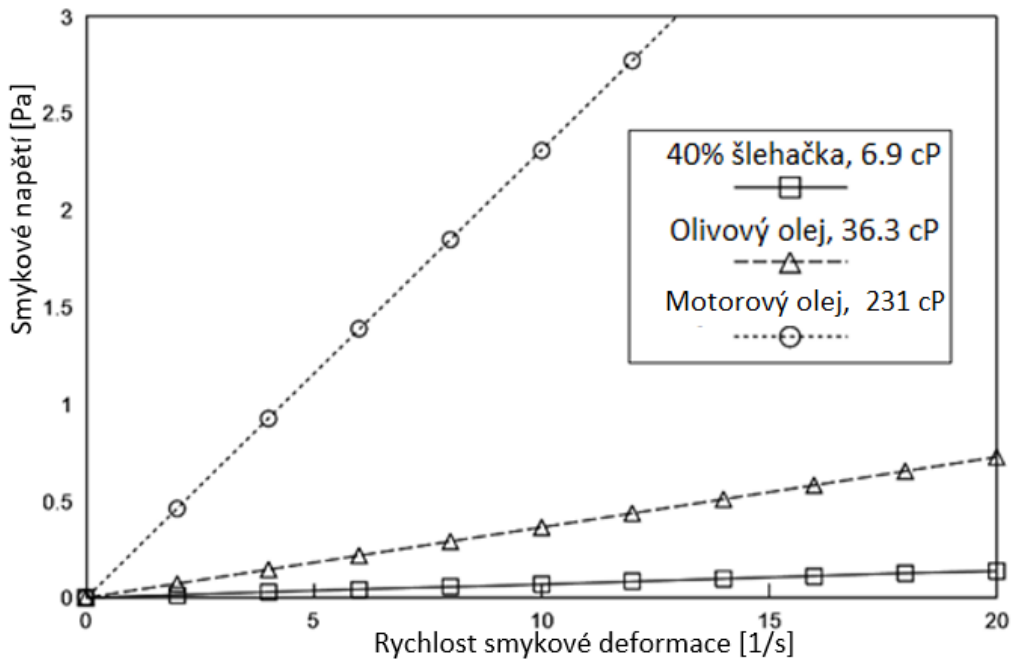
$$\dot{\gamma} = \frac{du}{dx} \quad (2)$$

Pro newtonské kapaliny je dynamická neboli smyková viskozita materiálovou konstantou. Dynamickou viskozitu je třeba odlišovat od viskozity kinematické ν [m^2s^{-1}], která se vypočte jako podíl dynamické viskozity a hustoty látky:

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (3)$$

Viskozita média závisí na materiálu, teplotě a tlaku, nezávisí ovšem na smykovém napětí nebo smykové rychlosti. Viskozita je definována jako poměr smykového napětí na smykové rychlosti. Pro případ newtonských látek je tedy její hodnota při neměnném tlaku a teplotě konstantní. Graficky se závislost smykového napětí na rychlosti smykové deformace zakresluje do tzv. reogramů.

Na reogramu (viz Obrázek 1) je vyobrazená charakteristika pro některé newtonské kapaliny, konkrétně pro ricinový olej, olivový olej a šlehačku. Je zřejmé, že směrnice přímky popisující závislost mezi smykovým napětím a rychlostí deformace se zvětšuje s rostoucí viskozitou média. Dynamická viskozita jednotlivých médií je v tomto případě uvedena v amerických jednotkách, cP (centipoise). Základní jednotkou je 1 P (poise), který je pojmenován podle francouzského fyzika Jean-Louise-Marie-Poiseuilleho, který se zabýval výzkumem proudění tekutin. S uváděním viskozity v cP se setkáváme poměrně často, převod na evropské jednotky Pa.s je ovšem triviální: 1 cP = 1 mPa.s, což je přesně hodnota viskozity čisté vody při teplotě 20,2°C. [9]



Obrázek 1: Reogramy pro typické newtonské látky [6]

V reálném světě se newtonské látky nevyskytují, hovoří se pouze o látkách, jejichž chování je dostatečně podobné, a tudíž je s nimi počítáno, jako by byly newtonské. Za newtonské látky můžeme ve výpočtech považovat některé plyny a vodu či složeniny na bázi vody (např. viz výše zmíněné oleje).

2.4 Nenewtonské látky

Odlišnost nenewtonských látek je patrná hned při pohledu na jejich reogram neboli závislost rychlosti smykové deformace na smykovém napětí (viz Obrázek 3). Tato závislost není lineární, jako tomu je u newtonských látek. Viskozita není za daného tlaku a teploty konstantní. Závisí však na podmínkách toku, mezi které se řadí geometrie systému, kterým médium protéká, velikost smykového napětí nebo toková paměť tekutiny. [1]

U nenewtonských látek nelze pro popis závislosti mezi smykovým napětím a rychlostí smykové deformace použít tak triviální vztah, jako tomu bylo u popisu newtonských látek (viz (1)), protože viskozita je v tomto případě proměnná. Lze ovšem vztah přepsat do tvaru:

$$\tau = \eta_{ap} \dot{\gamma} \quad (4)$$

kde η_{ap} [Pa.s] je tzv. zdánlivá viskozita. Zdánlivá viskozita se používá výhradně u popisu neneutonských látek a jedná se o viskozitu pro konstantní rychlost deformace, tedy pro konstantní průtok. Je-li tedy například znám reogram dané tekutiny, je možné pro danou rychlost smykové deformace, a tedy i pro dané smykové napětí, určit zdánlivou viskozitu. U newtonských látek je zdánlivá viskozita rovna viskozitě dynamické.

Data používaná k popisu celého spektra chování neneutonských látek je vzhledem k potřebnému širokému rozmezí smykových rychlostí velmi obtížné získat. Není možné získat takový rozsah dat při používání pouze jednoho reometru, a tak se často k měření a k získání charakteristiky dané látky používá více přístrojů, každý v jiném rozsahu smykových rychlostí. [10]

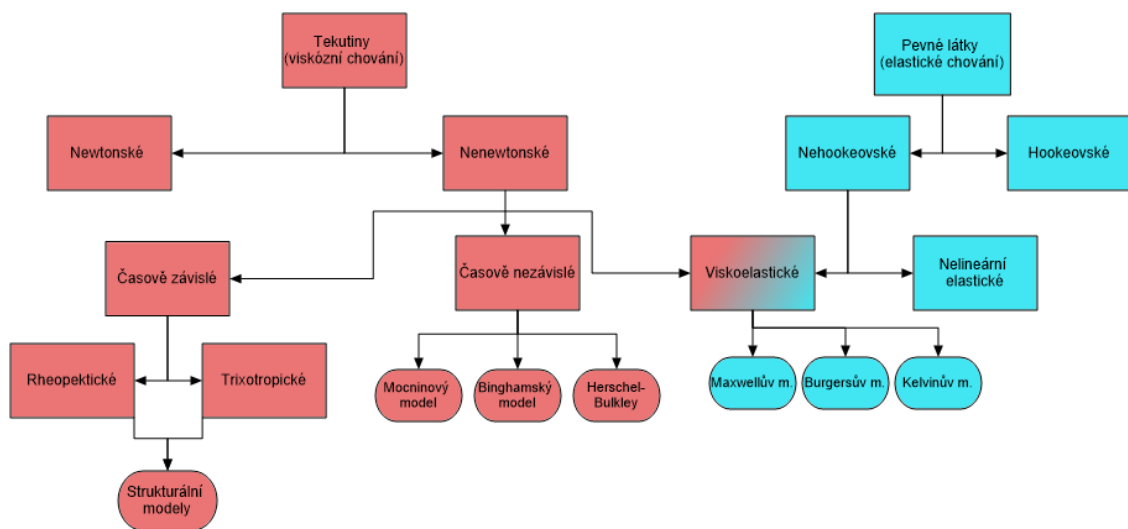
Neneutonské látky se dají rozdělit do 3 základních skupin [10]:

- **Časově nezávislé**
 - Tekutiny, pro které je smyková rychlost v jakémkoliv okamžiku dána pouze hodnotou smykového napětí ve stejném okamžiku
 - Čistě viskózní látky
- **Časově závislé**
 - Vztah mezi smykovým napětím a smykovou rychlostí závisí navíc na délce trvání smykového zatížení a kinematické historii tekutiny [10]
- **Viskoelastické**
 - Látky mající charakteristické chování jak ideálních tekutin, tak elastických pevných látek [10]
 - Látky, které vykazují částečně elastickou regeneraci po zatížení a deformaci [10]

Většina reálných materiálů vykazuje kombinaci vlastností spadajících do dvou, ba dokonce všech tří skupin. Nicméně vždy je možné určit dominující charakteristiku a podle ní dále uvažovat konkrétní typ neneutonské tekutiny [10].

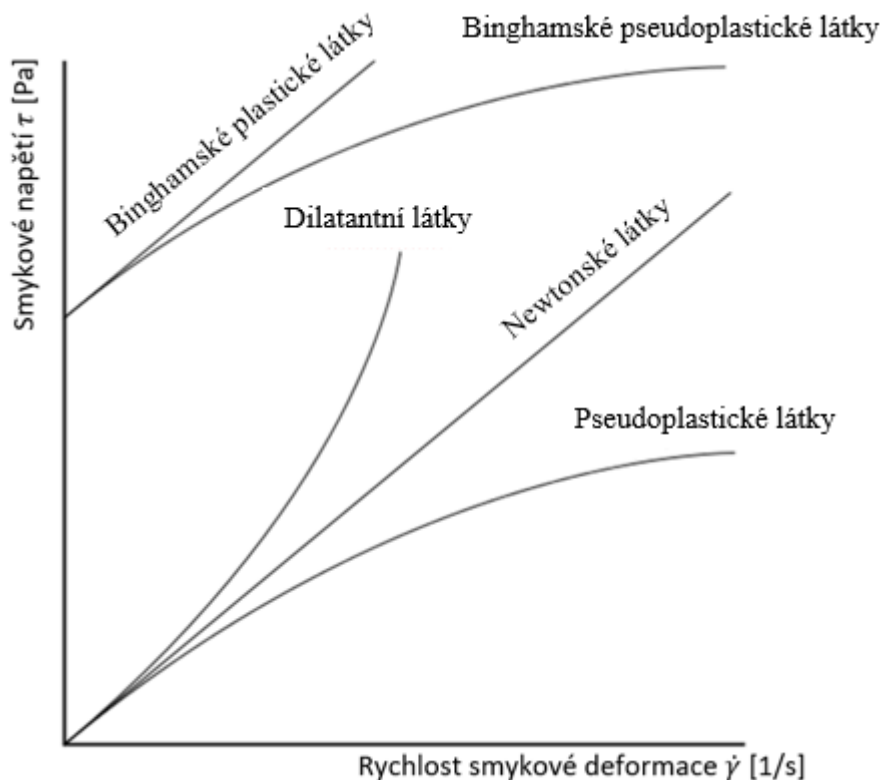
Na obrázku (viz Obrázek 2) je znázorněno základní rozdělení materiálů včetně modelů, které se používají k popisu jejich chování. V levé části stromového diagramu

jsou rozděleny kapaliny podle jejich reakcí na smykové zatížení na newtonské a nenevtonské. Pravou část diagramu tvoří látky pevné, které se dělí na hookeovské a nehoookeovské. Je zřejmé, že pomyslnou spojnicí mezi oběma částmi obrázku jsou látky viskoelastické, které mají vlastnosti jak pevných, tak i kapalných látek. Modely pro jejich popis, tedy Maxwellův, Burgersův a Kelvinův, budou dále podrobněji vysvětleny. Další modely, důležité pro popis látek a konkrétně i pro vyhodnocování této práce, jsou Power law model neboli mocninový a Herschel-Bulkleyho model, které se používají pro popis nenevtonských časově nezávislých látek.



Obrázek 2: Rozdělení materiálů včetně modelů používaných k jejich popisu [6]

2.4.1 Časově nezávislé látky



Obrázek 3: Reogram časově nezávislých nenewtonských látek [10]

S časově nezávislými látkami se setkáváme vcelku běžně, mezi klasické příklady z každodenního života patří například zubní pasta, koncentrát pomerančového džusu, ovocné pyré, kukuřičný škrob, jogurt nebo máslo [6]. V grafu (viz Obrázek 3) si můžeme všimnout různých druhů časově nezávislých látek, které se vyznačují rozdílnou závislostí mezi smykovým napětím a rychlostí smykové deformace. Kolagenní hmota se pro inženýrskou praxi nejčastěji popisuje právě jako pseudoplastická kapalina, pro její popis se používá mocninový nebo Herschel-Bulkleyho model, který se považuje za základní vztah pro obecný popis chování nenewtonských látek:

$$\tau = K(\dot{\gamma})^n + \tau_0 \quad (5)$$

kde:

K [$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$] představuje koeficient konzistence

n je index toku [-]

τ_0 [Pa] je mez toku, tedy minimální hodnota napětí nutná pro tok kapaliny

Herschel-Bulkleyho model je vhodný k použití pro všechny typy časově nezávislých newtonských látek. Pro pseudoplastické neboli mocninné látky je rovnice použitelná pro rozsah indexu toku od 0 do 1. Stejně tak lze popsat i látky dilatantní ($1 < n < \infty$) a binghamské ($n=1$). Při použití modelu pro binghamské látky se parametr K označuje jako plastická viskozita μ_{pl} .

Univerzálnost tohoto modelu dokazuje možnost jeho použití pro výpočet newtonských látek. Index toku $n = 1$ a koeficient konzistence K je v tomto případě nazýván dynamickou viskozitou μ a mez toku $\tau_0 = 0$ [6].

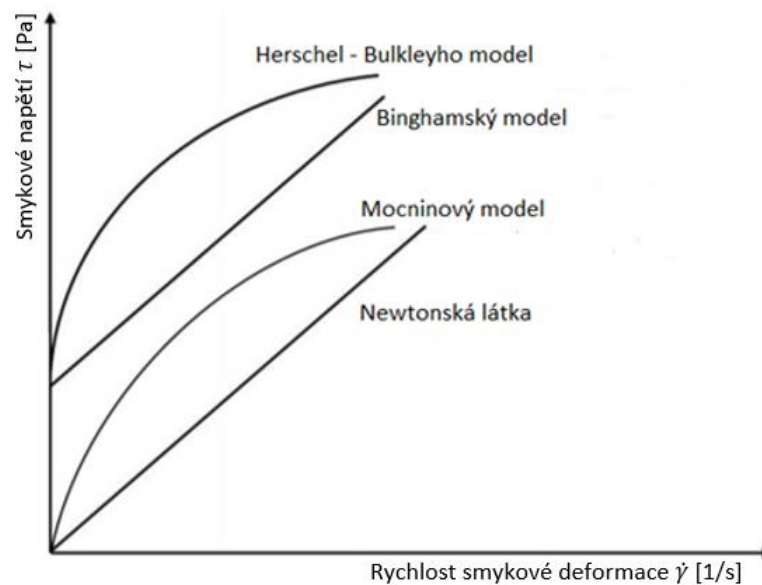
V rámci této práce je kolagen popisován pomocí mocninového modelu:

$$\tau = K(\dot{\gamma})^n \quad (6)$$

Oproti Herchel-Bulkleyho popisu materiálu se u mocninového modelu neuvažuje mez toku, $\tau_0 = 0$. Pro mez toku je charakteristické, že je-li napětí působící na daný materiál menší než je jeho mez toku, zůstává materiál v klidu, neteče. Tečení (plastická deformace materiálu) nastává až po jejím překročení. Mez toku je ekvivalentem meze kluzu z nauky o pevných látkách, po jejím překročení také dochází k trvalé deformaci materiálu.

Specifikem binghamských látek je, že pro malá napětí vykazují chování pevných látek. Jejich tok nastává až v okamžiku překročení hodnoty napětí τ_0 , která je označována jako mez toku (viz Obrázek 3). Tato skutečnost je v rozporu se základním tvrzením reologie uvedeným na začátku, že *všechno teče*. Barnes tento fenomén vysvětluje velmi vysokou viskozitou při nulové rychlosti deformace. Jako příklad uvádí sklo, které má viskozitu bez zatížení větší než 10^{18} Pa.s. Dáme-li i tomuto materiálu dostatečně dlouhý čas, můžeme pozorovat změny způsobené tokem materiálu. [6]

Výše zmíněné modely jsou pro lepší představu znázorněny v porovnání s newtonskou látkou v reogramu (viz Obrázek 4).

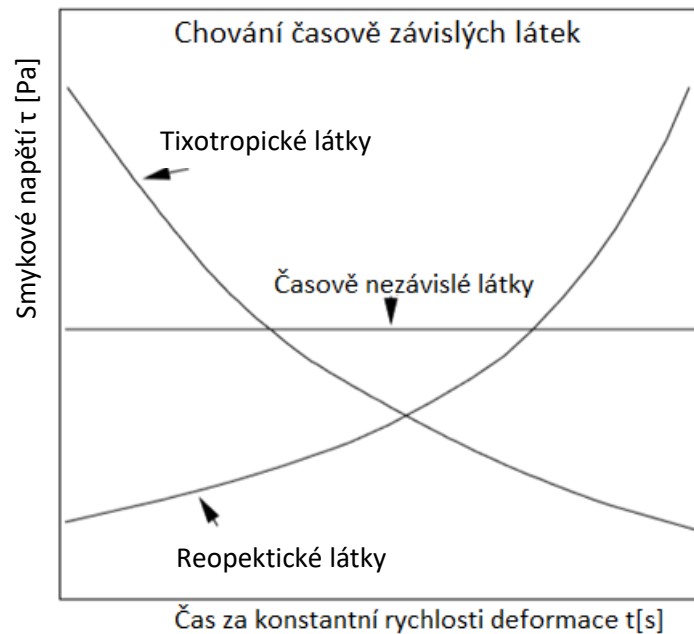


Obrázek 4: Porovnání modelů popisujících chování neneutonských látek [11]

Mocninové látky dále obsahují následující podskupiny látek. Dilatantní neboli shear-thickening a pseudoplastické alias shear-thinning (viz Obrázek 3). Z anglických názvů jsou patrné jejich základní charakteristické vlastnosti. Pseudoplastické materiály jsou nejběžnějšími neneutonskými látkami. Při zvyšující se rychlosti deformace u nich dochází ke snížení viskozity, tedy snížení odporu k toku. Typické pseudoplastické látky jako například kečup, zubní pasta nebo kolagen tečou pouze pokud je vystavíme působení vnějších sil, tedy u nich zvyšujeme rychlost deformace. Dilatantní látky se chovají opačně, při zvýšení rychlosti deformace se snižuje tok a zvyšuje se viskozita. Typickým příkladem je škrobová voda. [12]

2.4.2 Časově závislé látky

Časově závislé nenevtonské látky dělíme na 2 základní typy, látky tixotropické a reopektické. Typickým znakem pro tyto látky je růst, respektive pokles jejich smykového napětí v závislosti na čase při konstantní hodnotě rychlosti deformace (viz Obrázek 5). [6]



Obrázek 5: Reogram časově závislých nenevtonských látek [6]

2.4.3 Viskoelastické látky

Poslední skupinou neneutonských látek jsou látky viskoelastické. I když již bylo výše zmíněno, že kolagenní hmota se z inženýrského hlediska považuje za pseudoplastickou kapalinu, řadí se, stejně jako velké množství potravin, mezi látky viskoelastické. I z pouhého pohledu na kolagen zkoumaný v této práci je jasná jeho podobnost spíše pevné látce než kapalině, strukturou se jedná o látku připomínající těsto.

Pojem viskoelastické látky se začal objevovat v literatuře od roku 1943. Jak je patrné ze samotného názvu, jedná se o látky vykazující kombinaci viskózních a elastických vlastností. Jinak řečeno, jsou pro viskoelastické látky typické současně vlastnosti jak kapalin, tak pevných látek. [13]

Z nauky o pevnosti a pružnosti materiálů je známo, že do určitého zatížení jsou pevné látky dokonale elastické, v této oblasti (tedy od počátku zatížení až do meze kluzu) se řídí tzv. Hookeovým zákonem. Hookeova pevná látka je schopna ukládat energii a má nekonečnou paměť. Po odstranění zatěžující síly se těleso okamžitě vrací do původního tvaru. Hookeovské elastické pevné těleso může být chápáno jako limitní případ. [14]

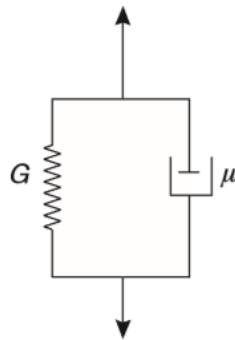
Druhý limitní případ byl již v této práci zmíněn. Jedná se o látky popsané Newtonovým zákonem, tzv. newtonské tekutiny. Tyto tekutiny nemají žádnou paměť a energii dissipují, nevratně jí přeměňují na jinou.

Mezi těmito dvěma “extrémy” se nachází oblast viskoelastických látek. Typická chování ideálních tekutin a ideálních pevných látek budou patrná v kapitole *Měření viskoelastických látek*.

Viskoelasticita se dělí na lineární a nelineární. Lineární viskoelastická chování jsou měřitelná například pomocí oscilačních nebo creepových testů. Nelineární viskoelasticita se projevuje typickým chováním látek (viz *Chování viskoelastických látek*) způsobeným diferencemi normálových napětí.

2.4.3.1 Matematické modely používané pro popis viskoelastického chování

Matematické rovnice pro popis reálných kapalin musí být velmi komplexní. Proto si reologie vytváří vlastní modely pro lepší charakterizaci látek a usnadnění výpočtů. Typickou vlastností viskoelastických látek spojenou s deformací je jejich charakteristika připomínající jak chování pevných látek, tak látek kapalných. K popisu chování viskoelastické látky používáme ekvivalenty, které reprezentují jejich typické chování. Proto k popisu viskoelastické látky používáme pružiny, které jsou chápány jako mechanický ekvivalent elastického chování, a tlumiče - mechanický ekvivalent čistě viskózního chování. Kombinací obou prvků vzniká několik modelů. Nejzákladnějším modelem je tzv. Kelvin-Voigtův model (viz Obrázek 6), často označovaný pouze jako Voigtův, který popisuje obecné chování pevných látek. Pružina a tlumič jsou v tomto případě zapojeny v sérii. [9]



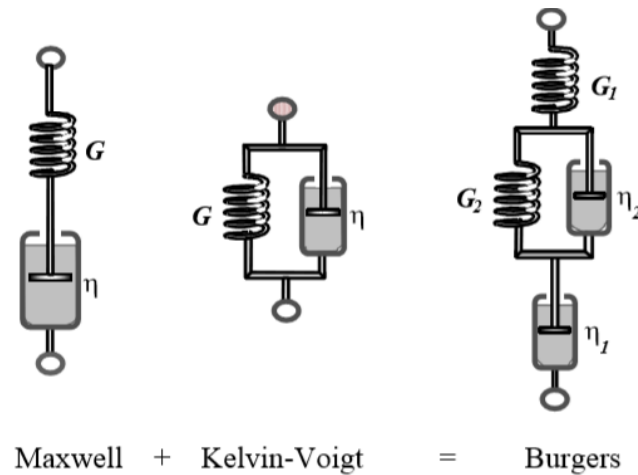
Obrázek 6: Kelvin-Voigtův model [10]

V druhém základním modelu, Maxwellově modelu (viz Obrázek 7), jsou členy zapojeny paralelně. Maxwellovým modelem popisujeme nestacionární proudění viskoelastických kapalin. [9]



Obrázek 7: Maxwellův model [10]

Pro popis reálných materiálů se často setkáváme s rozšířením těchto základních modelů, a sice paralelním spojením několika Maxwellových modelů nebo zapojením Kelvin-Voigtových modelů do série. Důležitým modelem pro popis chování reálných viskoelastických látek je Burgersův model vzniklý spojením Maxwellova a Kelvin-Voigtova modelu (viz Obrázek 8). [9]



Obrázek 8: Burgersův matematický model [9]

Pro pružinu popisující pevnou část materiálu platí rovnice Hookeova zákona pro smyk:

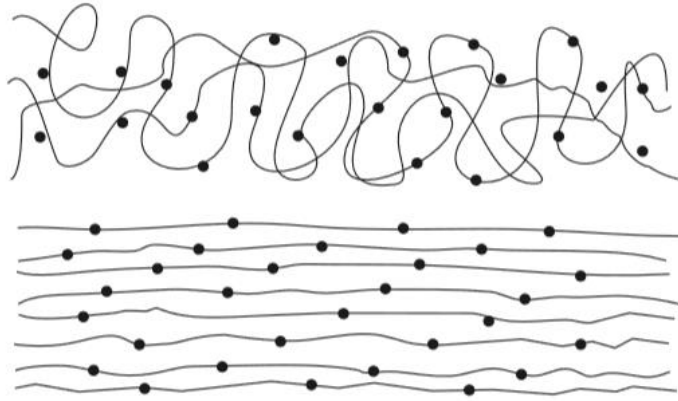
$$\tau = G \gamma \quad (7)$$

kde:

G [Pa] je Youngův modul pružnosti ve smyku

γ [-] je deformace materiálu

Pružina představuje elastickou část viskoelastického materiálu. Jak již bylo zmíněno, hookeovské látky mají paměť a jsou schopny ukládat energii. Pružina tedy popisuje chování uvnitř materiálu, reprezentuje systém v jeho mikrostruktuře, který je schopen ukládat energii. Může se jednat o vazby mezi molekulami, ideálním příkladem je aplikace takového zatížení na polymer, kdy dochází k natáhnutí jednotlivých vláken (viz Obrázek 9). [9]



Obrázek 9: Ukázka působení smykového napětí na makromolekulární strukturu [10]

Pro píst platí, že modeluje viskózní chování materiálu, tedy ideální newtonskou látku disipující energii. Píst se dá popsat rovnicí:

$$\tau_{12} = \mu \dot{\gamma} \quad (8)$$

Pro zjištění, zda je nutné u dané látky uvažovat její elasticitu, se užívá relaxační doba λ

$$\lambda = \frac{\mu}{G} \text{ [s]} \quad (9)$$

kde μ je dynamická viskozita látky a G je modul pružnosti ve smyku.

Zavádí se tzv. Debořino číslo, které je definované jako poměr relaxační doby λ na čase pozorování t :

$$De = \frac{\lambda}{t} \text{ [-]} \quad (10)$$

Pokud je hodnota Debořina čísla malá, chová se látka jako kapalina. Pokud je naopak Debořino číslo veliké (je vysoká relaxační doba materiálu), chová se látka jako elastická pevná.

K popisu viskoelasticity je možné použít také Weissenbergovo číslo Wi . Čím větší je hodnota Weissenbergova čísla, tím více je látka elastická. Naopak pokud $Wi = 0$, dá se prohlásit, že zkoumaný materiál nevykazuje elastické chování. Podle vztahu uváděného

Weinem [5] se dá Weissenbergovo číslo při dané rychlosti smykové deformace určit jako poměr normálového a smykového napětí.

$$Wi = \frac{N_1}{\tau_w} \quad (11)$$

kde: N_1 [Pa] je první diference normálových napětí

τ_w [Pa] je smykové napětí na stěně kapiláry

Další vztah pro výpočet Weissenbergova čísla uvádí Barnes [9], a sice jako součin relaxačního času s rychlosti deformace.

$$Wi = \lambda \dot{\gamma} \quad (12)$$

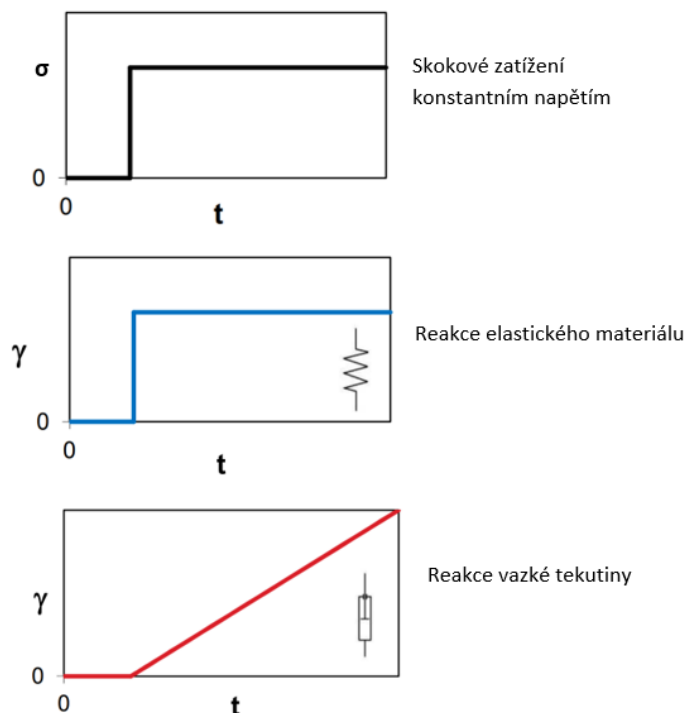
2.4.3.2 Měření viskoelastických látek

Měření viskoelastických látek se provádí pomocí několika testů. V této části jsou popsány dva z nejpoužívanějších, test creepový a test oscilační.

- **Creepový test**

Creepový test spočívá v okamžitém zatížení zkoumaného materiálu konstantním napětím a zkoumání deformace tím způsobené. Creep neboli tečení bylo definováno v metalurgii, kdy byly zjištěny velmi malé deformace i po dlouhém čase testování, proto se dnes creep test používá především ke zkoumání aplikací, kde dochází k působení velkých napětí po dlouhou dobu. Od zkoumání kovů se později po úpravě přístrojů přešlo i na zkoumání strukturovaných tekutin, např. zmrzlín nebo mýdel. Jedná se o nejjednodušší test při zkoumání reologických vlastností viskoelastických látek. [9]

Na následujících obrázcích (viz Obrázek 10) je jednoznačně vidět rozdíl v reakci materiálu na vystavení napětí mezi ideálně elastickým pevným tělesem a ideálně viskózní tekutinou. Konkrétně se jedná o grafy vykreslující závislost deformace materiálu v čase.

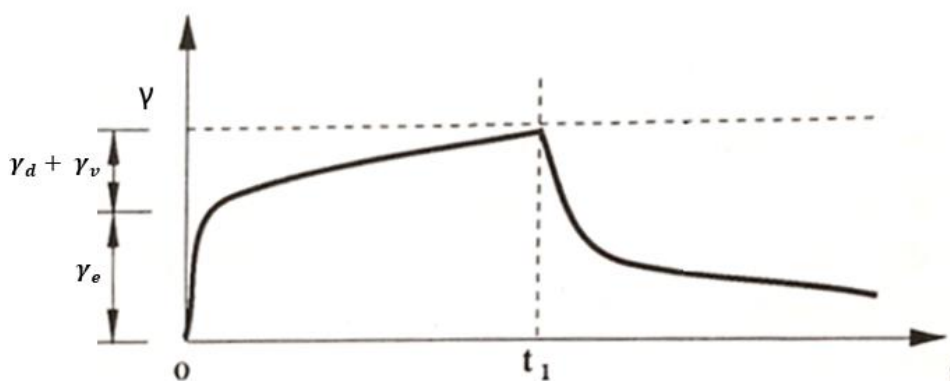


Obrázek 10: Typická reakce ideálních materiálů na skokovou změnu zatížení a následně na jeho uvolnění [13]

Deformace elastického materiálu nastává okamžitě po aplikaci napětí a ustanoví se na určité hodnotě deformace, která je dále při konstantním napětí neměnná. Stejně tak v čase, kdy dochází k odlehčení materiálu, se deformace ihned vrací na nulovou hodnotu. [13]

Reakce viskózní kapaliny na napětí je diametrálně odlišná. V čase $t = 0$ se začíná tekutina deformovat. Častěji se v souvislosti s tekutinami v literatuře místo termínu deformování uvádí, že tekutina začíná téci. Teče konstantní rychlostí, a odezva deformace je tedy úměrná času. S poklesem napětí se tekutina nevrací do původního stavu, protože jak bylo uvedeno výše, newtonské tekutiny nemají na rozdíl od hookeovských těles paměť. [13]

Závislost deformace na čase u viskoelastických materiálů by podle jejich definice měla být kombinací obou předchozích případů. Níže (viz Obrázek 11) si lze všimnout, že ihned po zatížení dochází k poměrně rychlé odezvě. S přibývajícím časem se křivka deformace mění, sklon se zmenšuje a při dostatečně dlouhém čase se hodnota deformace ustálí.



Obrázek 11: Typické chování viskoelastické látky při creepovém testu [13]

Při bližším pohledu na graf deformace za čas (viz Obrázek 11), který znázorňuje odezvu viskoelastického vzorku materiálu na zatížení konstantním napětím σ jsou zřejmé jednotlivé úseky, v nichž je reakce materiálu rozdílná. Prakticky ihned po zatížení se objevuje elastická deformace γ_e . V případě polymerů je tato deformace přisuzována napínání a deformování vazeb, zahrnující například deformaci Van der Waalsových vazeb v molekulových řetězcích. Elastická deformace γ_e je deformací vratnou. Dá se na ní pohlížet jako na ekvivalent Hookeova zákona pro

tekutiny. S přibývajícím časem se křivka deformace mění, sklon se zmenšuje. Literatura [9, 13] uvádí, že se jedná o tzv. zpožděnou elastickou deformaci γ_d . Z názvu elastická je patrné, že i zde dochází po odstranění napětí k regeneraci materiálu, nestane se tak ovšem ihned, jak je tomu u γ_e . Složka nevratné deformace γ_v se často zvyšuje lineárně, jak je tomu v případě vazkých látek.

Při odstranění napětí dochází nejprve k rychlé relaxaci díky odstranění elastické deformace γ_e , následuje postupná regenerace. Část deformace odpovídající viskóznímu toku zůstává. [13]

Výše popsané chování se dá matematicky popsat Burgersovým modelem (viz Obrázek 8), kdy je možné jednotlivé části rovnice přiřadit ke konkrétním druhům reakce materiálu na zatížení a zároveň k jejich mechanickým ekvivalentům v modelu.

Rovnici je možné zapsat ve tvaru [9]:

$$\frac{\gamma(t)}{\sigma} = \frac{1}{G_1} + \frac{1}{G_2} \left(1 - e^{-\frac{t}{\lambda}}\right) + \frac{t}{\eta_1} \quad (13)$$

kde σ [Pa] je napětí působící skokově na materiál, γ [-] je deformace materiálu za čas, $G_{1,2}$ [Pa] představují hodnoty modulů pružnosti a η_1 [Pa s] je viskozita reprezentovaná tlumičem na začátku modelu. Z centrální části modelu je možné vypočítat relaxační čas materiálu, který je představován zpožděním elastické deformace tlumiče zapojeného paralelně:

$$\lambda = \frac{\eta_2}{G_2} \quad (14)$$

kde η_2 [Pa s] je právě “viskozita“ paralelně zapojeného tlumiče.

- **Oscilační test**

U creepových testů se měření provádí v závislosti na čase, u testů oscilačních probíhá měření v závislosti na frekvenci. Při vysokých frekvencích dominuje elastická část materiálu, stejně jako tomu bylo u nízkých časů v creepovém testu. Při měření za nízkých frekvencí převažují vazké vlastnosti [9].

Oscilační test je nejvíce náročný, na druhé straně má ovšem nesmírné výhody. Lze z něj jednoznačně rozlišit elastickou a vazkou část materiálu. K oscilačním testům se používají rotační reometry. Měření spočívá v aplikaci sinusoidové deformace nebo napětí na testovaný vzorek, který se vkládá mezi 2 disky, případně mezi kužel a desku. Jedná se tedy o rotační viskozimetr deska-deska, respektive kužel-deska. Jejich výhody či nevýhody budou popsány dále v textu.

Reakcí na sinusoidovou deformaci, kdy dochází k natáčení disku s určitou frekvencí, vzniká v materiálu napětí, které je rovněž sinusoidového charakteru. Aplikovaná deformace se popisuje rovnicí:

$$\gamma = \gamma_0 \sin(\omega t) \quad (15)$$

kde: γ_0 [s^{-1}] charakterizuje amplitudu deformace
 t představuje čas trvání experimentu [s]
 ω [s^{-1}] je úhlová rychlost otáčení reometru vypočítaná ze vztahu $\omega = 2\pi f$,
kde f je frekvence otáčení [s^{-1}]

V reakci na deformaci vzniká v materiálu napětí, které má také tvar sinusoidy. Podle typu materiálu dochází ovšem k posunu fáze mezi zatížením a odezvou zatížení v rozmezí $\delta = \langle 0; 90^\circ \rangle$, elastické hookeovské těleso bude reagovat bez fázového posunu, odezva dokonale viskózní newtonské kapaliny bude naopak s posuvem o 90° . Podle již zmíněné úvahy o viskoelastických látkách je zřejmé, že fázový posuv viskoelastických látek bude v rozmezí těchto dvou úhlů.

Celková napět'ová odezva je rovna součtu elastické a viskózní složky materiálu [15]:

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (16)$$

$$\sigma = \sigma'_0 \sin(\omega t + 0^\circ) + \sigma''_0 = \sigma'_0 \sin(\omega t) + \sigma''_0 \cos(\omega t) \quad (17)$$

kde pro σ'_0 a σ''_0 platí:

$$\sigma'_0 = G' \gamma_0 \quad (18)$$

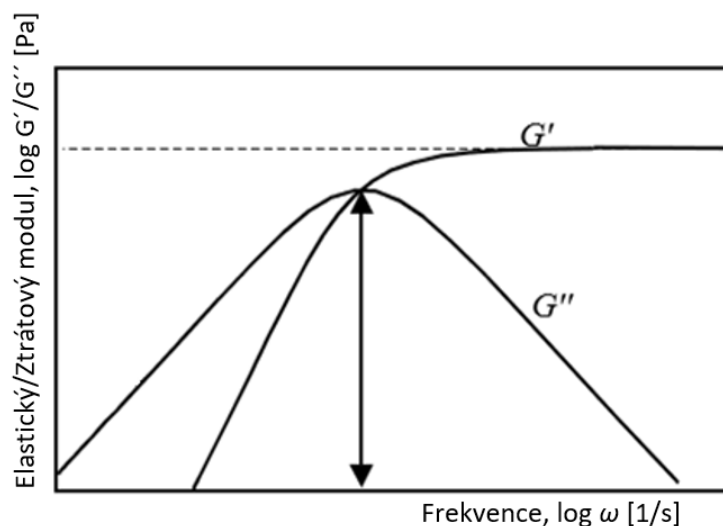
$$\sigma''_0 = G'' \gamma_0 \quad (19)$$

kde G' [Pa] představuje tzv. *elastický modul*, který popisuje složku oscilujícího napětí ve fázi s deformací, tedy elastickou složku. *Ztrátový modul* G'' [Pa] popisuje viskózní část materiálu. [5]

Fázový posuv neboli ztrátový úhel δ se poté vypočte jako podíl obou modulů a slouží jako ukazatel poměru vazké ku elastické části materiálu. Je tak dobrým parametrem pro hodnocení viskoelasticity materiálu. [5]

$$\operatorname{tg}(\delta) = \frac{G''}{G'} \quad (20)$$

Na následujícím grafu na další stránce je znázorněn v logaritmických souřadnicích typický výstup, který získáváme při oscilačním měření. Jedná se o závislost elastického (ve starší literatuře označován jako *akumulovaný modul* [5]) a ztrátového modulu na frekvenci otáčení desky/kuželu. Při nízkých frekvencích je dominantní ztrátový modul představující viskózní chování materiálu (viz Obrázek 12). Je tedy patrné, že při nízkých frekvencích převažuje kapalně chování, a naopak u vyšších frekvencí se měřený materiál chová více jako pevná látka. [9]



Obrázek 12: Typický průběh závislosti velikosti modulů G' a G'' na frekvenci v logaritmickém měřítku

Oscilační měření se často používá při zkoumání reologie potravin - koagulace proteinů, stabilita pěny, tavení sýrů nebo tvorba tvarohu [6].

Při připojení elektronového mikroskopu lze v průběhu měření studovat změnu fyzikální struktury materiálu. Například při pozorování pěny pod zatížením lze pozorovat vzduchové bubliny. V oblasti lineární viscoelasticity dochází k nepatrným změnám bublin, po odeznění napětí se vrací do původního tvaru. Dá se říci, že v tomto režimu je vidět schopnost obnovy materiálu. Po přechodu do nelineární viscoelasticity již nejsou moduly konstantní, dochází ke změně struktury materiálu a lze pozorovat, že vzduchové bubliny nevratně mění svůj tvar.

Oscilační test má však i velice podstatné nevýhody, nedá se použít pro vysoké rychlosti deformace, a není vhodný pro materiály více podobné pevné látce, jako je zkoumaný kolagen. Při vyšších oscilacích vzorek vlivem odstředivé síly opouští měřený prostor. Se zvoleným testem úzce souvisí i výběr reometru, na kterém bude měření prováděno. Jednotlivé typy reometrů a jejich použití jsou popsány v následující kapitole.

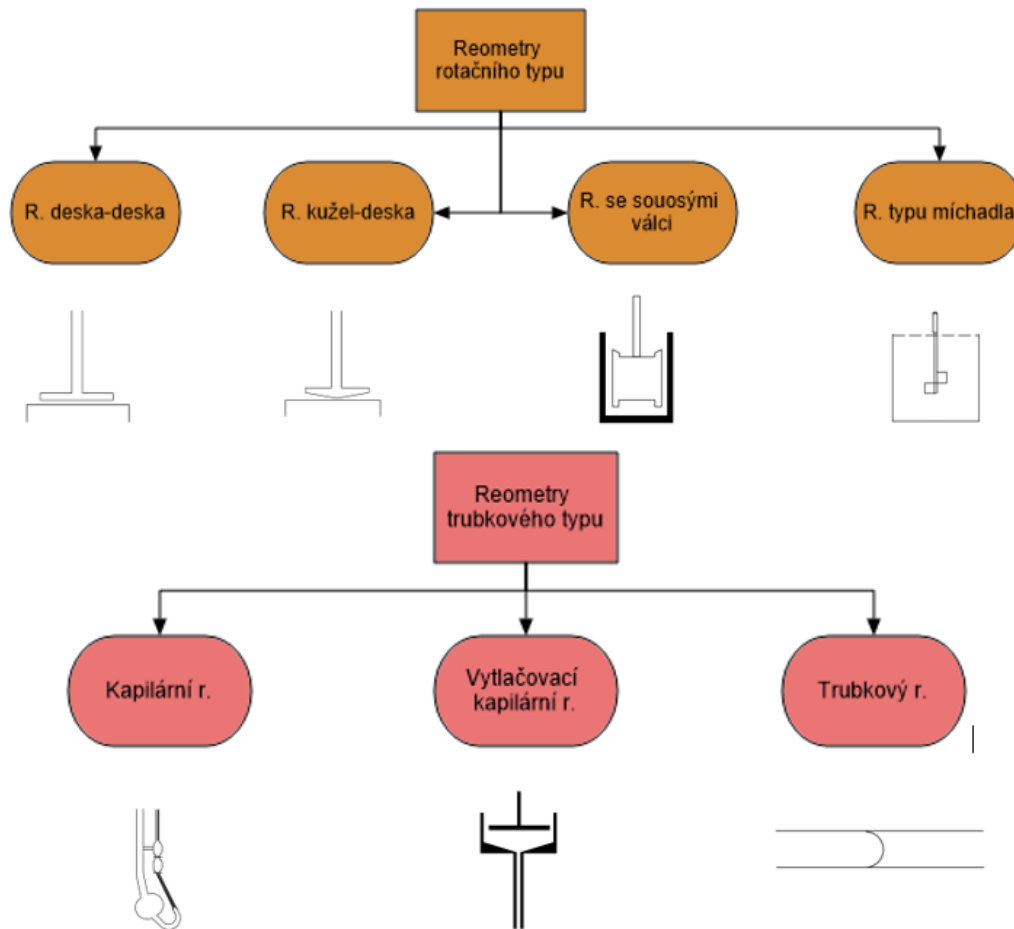
2.4.4 Typy reometrů

V následující tabulce jsou popsány různorodé aplikace z oblasti působení reologie. Pro každou situaci je doplněna typická rychlost deformace a konkrétní situace, ve které k dané deformaci dochází. Vzhledem k obrovskému rozptylu rychlostí deformace ($10^{-6} - 10^7 \text{ s}^{-1}$) je zřejmé, že není možné proměřovat reologické vlastnosti všech materiálů pro všechny situace na stejném, univerzálním reometru. [9]

Tabulka 1: Typické rozsahy rychlostí smykové deformace pro různorodé aplikace [6]

Situace	Rozsah rychlosti smykové deformace [1/s]	Příklady
Sedimentace jemného prášku v suspenzi	$10^{-6} - 10^{-3}$	Léčiva, barvy, koření v salátovém dresingu
Vyrovňávání hladiny vlivem povrchového napětí	$10^{-2} - 10^{-1}$	Barvy, tiskárenský inkoust
Extruze	$10^0 - 10^2$	Polymery, potraviny, zubní pasta
Žvýkání/polykání	$10^1 - 10^2$	Potraviny
Tok v potrubí	$10^0 - 10^3$	Čerpání tekutin, krevní oběh
Natírání	$10^4 - 10^5$	Krémy, masážní emulze
Rozprašování	$10^0 - 10^3$	Atomizace, nástřik barev
Mazání	$10^3 - 10^7$	Ložiska

Rozdělení reometrů používaných na měření vlastností viskoelastických materiálů je znázorněno na obrázku (viz Obrázek 13). V zásadě se rozlišují dva základní typy reometrů: Reometry rotačního typu a reometry trubkového typu. [6]



Obrázek 13: Základní typy reometrů [6]

Kromě vytlačovacího reometru, který byl použit při experimentální části této práce, zde nebudou jednotlivé typy podrobně popisovány.

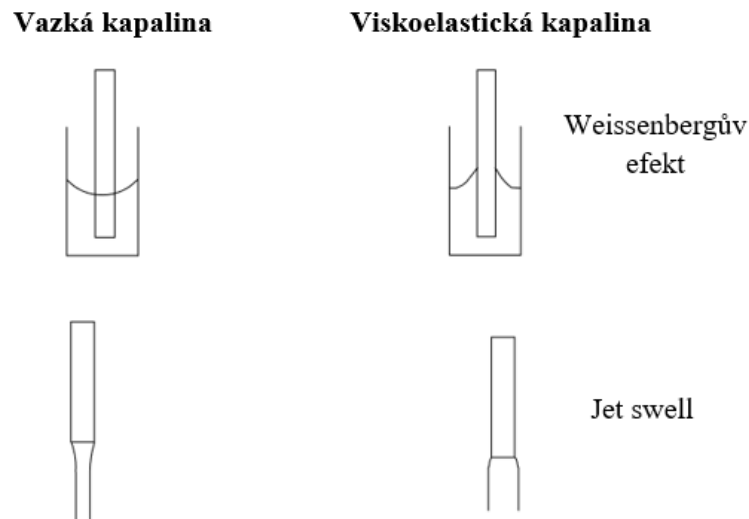
Rotační reometry dvou paralelních disků a soustava kužel a disk se používají při rotační a oscilačních měřeních pro málo viskózní látky při malém zatížení. Nejjednodušší geometrii má reometr s dvěma paralelními disky, mezi které se vkládá měřený vzorek. Jeho výhodou je malý objem vkládaného vzorku, nevýhodou neschopnost udržet disky přesně paralelní, a tedy nutnost počítání výchytky. Další nevýhodou jsou malé rychlosti deformace, pro které se oscilační reometry dají použít.

Reometr se souosými válci neboli Coequetův reometr má největší nevýhodu v obtížném vkládání vzorku. Typickým příkladem použití je měření reologických vlastností jogurtu.

V oblasti reologie potravin se navíc často používají reometry zkoumající tahové zatížení. Příkladem je například testování těsta, v tomto případě se vyhodnocuje tzv. elongační viskozita materiálu.

2.4.5 Chování viskoelastických látek

Tekutiny, které mají významné elastické složky, mohou vykazovat, a často také vykazují, netypická chování. Některé z příkladů takovýchto chování jsou zobrazeny na obrázku (viz Obrázek 14), kde je navíc znázorněno i srovnání s chováním ideálně vazké tekutiny (např. vody) ve stejných případech.



Obrázek 14: Viskoelastické jevy [6]

Tyto efekty jsou typickým projevem nelineární viskoelasticity. Jsou způsobeny přítomností normálových napěťových diferencí N_1 , N_2 . Úplný popis sil působících na proudící viskoelastickou tekutinu nám udávají následující rovnice, tzv. viskometrické materiálové funkce.

$$\sigma_{12} = \eta \dot{\gamma}^1 \quad (21)$$

$$\sigma_{11} - \sigma_{22} = N_1 \quad (22)$$

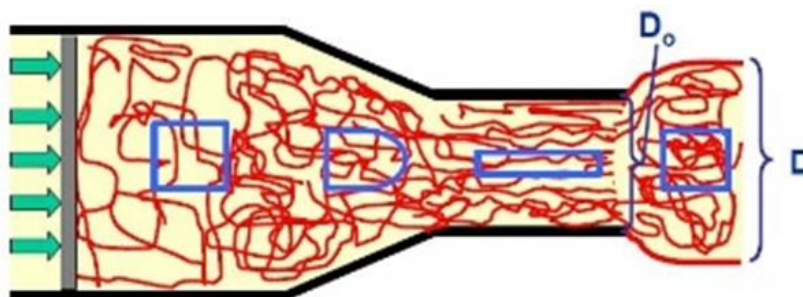
$$\sigma_{22} - \sigma_{33} = N_2 \quad (23)$$

U newtonských kapalin jsou difference obou normálových napětí nulové $N_1 = N_2 = 0$.

¹ Jednotlivé indexy odkazují na ortogonální souřadnice: e_1 – směr toku, e_2 – směr smyku, e_3 – indiferentní směr

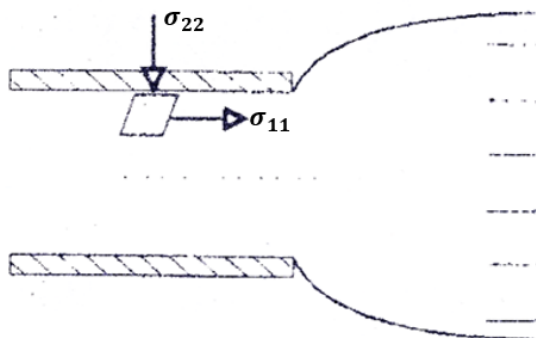
2.4.5.1 Jet swell

Pro případ této diplomové práce je nejdůležitější abnormalitou *jet-swell*, někdy označován jako *die-swell*, kdy při výtoku viskoelastické tekutiny z trubice dojde k rozšíření průměru proudu tekutiny. Tento efekt je dán stlačením elastických elementů v tekutině uvnitř trubky, jejich deformací a natažením (viz Obrázek 9). Po opuštění tohoto „stísněného“ prostoru se tekutina snaží dostat do původního stavu (viz Obrázek 15).



Obrázek 15: Ukázka chování polymerních řetězců při extruzi materiálu [16]

Jak bylo zmíněno v předchozí kapitole, jet-swell je způsoben přítomností diferencí normálových napětí. Na obrázku (viz Obrázek 16) jsou znázorněna napětí působící na element při vytlačování. Rozdíl těchto dvou napětí je podle rovnice (20) roven první diferencí normálových napětí. [5] „Při průtoku kapilárou jsou normálová napětí kompenzována reakcemi stěn. Po opuštění kapiláry je materiál ohraničen volnou hladinou a nezkompenzovaný radiální tlak (záporné napětí σ_{22}) se projeví zvětšováním průměru vytlačovaného materiálu nad hodnotu průměru kapiláry.“ [5, str. 69]



Obrázek 16: Rozšíření extrudovaného materiálu na výstupu z kruhové trubky [5]

Barnes uvádí vztah popisující závislost rozšíření na smykovém napětí a normálovém napětí. Jedná se o jednoduchou možnost určení míry viskoelastivity [9]:

$$\frac{D_e}{D} = \left[1 + \frac{1}{2} \left(\frac{N_1}{2\tau_w} \right)^2 \right]^{\frac{1}{6}} \quad (24)$$

kde: D_e značí průměr materiálu na výstupu

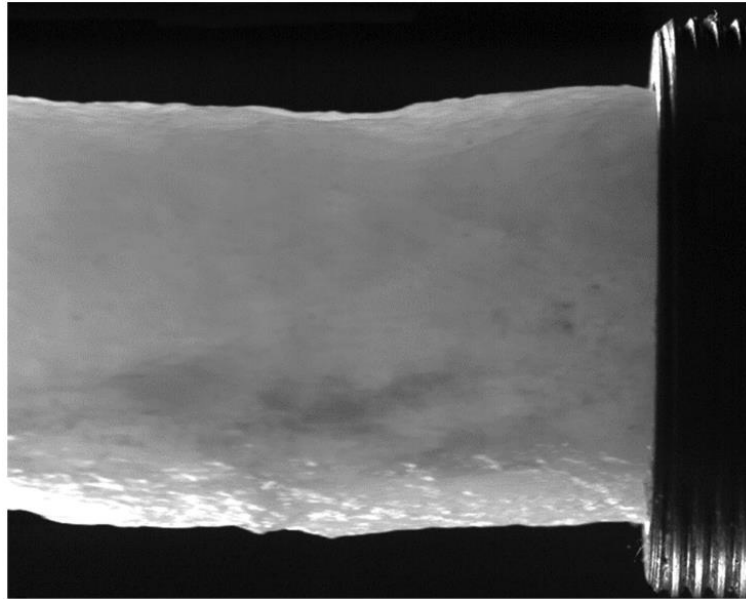
D průměr kapiláry

N_1 je diference normálových napětí

τ_w udává hodnotu smykového napětí na stěně.

Efekt jet-swell je potřeba uvažovat při návrzích vytlačovacích strojů, které budou pracovat s tekutinami s elastickou složkou. Typickým případem extruze neboli vytlačování může být již zmiňovaná výroba cévních náhrad z kolagenní hmoty nebo výroba potravin: těstoviny, kolagenní obaly. Vytlačovat se dá i velké množství materiálů používaných v průmyslu, s extruzí se setkáváme u kovů, plastů nebo keramiky. Je zřejmé, že proces extruze kolagenu a kovů či plastů se nebude příliš lišit. V zásadě se hovoří o dvou druzích extruze, a sice o horké a studené extruzi. V případě horké extruze je třeba materiál ohřát, jelikož v přirozeném stavu není procesu extruze schopen. Ohřevem dochází ke změně konzistence materiálu, a navíc se jedná o proces dražší a komplikovanější než v případě studeného vytlačování. [17]

Při experimentálním zkoumání reologických vlastností kolagenu při vytlačování mezikruhovým průřezem bylo v minulých letech zjištěno, že k efektu rozšíření průměru nedochází (viz Obrázek 17) [1].



Obrázek 17: Fotografie kolagenní hmoty při měření vytlačovacím reometrem [1]

Také u vytlačování obdélníkovou šterbinou nebyl výrazný efekt jet-swell pozorován. Zdálo by se tedy, že testovaný kolagen nevykazuje elastické vlastnosti. Při zběžném pohledu na testovaný vzorek kolagenu je ovšem patrné, že elastické vlastnosti vykazuje. Pouze se tedy při experimentech [1, 4] elasticitu, respektive viskoelasticitu, nepodařilo prokázat. Jednou z možností, jak prokázat viskoelasticitu kolagenu, je použití zužujícího a následně rozšiřujícího se kanálu, často označovaného jako konvergentní-divergentní šterbina. Uvedený obdélníkový kanál byl použit i pro experimentální měření v této diplomové práci.

2.5 Kolagen

Kolagen je vláknitá bílkovina, která je základní stavební hmotou pojivových tkání. Pro pojivové tkáně je důležitý hlavně z důvodu jeho specifické struktury, konkrétně vysokého stupně uspořádání molekul. To má pozitivní vliv na mechanické vlastnosti, a tedy i na správnou funkci pojivových tkání. Tvoří přibližně 30 % všech bílkovin nejen v lidském těle, ale i u všech savců [18]. S výjimkou jednobuněčných organismů se vyskytuje v celé živočišné říši [19].

2.5.1 Využití kolagenu

U kůže, vaziva, kostí, šlach nebo chrupavek tvoří kolagen nejdůležitější organickou složku. Nalezneme ho i v jiných částech lidského těla, za zmínku stojí například rohovka nebo cévy. Kolagen bychom našli i jako složku v mezibuněčné hmotě. Díky tomu, a zároveň díky jeho ochranné a opěrné funkci, patří k adeptům vhodným pro použití ve tkáňovém inženýrství. Typickým příkladem může být zmíněná výroba cévních náhrad nebo výroba scaffoldů, které se používají k osazení kmenovými buňkami a následnému urychlení regenerace poškozené kostní tkáně. [20]

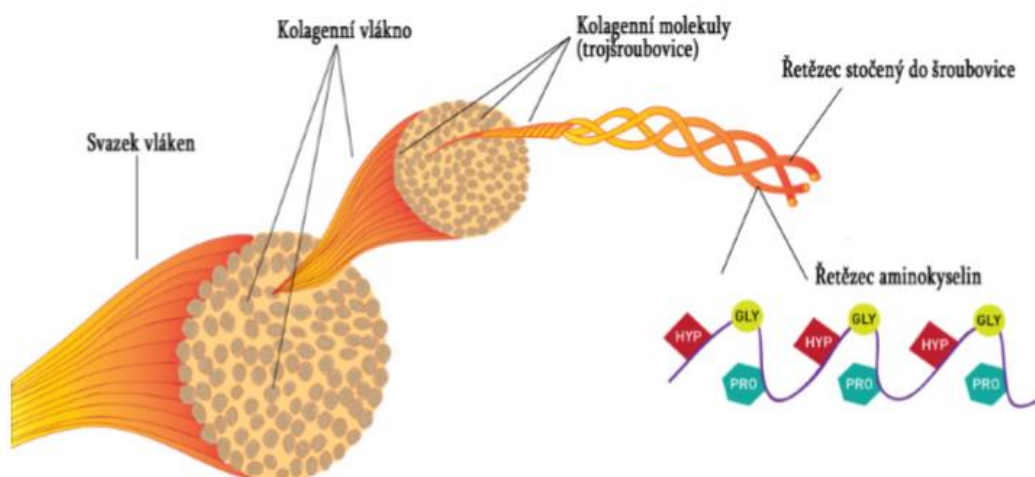
Kromě použití v oblasti medicíny se s využitím kolagenu setkáme i v kosmetických přípravcích, ve farmaceutickém nebo potravinářském průmyslu. Do posledně zmíněného odvětví se zařazuje i kolagenní hmota, jejíž reologické vlastnosti jsou zkoumány v rámci této práce. Testovaný kolagen se používá jako obal pro uzeniny. Obal musí být odolný vůči vysoké teplotě, pružný a musí být stravitelný. K tomuto účelu se dříve používala živočišná střívka, s rostoucí poptávkou po uzeninách se hledala náhrada. Díky jeho biokompatibilitě, mechanickým vlastnostem a velkému množství zdrojů se stal ideální náhradou právě kolagen.

2.5.2 Struktura kolagenu

V dnešní době známe již cca 30 druhů kolagenu (více než 10 druhů kolagenu lišících se strukturou či chemickým složením nalezneme v lidském těle), které můžeme rozdělit do čtyř skupin. Nejvýznamnější jsou první dvě. První skupinou jsou kolageny tvořící vlákna, kolageny patřící do druhé skupiny tvoří vláknité struktury (sítě). [18]

Proteiny jsou vysokomolekulární přírodní látky složené z aminokyselin. Kolagen, patřící mezi složitější bílkoviny se skládá ze 4 proteinových řetězců a rozlišujeme u něj 4 struktury (viz Obrázek 18).

- Primární struktura
 - Primární struktura je tvořena jednotlivými aminokyselinami.
 - Výskyt a pořadí aminokyselin určuje druh kolagenu [21]
- Sekundární struktura
 - Lokální 3D uspořádání aminokyselin do levotočivé šroubovice [21]
- Terciální struktura
 - Globální 3D uspořádání sekundárních šroubovic do pravotočivé trojšroubovice [21]
 - U většiny kolagenů lze tuto strukturu popsat jako vláknitou neboli fibrilární, 90 % kolagenů v lidském těle má právě vláknitou strukturu [22]
- Kvartérní struktura
 - Globální uspořádání všech řetězců, mezi řetězci působí slabé interakce: vodíkové můstky, Van der Waalsovy síly [23]



Obrázek 18: Struktura kolagenu [24]

2.5.3 Extrakce kolagenu

Kolagen se vyskytuje ve většině tkání nebo orgánů, nejvíce se tkáňový kolagen objevuje v kůži, šlachách, kostech. Tato místa by tedy byla pro extrahování kolagenu ideální, využívají se většinou spíše živočišné zdroje (prasata, krávy, krysy, ryby). Setkáváme se ovšem i s izolací kolagenu z orgánů lidského těla, konkrétně se jedná například o jeho izolaci z obvodové nervové tkáně nebo placenty. Většina kolagenů je nerozpustná ve vodě, používá se proto neutrální solný roztok nebo slabý roztok kyseliny octové. Místo určené pro extrakci musí být pochopitelně před samotným procesem extrakce ošetřeno, aby došlo k očištění od přebytečných částic. Za tímto účelem se používají silně kyselé nebo silně zásadité činidla, která kromě ošetření místa extrakce navíc přeruší silné příčné vazby bez porušení kolagenových řetězců. Extrahování ze zvířat pro biologické účely má samozřejmě svoje nevýhody, patří mezi ně možná kontaminace chorobami, popřípadě alergické reakce. [18]

Nejčastěji používanými zvířecími kolageny jsou hovězí společně s vepřovým, primárně kvůli jejich relativně snadné dostupnosti. Extrakce probíhá nejčastěji z kůže zvířat, konkrétně ze škůry, která často končí jako odpadní materiál v různých průmyslových odvětvích. Používání těchto dvou typů kolagenu je nejčastější navzdory faktu, že existuje kolagen, který lidské tělo lépe zpracovává a který je celkově kvalitnější, jedná se o rybí kolagen. Extrakce je v tomto případě složitější, hlavní nevýhodou pro potravinářské použití je ale jeho degradace u vyšších teplot [25]. Tato vlastnost výrazně omezuje použití tohoto typu kolagenu v potravinářském průmyslu jako obal uzenin, u kterých se očekává jejich tepelná úprava, a materiál tedy musí být vůči teplotám odolný. Lidské tělo na kolagen reaguje velmi pozitivně, má tedy vysoký potenciál budoucího využívání.

Kolagen, jehož reologické vlastnosti byly proměřovány v této práci, byl extrahován z hovězí kůže. Tyto kůže jsou před samotnou extrakcí uloženy ve vápenných roztocích. Díky tomuto úkonu dojde k jejich částečnému nabobtnání a změkčení, což poté usnadní jejich rozmělnění, mletí, řezání na menší kousky a opětovné mletí. Po namletí je výsledná směs plněna do plastových pytlů, ve kterých je dodávána do uzenářských závodů. Právě z takovýchto zdrojů pocházel měřený kolagen.

2.6 Shrnutí poznatků z teoretické části

Kolagen je vláknitá bílkovina hojně se vyskytující v tělech savců. Kolagenní hmota se používá v mnoha odvětvích: medicínské aplikace, farmacie nebo potravinářství. V potravinářství se především používá jako náhrada za živočišná střívka jako obal uzenářských produktů. Tyto obaly se vyrábějí vytlačováním kolagenu. Jedná se o proces, při kterém se kolagen podrobuje vysokému napětí a vysoké rychlosti deformace. K návrhu zařízení a aparátů používaných ke zpracování kolagenu jako např. návrhy čerpadla, vytlačovacího stroje nebo dopravního potrubí je potřeba znát jeho reologické vlastnosti. Při zjišťování těchto vlastností je nutné co nejvíce simulovat podmínky, ve kterých k vytlačování kolagenu dochází, je proto nutné vybrat reometr schopný odolávat vysokým rychlostem deformace, těmto požadavkům vyhovuje kapilární vytlačovací reometr.

Kolagen se z inženýrského hlediska považuje za pseudoplastickou kapalinu. Správně se ovšem kolagen spolu s dalším velkým množstvím potravin zařazuje mezi tzv. viskoelastické látky. Viskoelastické látky jsou specifické tím, že současně vykazují vlastnosti jak pevných látek, tak kapalin. Mechanika kontinua má širokou oblast působnosti. Na jedné straně mechaniky kontinua je mechanika pevných látek, na druhé straně poté mechanika tekutin. Do obou částí spadá velké množství materiálů. Najde se ovšem i značné množství materiálů, které se nacházejí mezi těmito dvěma světy. Mechanika pevných látek uvažuje veškeré deformace za vratné a elastické. Hovoří se tedy o ideálně elastickém pevném tělese. Takovéto materiály mají paměť a po odeznění zatížení se vracejí do svého původního stavu. Na druhém konci spektra se nachází mechanika tekutin. I mechanika tekutin má své ideální těleso, jedná se o ideálně vazkou tekutinu. Takováto tekutina nemá žádnou paměť, veškerá energie se disipuje a deformace jsou nevratné.

Typickou látkou, která vykazuje chování z obou těchto oborů mechaniky kontinua je právě kolagen. O kolagenu, stejně jako o ostatních viskoelastických látkách, se dá říci, že má částečnou neboli prchavou paměť [12].

Viskoelasticitu materiálu je obtížné si představit, proto se k popisu chování viskoelastických materiálů používají matematické modely složené z komponentů, a sice z pružin a pístů, které představují chování ideálních materiálů. Pružina v modelech představuje chování ideálního elastického pevného tělesa neboli hookeovské látky. Píst reprezentuje chování ideálně vazké tekutiny neboli newtonské látky.

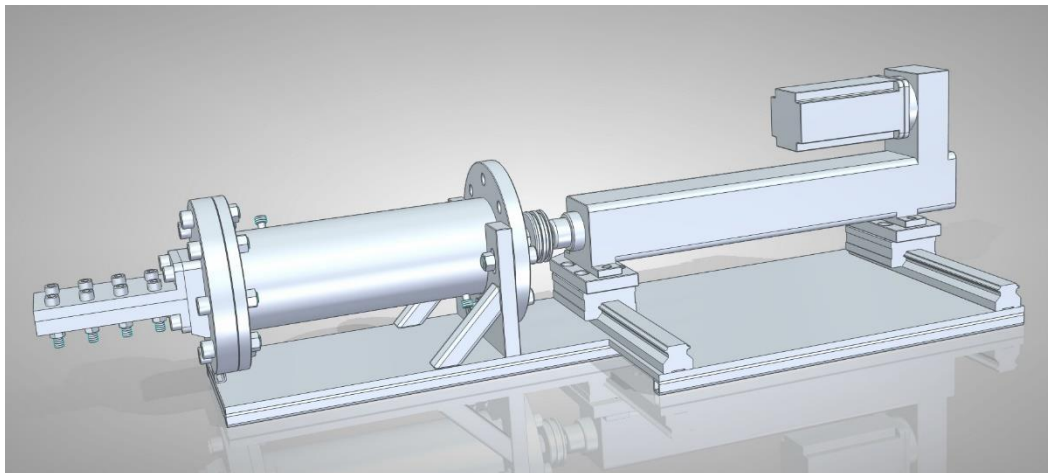
3 Experimentální část

Tato diplomová práce se zabývá měřením reologických vlastností kolagenní hmoty se zaměřením na její viskoelasticitu. Konkrétně se jedná o vodný roztok kolagenu používaného v potravinářství o hmotnostní koncentraci 7,8 %. Takto velká koncentrace kolagenu způsobuje, že testované vzorky kolagenu připomínají svou strukturou těsto a je velice obtížné je měřit.

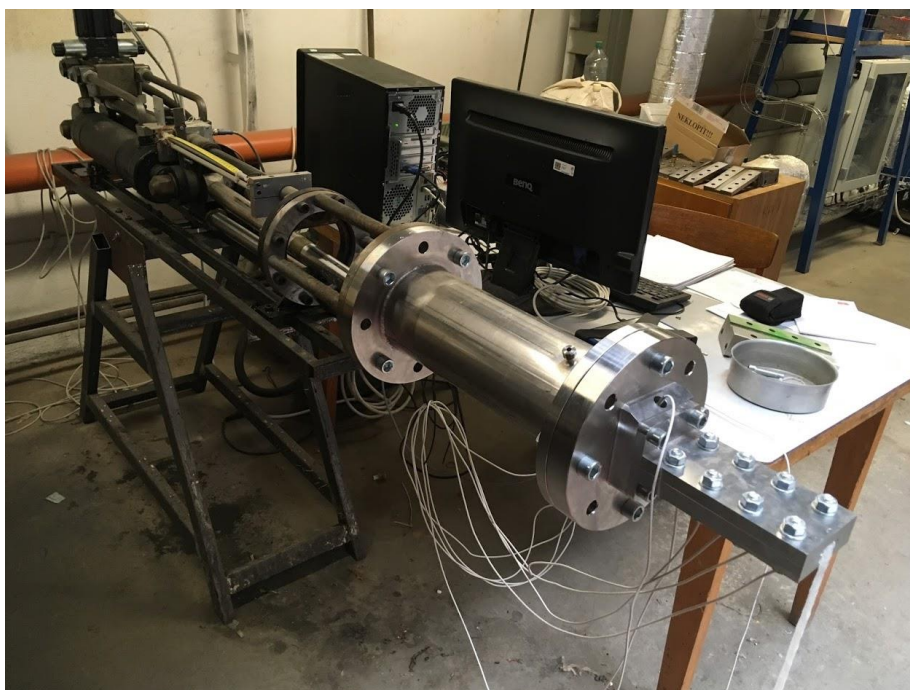
Experimentální část diplomové práce probíhala v laboratořích na Ústavu procesní a zpracovatelské techniky strojní fakulty ČVUT. Všechna měření probíhala na vytlačovacím reometru s odnímatelnou hlavou. Experimentální část by se dala rozdělit na dvě části. Nejprve byla kolagenní hmota vytlačována skrz rovinné kapiláry o rozdílných rozměrech, což bylo zopakováním experimentu prováděného v roce 2016 [4]. Cílem této části bylo porovnání vypočtených dat s daty získanými právě v roce 2016. Druhou částí byl pokus o vyhodnocení viskoelasticity materiálu. Měření v tomto případě spočívá ve vytlačování kolagenu skrz obdélníkovou šterbinu s proměnnou výškou.

3.1 Metodika měření

Měření probíhalo na vytlačovacím kapilárním reometru. Reometr se skládá z několika základních částí: rámu, pístu poháněného hydraulickým čerpadlem, válce (zásobníku) a samotné vytlačovací hlavy (viz Obrázek 19, Obrázek 20).



Obrázek 19: Model kapilárního vytlačovacího reometru [26]



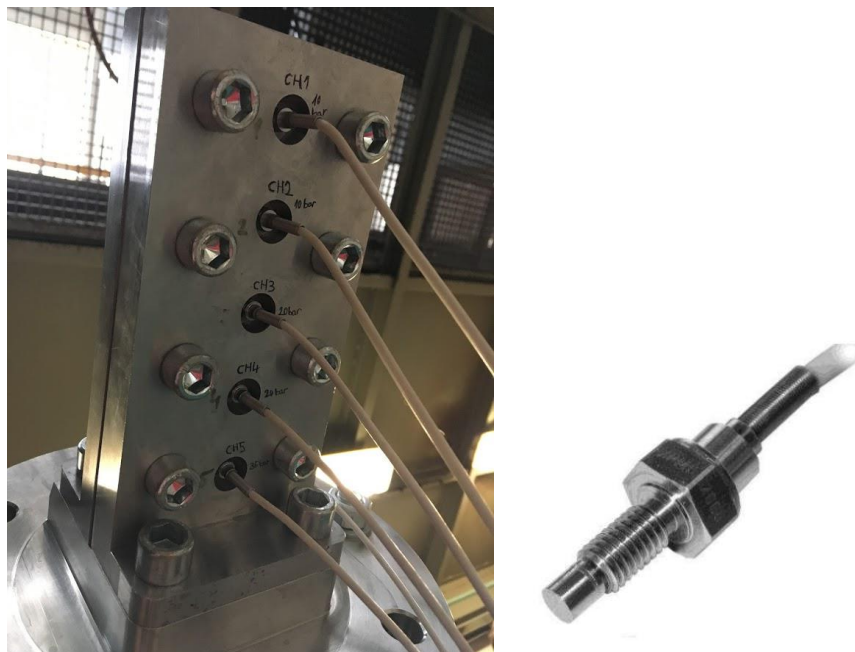
Obrázek 20: Měřicí stanoviště

Vytlačovací hlava se skládá ze dvou částí. Horní část hlavy je odnímatelná, což při měření usnadňuje a urychluje výměnu jednotlivých geometrií, skrz které je vzorek vytlačován. Dalším konstrukčním prvkem reometru je kloubové spojení pístu s pohonem, což při vyjetí pístu z válce usnadňuje a urychluje přípravu na další měření, tedy naplnění válce kolagenní hmotou. Zároveň je ovšem nezbytné, aby u měření byli přítomni minimálně dva lidé. Jeden obstarává počítačový program a ovládá pohyb pístu, druhý musí sledovat píst a ručně ho navést do válce. Při špatném navedení pístu do otvoru pro píst by mohlo dojít ke vzpříčení celé konstrukce a zničení reometru. Možná by tedy bylo žádoucí přijít s jiným, bezpečnějším řešením obsluhy stroje. Jednoduchým řešením by bylo nainstalování vodících elementů, které by navedly píst do správné polohy bez nutnosti asistence.

Cílem práce bylo proměření materiálu na celkem pěti geometriích. Měření muselo probíhat po dobu tří dnů, a to z důvodu přehřívání hydraulického pohonu pístu. Ovládání pohonu pístu je zcela klíčové pro naměření správných hodnot. I zde je určitě do budoucna prostor pro vylepšení měřícího zařízení.

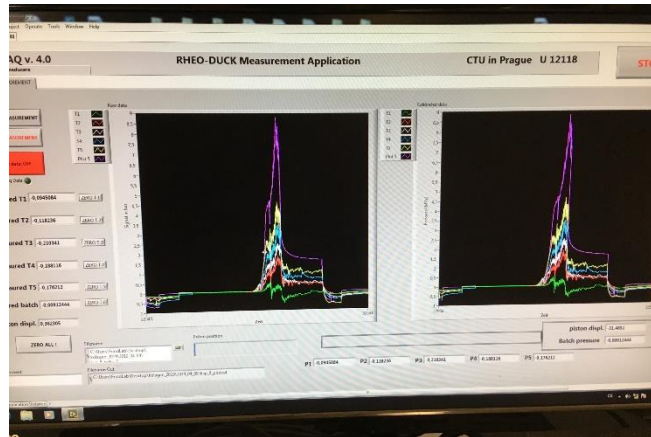
Na spodní části vytlačovací hlavy je umístěno pět z celkového počtu šesti snímačů tlaku XPM4 (viz Obrázek 21). Každý snímač je dimenzován na jiné tlaky, od

10 barů pro snímač číslo 1, který je nejbližší výstupu a neočekává se zde tedy tak veliký tlak, až po snímač číslo 6, který je dimenzován na 35 barů. Zde se očekává největší tlakové zatížení, jedná se o snímač umístěný mezi válcem a vytlačovací hlavou, dochází zde k největšímu stlačení materiálu, kdy je z válce o průměru 80 mm dopraven do obdélníkové štěrbině o rozměrech 20 x 8 mm, což jsou rozměry největší měřené štěrbině (u dalších jsou rozměry 20 x 4 mm a 20 x 2 mm). U menších štěrbin budou logicky větší tlakové ztráty, a snímače by tedy měly být nadimenzovány právě na nejužší geometrii a největší možné průtoky. V rámci druhé části experimentu, tedy zkoumání viskoelastivity, je důležitý prostřední snímač číslo 3.



Obrázek 21: Pohled na spodní část vytlačovací hlavy s umístěním senzorů a detail senzoru XPM4 [27]

Důležitým prvkem měřicí soustavy je potenciometr WPS-500, který snímá pozici pístu, díky tomu je možné v daný čas vypočítat rychlost pístu a následně i průtok materiálu. Všechny senzory jsou připojeny k systému QuantromX MX840B. Program pro získávání dat byl naprogramován v prostředí LabVIEW [4].



Obrázek 22: Ukázka prostředí LabWIEV při průběhu měření

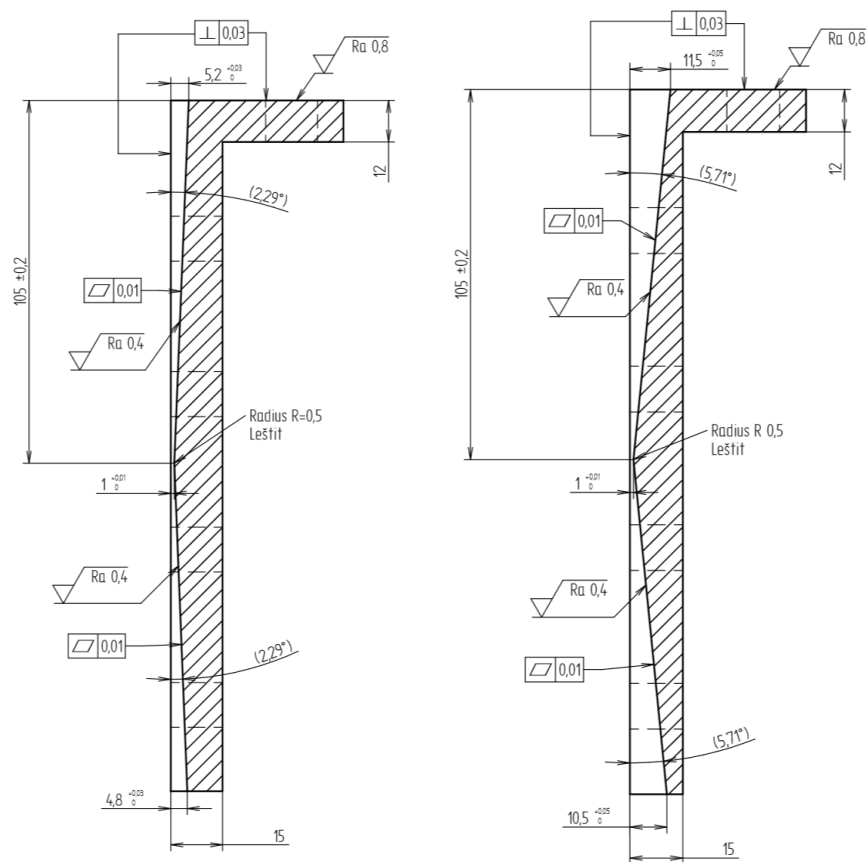
Data získaná při měření jsou ve formátu textového dokumentu. V souboru jsou obsažena data z tlakových senzorů [bar], poloha pístu [mm] a časový průběh měření [s]. Vyhodnocování dat z kapilár s neměnným průřezem probíhá v programu vytvořeném v prostředí Matlab R2015a [4].

Jak bylo zmíněno, horní část vytlačovací hlavy je odnímatelná. Reometr byl takto záměrně upraven, aby se usnadnil a urychlil proces případné změny geometrie, skrz kterou je kolagen vytlačován. Konkrétně jsou spolu horní a spodní část vytlačovací hlavy spojeny osmi šrouby. Dalšími dvěma závrtnými šrouby je spojena každá část se zásobníkem.

Nejprve byly proměřeny kapiláry s neměnnou výškou H , k dispozici byly čtyři rozdílné výšky, $H = 8, 4, 2$ a 1 mm. Poslední zmíněná kapilára o výšce $H = 1$ mm nebyla použita, jelikož při jejím použití v minulosti docházelo k selhávání experimentu z důvodu nedostatku potřebného výkonu. Jinak řečeno, tlakové ztráty v kapiláře byly příliš velké a bohužel nebyl k dispozici dostatečně výkonný pohon, který by ztráty pokryl. Navíc je zde riziko překročení povoleného tlaku u snímačů, který je u nejvíce zatěžovaného 35 bar neboli 3,5 MPa.

Cílem této práce je i zjištění viskoelasticity kolagenu. Ta se při minulých měřeních na rovinných kapilárách nepodařila zcela prokázat, byly proto navrženy speciální zužující se a následně rozšiřující se kapiláry neboli kapiláry konvergentní-divergentní. Na nich by měla být viskoelasticita kolagenu patrnější. Konkrétně byla kolagenní hmota proměřena na dvou konvergentně-divergentních šterbinách

s rozdílnými úhly stoupání, respektive klesání. V nejužším místě mají obě štěrbiny stejnou výšku, a sice 1 mm (viz Obrázek 23).



Obrázek 23: Výkresy obdélníkových štěrbin s proměnnou výškou

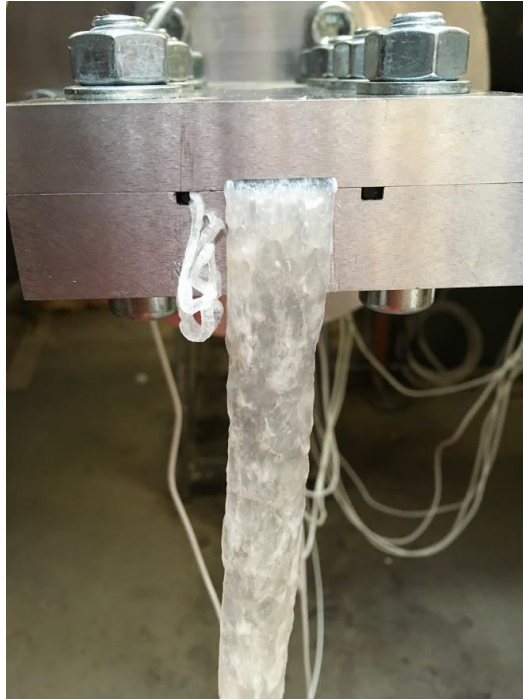
3.2 Postup měření

Kolagen musí být skladován v chladném prostoru, aby nedocházelo k jeho degradaci. Vzorky, které byly měřeny v této práci, byly ve skladu uloženy po dobu jednoho roku, na reologické vlastnosti by to ovšem nemělo mít žádný vliv. Jediné viditelné “poškození” způsobené delší dobou skladování je tmavší barva kolagenu na jeho povrchu. To je způsobeno jeho oxidací. Kolagen je skladován v cca 20litrových umělohmotných pytlích (viz Obrázek 24), do pytlů je plněn v rámci poslední fáze procesu extrakce kolagenu ze škály hovězí kůže. Na fotografii je dobře vidět zmiňovaná vláknitá struktura kolagenu.



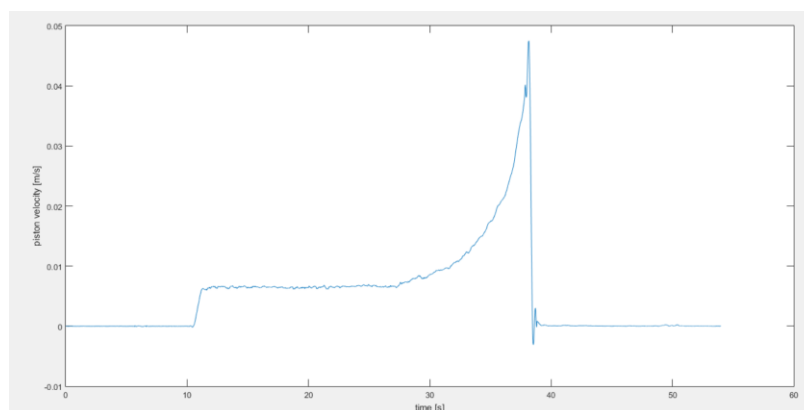
Obrázek 24: Měřený materiál

Pomocí nože se kolagen dělí na menší kousky a je vkládán do zásobníku. Kvůli struktuře kolagenu je vkládání do zásobníku komplikované a je nemožné vyhnout se vzniku vzduchových bublin, které posléze ovlivňují samotné měření. Přítomnost bublin je zřejmá během samotného měření, kdy dochází na výstupu z kapiláry ke zvukovým efektům. Dále si nelze nevšimnout nepravidelné struktury kolagenu na výstupu, což je také způsobeno vzduchovými kapsami (viz Obrázek 25). Obsah bublin v rezervoáru a nemožnost vložit hmotu tak, aby vyplnila celý prostor, je pro hladký průběh experimentu klíčové. Experiment je tímto bohužel negativně ovlivňován, což bude znázorněno v dalších kapitolách.



Obrázek 25: Vytlačený kolagen po ukončení měření

Samotné měření je poměrně rychlé. Po najetí pístu do správné polohy trvá vytlačování přibližně 10-15 sekund. Při měření dochází záměrně ke zvyšování rychlosti pístu, aby bylo pokryto co největší rozmezí rychlosti smykové deformace (viz Obrázek 26). U každé kapiláry bylo provedeno minimálně 13 měření. 10 měření bylo provedeno se zvyšující se rychlostí pístu a poslední tři s rychlostí konstantní. Do tohoto počtu měření nejsou započítány na první pohled nezdařilé pokusy a samotný počátek měření, kdy je potřeba kapiláru nejprve zcela zaplnit měřeným materiálem. Při vytlačování kolagenu dochází pouze k nepatrnému a v rámci této práce zanedbatelnému ohřátí o 3 °C. Teplota na vstupu je 7-8 °C, což odpovídá teplotě v chladicím boxu. Po průchodu reometrem se kolagen již znovu nepoužívá.



Obrázek 26: Záznam typického průběhu rychlosti pístu

3.3 Měření vlhkosti vzorků

Bez přesného určení vlhkosti, respektive obsahu sušiny v měřeném materiálu by dosažené výsledky nebyly relevantní. V úvodu práce bylo zmíněno, že v současnosti jsou publikované práce zkoumající tokové vlastnosti vodných roztoků kolagenu. V těchto pracích jsou hmotnostní procenta kolagenu v rozmezí 2 - 5 % [2, 3]. V této práci se předpokládá podobné procento, které bylo naměřeno v laboratořích ČVUT při posledních měřeních, jedná se totiž o kolagenní hmotu od stejného dodavatele. V publikacích vzniklých z měření této hmoty je uváděný obsah sušiny 6 – 10 % [1, 4].

Aby se jednalo o reprezentativní výsledky, bylo proměřeno celkem 6 vzorků. Byla stanovena hmotnost před a po sušení, z čehož byla poté stanovena vlhkost (viz (25)) a dopočítán obsah sušiny (viz (26)). Je rovněž počítána směrodatná odchylka, jejíž hodnota je vypočtena podle rovnice (27).

$$X [\%] = \frac{m_0 - m_1}{m_0} * 100 \quad (25)$$

$$S [\%] = 100 - X [\%] \quad (26)$$

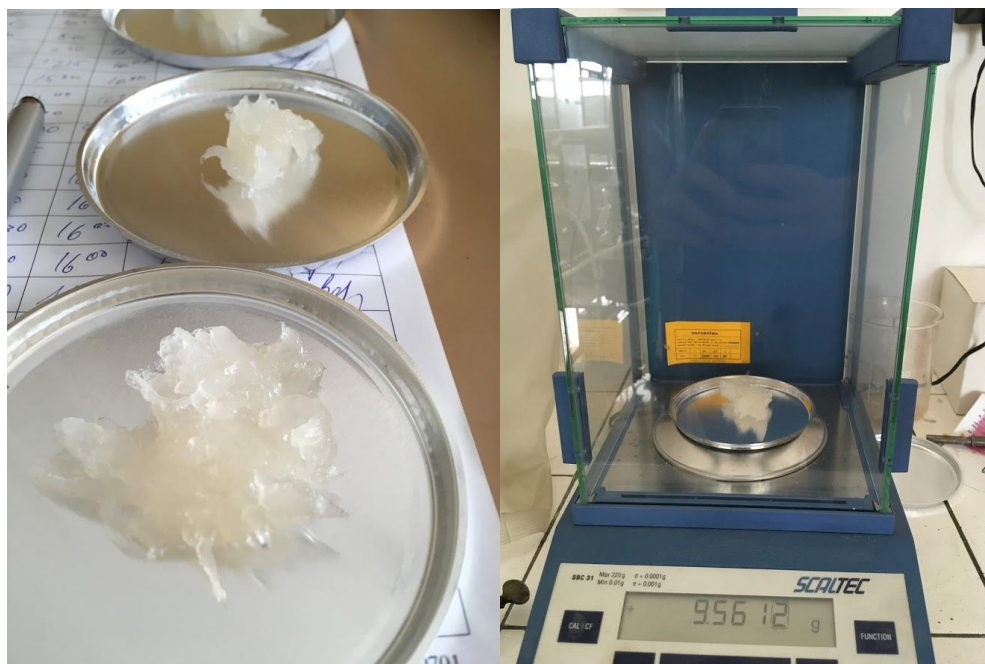
$$SD = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (27)$$

Tabulka 2: Výpočet obsahu sušiny

Vzorek	Vlhkost	Sušina
	X [%]	S [%]
1	92,24	7,76
2	92,37	7,63
3	92,30	7,70
4	92,19	7,81
5	92,16	7,84
6	92,12	7,88
Průměr	92,23	7,77
Směrodatná odchylka (n=6)	0,083	0,083

Měření hmotnosti probíhalo před a po sušení. To probíhalo v peci po dobu 24 hodin při teplotě 105 °C. Aby bylo vyhodnocování co nejméně přesné, musí se před měřením vážit každá miska zvlášť. Navíc po sušení již není možné zvážit samotný vzorek, jelikož dojde k jeho připečení k misce.

Výsledná vypočtená hodnota hmotnostní koncentrace kolagenní hmoty, která je měřena v této práci je 7,8 %.

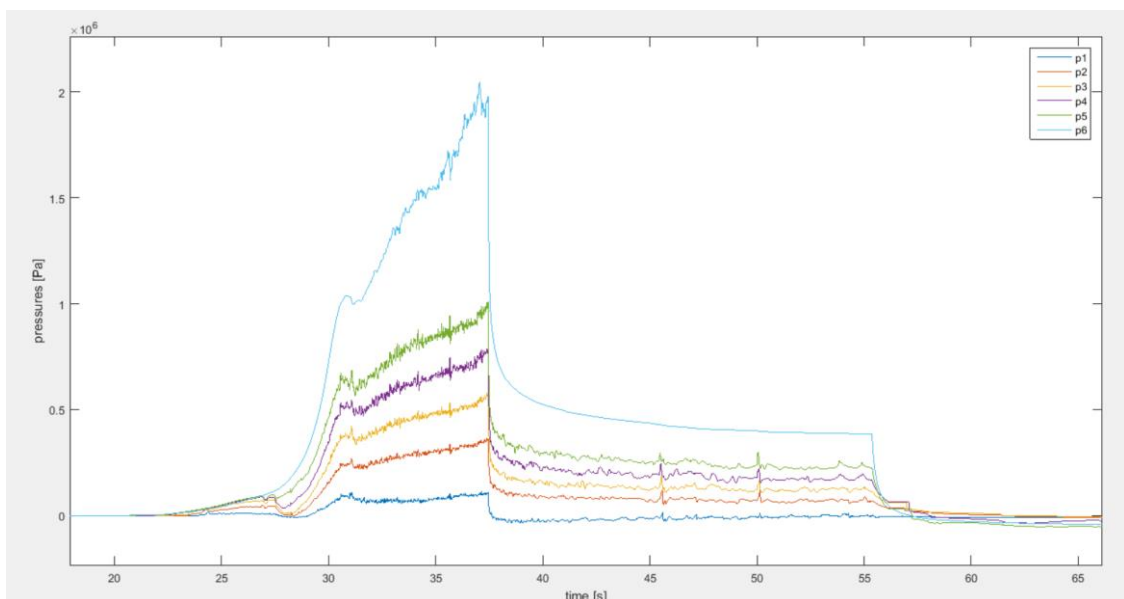


Obrázek 27: Ukázky z určování obsahu sušiny v kolagenní hmotě

3.4 Vyhodnocování rovinných kapilár

Měření rovinných kapilár probíhá stejně jako měření kapilár s proměnnou výškou, liší se ovšem ve vyhodnocování dat. Ta jsou získána ve formě textového souboru. Ve sloupcích souboru jsou data získaná z tlakových snímačů, z potenciometru snímajícího polohu pístu a údaje o čase. Data jsou zaznamenávána každých 0,01 s. Probíhá-li celé měření, včetně najetí pístu do správné polohy a jeho vyjetí do původní polohy, přibližně 80 s, jedná se o obrovské množství řádků získaných dat. Vyhodnocování rovinných kapilár probíhá podle skriptu vytvořeného v programu Matlab R2015a.

Vykreslením dat ze šesti tlakových snímačů dostaneme průběh tlaků v závislosti na čase (viz Obrázek 28). Nárůst tlaků je způsoben zvyšováním rychlosti pístu, čímž roste nejen rychlost deformace, ale rovněž i průtok materiálu šterbinou a tlak. Tlaková ztráta je přímo úměrná průtoku materiálu skrz geometrii. Poloha jednotlivých snímačů podél kapiláry je patrná z výkresu spodní části vytlačovací hlavy (viz Obrázek 38).



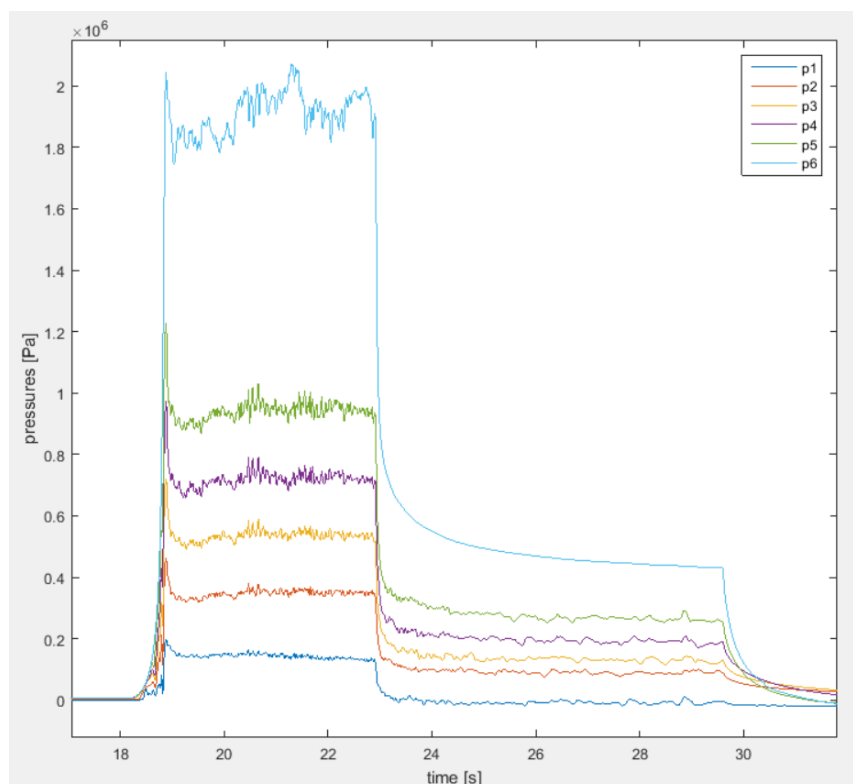
Obrázek 28: Typický záznam průběhu tlaků podél kapiláry v závislosti na čase experimentu, $H = 4$ mm, nejnižší tlakový signál odpovídá tlakovému snímači číslo 1 (umístěnému nejbližší u výstupu z kapiláry) a nejvyšší tlak náleží snímači číslo 6

Na grafu je možné z průběhu tlaků vyčíst vlastnosti kolagenu pravděpodobně spojené s jeho stlačitelností a přítomností vzduchových bublin. Prvkem dokazujícím

toto chování je nepatrná prodleva při zvyšování tlaku okolo 31. sekundy experimentu. Po najetí pístu do rezervoáru a kontaktu pístu s kolagenní hmotou dochází k prudkému nárůstu tlaků podél celé kapiláry. Poté dojde k ustálení, ba dokonce k poklesu tlaků, což by se dalo vysvětlit jako důsledek míry stlačení kolagenu, popřípadě meze toku kolagenu. Dalším vysvětlením by mohlo být vytlačení velkých vzduchových bublin z válce. Po najetí pístu do válce a jeho kontaktu s materiálem dojde nejprve k odstranění těchto velkých oblastí vyplněných vzduchem, ten unikne netěsnostmi pryč z válce, a až poté dojde k toku materiálu, a tedy k opětovnému nárůstu tlaku.

V čase mezi 37. a 38. sekundou experimentu se píst dostává do horní úvrati, dochází tedy k zastavení jeho pohybu, z čehož plyne i okamžitý pokles tlaků. Píst setrvává v poloze a v čase 56 sekund se začíná vracet do původní polohy, dochází k postupnému odeznění tlaků.

Pro porovnání, jak vypadají tlakové údaje zaznamenané snímači při konstantní rychlosti pístu, a tedy i konstantním průtoku a rychlosti deformace, je přiložen graf získaný tímto experimentem.



Obrázek 29: Průběh tlaků podél kapiláry; H = 4 mm; měření s konstantní rychlostí posuvu pístu

U tohoto měření (viz Obrázek 29) je pokles tlaků na počátku měření ještě patrnější. Pokud je hypotéza správná a jedná se skutečně o pokles tlaku způsobený přítomností vzduchových bublin, bylo by příhodné tento tlakový pokles vyčíslit. Zde je proveden výpočet pouze pro výše zmíněný pokus. Pro tento konkrétní pokus je maximální naměřená tlaková hodnota vzniklá při kontaktu pístu s kolagenem u všech tlakových snímačů o 30-35 %, konkrétně u snímače tlaku číslo 5 se jedná o tlakovou ztrátu 2,84 bar, tedy 284 kPa.

3.4.1 Odvození závislosti průtoku na tlakové ztrátě

Závislost průtoku materiálu na tlakové ztrátě pro mocninové kapaliny lze odvodit z Cauchyovy rovnice:

$$\rho \frac{D\vec{u}}{Dt} = -\nabla p + \nabla \vec{\tau} + \rho \vec{f} \quad (28)$$

která se dá rozepsat do tvaru:

$$\rho \left(\frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + \vec{u} \cdot \nabla \vec{u} \right) = -\nabla p + \nabla \vec{\tau} + \rho \vec{f} \quad (29)$$

Takto rozepsaná Cauchyova rovnice se významně zjednoduší zanedbáním některých jejích členů. Pro případ průtoku tekutiny skrze rovinnou štěrbinu zanedbáme setrvačné síly a rovněž vnější objemové síly na celý kontrolní objem. Zároveň se uvažuje proudění pouze ve směru osy z, řeší se tedy tok mezi 2 deskami a dochází k zanedbání vlivu bočních stěn. Díky tomu pro smykové napětí získáváme následující vztah:

$$\tau_{yz} = \frac{\partial p}{\partial z} y \quad (30)$$

V teoretické části práce bylo zmíněno, že pro inženýrské aplikace je popis chování kolagenu pomocí mocninového modelu dostatečně přesný. Pro mocninové tekutiny platí:

$$\eta = K |\sqrt{2II}|^{n-1} = K \left| \sqrt{2\vec{\Delta}:\vec{\Delta}} \right|^{n-1} \quad (31)$$

Zároveň je známý vztah mezi smykovým napětím a tenzorem rychlosti deformace:

$$\vec{\tau} = 2\eta\vec{\Delta} \quad (32)$$

Jedinou nenulovou složkou rychlosti deformace jsou složky

$$\Delta_{zy} = \Delta_{yz} = \frac{1}{2} \frac{du_z}{dy} \quad (33)$$

Spojením uvedených rovnic (31), (32) a (33) a porovnáním s rovnicí (30) získáváme:

$$\tau_{yz} = K \left| \frac{du_z}{dy} \right|^{n-1} \frac{du_z}{dy} = \frac{\partial p}{\partial z} y \quad (34)$$

Po upravení rovnice jednoduchou separací proměnných a po integraci můžeme vyjádřit rovnicí pro rychlostní profil, ze které integrací přes průřez použité obdélníkové kapiláry získáme vztah pro průtok mocninové kapaliny v závislosti na tlakové ztrátě:

$$\dot{V} = \frac{2n}{2n+1} \left(\frac{-\partial p}{K\partial z} \right)^{\frac{1}{n}} \left(\frac{H}{2} \right)^{\frac{2n+1}{n}} W \quad (35)$$

kde: $\frac{\partial p}{\partial z}$ označuje tlakovou ztrátu ve směru proudění, tedy ve směru osy z

H značí výšku obdélníkové štěrbině a W její šířku

3.4.2 Výsledky z minulých let

Cílem práce je zjištění reologických vlastností testovaného materiálu pomocí mocninného modelu. Zjišťují se tedy hodnoty koeficientu konzistence K a indexu toku n . Koeficienty se zjišťují pomocí lehce modifikovaného programu vytvořeného při vyhodnocování v roce 2016. Jelikož se proměřují stejné kapiláry, mělo by dojít k porovnání naměřených výsledků právě s tímto experimentem. Data byla tedy vyhodnocována stejným způsobem. Při měření pod vedením doktora Jana Skočilase, profesora Rudolfa Žitného, doktora Jaromíra Štancla a dalších byly pro tři měřené kapiláry (viz Tabulka 3) vypočteny následující hodnoty koeficientů (viz Tabulka 4).

Tabulka 3: Rozměry měřených kapilár [4]

	Šířka W [mm]	Výška H [mm]	Poměr H/W	Hydraulický průměr D_h [mm]
Kapilára 1	20	1	0,05	1,9
Kapilára 2	20	2	0,1	3,64
Kapilára 3	20	4	0,2	6,67

Tabulka 4: Naměřené výsledky na jednotlivých kapilárách [4]

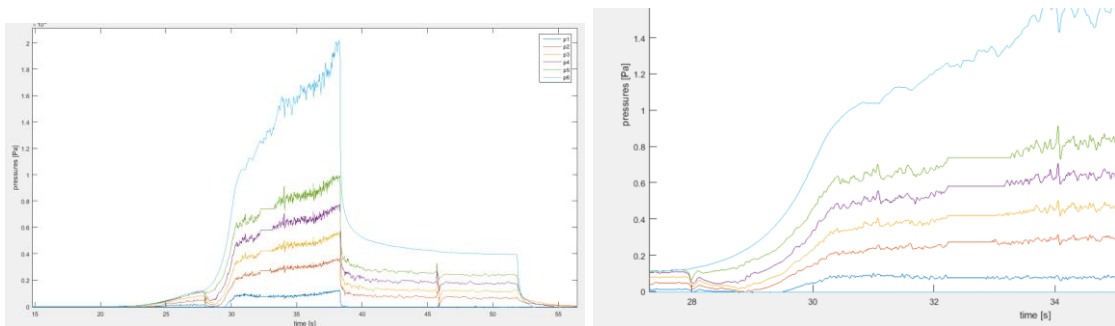
kolagen 2016	Kapilára 1		Kapilára 2		Kapilára 3	
	n [-]	K [Pa.s ^{n}]	n [-]	K [Pa.s ^{n}]	n [-]	K [Pa.s ^{n}]
Průměrná hodnota	0,161	8700	0,275	850	0,283	990
Směrodatná odchylka	0,073	3400	0,016	85	0,05	330

Kapilára 2 a kapilára 3 byly proměřovány i v rámci této diplomové práce. Kapilára 1 se při měření za daných podmínek ukázala jako neměřitelná. Z dat pro kapiláru 2 a 3 je zřejmé, že vliv geometrie na hodnotu indexu toku je zanedbatelný a že koeficient konzistence je tím větší, čím je větší výška kapiláry [4].

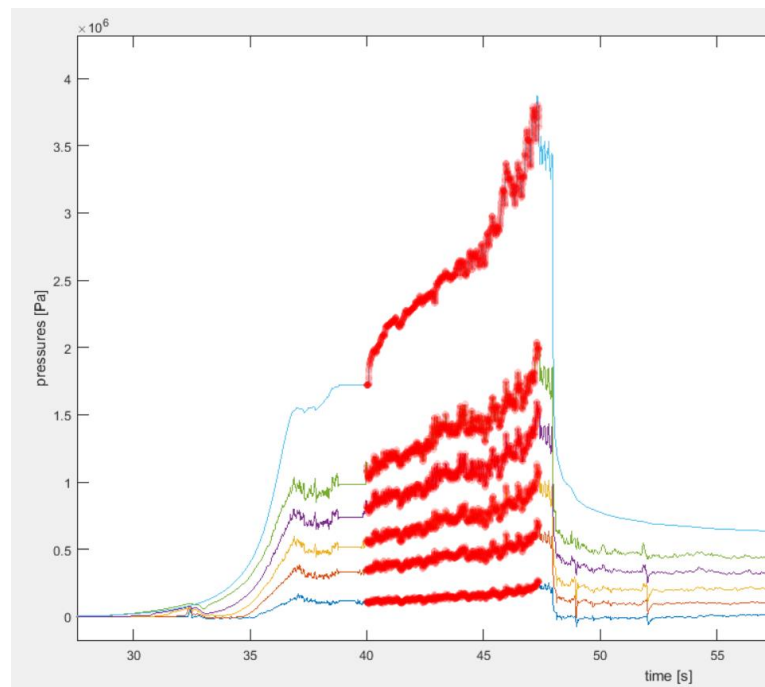
3.4.3 Problémy při vyhodnocování dat

Pro každou geometrii byl experiment proveden 10x. Jednak z důvodu lepší statistické hodnoty, ale také proto, že bylo předpokládáno, že každý pokus nebude možné kvalitně vyhodnotit. A skutečně jsem se v průběhu vyhodnocování setkal s pouhým okem zřetelnými anomáliemi v grafu závislosti průběhu tlaků. Tyto anomálie významně ovlivňují vyhodnocování. Jelikož se v programu volí časy, mezi kterými má dojít k vyhodnocení, je možné tyto anomálie “ořezat” a do vyhodnocení nezahrnout. I tak ovšem dostáváme často zkreslená data. Jednou z anomálií je situace, kdy snímače z neznámých důvodů na krátkou chvíli přestaly zaznamenávat data (viz Obrázek 30).

Tato situace naštěstí nastala pouze několikrát, a nešlo tedy o nic závažného. Řešením navíc může být právě ono “oříznutí” anomálie (viz Obrázek 31).

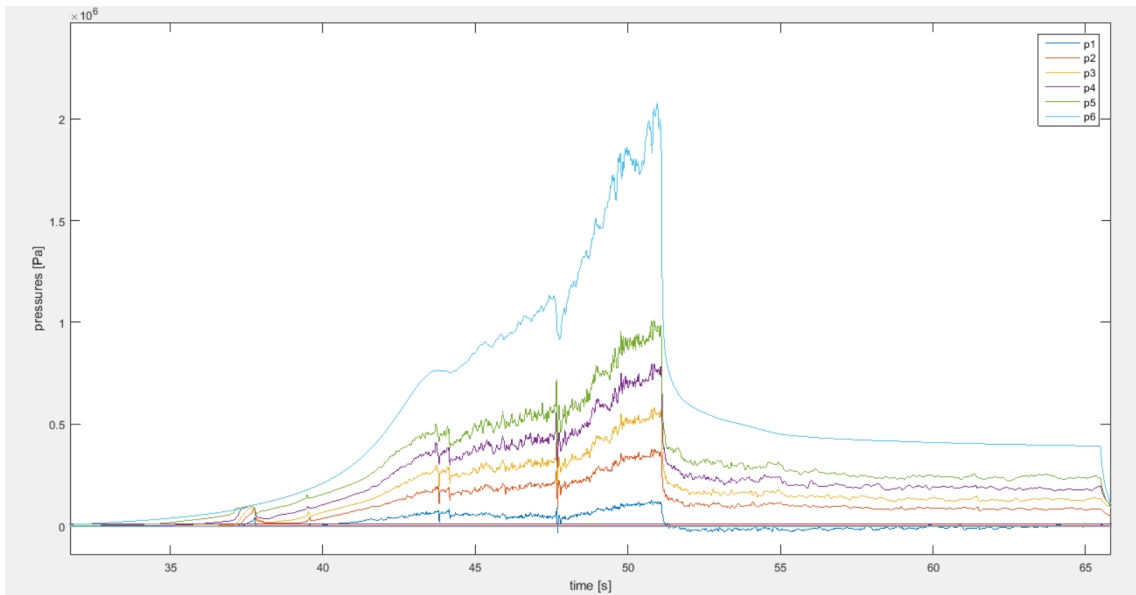


Obrázek 30: vlevo: Průběh tlaků se vzniklou anomálií, H = 4 mm; vpravo: Detail anomálie, kdy došlo k přerušení zapisování signálu

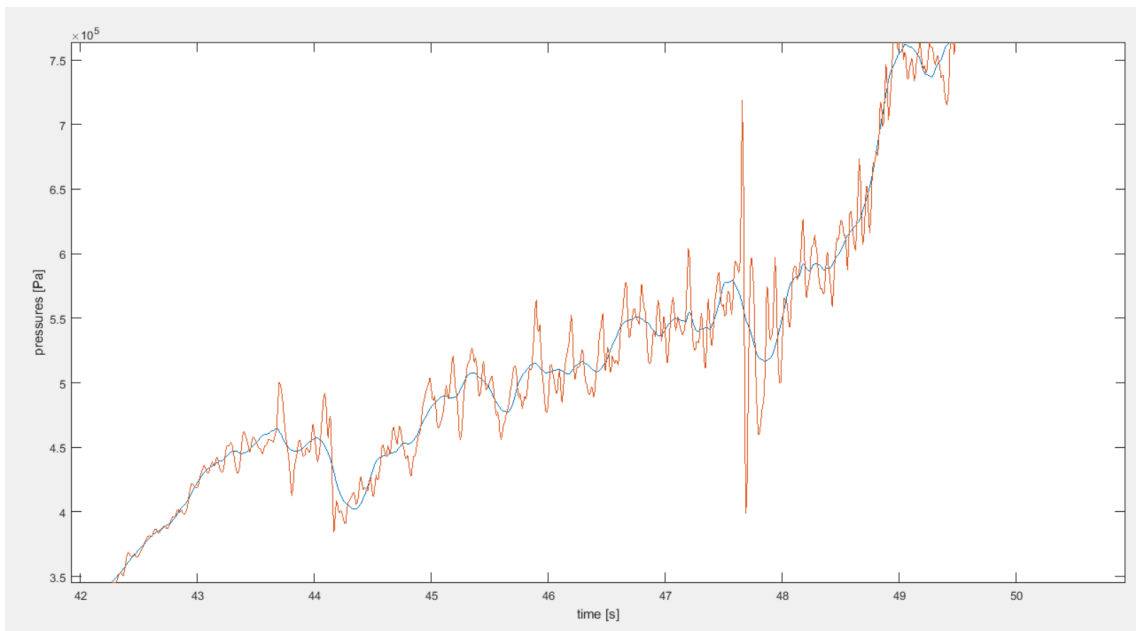


Obrázek 31: Znárodnění oblasti, pro kterou byl daný vzorek vyhodnocován

Horší situace nastává u již zmíněných vzduchových bublin. Dostane-li se vzduchová bublina do oblasti štěrbin, tlakové snímače zaznamenají náhlý a nečekaný pokles tlaku následovaný jeho náhlým znovuoobnověním. V práci jsou k vyhodnocování použity mediánový a Savitzky-Golay filtr. Ty jsou ovšem určeny převážně k redukování šumu, a ne takovýchto anomálií, účelem filtrů je vyhlazení naměřených dat bez zkreslení jejich tendence růstu/poklesu.



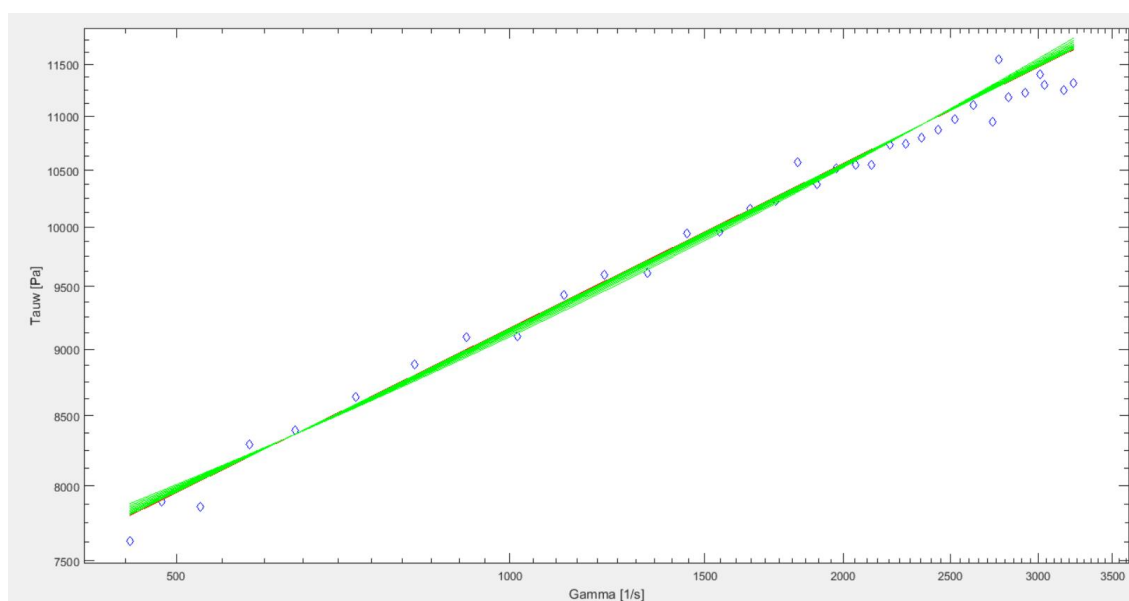
Obrázek 32: Průběh tlaků podél kapiláry s náhlým poklesem tlaku v čase 47,5 s, který ovlivňuje vyhodnocování



Obrázek 33: Ukázka vyhlazení tlakového průběhu pomocí filtru Savitzky-Golay v prostředí programu Matlab

3.4.4 Vypočtené hodnoty

Z vyhlazených dat se následně vybere oblast, ze které bude program vyhodnocovat koeficient konzistence K a index toku n pomocí mocninového modelu. Vybíráme takovou oblast, ve které je nárůst tlaku pokud možno bez anomálií. Zároveň je snaha o výběr co největší oblasti, díky čemuž získáme větší množství vyhodnocovaných dat pro větší rozsah rychlostí deformace, a vyhodnocování má poté více vypovídající hodnotu. Rozsah rychlostí deformace, pro který byla data vyhodnocována, je nutno vždy uvádět u vypočtených hodnot, bez uvedení rozsahu jsou vypočtené hodnoty bez vypovídající hodnoty.



Obrázek 34: Reogram, ukázka vyhodnocení pomocí mocninového modelu

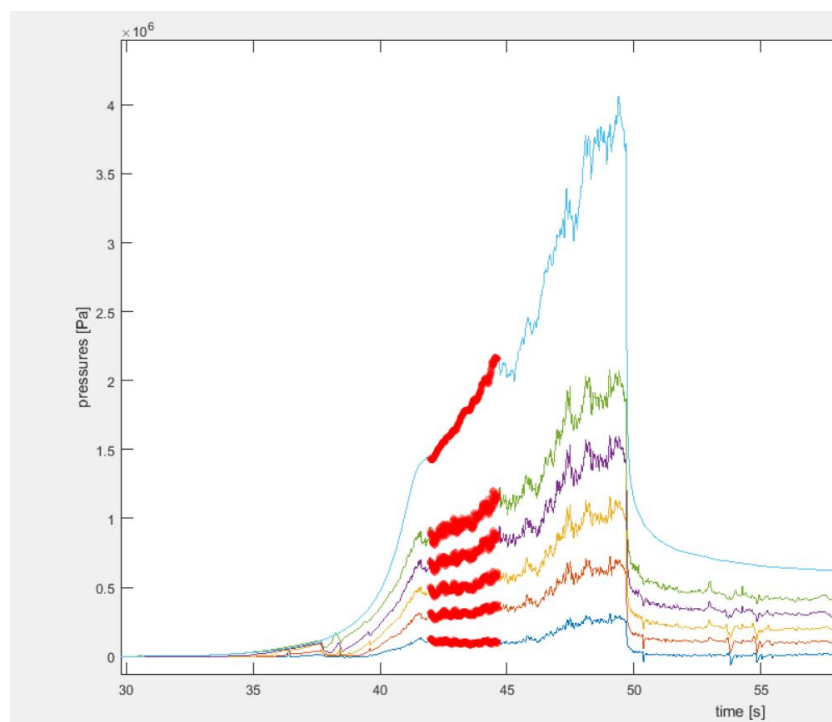
Tabulka 5: Rozměry měřených kapilár

	Šířka W [mm]	Výška H [mm]	Poměr H/W	Hydraulický průměr D_h [mm]
Kapilára 2	20	2	0,1	3,64
Kapilára 3	20	4	0,2	6,67
Kapilára 4	20	8	0,4	11,43

Tabulka 6: Výsledné vypočtené reologické vlastnosti pro měřené kapiláry

kolagen 2019	Kapilára 2		Kapilára 3		Kapilára 4	
	n [-]	K [Pa.s ⁿ]	n [-]	K [Pa.s ⁿ]	n [-]	K [Pa.s ⁿ]
Průměrná hodnota	0,221	1051	0,206	1813	0,217	2228
Směrodatná odchylka	0,030	252	0,032	431	0,013	88
Rozsah platnosti $\dot{\gamma}$ [s⁻¹]	1900 - 4300		750 - 3200		300 - 700	

Z naměřených hodnot vyplývá, že index toku je s průřezem, respektive výškou kapiláry neměnný. Neměnnost indexu toku by mohla být ukazatelem, že na stěně kapiláry nedochází ke skluzu. Totéž se nedá říci o koeficientu konzistence, který se s narůstající výškou kapiláry taktéž zvětšuje, koeficient konzistence K je nefyzikální parametr, který je (na rozdíl od indexu toku n) závislý na geometrii. Mezi kapilárou 3 a 4 není navýšení hodnoty koeficientu konzistence K , s přihlédnutím k vysoké směrodatné odchylce u kapiláry 3, nijak zásadní. Ovšem u kapiláry 2 je tato hodnota téměř 2x nižší. Rozdíly jsou dány zmíněnou závislostí K na geometrii. Takto dramatický pokles může být také způsoben obsahem vzduchových bublin. Bubliny způsobují problémy u všech měření, ovšem u menších průřezů, kde experiment probíhá za vysokých tlaků, jsou poklesy tlaku způsobené bublinami nejzřetelnější, a u vyhodnocování musel proto být často časový interval vyhodnocování ztelně zužován, aby mohly být konstanty vypočteny (viz Obrázek 35).



Obrázek 35: Graf znázorňující průběh tlaků u vybraného měření pro kapiláru s výškou $H = 2$ mm; červeně je vyznačena oblast, pro kterou byl vzorek vyhodnocován

V tabulkách na následující stránce (viz Tabulka 7, Tabulka 8, Tabulka 9) jsou pro každou kapiláru rozepsány reologické vlastnosti vypočtené pro dílčí pokusy. Zprůměrováním některých z těchto hodnot jsem dosáhl výsledků zobrazených výše (viz Tabulka 6).

Tabulka 7: Reologická data vypočtená pro kapiláru č.2; H = 2 mm

Kapilára 2		
Platnost pro rozsah $\dot{\gamma}$ [s ⁻¹]		1900 - 4300
Číslo pokusu	n [-]	K [Pa.s ⁿ]
4	0,2076	1019
5	-	-
6	-	-
7	0,2233	1054
8	-	-
9	0,1948	1298
10	-	-
11	-	-
12	0,2860	528
13	0,2111	1203
14	0,2028	1203
Průměr	0,2209	1051
Směrodatná odchylka (n=6)	0,0303	252

Tabulka 8: Reologická data vypočtená pro kapiláru č.3; H = 4 mm

Kapilára 3		
Platnost pro rozsah $\dot{\gamma}$ [s ⁻¹]		750 - 3200
Číslo pokusu	n [-]	K [Pa.s ⁿ]
1	0,2045	1882
2	0,2232	1616
3	0,1862	2183
4	0,2096	1763
5	0,2040	1829
6	-	-
7	0,1392	2738
8	0,2131	1440
9	-	-
10	0,2691	1114
11	0,2082	1750
Průměr	0,2063	1813
Směrodatná odchylka (n=9)	0,0320	431

Tabulka 9: Reologická data vypočtená pro kapiláru č.4; H = 8 mm

Kapilára 4		
Platnost pro rozsah $\dot{\gamma}$ [s ⁻¹]		300 - 700
Číslo pokusu	n [-]	K [Pa.s ⁿ]
3	0,1917	2292
4	-	-
5	-	-
6	-	-
7	0,2164	2279
8	0,2200	2224
9	0,2299	2166
10	0,2131	2333
11	0,2317	2072
Průměr	0,2171	2228
Směrodatná odchylka (n=6)	0,0132	88

Při vyhodnocování se nepočítá průměr a směrodatná odchylka pro všechna měření. Některá měření neprobíhala ideálně, což bylo zaznamenáno hned při průběhu měření, nebo bylo měření vyhodnoceno jako špatné až z průběhů tlaků (viz předchozí kapitola zabývající se anomáliemi během měření). V tabulkách jsou měření, která nebyla započítána do výsledného průměru hodnot, označena červeně. Některá čísla měření nejsou zahrnuta v tabulce, protože šlo o měření, která spočívala pouze v naplnění kapiláry nebo se dané měření vůbec nepovedlo.

V tabulce (viz Tabulka 10) je znázorněno porovnání dvou kapilár, které byly proměřovány jak v rámci této diplomové práce, tak v roce 2016 v rámci již několikrát zmíněného experimentu [4]. Jelikož se jednalo o stejné kapiláry, téměř stejný způsob vyhodnocování a o stejný měřicí reometr, měla by být získaná data podobná, ne-li totožná.

Tabulka 10: Porovnání vypočtených hodnot této práce s hodnotami z experimentu prováděného v roce 2016

2016/2019		2016		2019	
		H = 2 mm	H = 4 mm	H = 2 mm	H = 4 mm
n [-]	průměr	0,275	0,283	0,2209	0,2063
	SD	0,016	0,05	0,0303	0,0320
K [Pa.s ⁿ]	průměr	850	990	1051	1813
	SD	85	330	252	431
τ_w [Pa]	$\dot{\gamma} = 2000 \text{ s}^{-1}$	6874	8508	5634	8699

Na první pohled je zřejmé, že indexy toku n kolagenu se u obou experimentů mění se změnou geometrie kapiláry pouze nevýznamně. U dat získaných v rámci této práce jsou jejich hodnoty ovšem znatelně vyšší. Při porovnávání hodnot koeficientu konzistence K u kapiláry s výškou 2 mm jsou hodnoty prakticky totožné, u druhé měřené kapiláry jsem ovšem získal hodnotu téměř 2x větší.

Pro větší přehlednost při porovnávání výsledků bylo vypočítáno smykové napětí na stěně:

$$\tau_w = K\dot{\gamma}^n \quad (36)$$

Jedná se o ryze praktickou záležitost, kdy místo porovnávání dvou kritérií je porovnáváno pouze jedno. Pro výpočet smykového napětí na stěně byla použita rychlost deformace 2000s^{-1} . V tomto případě nedojde s použitím τ_w při porovnávání k usnadnění. Pokud bychom se totiž řídili pouze těmito vypočtenými hodnotami, jevily by například hodnoty pro kapiláru 3, tedy $H = 3$ mm jako téměř totožné. Ve skutečnosti je zde ovšem velký rozdíl jak v hodnotách indexů toku, tak koeficientů konzistence.

Rozdíl ve vypočtených hodnotách může být částečně způsoben jinou šarží kolagenu. Dalším důvodem odlišností v experimentech by mohl být obsah tuhé složky v kolagenní hmotě. U práce týmu doktora Skočilase byla zjištěna hmotnostní koncentrace kolagenu 9,5 %, kdežto v této diplomové práci byl obsah pevné části v roztoku stanoven na 7,8 %. Takto velký rozdíl v obsahu kolagenu má vliv na dosažené výsledky. Z těchto pozorování je tedy možné stanovit následující závěry:

Hmotnostní procento kolagenu v kolagenním vodném roztoku má vliv na:

- index toku daného materiálu
- hodnotu koeficientu konzistence, a to u větších rozměrů kapilár

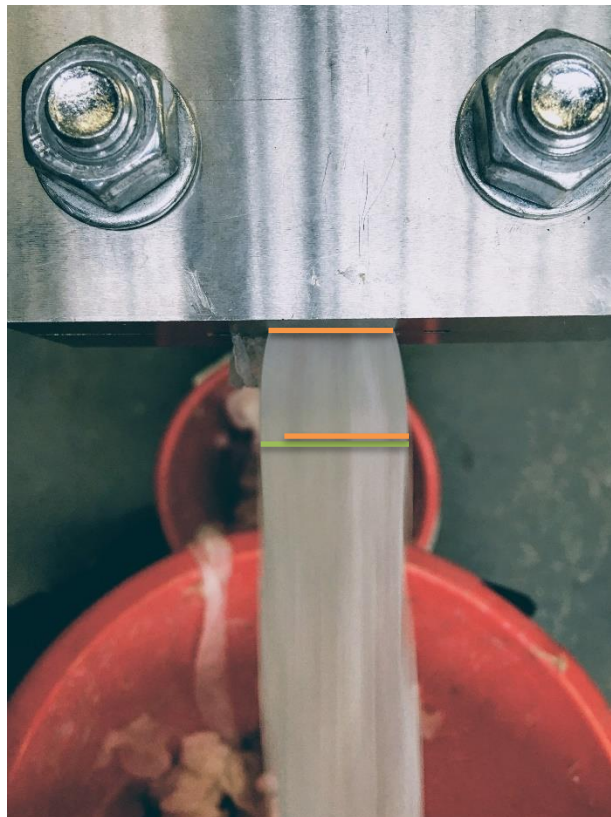
3.5 Vyhodnocování viskoelastických vlastností kolagenu

Cílem této diplomové práce je mimo jiné vyhodnocení viskoelastických vlastností kolagenní hmoty. Téma viskoelasticity bylo podrobně popsáno v teoretické části, nyní se dostáváme k praktickým metodám jejího vyhodnocení a zjišťování, zda vůbec měřený kolagen takovéto vlastnosti vykazuje.

3.5.1 Vyhodnocování viskoelasticity pomocí jet-swellu

Pouhým okem pozorovatelným důkazem o viskoelasticitě materiálu je přítomnost jevu nazývaného jet-swell (die-swell) neboli zvětšení rozměrů materiálu po opuštění prostoru kapiláry.

U kolagenní hmoty měřené v rámci této práce byl jet-swell pozorován. Bohužel zde nebyla použita vysokorychlostní kamera, jako tomu bylo v případě minulých prací [1], ale i tak se mi podařilo udělat fotografii, z níž je pozorovaný jev patrný a měřitelný. Fotografie (viz Obrázek 36) je pořízena při průchodu rovinnou kapilárou o výšce $H = 2 \text{ mm}$ při maximální rychlosti pístu. Je logické, že největší jet-swell bude pozorován u nejmenších kapilár, jelikož zde dochází k největšímu stlačení materiálu.



Obrázek 36: Fotografie kolagenní hmoty na výstupu z vytláčovací hlavy; $H = 2 \text{ mm}$

Z fotografie jsem odečetl, že po výstupu kolagenní hmoty došlo ke zvětšení jejího rozměru, konkrétně šířky, o 20 %. Je tedy možné již nyní formulovat závěr, že viskoelasticita měřeného materiálu byla prokázána.

K vyhodnocení viskoelasticity z fotografie je použita rovnice (viz (24)), která ovšem potřebuje další úpravy. Je zřejmé, že se jedná o vzorec používaný pro extruzi skrz kapiláru o kruhovém průřezu. Pro aplikaci tohoto vztahu na obdélníkovou štěrbinu by se nabízelo použít hydraulický průměr. Jelikož ovšem z pořízené fotografie (viz Obrázek 36) nejsem schopný zjistit jet-swell kolagenu v radiálním směru, tedy případné zvětšení jeho výšky h , uvažuji ve vzorci pouze rozšíření jeho šířky:

$$\frac{W_e}{W} = \left[1 + \frac{1}{2} \left(\frac{N_1}{2\tau_w} \right)^2 \right]^{\frac{1}{6}} \quad (37)$$

kde: W značí šířku kapiláry

W_e šířku vzorku na výstupu z kapiláry.

Vyjádřením N_1 z rovnice (36) získám vztah:

$$N_1 = \sqrt{8 \tau_w^2 (\chi^6 - 1)} \quad (38)$$

kde χ je zavedená konstanta určující míru nabobtnání materiálu:

$$\chi = \frac{W_e}{W} \quad (39)$$

Z vypočtené hodnoty difference prvního normálového napětí je možné stanovit tzv. Weissenbergovo číslo Wi , které je používáno jako měřítko viskoelasticity (viz (11)). Z vypočteného Weissenbergova čísla je poté možné podle rovnice (12) určit relaxační čas měřeného materiálu λ .

Výše uvedeným postupem byly pro situaci na fotografii (viz Obrázek 36) získány následující výsledky:

Tabulka 11: Tabulka dílčích výpočtů pro výpočet Weissenbergova čísla a relaxačního času, měřeno pro $\dot{\gamma} = 3363 \text{ s}^{-1}$

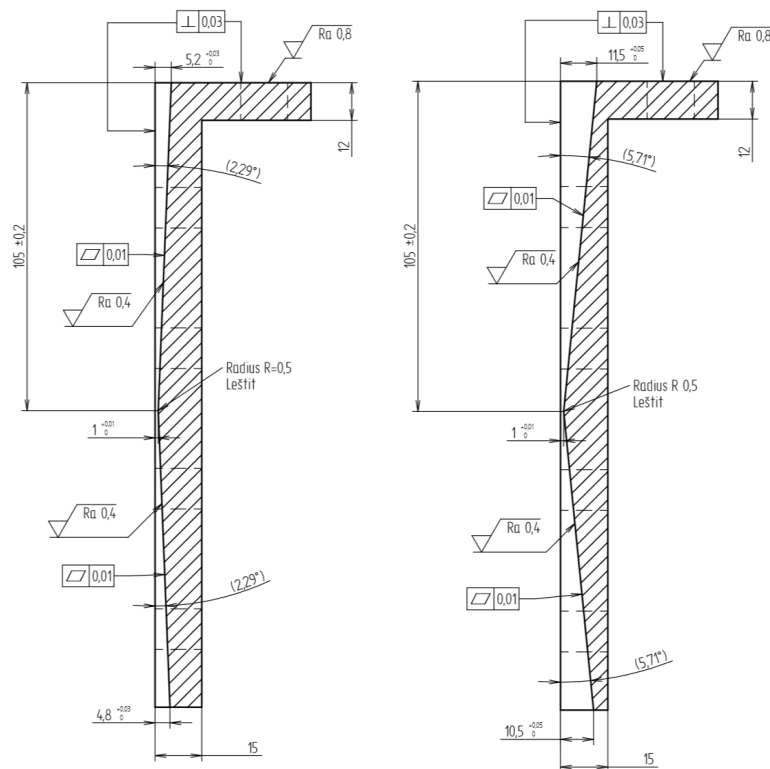
$\dot{\gamma} [\text{s}^{-1}]$	3 363
$n [-]$	0,22
$K [\text{Pa}\cdot\text{s}^n]$	1 050
$\tau_w [\text{Pa}]$	15 541
$\chi [-]$	1,194
$N_I [\text{Pa}]$	60 491
$Wi [-]$	3,89
$\lambda [\text{s}]$	$1,2 \cdot 10^{-3}$

Jelikož je hodnota Weissenbergova čísla větší než 0, je jisté, že měřený materiál vykazuje elastické chování. Kolagenní hmota vykazuje malý relaxační čas, což znamená že po odeznění deformace se velice rychle navrací do svého původního tvaru.

Nutno podotknout, že se jedná pouze o orientační hodnoty, jelikož vyhodnocování viskoelasticity podle jet swellu nebylo plánované. Využil jsem ovšem příležitosti a z pozorování experimentu jsem se rozhodl data vyhodnotit. Do budoucna by bylo určitě přínosné při měření použít vysokorychlostní kameru a metodiku použitou v této práci tak ověřit systematickými experimenty.

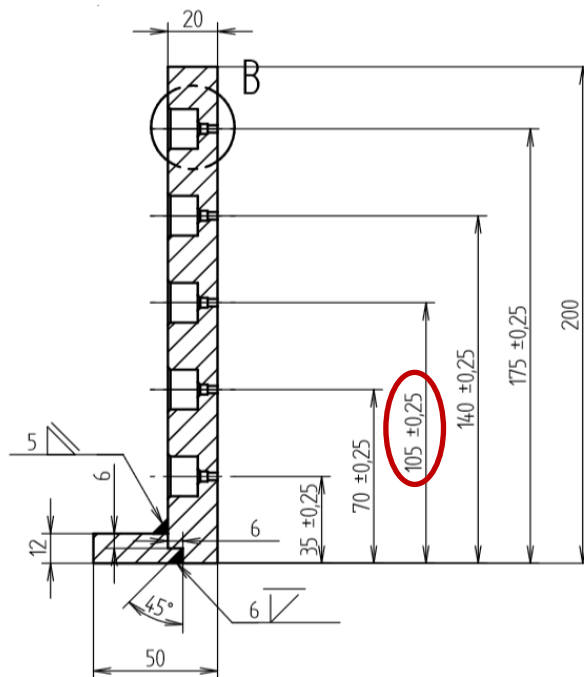
3.5.2 Měření kolagenu na kapilárách s proměnnou výškou

Jelikož se v minulosti na rovinných kapilárách nepodařilo viskoelasticitu dostatečně prokázat, byly navrženy štěrbiny se zužující se a následně rozšiřující se výškou, tzv. konvergentní-divergentní štěrbin. V rámci této práce byly proměřeny dvě kapiláry tohoto typu. Pro připomenutí jsou zde opět vloženy geometrie obou kapilár (viz Obrázek 37). Prvotním problémem v určování míry viskoelasticity je fakt, že pro měření byl k dispozici pouze jeden druh kolagenní hmoty, nedokážeme tedy zjištěnou viskoelasticitu porovnat s jinými materiály.



Obrázek 37: Výkresy obdélníkových štěrbin s proměnnou výškou

Je vidět, že kapiláry nejsou osově souměrné, nejužší místo není uprostřed kapiláry, ale ve vzdálenosti 105 mm od vstupní části. Úhel zužující se části je stejný jako u části rozšiřující, z čehož plyne následující: $H_{vstup} > H_{výstup}$. Umístění prostředního snímače tlaku je přímo v místě nejužšího místa kapiláry (viz Obrázek 38).



Obrázek 38: Výkres spodní části vytlačovací hlavy včetně umístění otvorů pro tlakové snímače

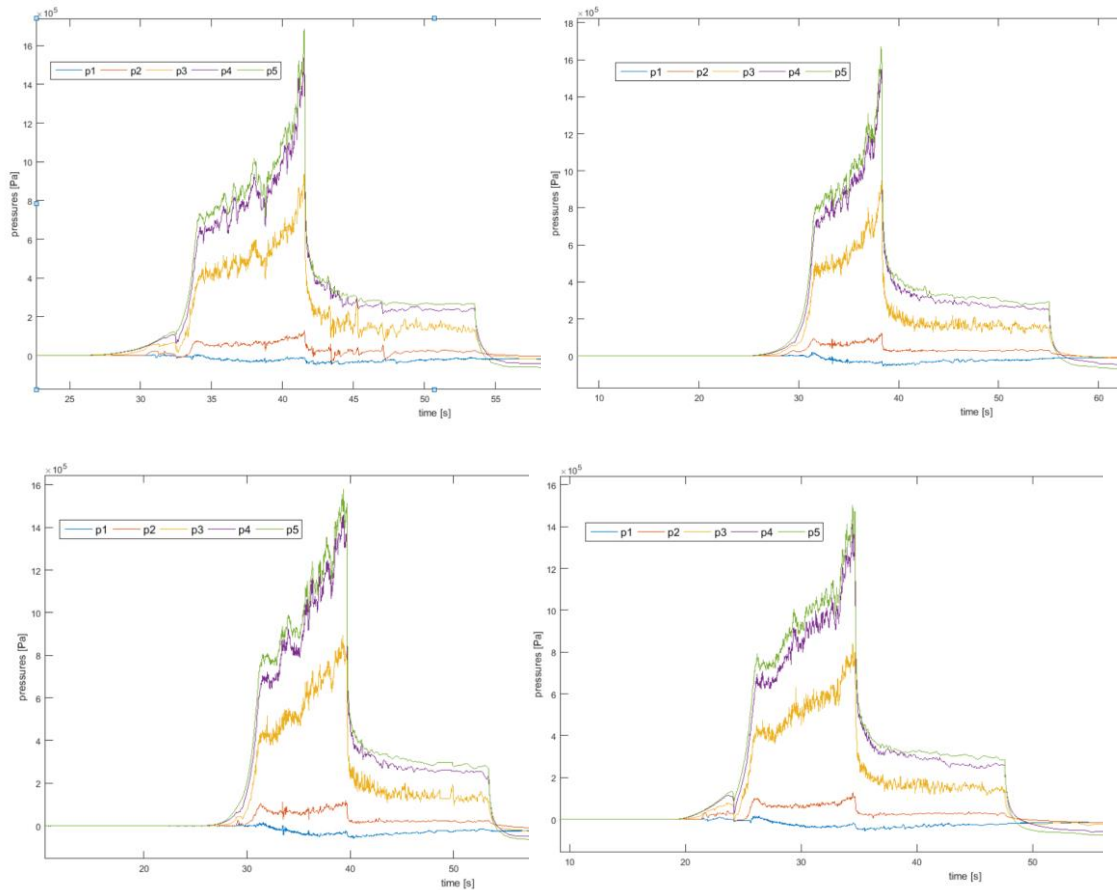
Pro přehlednost jsou rozměry obou kapilár, pojmenovaných jako Kapilára 5 a 6, znázorněny v následující tabulce:

Tabulka 12: Rozměry konvergentních-divergentních kapilár

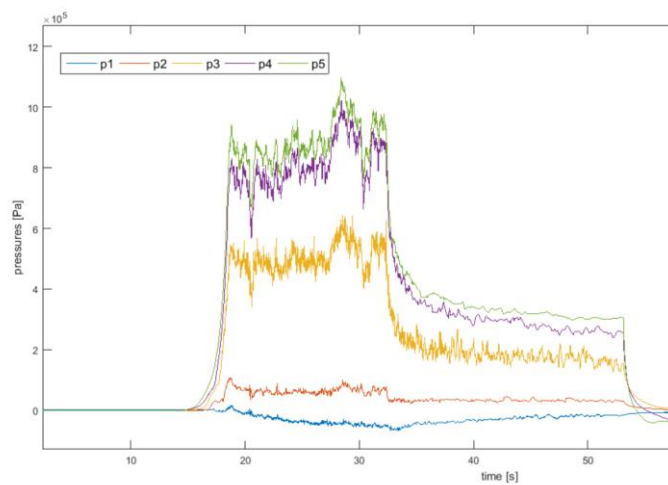
	Šířka W [mm]	Výška H_{vstup} [mm]	Výška $H_{výstup}$ [mm]	Úhel konvergence/ divergence [°]
Kapilára 5	20	11,5	10,5	5,71
Kapilára 6	20	5,2	4,8	2,29

3.5.2.1 Kapilára 5

Měření probíhala stejným způsobem jako u rovinných kapilár, po proměření byla data opět importována do Matlabu a byla vykreslena závislost tlaků na čase (viz Obrázek 39).

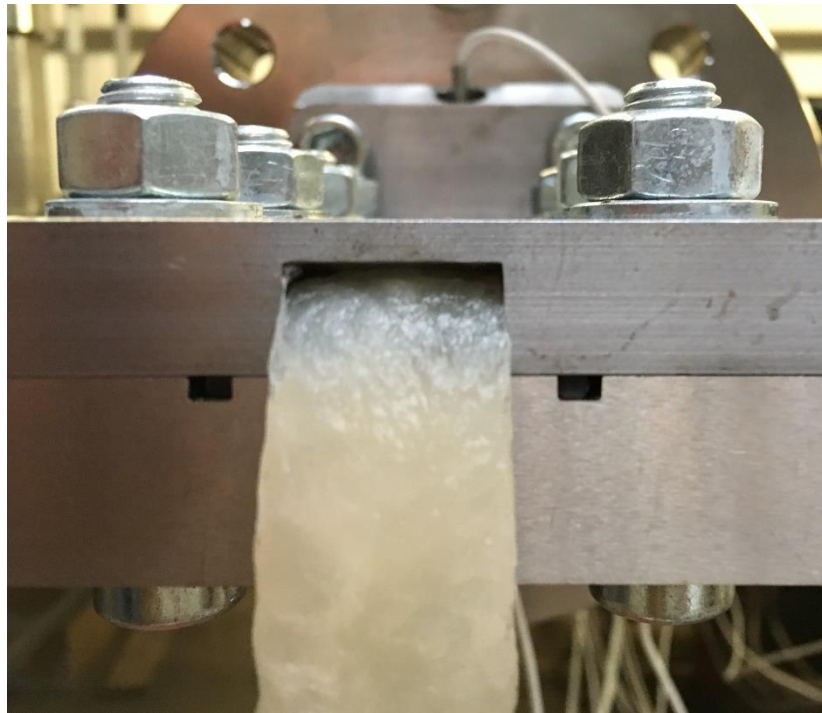


Obrázek 39: Záznam získaný z pěti tlakových snímačů pro Kapiláru 5, zvyšující se rychlost pístu



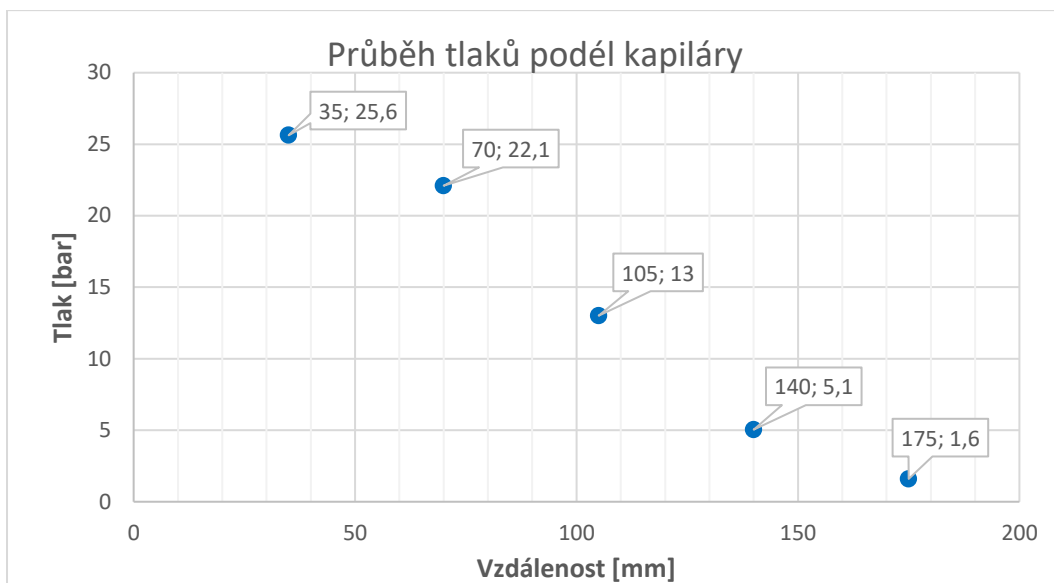
Obrázek 40: Záznam z pěti tlakových snímačů pro konstantní rychlost pístu, Kapilára 5

Z dat získaných z tlakových snímačů je patrné, že Kapilára 4 bude velmi těžko vyhodnotitelná, snímače číslo 1 a 2 nezaznamenávají téměř žádný tlak. To je dáno velkým úhlem rozšiřování kapiláry. Kolagenní hmota jednoduše nemá takovou paměť, nemá takový relaxační čas, aby byla schopná při průchodu kapilárou kopírovat její profil. Kolagen sice po stlačení v místě $H = 1$ mm znovu nabývá svůj objem, ovšem ne dostatečně na to, aby zaplnil celý průřez kapiláry, jak je zřejmé z fotografie kolagenu na výstupu ze štěrbin (viz Obrázek 41).



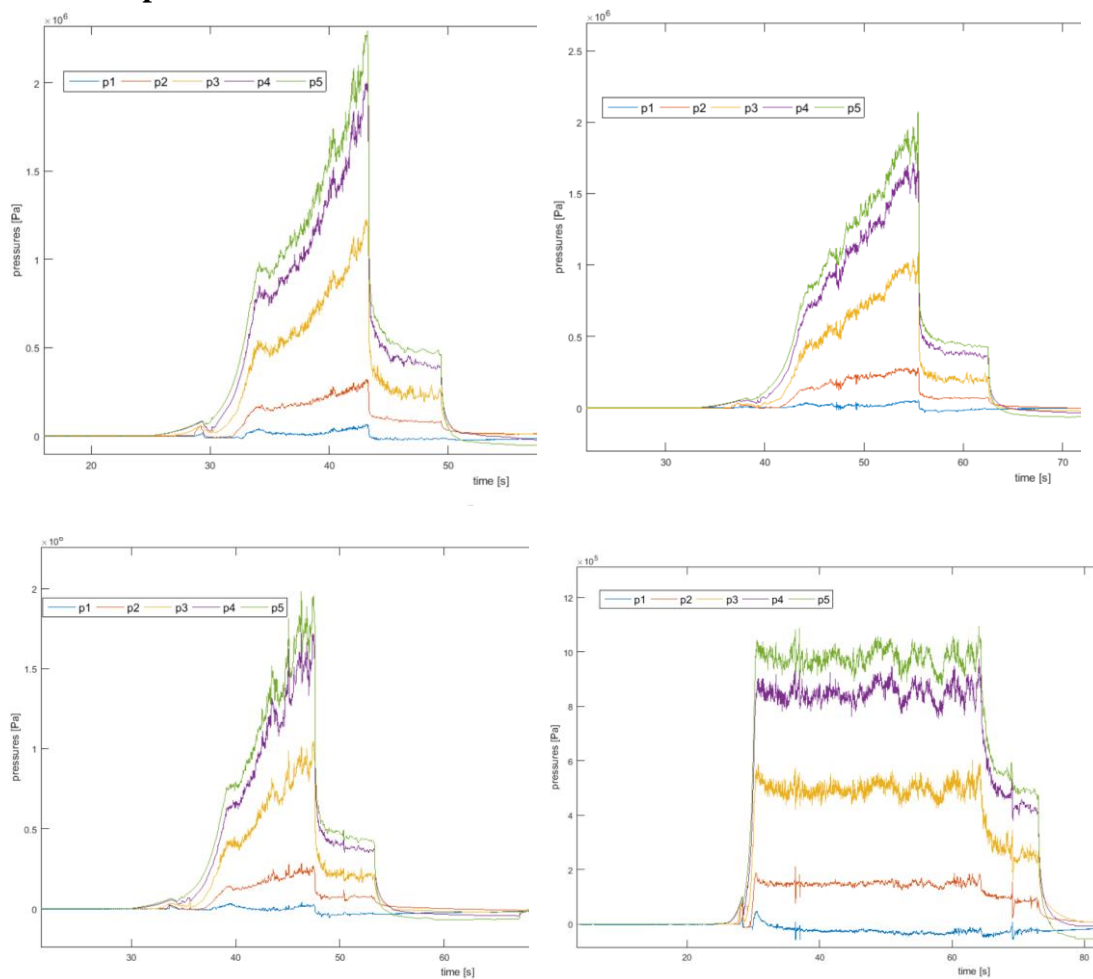
Obrázek 41: Fotografie kolagenu vystupujícího z Kapiláry č.5

Z průběhů tlaků (viz Obrázek 42) je zřejmé, že pokles tlaků v zužujícím se kanále nemá lineární tvar, bude se jednat spíše o exponenciální závislost. Průběh tlaků v zužujícím se kanále bohužel nejsme schopni analyticky vyčíslit, k jeho výpočtům se používají numerické metody. Důvodem, proč se jedná o tak složitý problém je ovlivňování profilu toku zužující se stěnou kapiláry. Rychlostní profil toku materiálu tak nemá klasický linearizovaný tvar.



Obrázek 42: Průběh naměřených tlaků podél kapiláry

3.5.2.2 Kapilára 6



Obrázek 43: Grafická závislost dat získaných z tlakových snímačů na čase

Jak je vidět ze závislosti hodnot z tlakových snímačů na čase experimentu, data pro Kapiláru 5 také nejsou k vyhodnocování ideální. Snímač číslo 1 umístěný 25 mm od výstupu z kapiláry stále udává pouze minimální tlaky, snímač číslo 2 už ovšem udává vyšší hodnoty tlaků, než tomu bylo v případě Kapiláry 4 s větším úhlem konvergence/divergence. Na výstupu opět nedochází k úplnému zaplnění otvoru (viz Obrázek 44), ale situace je nepochybně znatelně lepší, než tomu bylo v minulém případě (viz Obrázek 41). I zde si můžeme všimnout, že dochází k rozšíření rozměrů materiálu na výstupu (jet-swell).



Obrázek 44: Fotografie kolagenní hmoty na výstupu z kapiláry č.6

Při zjišťování míry viskoelasticity kolagenu nastal zmíněný problém s malými hodnotami tlaku zjištěnými snímači 1 a 2. Pro určení případného posuvu gradientu tlaku od místa s nejmenším průřezem je třeba proložit naměřené hodnoty lineární spojnicí trendu. Průsečíkem spojnic trendů 2 krajních bodů na obou koncích kapiláry vznikne bod, jehož souřadnice jsou důležité pro vyhodnocování viskoelasticity. Odchylka souřadnic tohoto průsečíku od souřadnic polohy prostředního tlakového snímače značí míru viskoelasticity. Tento postup je ovšem problematický, jelikož máme pouze dvě hodnoty z tlakových snímačů na straně zužující se části a dvě data z rozšiřující se části. Hodnotu z prostředního snímače logicky nemůžeme použít, jelikož se snažíme zjistit posun právě od této hodnoty. Navíc vzhledem k tomu, že všechny snímače jsou od sebe

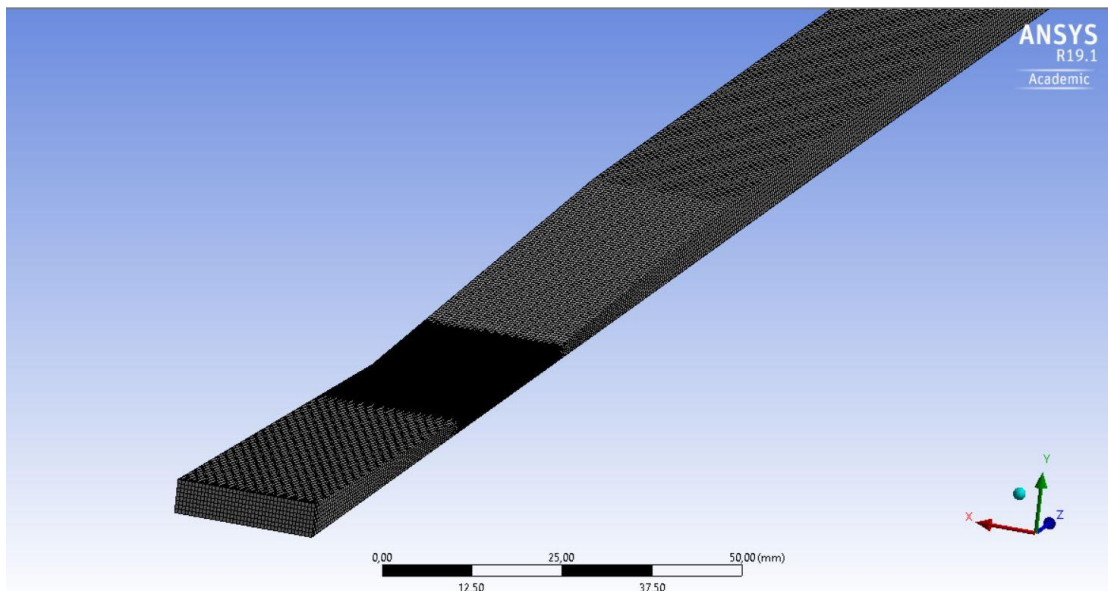
vzdáleny o stejnou vzdálenost, je při pohledu na grafy zřejmé, že vzniklá závislost nebude lineární. Ideálním řešením by tedy bylo prodloužení vytlačovací hlavy a umístění více tlakových snímačů.

3.5.2.3 Modelování v programu ANSYS

Při diplomové práci byl použit program ANSYS, v jehož prostředí byla celá situace několikrát nasimulována. Výsledky ze softwaru ANSYS Fluent by mohly být pro vyhodnocování viskoelasticity užitečné.

- **Tvorba mřížky**

- Pro výpočty tlaků, ale i rychlostí, trajektorií částic atd. je nutné vytvořit mřížku, tzv. mesh. Čím více segmentů vytvoříme, tím je výpočet přesnější. Je výhodné hustotu sítě měnit podle místa, které nás nejvíce zajímá, proto je možno na obrázku (viz Obrázek 45) vidět mnohem hustší síť v místě nejužšího místa štěrbiny. Celkem byla geometrie v této práci při modelování kapiláry 4 rozdělena na cca 600 000 segmentů, u kapiláry číslo 5 bylo segmentů vytvořeno 250 000.



Obrázek 45: Vytvořená síť v programu Ansys

- **Tvorba výpočtového modelu - Fluent**

- Pro simulaci toku kolagenu přes vytvořenou mřížku byl použit výpočtový server od Ansysu, Fluent. V prostředí Fluentu je důležité na začátku simulace provést nastavení typu proudění a zvolit konkrétní tekutinu. V tomto případě se jedná o laminární proudění neneutonské látky, kolagenu. Pro kolagen byl zvolen mocninový výpočtový model s parametry vypočtenými při vyhodnocování rovinných kapilár v rámci této práce. Konkrétně byly zvoleny hodnoty vypočtené pro kapiláru číslo 3 ($H = 4 \text{ mm}$). Index toku byl tedy zvolen $n = 0,21$ a koeficient konzistence $K = 1813 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$.

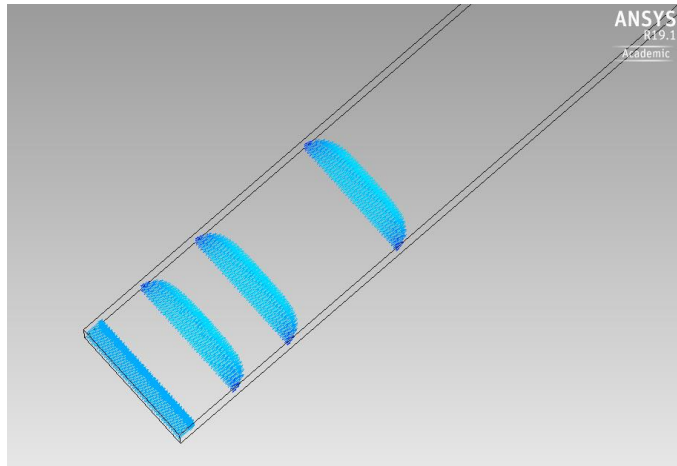
Volbu laminárního toku proudění je nutné ověřit pomocí Reynoldsova čísla. Pro charakterizování režimů proudění mocninových kapalin představili Metzner a Reed vztah [28, 29]:

$$Re_{MR} = \frac{D^n \bar{u}^{2-n} \rho}{K 8^{n-1} \left(\frac{3n+1}{4n}\right)^n} \quad (40)$$

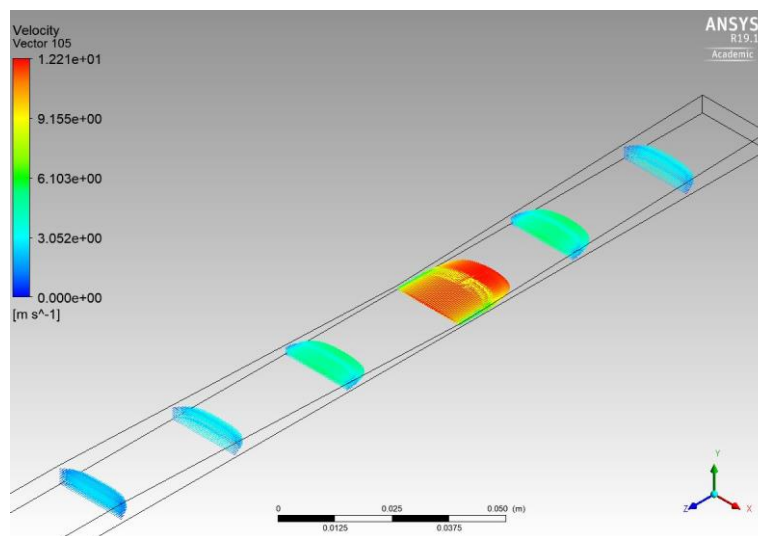
Tento vztah byl použit i v rámci této práce k ověření laminárního toku. Zobecněné Reynoldsovo číslo bylo počítáno pro nejužší místo průtoku kolagenu při maximální rychlosti pístu.

Vypočtená hodnota $Re_{MR} = 36,98$ je zcela jistě menší než kritická hodnota Reynoldsova čísla Re_k , značícího přechod mezi laminárním a turbulentním režimem proudění. Uvažování laminárního režimu toku lze tedy vyhodnotit jako správné.

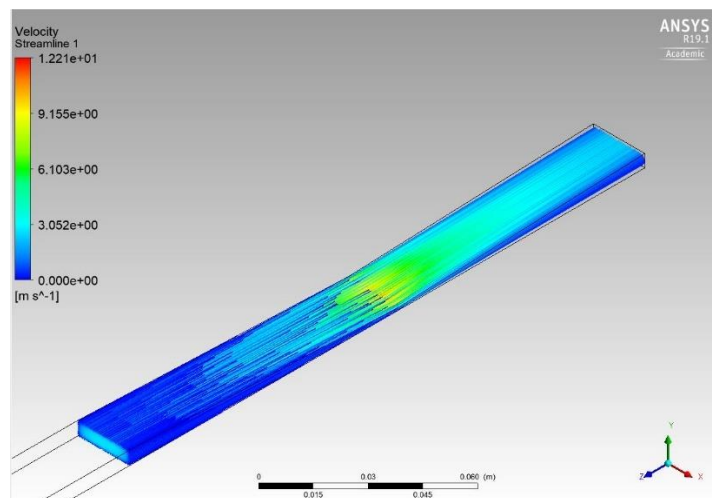
S laminárním režimem proudění vzniká při modelování toku problém. K ustálení toku totiž nedojde hned, ale až po určité vzdálenosti, kterou tekutina v kapiláře urazí [9]. Tento problém se při modelování řeší vložení lineárního rovnoběžného segmentu, ve kterém postupně dojde k ustálení toku a vytvoření typického plně vyvinutého parabolického toku.



Obrázek 46: Vytvoření plně vyvinutého parabolického toku

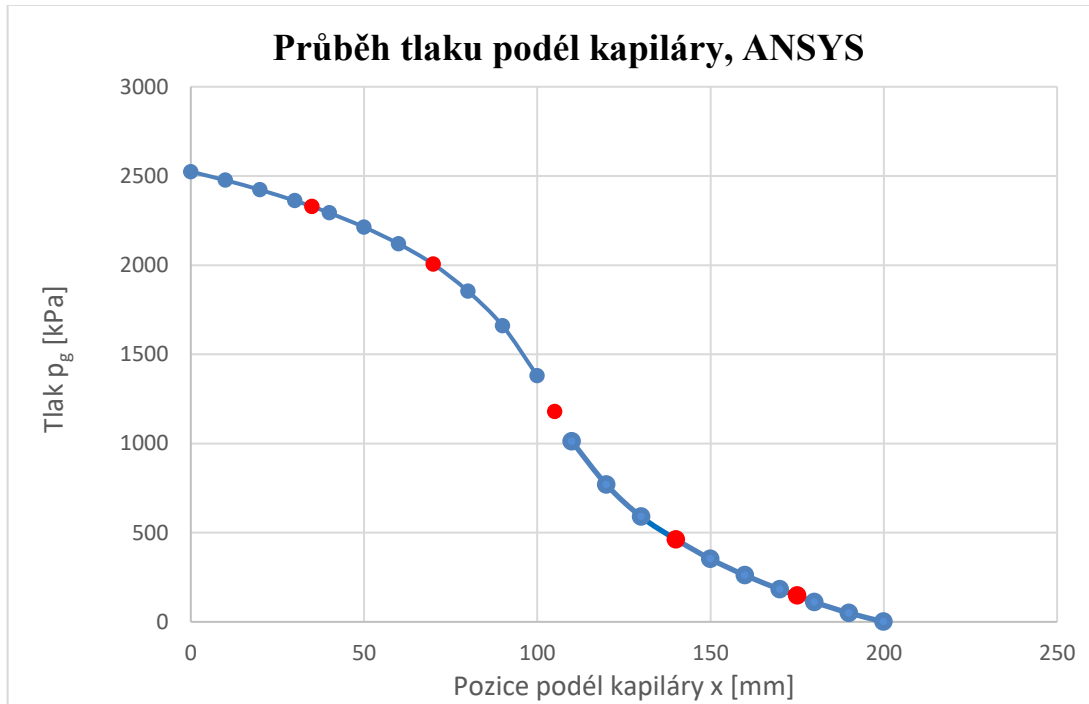


Obrázek 47: Rychlosti v jednotlivých částech kapiláry odpovídajících umístění tlakových snímačů a vstupu do kapiláry; zleva: vstup do kapiláry, tlakový snímač p5, p4, p3, p2, p1



Obrázek 48: Streamline: Ukázka rychlostí částic podél celé kapiláry

Vytvořením rychlostních profilů v postprocessingu programu je dobré k získání představy o vlivu zúžení a následného rozšíření kapiláry. Klíčová pro tuto práci je znalost hodnot tlaků podél kapiláry. K tomu účelu jsem v geometrii vytvořil řezy v souřadnicích x-y, ve kterých jsem vypočítal průměrný tlak. Získané hodnoty jsem vynesl do grafu.

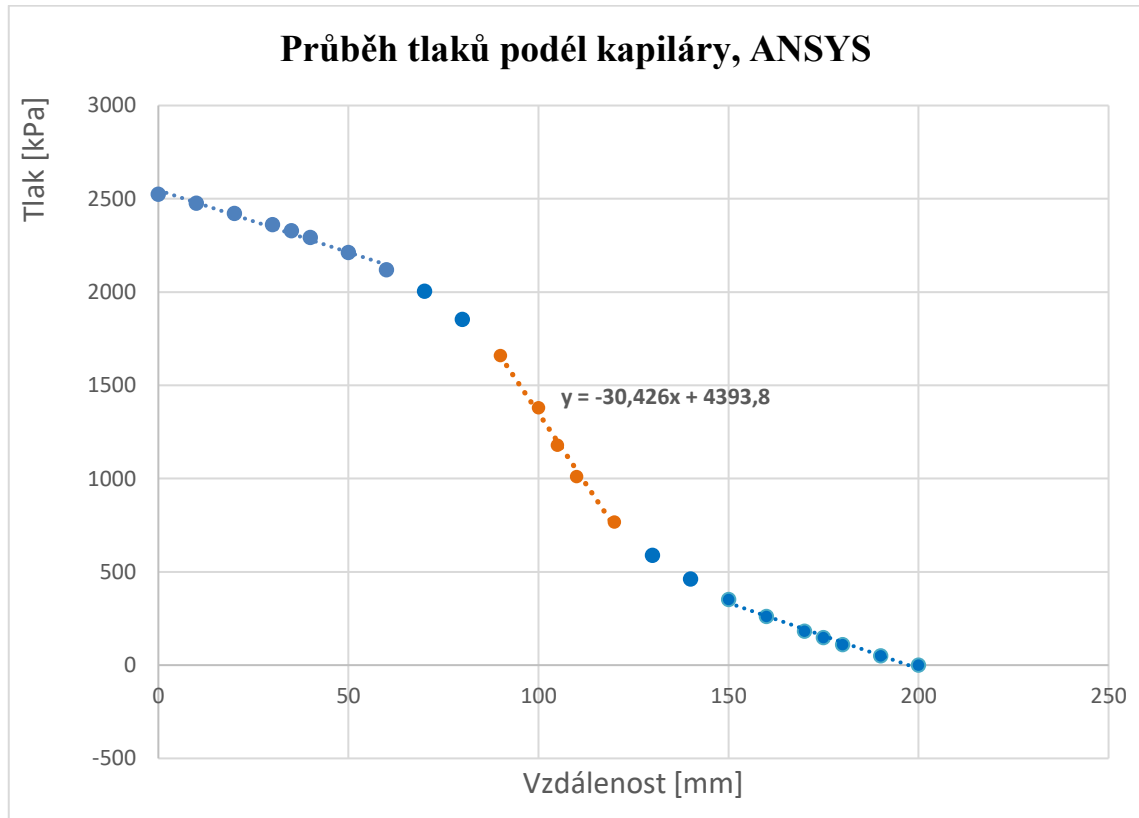


Obrázek 49: Průběh tlaků podél kapiláry, hodnoty odečteny z programu Ansys pro konstantní průtok

Na grafu jsou zobrazena data znázorňující průběh tlaků podél kapiláry. Pozice $x = 0$ mm je místo vstupu kolagenní hmoty do kapiláry, kdežto bod $x = 200$ mm náleží konci kapiláry, kde kolagen vystupuje zpět do prostředí. Tlaky jsou v tomto případě uváděny vzhledem k atmosférickému tlaku, proto na výstupu z kapiláry není tlak 101 325 Pa, ale 0 Pa. Na grafu jsou červeně znázorněny body odpovídající vzdálenostem, ve kterých jsou při experimentu umístěny tlakové senzory. Ideálně by se tedy tlakové hodnoty červeně vyznačených bodů měly shodovat s experimentálně naměřenými tlaky pro dané snímače.

V grafu (viz Obrázek 49) jsou viditelné 3 rozdílné oblasti. V oblastech blízkých koncům kapiláry dochází k přibližně lineárnímu poklesu tlaků. V blízkosti přechodu mezi konvergentní a divergentní částí přechází pokles tlaku do exponenciální závislosti, přičemž v prostředním bodě se dá hovořit o inflexním bodě, jelikož graf přechází z konkávního tvaru na tvar konvexní. Jelikož je v celé kapiláře konstantní úhel,

měl by i pokles tlaku vykazovat konstantní charakter. Fakt, že tomu tak není, by mohl být opět důsledkem viskoelastivity a částečné paměti tekutiny. Dalším měřítkem míry viskoelastivity by mohla být směrnice lineární aproximace bodů v nejbližším okolí nejužšího místa kapiláry (viz Obrázek 50).



Obrázek 50: Vyhodnocování viskoelastivity pomocí lineární směrnice přímky v oblasti nejužšího místa

V rámci této diplomové práce jsem měl k dispozici data pouze z 5 tlakových snímačů. Je tedy zřejmé, že podobné vyhodnocování míry viskoelastivity není v této situaci možné. Muselo by dojít ke zmíněným změnám na měřicím zařízení, prodloužení vytlačovací hlavy a umístění více tlakových snímačů.

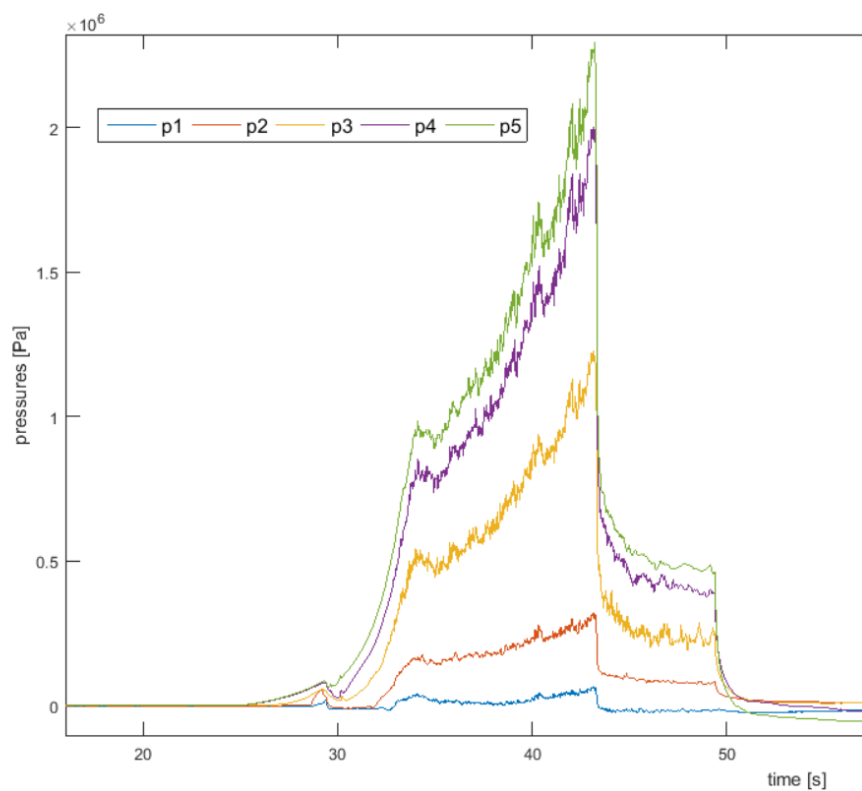
Simulace byly prováděny pro konstantní rychlost toku materiálu, tedy i konstantní rychlost deformace. Celkem bylo provedeno několik simulací pro rozdílné rychlosti. Rychlosti proudění materiálu byly zvoleny shodně s reálnými rychlostmi z oblasti vyhodnocování, tedy v oblasti se zvyšující se rychlostí posuvu pístu a nárůstem tlaků (viz Obrázek 51). K ověření pomocí simulace byly vybrány pokusy, u nichž byl graf časového průběhu tlaků co nejvíce bez anomálií, respektive bez náhlých poklesů či

nárůstu tlaku. V první řadě byla tedy zkoumána kapilára číslo 6, kde se dají očekávat lepší výsledky. Zvolen byl nejprve pokus s označením 17, poté ještě pokus číslo 23, k ověření správnosti.

3.5.2.4 Vyhodnocování kapiláry číslo 6

- **Pokus č. 17, kapilára č. 6**

Pro CFD simulace byly zvoleny časy experimentu 36 s, 39 s, 41 s a 42 s. Časy byly voleny v rozmezí, kde dochází ke zvyšování rychlosti pístu. Je snaha vyhodnotit data pro co nejširší rozsah rychlostí deformace.



Obrázek 51: Průběh tlaků pro experiment číslo 17; kapilára 6

První simulace byla provedena pro čas experimentu $t = 42$ s, rychlost pístu byla v tomto okamžiku $u_{píst} = 0,038$ m/s, z této rychlosti byla pomocí rovnice kontinuity stanovena rychlost materiálu na vstupu do kapiláry $u_{kolagen} = 1,85$ m/s.

$$\dot{V} = S u = konst \quad (41)$$

$$S_{píst} u_{píst} = S_{kap} u_{kolagen} \quad (42)$$

Tato rychlost byla použita pro nastavení parametrů výpočtu na začátku simulace. Velikosti tlaků zjištěné simulací jsou v následující tabulce a grafu porovnány s experimentálně naměřenými hodnotami, zároveň je v tabulce uvedena hodnota odchylky těchto dvou hodnot - chyba (viz Obrázek 52, Tabulka 13).

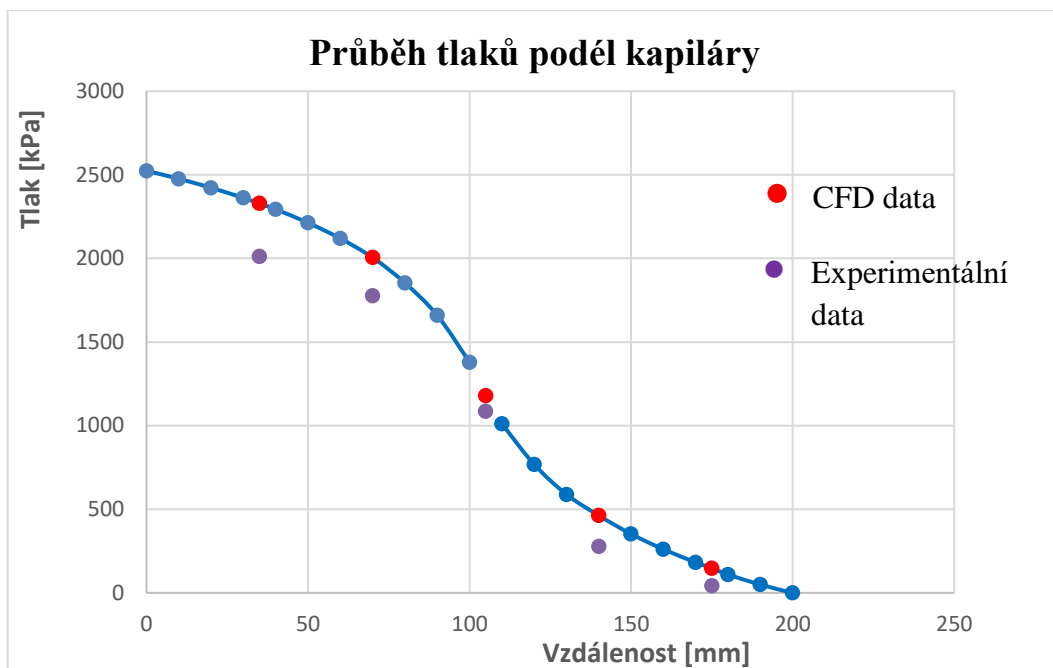
Tabulka 13: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 42\text{s}$

Pokus č.17, kapilára 6			$u_{\text{kolagen}}^2 = 1,8548 \text{ m/s}$ ($\dot{\gamma} = 500 - 14\,500 \text{ s}^{-1}$)		
$t = 42 \text{ s}$ $n = 0,21$	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
simulace	160	504	1301	2210	2562
experiment	43	278	1086	1777	2011
chyba [%]	274,89	81,20	19,73	24,36	27,37

Pod rychlostí kolagenu je v tabulce uveden i rozsah rychlosti smykové deformace $\dot{\gamma}$. A to z důvodu, že rychlost deformace se nezvyšuje pouze se zvyšující se rychlostí pístu, ale zvyšuje se i podél kapiláry, právě z důvodu zmenšování průřezu kapiláry, respektive z důvodu zmenšování její výšky.

S přihlédnutím, k této skutečnosti by zřejmě bylo do budoucna dobré proměřovat konvergentní-divergentní kapiláry s konstantní rychlostí posuvu pístu, i tak by docházelo ke zvyšování rychlostí deformace. Otázkou ovšem je, jak velkého rozsahu rychlosti deformace bychom byly schopni během jednoho měření dosáhnout a komplikované by bylo i ovládání rychlosti. Bylo by zapotřebí kapiláry proměřit pro různé konstantní rychlosti, což by bylo se současným ručním ovládáním značně komplikované.

² Všechny rychlosti toku kolagenu uváděné v této práci jsou rychlosti na vstupu do kapiláry



Obrázek 52: Porovnání ANSYS vs. experiment

Z rovnice kontinuity byly vypočteny rychlosti proudění materiálu ve šterbině i pro jiné časy experimentu, konkrétně již zmíněné časy 36, 39 a 40 sekund (viz Tabulka 14, Tabulka 15, Tabulka 16).

Tabulka 14: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 41 \text{ s}$

Pokus č.17, kapilára 6			$u_{\text{kolagen}} = 1,2467 \text{ m/s}$ $(\dot{\gamma} = 350 - 9\,800 \text{ s}^{-1})$		
$t = 41 \text{ s}$ $n = 0,21$	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
simulace	148	468	1222	2036	2357
experiment	30	239	877	1427	1639
chyba [%]	389,96	95,49	39,25	42,69	43,83

Tabulka 15: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 39 \text{ s}$

Pokus č.17, kapilára 6			$u_{\text{kolagen}} = 0,5938 \text{ m/s}$ $(\dot{\gamma} = 150 - 4\,600 \text{ s}^{-1})$		
$t = 39 \text{ s}$ $n = 0,21$	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
simulace	127	403	1061	1745	2018
experiment	11	206	734	1202	1391
chyba [%]	1092,57	95,23	44,46	45,15	45,05

Tabulka 16: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 36$ s

Pokus č.17, kapilára 6			$u_{\text{kolagen}} = 0,2066$ m/s ($\dot{\gamma} = 50 - 1\ 600$ s ⁻¹)		
t = 36 s	p1	p2	p3	p4	p5
n = 0,21	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
simulace	126	323	854	1398	1617
experiment	15	169	533	879	1024
chyba [%]	752,72	90,96	60,19	59,11	57,85

Data ze snímačů tlaku 1 a 2 nelze brát jako směrodatná. U dat ze zužující se části kapiláry (snímače 3, 4 a 5) lze již ovšem prohlásit, že se experimentálně získaná data sice od tlakových hodnot vypočtených ze simulace v prostředí Ansys liší, ale není to tak zásadní rozdíl jako u hodnot z rozšiřující se části. Rozdíl v hodnotách tlaků je v tomto případě pravděpodobně způsoben dříve zmiňovanou přítomností vzduchových bublin. S přítomností vzduchových bublin, tedy míst, která nejsou vyplněna materiálem, klesá tlaková ztráta. Při experimentu se nám navíc projevuje vliv viskoelasticity materiálu, kdežto při simulaci v programu Ansys je situace počítána pouze pomocí modelu čistě viskózní kapaliny.

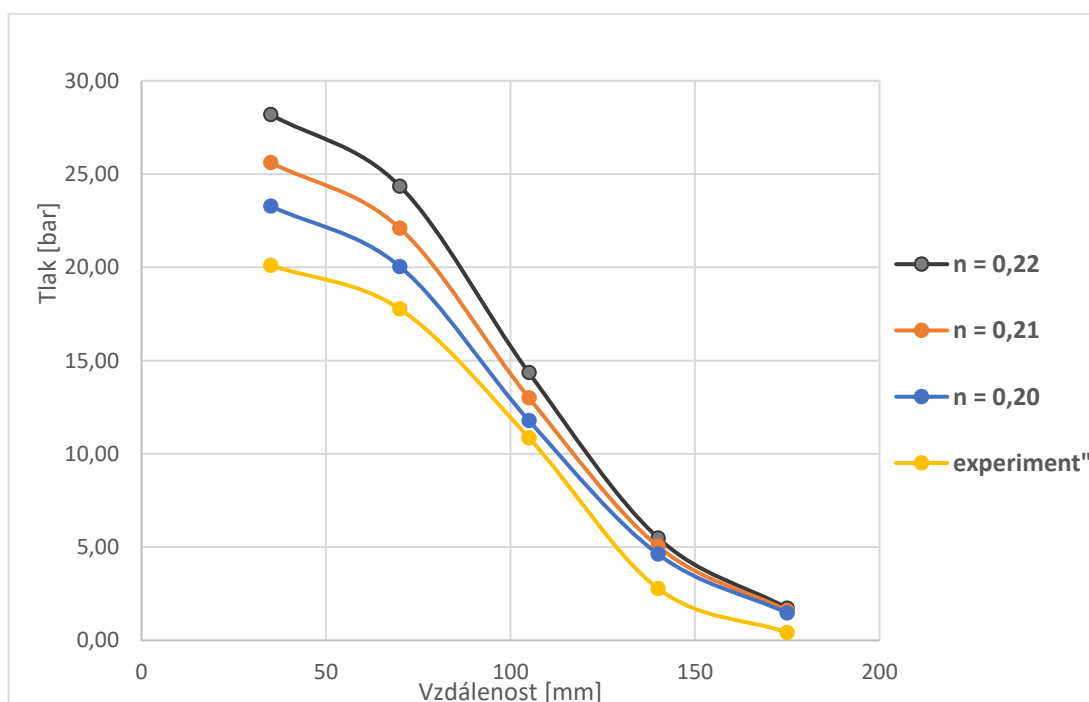
U pokusu číslo 17 platí, že se zvyšující se rychlostí pístu, a tedy se zvyšující se rychlostí smykové deformace, se zmenšuje chyba a simulace více odpovídá experimentálně naměřeným hodnotám. Vliv bublin při větších rychlostech je zanedbatelnější než při rychlostech nízkých. Jedná se o důsledek nelinearity, kdy se měřená kolagenní hmota chová jinak při jiných rychlostech deformace.

- **Vliv indexu toku na velikost chyby mezi naměřenými a nasimulovanými hodnotami**

Simulace v programu ANSYS významně ovlivňuje hodnota indexu toku materiálu. Pro porovnání jsou níže zobrazeny hodnoty tlaků pro velmi podobné indexy toků.

Tabulka 17: Porovnání vlivu indexu toku na tlakové ztráty

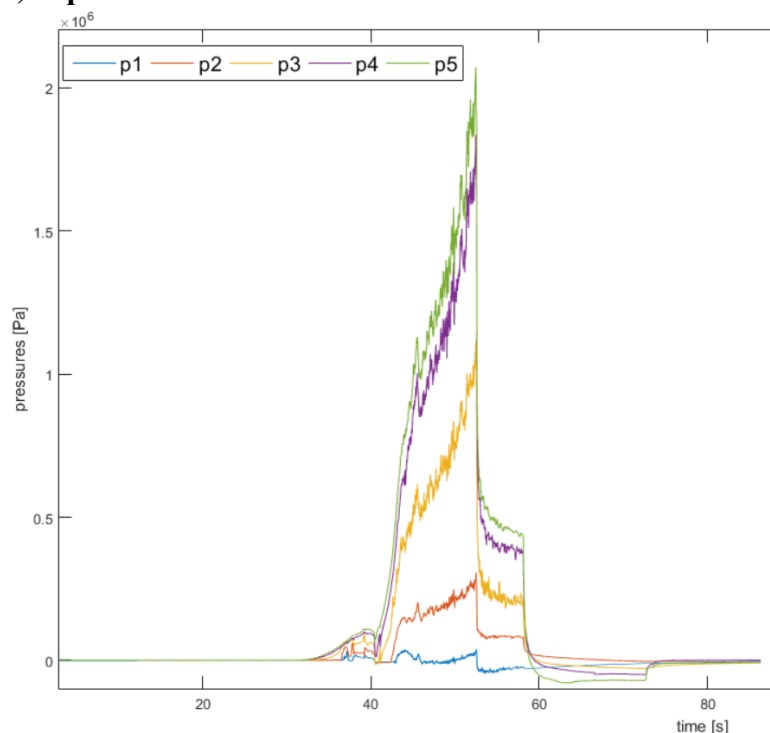
t = 42 s, kapilára 6 ($\dot{\gamma} = 500 - 14\,500 \text{ s}^{-1}$)	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
experiment číslo 17	43	278	1086	1777	2011
simulace n = 0,20	147	462	1178	2005	2328
chyba [%]	245,69	66,20	8,48	12,83	15,75
simulace n = 0,21	160	504	1301	2210	2562
chyba [%]	274,89	81,20	19,73	24,36	27,37
simulace n = 0,22	173	549	1435	2436	2819
chyba [%]	306,49	97,51	32,11	37,07	40,16



Obrázek 53: Grafické porovnání vlivu indexu toku na tlakové ztráty; srovnání s experimentem číslo 17; kapilára 6

Se zvyšujícím se indexem toku se zvětšuje chyba simulace/měření, dochází k větším odchylkám mezi vymodelovanými a experimentálně změřenými hodnotami.

- **Pokus č.23, kapilára číslo 6**



Obrázek 54: Průběh tlaků během měření číslo 23

Z grafu průběhu tlaků (viz Obrázek 54) vygenerovaném v programu Matlab je patrné, že i pokus číslo 23 je pro zjištění odchylek reálně naměřených dat od dat získaných simulací ve Fluentu ideální. Graf je prostý od anomálií a nárůst tlaků je téměř rovnoměrný.

U pokusu 23, stejně jako u pokusu 17, nastávají největší odchylky u nejnižších rychlostí toku kolagenu $u_{kolagen}$. U vyšších průtoků poté dochází k redukci chyb. Snímač tlaku číslo 1 je v tomto případě protékající kolagen vůbec nezaznamenal, tlaky se zde dokonce dostávají do záporných hodnot, dochází k vytváření podtlaku.

Tabulka 18: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{experiment} = 46$ s; pokus číslo 23

Pokus č.23, kapilára 6			$u_{kolagen} = 0,2984$ m/s ($\dot{\gamma} = 100 - 2\,300$ s ⁻¹)		
t = 46 s	p1	p2	p3	p4	p5
n = 0,21	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
simulace	110	349	922	1510	1746
experiment	-6	141	516	870	1000
chyba [%]	1863,48	147,74	78,59	73,61	74,55

Tabulka 19: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 47$ s; pokus číslo 23

Pokus č.23, kapilára 6			$u_{\text{kolagen}} = 0,4278$ m/s ($\dot{\gamma} = 120 - 3\ 300\text{s}^{-1}$)		
$t = 47$ s $n = 0,21$	p1 [kPa]	p2 [kPa]	p3 [kPa]	p4 [kPa]	p5 [kPa]
simulace	118	376	993	1629	1883
experiment	-7	175	613	1019	1170
chyba [%]	1771,36	115,13	61,90	59,86	61,05

Tabulka 20: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 48$ s; pokus číslo 23

Pokus č.23, kapilára 6			$u_{\text{kolagen}} = 0,6438$ m/s ($\dot{\gamma} = 200 - 5\ 000\text{s}^{-1}$)		
$t = 48$ s $n = 0,21$	p1 [kPa]	p2 [kPa]	p3 [kPa]	p4 [kPa]	p5 [kPa]
simulace	129	409	1078	1774	2052
experiment	-8	176	621	1056	1218
chyba [%]	1702,99	132,49	73,64	67,99	68,50

Tabulka 21: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 49$ s; pokus číslo 23

Pokus č.23, kapilára 6			$u_{\text{kolagen}} = 0,8835$ m/s ($\dot{\gamma} = 250 - 6\ 900\text{s}^{-1}$)		
$t = 49$ s $n = 0,21$	p1 [kPa]	p2 [kPa]	p3 [kPa]	p4 [kPa]	p5 [kPa]
simulace	138	437	1147	1896	2193
experiment	-6	193	678	1153	1326
chyba [%]	2291,02	126,14	69,27	64,43	65,45

Tabulka 22: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 51,7$ s; pokus číslo 23

Pokus č.23, kapilára 6			$u_{\text{kolagen}} = 1,8543$ m/s ($\dot{\gamma} = 500 - 14\ 500\text{s}^{-1}$)		
$t = 51,7$ s $n = 0,21$	p1 [kPa]	p2 [kPa]	p3 [kPa]	p4 [kPa]	p5 [kPa]
simulace	160	504	1301	2210	2562
experiment	18	256	957	1609	1848
chyba [%]	803,43	96,60	35,87	37,35	38,66

Z hodnot v tabulkách (viz Tabulka 18 - 22) pro dané časy experimentu, a tedy rychlosti toku kolagenu je patrné, že odchylky hodnot vypočtených ze simulačního softwaru a hodnot získaných při experimentu jsou větší, než tomu bylo u pokusu číslo 17.

Pro přehlednější porovnání jednotlivých měření kapiláry číslo 6 s tlakovými hodnotami získanými simulací jsou přiloženy následující tabulky (viz Tabulka 23, Tabulka 24). Obě tabulky se liší hodnotou rychlosti toku kolagenu, a tedy rychlostí smykové deformace. V první tabulce jsou hodnoty získané při téměř nejvyšší rychlosti posuvu pístu, proto je zde i tak vysoká rychlost deformace. Cílem bylo zjistit, jak se právě při takto vysokých deformacích kolagen chová. V druhé tabulce je stejné porovnání, tedy několik vybraných měření vs. data ze simulace v Ansysu, tentokrát ovšem pro podstatně menší rychlost posuvu pístu a rychlost smykové deformace. Cílem bylo ověřit předchozí pozorování, že pro vyšší rychlosti deformace se experimentálně naměřená data více blíží datům ze simulace.

Tabulka 23: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.6 pro vybrané pokusy z měření;
 $u_{kolagen} = 1,854\text{m/s}$

$u_{kolagen} = 1,85 \text{ m/s}$ ($\dot{\gamma} = 500 - 14\,500 \text{ s}^{-1}$) kapilára 6	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
Simulace v ANSYSU	160	504	1301	2210	2562
Experiment číslo 17	43	278	1086	1777	2011
chyba [%]	274,89	81,20	19,73	24,36	27,37
Experiment číslo 18	46	261	989	1653	1888
chyba [%]	247,83	93,10	19,73	24,36	27,37
Experiment číslo 19	68	291	1102	1800	2058
chyba [%]	135,29	73,20	18,06	22,78	24,49
Experiment číslo 23	18	256	957	1609	1848
chyba [%]	803,43	96,60	35,87	37,35	38,66
Experiment číslo 24	29	264	984	1631	1875
chyba [%]	451,72	90,91	32,22	35,50	36,64

Tabulka 24: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.6 pro vybrané pokusy z měření;
 $u_{kolagen} = 0,59\text{m/s}$

$u_{kolagen} = 0,59 \text{ m/s}$ $(\dot{\gamma} = 170 - 4\,600 \text{ s}^{-1})$ kapilára 6	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
Simulace v ANSYSU	127	403	1061	1745	2018
Experiment číslo 17	11	206	734	1202	1391
chyba [%]	1092,57	95,23	44,46	45,15	45,05
Experiment číslo 18	14	226	770	1285	1472
chyba [%]	807,14	78,32	37,79	35,80	37,10
Experiment číslo 19	5	204	719	1187	1363
chyba [%]	2440	97,55	47,57	47,01	48,06
Experiment číslo 23	-4	185	625	1057	1220
chyba [%]	2999,35	117,77	69,62	65,11	65,40
Experiment číslo 24	-1	196	685	1141	1334
chyba [%]	12800	105,61	54,89	52,94	51,27

Z pohledu na tabulky je zřejmé, že pozorování bylo správné a skutečně tedy u menších rychlostí deformace dochází k větším odchylkám oproti CFD. Čím vyšší je rychlost kolagenu, tím větší je tlaková ztráta a zároveň dochází k většímu stlačení kolagenu. Tlaková ztráta je vypočtena jako rozdíl dvou tlaků:

$$\Delta p = p_5 - p_3 \quad (43)$$

kde:

p_5 je tlak odečtený ze snímače číslo 5, tedy snímače na počátku zúžení
 p_3 je tlak odečtený ze snímače číslo 3, tedy v nejužším místě kapiláry

Z tabulek (viz Tabulka 23, Tabulka 24) lze vyčíst, že pro stejné rychlosti deformace je jednotlivá měření mezi sebou liší. Tlakové ztráty se liší o 7 % u vyšších rychlostí, 18 % u menších. Může se také opět jednat o vliv bublin. Vkládání kolagenu do rezervoáru neprobíhá strojově, a je tedy možné, že pro inkriminované měření byl kolagen vložen hůře, byl tedy dovnitř méně napěchován, což způsobilo větší objem vzduchových bublin, a tedy menší tlaky. S vyššími rychlostmi deformace by mohla mít elasticita vliv na vyšší míru stlačení a následnou vyšší reakci po uvolnění.

3.5.2.5 Vyhodnocování kapiláry číslo 5

Vyhodnocování probíhalo u kapiláry číslo 5 obdobně jako u kapiláry číslo 6. Jedná se o kapiláru s 2x větším úhlem konvergence, respektive divergence, takže se dají očekávat jiné hodnoty tlakových ztrát. Opět byl k porovnání experimentálně zjištěných tlakových hodnot použit program Ansys, v jehož prostředí, v programu Fluent byla situace několikrát nasimulována, pokaždé pro jinou rychlost průtoku kolagenu. Porovnání těchto CFD dat s experimentálními daty je na následujících tabulkách (viz Tabulka 25, Tabulka 26, Tabulka 27, Tabulka 28)

Tabulka 25: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.5 pro vybrané pokusy z měření;
 $u_{\text{kolagen}} = 0,23\text{m/s}$

$u_{\text{kolagen}} = 0,23 \text{ m/s}$ $(\dot{\gamma} = 30 - 4\,000 \text{ s}^{-1})$ kapilára 5	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
Simulace v ANSYSU	45	158	569	989	1098
Experiment číslo 4	-27	57	486	790	864
chyba [%]	270,46	175,33	17,04	25,19	27,17
Experiment číslo 5	-26	46	433	703	761
chyba [%]	278,49	245,62	31,35	40,77	44,37
Experiment číslo 6	2	72	460	710	798
chyba [%]	2558,94	118,64	23,59	39,39	37,60
Experiment číslo 10	-26	62	491	794	896
chyba [%]	279,62	154,68	15,94	24,59	22,57

Tabulka 26: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.5 pro vybrané pokusy z měření;
 $u_{kolagen} = 0,32 \text{ m/s}$

$u_{kolagen} = 0,32 \text{ m/s}$ ($\dot{\gamma} = 40 - 5\,500 \text{ s}^{-1}$) kapilára 5	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
Simulace v ANSYSU	49	168	603	1053	1170
Experiment číslo 4	-28	69	551	870	953
chyba [%]	274,26	142,85	9,46	20,99	22,81
Experiment číslo 5	-31	47	463	793	834
chyba [%]	256,72	257,26	30,26	32,84	40,34
Experiment číslo 6	-25	67	514	841	917
chyba [%]	295,69	152,72	17,39	25,23	27,58
Experiment číslo 10	-37	64	555	918	1002
chyba [%]	233,79	165,19	8,67	14,71	16,74

Tabulka 27: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.5 pro vybrané pokusy z měření;
 $u_{kolagen} = 0,46 \text{ m/s}$

$u_{kolagen} = 0,46 \text{ m/s}$ ($\dot{\gamma} = 60 - 8\,000 \text{ s}^{-1}$) kapilára 5	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
Simulace v ANSYSU	53	182	646	1142	1269
Experiment číslo 4	-29	67	568	898	967
chyba [%]	280,17	173,52	13,59	27,21	31,19
Experiment číslo 5	-36	64	559	905	976
chyba [%]	246,10	185,75	15,59	26,20	30,07
Experiment číslo 6	-33	73	593	968	1046
chyba [%]	260,86	150,90	8,78	18,04	21,34
Experiment číslo 10	-34	77	590	976	1059
chyba [%]	254,43	135,48	9,41	17,02	19,89

Tabulka 28: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.5 pro vybrané pokusy z měření;
 $u_{kolagen} = 0,86 \text{ m/s}$

$u_{kolagen} = 0,86 \text{ m/s}$ $(\dot{\gamma} = 100 - 14\,800 \text{ s}^{-1})$ kapilára 5	p1	p2	p3	p4	p5
	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]	[kPa]
Simulace v ANSYSU	60	206	686	1289	1435
Experiment číslo 4	-14	089	669	1082	1178
chyba [%]	522,94	130,64	2,52	19,11	21,77
Experiment číslo 5	-31	086	702	1139	1232
chyba [%]	294,77	138,53	2,31	13,18	16,50
Experiment číslo 6	-36	102	830	1390	1486
chyba [%]	265,32	101,04	17,40	7,25	3,48
Experiment číslo 10	-26	101	765	1279	1393
chyba [%]	332,51	103,46	10,36	0,75	2,96

Z tabulek vyplývají totožné poznatky jako u kapiláry s menším úhlem konvergence. Se zvyšující se rychlostí pohybu pístu se experimentální data přibližují datům získaným simulací. U této kapiláry číslo 5 jsou navíc odchylky menší, v případě poslední tabulky (viz Tabulka 28), popisující téměř maximální rychlost pohybu pístu, jsou dokonce experimentálně naměřené tlakové hodnoty vyšší než CFD tlakové hodnoty.

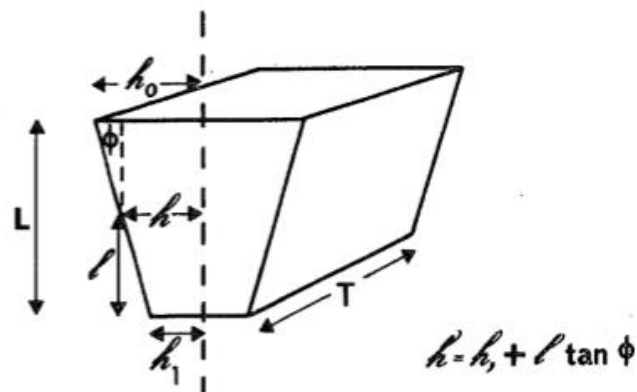
Porovnáním tlakových ztrát v kapiláře číslo 5 a 6 zjistíme, že u kapiláry s menším úhlem zkosení jsou ztráty menší, což je vzhledem k jejímu menšímu průřezu pochopitelné.

3.5.3 Analytické vyhodnocování viskoelasticity

Analytické vyhodnocování viskoelasticity bylo v této práci provedeno pomocí analýzy vytvořené Cogswellem [30]. Při toku zužující se štěrbinou vznikají tři různé deformace. Uvažujeme, že tyto deformace se dají vzájemně oddělit, je možno spočítat tlakovou ztrátu vzniklou působením každé z nich, a získat tak celkovou tlakovou ztrátu. Složky deformace jsou:

- Deformace vzniklá tokem na vstupu do štěrbin
- Deformace vzniklá smykem uvnitř štěrbin
- Deformace vzniklá tahem (elongace)

Každá ze zmíněných deformací přispívá k vzniku elastických sil, které mají za následek die swell na konci štěrbin. Uvažujeme, že u elastické složky vzniklé na vstupu do štěrbin dojde během průchodu štěrbinou k relaxaci, a tak se na celkové tlakové ztrátě podílejí pouze 2 zbylé složky deformace - smyková a tahová.



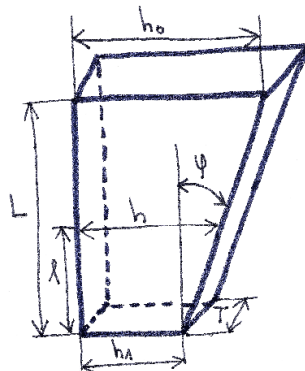
Obrázek 55: Geometrie použitá pro analýzu viskoelastických vlastností [30]

Z geometrie zobrazené na obrázku (viz Obrázek 55) vyňal Cogswell element o nekonečně malém rozměru δl . Na elementu popsal síly na něj působící, síly tlakové a síly třecí, které dal do rovnováhy. Po vyjádření a integraci získáváme vztah pro tlakovou ztrátu způsobenou smykovým třením P_S :

$$P_S = \frac{\tau_{S1}}{2n \tan\varphi} \left[1 - \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} \right] \quad (44)$$

kde φ je úhel konvergence štěrbin (viz Obrázek 55).

Štěrbina použitá při analýze vedoucí k tomuto vztahu (viz (44)) je ovšem zužující se z obou stran, kdežto štěrby zkoumané v této práci jsou zužující se pouze na jedné straně (viz Obrázek 56).



Obrázek 56: Nákres zužující se štěrby pro případ této diplomové práce

Je tedy zapotřebí provést odvození pro tuto konkrétní geometrii. Po odvození a zjednodušení získáváme následující vztah:

$$P_S = \frac{\tau_{S1}}{n \tan \varphi} \left[1 - \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} \right] \quad (45)$$

Tlaková ztráta vzniklá smykovým třením je tedy 2x větší. Celý postup odvození vztahu je uveden v příloze (viz *Příloha 1 – Odvození tlakové ztráty způsobené třecími silami*).

Smykové napětí v bodě 1, kde je štěrbina nejužší se vypočítá podle mocninového modelu s rychlostí deformace v tomto místě:

$$\tau_{S1} = K \dot{\gamma}_1^n \quad (46)$$

Rychlost deformace se pro obdélníkovou zužující se štěrbinu vypočítá následovně [30]:

$$\dot{\gamma}_1 = \frac{3\dot{Q}}{2Th_1^2} \quad (47)$$

Pro výpočet tlakové ztráty způsobené natažením materiálu, tzv. elongací uvádí Cogswell vztah:

$$P_E = \frac{(\sigma_{E1})_{AVR}}{2} \left[1 - \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^2 \right] \quad (48)$$

Pro výpočet je nutné určit hodnotu rychlosti deformace $\dot{\epsilon}$ způsobenou elongací. Díky rychlosti deformace $\dot{\epsilon}$ je poté možné pomocí zdánlivé viskozity ζ vypočítat napětí vzniklé v materiálu při jeho prodloužení $(\sigma_{E1})_{AVR}$.

$$\dot{\epsilon}_1 = \frac{\dot{\gamma}_1}{3} \tan \varphi \quad (49)$$

$$(\sigma_{E1})_{AVR} = \dot{\epsilon}_1 \zeta \quad (50)$$

Zdánlivá elongační viskozita ζ je podle Cogswella úměrná zdánlivé viskozitě při smykovém proudění η_{ap} , platí že:

$$\frac{\zeta}{\eta_{ap}} = \frac{9}{4 \tan^2 \beta} \quad (51)$$

kde β značí poloviční úhel konvergence, platí tedy, že $\beta = \frac{\varphi}{2}$

a kde η_{ap} představuje zmiňovanou zdánlivou viskozitu, která se pro konstantní rychlost deformace dá určit z odoby Newtonova zákona:

$$\tau = \eta_{ap} \dot{\gamma} \quad (52)$$

U skutečných štěrbin se často provádí předpoklad, že P_s bude několikrát větší než zbývající složky tvořící celkovou tlakovou diferencii, které tedy můžeme zanedbat [30].

3.5.3.1 Výsledky analytického vyhodnocování

- **Kapilára 6**

V tabulce (viz Tabulka 29) jsou znázorněny hodnoty P_s a P_e vypočtené podle vztahů vytvořených Cogswellem. Hodnoty jsou zobrazeny pro rozdílné časy experimentu. Zároveň je v tabulce zobrazeno porovnání Δp s tlakovými ztrátami vypočtenými ve Fluentu a s tlakovými ztrátami odečtenými z experimentu. Tlakové ztráty pro Fluent a ztráty z experimentu jsou počítány jako rozdíl hodnot z tlakových snímačů 5 a 3 (viz (43)). Je tedy třeba si uvědomit, že se nejedná o tlakové ztráty v celé zužující se části kapiláry, ale pouze o ztráty mezi těmito dvěma snímači. Tlaková ztráta podle Cogswella se vypočítá jako součet jednotlivých složek:

$$\Delta p = P_s + P_e \quad (53)$$

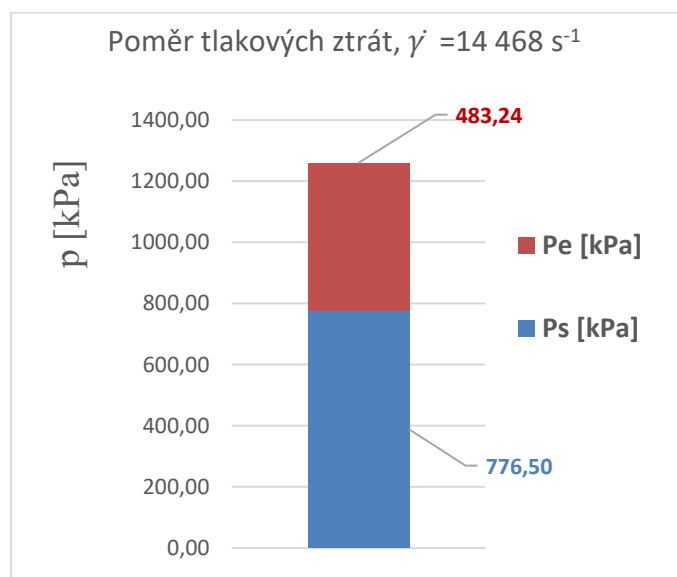
Tabulka 29: Vypočtená data pomocí vztahů dle Cogswella pro kapiláru číslo 6

Pokus č.17, kapilára 6, ${}^3\text{Re}_{\text{MR}} = 36,98$					
t [s]	36	39	41	42	
$U_{\text{píst}}$ [m/s]	0,0043	0,0123	0,0258	0,0384	
U_{kolagen} [m/s]	0,21	0,59	1,25	1,85	
$\dot{\gamma}$ [1/s] (viz (45))	1 612	4 632	9 724	14 468	
η_{ap} [Pa.s]	5,41	2,35	1,31	0,96	
ξ [Pa.s]	30 485	13 242	7 370	5 385	
P_s [kPa]	489,78	611,31	714,35	776,50	
P_e [kPa]	304,80	380,44	444,56	483,24	
Δp [kPa] (viz (51))	795	992	1159	1260	
ANSYS	Δp [kPa]	763	957	1136	1261
Experiment	Δp [kPa]	491	657	762	925
Cogswell vs. Experiment [%]		61,76	51,04	52,16	36,18
Cogswell vs. ANSYS [%]		3,99	3,52	2,01	0,18

³ Reynoldsovo číslo je vypočítáno pro nejužší místo kapiláry a pro největší rychlost proudění kolagenu, tedy $t = 42$ s. Předpoklad laminárního proudění je tedy správný.

Při porovnání tlakové ztráty z experimentálních dat, vypočtené jako rozdíl krajního a prostředního snímače, a tlakové ztráty podle Cogswella se výsledky liší nejvíce při nejnižší rychlosti pístu, kdy je chyba mezi hodnotami oproti vyšším rychlostem pístu větší. Cogswell se své práci uvádí, že při ověřování vztahů na vstřikovacích a vyfukovacích zařízeních dospěl k nepřesnostem mezi předpokládanými a experimentálními daty v hodnotě 20 % [30]. Takovýchto nepřesností se nepodařilo dosáhnout, rozdíl mezi hodnotami se pohybuje u nejnižších rychlostí pístu k 60 %. Z tabulky je dobře patrná závislost odchylek na rychlostech deformace. Z této závislosti by se dalo říci, že reometr není pro vyhodnocování při nízkých rychlostech deformace pro tento materiál vhodný. Nicméně, jak bylo již několikrát v této práci zmíněno, hodnoty tlakových ztrát vypočtené z experimentálních dat jsou výrazně ovlivněny přítomností vzduchových bublin, které tlakovou ztrátu snižují. Navíc při porovnání tlakové ztráty určené z odvozených vztahů podle Cogswella a tlakové ztráty vypočtené ze simulace v Ansysu zjišťujeme, že data se téměř neliší.

Jak je názorněji vidět na sloupcovém grafu (viz Obrázek 57) pro vybraný čas experimentu, elastické složky tvoří pouze velmi malé procento. Pro všechny rychlosti pístu je poměr elastické složky ku celkové stejný, konkrétně 38,36 %. Poměr je shodný pro všechny další experimenty prováděné pro kapiláru číslo 6, proto je v textu uveden pouze experiment č.17. Poměr složek je znatelně ovlivňován úhlem konvergence a indexem toku. Je naopak nezávislý na rychlosti toku a koeficientu konzistence.



Obrázek 57: Grafické znázornění poměru tlaků způsobených třením, respektive natažením materiálu, kapilára č.6

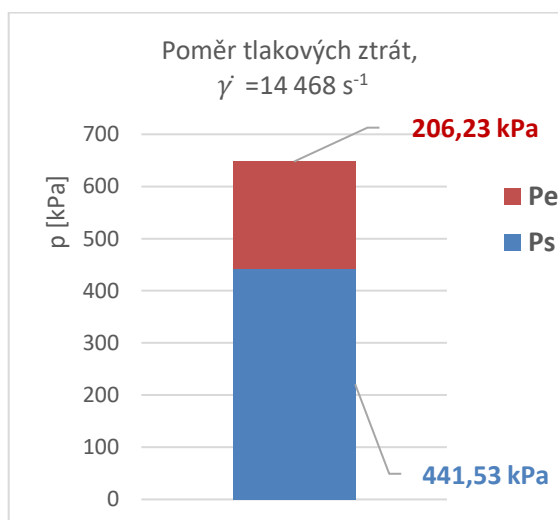
Jedná se o prokázání viskoelastických vlastností měřeného kolagenu. Jak již bylo zmíněno, byl k dispozici pouze jeden druh kolagenu a nebylo tedy možné porovnat míru viskoelastivity s jinými vzorky.

- **Kapilára 5**

K výsledkům uvedeným v následující tabulce jsem dospěl identickým přístupem jako u kapiláry číslo 6. Opět můžeme pozorovat klesající odchylku mezi analyticky zjištěnými daty a experimentálními hodnotami. Poměr elongační a celkové tlakové složky je v tomto případě 31 % z pohledu elongační (viz Obrázek 58).

Tabulka 30: Vypočtená data pomocí vztahů dle Cogswella pro kapiláru číslo 5

Pokus č.6, kapilára 5					
t [s]	32	34	36	38	
u_{pist} [m/s]	0,011	0,015	0,021	0,039	
$u_{kolagen}$ [m/s]	0,23	0,32	0,46	0,86	
$\dot{\gamma}$ [1/s] (viz (45))	3 990	5 463	7 956	14 796	
η_{ap} [Pa.s]	2,64	2,06	1,53	0,94	
ξ [Pa.s]	2393	1867	1387	850	
Ps [kPa]	335,31	358,18	387,59	441,53	
Pe [kPa]	156,62	167,30	181,04	206,23	
Δp [kPa] (viz (51))	492	525	569	648	
ANSYS	Δp [kPa]	529	567	623	749
Experiment	Δp [kPa]	338	403	453	656
Cogswell vs. Experiment [%]		45,54	30,39	25,53	1,26
Cogswell vs. ANSYS [%]		7,54	7,90	9,56	15,63



Obrázek 58: Grafické znázornění poměru tlaků způsobených třením, respektive natažením materiálu, kapilára č.5

4 Zhodnocení

V teoretické části byla probírána reologie se zaměřením na viskoelastické látky, mezi které se řadí většina potravin včetně kolagenu, na který byla zaměřena velká část úvodní teoretické části. Získané poznatky byly následně použity při části experimentální pro zjišťování reologických vlastností vodného roztoku kolagenu. Měření probíhala na kapilárním vytlačovacím reometru v laboratořích ČVUT na Ústavu Procesní a zpracovatelské techniky. Reologické vlastnosti, s cílem prozkoumat viskoelastické vlastnosti, byly zjišťovány na kolagenní hmotě používané v potravinářství jako obal na uzeniny. Kapilární reometr je vybaven vyměnitelnou vytlačovací hlavou, díky níž se mohli proměřovat různé tvary kapilár. Celkem bylo v této práci použito 5 rozdílných kapilár. Část z nich, konkrétně 3 kapiláry, byly obdélníkové štěrbinové s neměnnou výškou. Další 2 kapiláry byly navrženy speciálně k zjišťování viskoelastických vlastností. Tyto dvě kapiláry nemají konstantní výšku, jsou složeny ze zužující se části a následně části rozšiřující, pro takovéto kapiláry se používá termín konvergentní-divergentní.

Data získaná z rovinných kapilár byla vyhodnocena pomocí skriptu vytvořeném v prostředí programu Matlab. Výsledkem vyhodnocování pomocí mocninového modelu, který se v inženýrské praxi používá k popisu kolagenu, jsou reologické vlastnosti materiálu, tedy hodnoty koeficientů určující závislost kolagenu mezi smykovým napětím a rychlostí smykové deformace. Vypočtené hodnoty jsou pro jednotlivé kapiláry znázorněné v následující tabulce.

Tabulka 31: Vypočtené reologické koeficienty pro rovinné kapiláry

kolagen 2019	Kapilára 2		Kapilára 3		Kapilára 4	
	n [-]	K [Pa.s ⁿ]	n [-]	K [Pa.s ⁿ]	n [-]	K [Pa.s ⁿ]
Průměrná hodnota	0,221	1051	0,206	1813	0,217	2228
Směrodatná odchylka	0,030	252	0,032	431	0,013	88
Rozsah platnosti $\dot{\gamma}$ [s ⁻¹]	1900 - 4300		750 - 3200		300 - 700	

U kapilár s proměnnou výškou, u kterých byla vyhodnocována viskoelastická materiálu, se vyskytlo několik problémů. Prvním z nich byl příliš velký úhel zúžení, respektive rozšíření. Dochází k velkému stlačení materiálu, který poté v rozšiřující se části není schopný tak rychlé regenerace, aby stihl kopírovat profil kapiláry a část

kapiláry na výstupu tak zůstává nevyplněná materiálem. U kapiláry s větším úhlem se jedná o poměrně znatelnou část. Data ze snímačů umístěných v rozšiřující se části jsou proto víceméně nevyhodnotitelná, speciálně snímač číslo 1 umístěný 25 mm od konce kapiláry udává dokonce záporné hodnoty. Řešením, jak se vypořádat s tímto problémem je poměrně prosté, navrhol bych vyrobit nové kapiláry, u kterých by nebyl tak veliký úhel sklonu, poměr nejširší/nejúžší část bych volil v různých poměrech, avšak maximálně 3:1. Ideální poměr by podle mě byl 2:1 s tím, že nejmenší výška by byla minimálně 2 mm, ne-li větší.

Další problém, se kterým jsem se při vyhodnocování setkal se netýkal kapilár, nýbrž samotného měřeného materiálu, kolagenu. Měřená kolagenní hmota je z velké části tvořena vodou, konkrétně bylo hmotností procento vody v měřeném kolagenu stanoveno sušením na 92,2 %. I přes velký obsah vody se jedná o strukturu připomínající těsto, a tedy materiál velmi těžko měřitelný. Jelikož chceme zjistit, jak se kolagen chová při velkých zatíženích, při velkých rychlostech deformace, je použit právě vytlačovací kapilární reometr, který dokáže pracovat ve velkém rozsahu rychlostí deformace. Se strukturou kolagenu souvisí problém s jeho plněním do rezervoáru, ze kterého je poté hydraulicky poháněným pístem vytlačován do a skrz obdélníkovou štěrbinu-kapiláru. Kolagen musí být nařezán na kousky a ručně vkládán. Při tomto plnění je nemožné vyhnout se vzniku vzduchových bublin v rezervoáru. Tyto bubliny následně negativně ovlivňují měření, dochází k náhlým poklesům tlaku v měření a tlakový signál je tedy hodně rozkmitaný. Částečně lze tyto “pressure dropy” odstranit v Matlabu pomocí filtrace Savitzky-Golay, která je ovšem používána na redukci šumu a takovýmito poklesy není schopná si poradit. Pro každou kapiláru proběhlo minimálně 10 měření, ovšem z výše uvedených důvodů nebylo možné vyhodnocovat všechna měření a bylo zapotřebí vybírat reprezentativní experimenty.

Vypočtené koeficienty z rovinných kapilár jsou používány při vyhodnocování viskoelastivity na konvergentně-divergentních kapilárách. Při zjišťování těchto vlastností byly použity vztahy definované Cogswellem, které byly upraveny, aby odpovídaly geometriím použitým v rámci této diplomové práce. Díky těmto vztahům lze tlakovou ztrátu na průchodu zužující se části kapiláry definovat jako součet tlakové ztráty vzniklé elongací materiálu (jeho prodloužením) a na tlakovou ztrátu vzniklou smykovými silami. Poměr těchto dvou tlakových ztrát je měřítkem viskoelastivity. Výsledné hodnoty jsou zobrazeny na následující tabulce. Zároveň je v tabulce zřetelné

porovnání analytických vztahů s experimentálně zjištěnými hodnotami. Odchylka se pohybuje místo až k 60 %, přičemž Cogswell udává odchylku od experimentálních hodnot do 20 %. Tento rozdíl je zřejmě způsoben vlivem bublin. Zároveň byla vyhodnocena odchylka analyticky vypočtených hodnot od hodnot získaných simulací v programu Ansys. Zde se dá říci, že jsou odchylky malé, a vztahy definované Cogswellem odpovídají CFD simulaci.

Při měření experimentálních dat dochází úmyslně ke zvyšování rychlosti pístu, aby docházelo ke zvyšování průtoku a s ním související rychlosti deformace. Data jsou poté vyhodnocována pro vysoký rozsah rychlosti deformace, přibližně 200-4500 s⁻¹ (závisí na použité kapiláře). Při vytlačování kolagenu skrze kapiláry s proměnnou výškou se ovšem mění rychlost deformace již s průchodem kapilárou. Na začátku kapiláry je vlivem většího průřezu znatelně menší rychlost deformace než v jejím nejužším místě. U těchto kapilár tedy není nutné zvyšovat rychlost pístu, jelikož i s konstantní rychlostí získáme na výstupu data s velkým rozsahem rychlosti smykové deformace. Pro budoucí měření viskoelastických vlastností kolagenní hmoty na těchto kapilárách bych navrhol použít konstantní rychlosti pístu, a to pro co nejvíce rychlostí.

Tabulka 32: Tlakové ztráty pro různé rychlosti deformace zjištěné analyticky, z experimentu, ze simulace v Ansysu a jejich porovnání; kapilára 6

Pokus č.17, kapilára 6					
u _{píst} [m/s]		0,0043	0,0123	0,0258	0,0384
γ̇ [1/s] (viz (45))		1 612	4 632	9 724	14 468
Cogswell	Δp [kPa] (viz (51))	795	992	1159	1260
ANSYS	Δp [kPa]	763	957	1136	1261
Experiment	Δp [kPa]	491	657	762	925
Cogswell vs. Experiment [%]		61,76	51,04	52,16	36,18
Cogswell vs. ANSYS [%]		3,99	3,52	2,01	0,18

Tabulka 33: Tlakové ztráty pro různé rychlosti deformace zjištěné analyticky, z experimentu, ze simulace v Ansysu a jejich porovnání; kapilára 5

Pokus č.6, kapilára 5					
$u_{píst}$ [m/s]		0,011	0,015	0,021	0,039
$\dot{\gamma}$ [1/s] (viz (45))		3 990	5 463	7 956	14 796
Cogswell	Δp [kPa] (viz (51))	492	525	569	648
ANSYS	Δp [kPa]	529	567	623	749
Experiment	Δp [kPa]	338	403	453	656
Cogswell vs. Experiment [%]		45,54	30,39	25,53	1,26
Cogswell vs. ANSYS [%]		7,54	7,90	9,56	15,63

Tabulka 34: Porovnání tlakových ztrát, elongační vs. smyková složka

Kapilára	Zastoupení elongační složky na celkové tlakové ztrátě [%]
Kapilára 5	32
Kapilára 6	38

Míra viskoelasticity byla v této práci kromě analytického výpočtu dle Cogswella určena ještě z výtoku kolagenní hmoty z kapiláry, kdy docházelo k jevu zvanému jet swell. Ten byl nejvíce patrný při vysokých rychlostech pístu pro malé kapiláry. Z jet swellu bylo přes výpočet normálového napětí určeno Weissenbergovo číslo a relaxační čas materiálu.

Tabulka 35: Hodnoty popisující viskoelasticitu materiálu spočítané z jet-swellu

Weissenbergovo číslo Wi [-]	3,89
Relaxační čas λ [s]	$1,2 * 10^{-3}$

Naměřené hodnoty získané zkoumáním vytvořené fotografie je třeba brát pouze jako orientační. Vyhodnocování viskoelastivity tímto způsobem nebylo plánováno, ale z pozorování jsem se rozhodl data vyhodnotit. Viskoelastivita byla nepochybně prokázána, ovšem pro budoucí práce by bylo dobré využít vysokorychlostní kameru, aby mohl být jet swell plnohodnotně vyhodnocen.

Z dosažených výsledků je patrné, že testovaná kolagenní hmota vykazuje viskoelastické chování, a že viskoelastivita je měřitelná. Navržené metodiky jejího vyhodnocování je třeba ověřit systematickými experimenty.

5 Závěr

Cílem této práce bylo provést literární rešerši na vlastnosti kolagenní hmoty, provést měření kolagenní hmoty na kapilárním reometru, zpracovat experimentální data a prokázat její viskoelasticitu.

V teoretické části této diplomové práce jsem zpracoval literární rešerši na problematiku reologie, viskoelasticity a kolagenu. Na základě rešerše jsem vybral použitelné postupy a rovnice, které bylo vhodné použít při vyhodnocování. Následně jsem provedl měření zkoumané kolagenní hmoty na vytlačovacím kapilárním reometru. Materiál byl proměřen celkem na pěti různých geometriích, přičemž na každé geometrii bylo provedeno nejméně 10 pokusů. Získaná data jsem vyhodnotil pomocí skriptu vytvořeného v Matlabu. Nejprve jsem z rovinných kapilár vyhodnotil čistě viskózní vlastnosti kolagenu, z konvergentně-divergentních kapilár následně i jeho viskoelastické vlastnosti. Vyhodnocování viskoelastických vlastností jsem provedl pomocí vztahů definovaných Cogswellem, které jsem upravil. Provedl jsem odvození tlakové ztráty způsobené smykovým třením pro kapiláry použité v této diplomové práci. Na závěr jsem vyhodnotil viskoelasticitu z fotografie, na které byl patrný jet-swell. Z rozšíření kolagenu na výstupu z kapiláry jsem vypočet první diferencí normálového napětí, ze které jsem vypočetl Weissenbergovo číslo a relaxační čas. V práci byla navržena metodika vyhodnocování reologických a viskoelastických vlastností kolagenu. Jelikož se jednalo o zcela nový přístup ke zkoumání viskoelastických vlastností, je třeba navržené metodiky ověřit systematickými experimenty. Bylo zjištěno, že viskoelastické vlastnosti kolagenu jsou měřitelné. S ohledem na výše uvedená zjištění byly cíle práce splněny.

6 Použitá literatura

- [1] SKOČILAS, Jan et al. Rheological Properties of Collagen Matter Predicted Using an Extrusion Rheometer: Rheological Properties of Collagen Matter. *Journal of Texture Studies*. 2016, vol. 47, no. 6, s. 514-522. ISSN 0022-4901. DOI: 10.1111/jtxs.12194. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/jtxs.12194>
- [2] BRAZDARU, Lavinia et al. Structural and rheological properties of collagen hydrogels containing tannic acid and chlorhexidine digluconate intended for topical applications. *Comptes Rendus - Chimie*. 2015;2014;, vol. 18, no. 2, s. 160-169. ISSN 1631-0748 DOI: 10.1016/j.crci.2014.07.007. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S163107481400191X>
- [3] OECHSLE, Anja Maria et al. Modulation of the rheological properties and microstructure of collagen by addition of co-gelling proteins. *Food Hydrocolloids*. 2015, vol. 49, s. 118-126. ISSN 0268-005X. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2015.03.013. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0268005X15001265>
- [4] SKOČILAS, Jan et al. Flow of bovine collagen in rectangular slit. *AIP Conference Proceedings*. 2017, vol. 1843, no. 1. ISSN 0094-243X. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.4982995>
- [5] WEIN, Ondřej. *Úvod do reologie*. Brno: Malé centrum, 1996, 84 s. Vysokoškolská skripta. Vysoké učení technické v Brně, chemická fakulta.
- [6] STEFFE, James Freeman. *Rheological methods in food process engineering*. 2nd ed. East Lansing, MI: Freeman Press, c1996. ISBN 0-9632036-1-4.
- [7] ESCUDIER, M. P. *Introduction to engineering fluid mechanics*. Oxford, United Kingdom: Oxford University Press, 2017. ISBN 978-0-19-871987-8.
- [8] BARNES, Howard A., J. F. HUTTON a Kenneth WALTERS. *An introduction to rheology*. New York: Distributors for the U.S. and Canada, Elsevier Science Pub. Co., 1989. ISBN 04-448-7140-3.
- [9] BARNES, Howard A. *A handbook of elementary rheology*. Wales, Aberystwyth: The University of Wales, 2000. ISBN 0-9538032-0-1.
- [10] CHHABRA, R. P. a J. F. RICHARDSON. *Non-Newtonian flow and applied rheology: engineering applications*. 2nd ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2008. ISBN 978-0-7506-8532-0.
- [11] *Analysis of drilling fluid rheology & pressure drop modeling to improve drilling efficiency*[online]. Calgary, Alberta, 2018. [cit. 2019-05-12]. Dostupné z: https://prism.ucalgary.ca/bitstream/handle/1880/109403/ucalgary_2018_rahman_kazi.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Diploma thesis. University of Calgary.
- [12] MORRISON, Faith A. *Understanding rheology*. New York: Oxford University Press, 2001. Topics in chemical engineering (Oxford University Press). ISBN 01-951-4166-0.

- [13] HADDAD, Y.M. *Viscoelasticity of engineering materials*. Bodmin, Cornwall: Chapman & Hall, 1995. ISBN 0 412 59030 1.
- [14] MICHALEC, Jiří. *Pružnost a pevnost I*. 3. vyd. Praha: České vysoké učení technické, 2009. ISBN 978-80-01-04224-3.
- [15] *Ústav fyziky a materiálového inženýrství, Fakulta technologická: Dynamické namáhání viskoelastických látek* [online]. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně [cit. 2019-05-03]. Dostupné z: <http://ufmi.ft.utb.cz/>
- [16] *AZO materials: Polymer melts and elastic effects* [online]. [cit. 2019-05-28]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=13578>
- [17] GILES, Harold F., John R. WAGNER a Eldridge M. MOUNT. *Extrusion: the definitive processing guide and handbook*. Norwich, NY: William Andrew Pub., c2005. ISBN 08-155-1473-5.
- [18] DONG, Chanjuan a Yonggang LV. Application of Collagen Scaffold in Tissue Engineering: Recent Advances and New Perspectives. *Polymers* [online]. 2016, **8**(2). ISSN 2073-4360. DOI: 10.3390/polym8020042. Dostupné z: <http://www.mdpi.com/2073-4360/8/2/42>
- [19] PETERKOVÁ, Petra a Lubomír LAPČÍK. Kolagen - VLASTNOSTI, MODIFIKACE A APLIKACE. *Chemické listy* [online]. 2000, 371-379 [cit. 2019-05-15]. Dostupné z: <http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/archiv/2000-PDF/06-PDF/371-379.pdf>
- [20] VOJTOVÁ, L.; WOLFOVÁ, L.; JUREČKOVÁ, L.; KOHUTOVÁ, L. Úvod do tkáňového inženýrství. In *Úvod do tkáňového inženýrství*. Česká Republika: MediaBros s.r.o., 2015. s. 19-45. ISBN: 978-80-260-9720- 4
- [21] FRATZL, Peter. *Collagen: structure and mechanics*. New York: Springer, [2008]. ISBN 978-0-387-73905-2.
- [22] RÝGLOVÁ, Šárka, Martin BRAUN a Tomáš SUCHÝ. Collagen and Its Modifications-Crucial Aspects with Concern to Its Processing and Analysis. *Macromolecular Materials and Engineering*. 2017, **302**(6). ISSN 14387492. DOI: 10.1002/mame.201600460. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/mame.201600460>
- [23] RANGWALA, Huzefa a G. KARYPIS. *Introduction to protein structure prediction: methods and algorithms*. Hoboken, N.J.: Wiley, 2010. ISBN 978-0-470-47059-6.
- [24] STOKLAS, David. *Transportní vlastnosti kolagenu* [online]. Praha, 2018 [cit. 2019-06-03]. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/handle/10467/77401>. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce Ing. Jan Skočilas, Ph.D.

- [25] IKOMA, Toshiyuki et al. Physical properties of type I collagen extracted from fish scales of *Pagrus major* and *Oreochromis niloticas*. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2003, vol. 32, no. 3, s. 199-204. ISSN 0141-8130. DOI: 10.1016/S0141-8130(03)00054-0. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0141813003000540>
- [26] SOLNARĚ, Stanislav. *Návrh kapilárního reometru*. Praha, 2014. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce Ing. Jan Skočilas, Ph.D.
- [27] In: *TE connectivity* [online]. [cit. 2019-06-03]. Dostupné z: <https://www.te.com/usa-en/products/sensors/pressure-sensors/pressure-transducers.html?tab=pgp-story>
- [28] MADLENER, K., B. FREY a H. K. CIEZKI. Generalized reynolds number for non-newtonian fluids. *Progress in Propulsion Physics* [online]. Les Ulis, France: EDP Sciences, 2009, 2011-09-16, , 237-250 [cit. 2019-06-03]. ISBN 978-2-7598-0411-5. DOI: 10.1051/eucass/200901237. Dostupné z: <http://www.eucass-proceedings.eu/10.1051/eucass/200901237>
- [29] RIEGER, František, Václav NOVÁK a Tomáš JIROUT. *Hydromechanické procesy I*. V Praze: Nakladatelství ČVUT, 2007. ISBN 978-80-01-03286-2.
- [30] COGSWELL, F. N. Converging flow of polymer melts in extrusion dies. *Polymer Engineering and Science* [online]. 1972, 12(1), 64-73 [cit. 2019-06-03]. ISSN 0032-3888. DOI: 10.1002/pen.760120111. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/pen.760120111>

Seznam obrázků

Obrázek 1: Reogramy pro typické newtonské látky [6]	17
Obrázek 2: Rozdělení materiálů včetně modelů používaných k jejich popisu [6]	19
Obrázek 3: Reogram časově nezávislých neneutonských látek [10]	20
Obrázek 4: Porovnání modelů popisujících chování neneutonských látek [11]	22
Obrázek 5: Reogram časově závislých neneutonských látek [6]	23
Obrázek 6: Kelvin-Voigtův model [10]	25
Obrázek 7: Maxwellův model [10]	25
Obrázek 8: Burgersův matematický model [9]	26
Obrázek 9: Ukázka působení smykového napětí na makromolekulární strukturu [10] .	27
Obrázek 10: Typická reakce ideálních materiálů na skokovou změnu zatížení a následně na jeho uvolnění [13]	29
Obrázek 11: Typické chování viskoelastické látky při creepovém testu [13]	30
Obrázek 12: Typický průběh závislosti velikosti modulů G' a G'' na frekvenci v logaritmickém měřítku	34
Obrázek 13: Základní typy reometrů [6]	36
Obrázek 14: Viskoelastické jevy [6]	38
Obrázek 15: Ukázka chování polymerních řetězců při extruzi materiálu [16]	39
Obrázek 16: Rozšíření extrudovaného materiálu na výstupu z kruhové trubky [5]	39
Obrázek 17: Fotografie kolagenní hmoty při měření vytlačovacím reometrem [1]	41
Obrázek 18: Struktura kolagenu [24]	43
Obrázek 19: Model kapilárního vytlačovacího reometru [26]	47
Obrázek 20: Měřicí stanoviště	48
Obrázek 21: Pohled na spodní část vytlačovací hlavy s umístěním senzorů a detail senzoru XPM4 [27]	49
Obrázek 22: Ukázka prostředí LabWIEV při průběhu měření	50
Obrázek 23: Výkresy obdélníkových štěrbin s proměnnou výškou	51
Obrázek 24: Měřený materiál	52
Obrázek 25: Vytlačený kolagen po ukončení měření	53
Obrázek 26: Záznam typického průběhu rychlosti pístu	53
Obrázek 27: Ukázky z určování obsahu sušiny v kolagenní hmotě	55
Obrázek 28: Typický záznam průběhu tlaků podél kapiláry v závislosti na čase experimentu, $H=4$ mm, nejnižší tlakový signál odpovídá tlakovému snímači číslo 1 (umístěnému nejbližše u výstupu z kapiláry) a nejvyšší tlak náleží snímači číslo 6	56
Obrázek 29: Průběh tlaků podél kapiláry; $H = 4$ mm; měření s konstantní rychlostí posuvu pístu	57
Obrázek 30: vlevo: Průběh tlaků se vzniklou anomálií, $H = 4$ mm; vpravo: Detail anomálie, kdy došlo k přerušení zapisování signálu	61
Obrázek 31: Znázornění oblastí, pro kterou byl daný vzorek vyhodnocován	61
Obrázek 32: Průběh tlaků podél kapiláry s náhlým poklesem tlaku v čase 47,5 s, který ovlivňuje vyhodnocování	62
Obrázek 33: Ukázka vyhlazení tlakového průběhu pomocí filtru Savitzky-Golay v prostředí programu Matlab	62
Obrázek 34: Reogram, ukázka vyhodnocení pomocí mocninového modelu	63

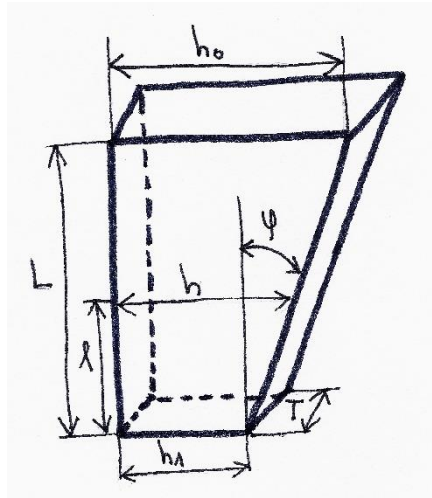
Obrázek 35: Graf znázorňující průběh tlaků u vybraného měření pro kapiláru s výškou $H = 2$ mm; červeně je vyznačená oblast, pro kterou byl vzorek vyhodnocován	64
Obrázek 36: Fotografie kolagenní hmoty na výstupu z vytlačovací hlavy; $H = 2$ mm ..	68
Obrázek 37: Výkresy obdélníkových šterbin s proměnnou výškou	71
Obrázek 38: Výkres spodní části vytlačovací hlavy včetně umístění otvorů pro tlakové snímače	72
Obrázek 39: Záznam získaný z pěti tlakových snímačů pro Kapiláru 5, zvyšující se rychlost pístu.....	73
Obrázek 40: Záznam z pěti tlakových snímačů pro konstantní rychlost pístu, Kapilára 5	73
Obrázek 41: Fotografie kolagenu vystupujícího z Kapiláry č.5	74
Obrázek 42: Průběh naměřených tlaků podél kapiláry	75
Obrázek 43: Grafická závislost dat získaných z tlakových snímačů na čase	75
Obrázek 44: Fotografie kolagenní hmoty na výstupu z kapiláry č.6	76
Obrázek 45: Vytvořená síť v programu Ansys	77
Obrázek 46: Vytvoření plně vyvinutého parabolického toku	79
Obrázek 47: Rychlosti v jednotlivých částech kapiláry odpovídajících umístění tlakových snímačů a vstupu do kapiláry; zleva: vstup do kapiláry, tlakový snímač p5, p4, p3, p2, p1	79
Obrázek 48: Streamline: Ukázka rychlostí částic podél celé kapiláry.....	79
Obrázek 49: Průběh tlaků podél kapiláry, hodnoty odečteny z programu Ansys pro kontantní průtok.....	80
Obrázek 50: Vyhodnocování viskoelastivity pomocí lineární směrnice přímkou v oblasti nejužšího místa	81
Obrázek 51: Průběh tlaků pro experiment číslo 17; kapilára 6.....	82
Obrázek 52: Porovnání ANSYS vs. experiment.....	84
Obrázek 53: Grafické porovnání vlivu indexu toku na tlakové ztráty; srovnání s experimentem číslo 17; kapilára 6	86
Obrázek 54: Průběh tlaků během měření číslo 23	87
Obrázek 55: Geometrie použitá pro analýzu viskoelastických vlastností [30].....	94
Obrázek 56: Nákres zužující se šterbiny pro případ této diplomové práce	95
Obrázek 57: Grafické znázornění poměru tlaků způsobených třením, respektive natažením materiálu, kapilára č.6	98
Obrázek 58: Grafické znázornění poměru tlaků způsobených třením, respektive natažením materiálu, kapilára č.5	100

Seznam tabulek

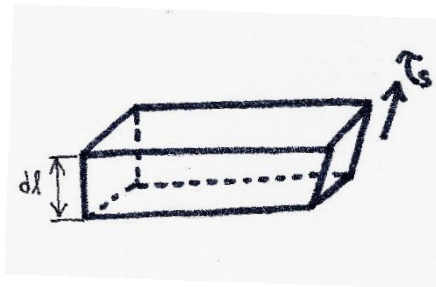
Tabulka 1: Typické rozsahy rychlostí smykové deformace pro různorodé aplikace [6]	35
Tabulka 2: Výpočet obsahu sušiny	54
Tabulka 3: Rozměry měřených kapilár [4]	60
Tabulka 4: Naměřené výsledky na jednotlivých kapilárách [4]	60
Tabulka 5: Rozměry měřených kapilár	63
Tabulka 6: Výsledné vypočtené reologické vlastnosti pro měřené kapiláry	63
Tabulka 7: Reologická data vypočtená pro kapiláru č.2; H = 2 mm	65
Tabulka 8: Reologická data vypočtená pro kapiláru č.3; H = 4 mm	65
Tabulka 9: Reologická data vypočtená pro kapiláru č.4; H = 8 mm	65
Tabulka 10: Porovnání vypočtených hodnot této práce s hodnotami z experimentu prováděného v roce 2016	66
Tabulka 11: Tabulka dílčích výpočtů pro výpočet Weissenbergova čísla a relaxačního času, měřeno pro $\dot{\gamma} = 3363 \text{ s}^{-1}$	70
Tabulka 12: Rozměry konvergentních-divergentních kapilár	72
Tabulka 13: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 42\text{s}$	83
Tabulka 14: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 41 \text{ s}$	84
Tabulka 15: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 39 \text{ s}$	84
Tabulka 16: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 36 \text{ s}$	85
Tabulka 17: Porovnání vlivu indexu toku na tlakové ztráty	86
Tabulka 18: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 46 \text{ s}$; pokus číslo 23	87
Tabulka 19: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 47 \text{ s}$; pokus číslo 23	88
Tabulka 20: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 48 \text{ s}$; pokus číslo 23	88
Tabulka 21: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 49 \text{ s}$; pokus číslo 23	88
Tabulka 22: Porovnání tlaků získaných v programu ANSYS vs. hodnoty tlaků získané z experimentu; $t_{\text{experiment}} = 51,7 \text{ s}$; pokus číslo 23	88
Tabulka 23: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.6 pro vybrané pokusy z měření; $u_{\text{kolagen}} = 1,854\text{m/s}$	89
Tabulka 24: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.6 pro vybrané pokusy z měření; $u_{\text{kolagen}} = 0,59\text{m/s}$	90
Tabulka 25: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.5 pro vybrané pokusy z měření; $u_{\text{kolagen}} = 0,23\text{m/s}$	91
Tabulka 26: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.6 pro vybrané pokusy z měření; $u_{\text{kolagen}} = 0,32 \text{ m/s}$	92

Tabulka 27: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.6 pro vybrané pokusy z měření; $u_{\text{kolagen}} = 0,46$ m/s.....	92
Tabulka 28: Porovnání tlaků naměřených podél kapiláry č.6 pro vybrané pokusy z měření; $u_{\text{kolagen}} = 0,86$ m/s.....	93
Tabulka 29: Vypočtená data pomocí vztahů dle Cogswella.....	97
Tabulka 30: Vypočtená data pomocí vztahů dle Cogswella pro kapiláru číslo 5.....	100
Tabulka 31: Vypočtené reologické koeficienty pro rovinné kapiláry	101
Tabulka 32: Tlakové ztráty pro různé rychlosti deformace zjištěné analyticky, z experimentu, ze simulace v Ansysu a jejich porovnání; kapilára 6.....	103
Tabulka 33: Tlakové ztráty pro různé rychlosti deformace zjištěné analyticky, z experimentu, ze simulace v Ansysu a jejich porovnání; kapilára 5.....	104
Tabulka 34: Porovnání tlakových ztrát, elongační vs. smyková složka	104
Tabulka 35: Hodnoty popisující viskoelasticitu materiálu spočítané z jet-swellu.....	104

Příloha 1 – Odvození tlakové ztráty způsobené třecími silami



Pro odvození byl vyňat element o nekonečně malém rozměru dl a byly popsány síly na něj působící. Odvození vychází z rovnováhy tlakové a třecí síly v elementu.



$$dP_S Th = 2(T + h)dl \tau_s$$

$$dP_S = \frac{2 \tau_s (T + h)}{Th} dl$$

$$\tau_s = K \dot{\gamma}^n, \dot{\gamma} = \frac{3Q}{2Th^2}, dl = \frac{dh}{tg \varphi}$$

$$dP_S = \frac{2K \left(\frac{3Q}{2Th^2}\right)^n (T + h)}{Th} \frac{dh}{tg \varphi}$$

$$dP_S = \frac{2K \left(\frac{3Q}{2}\right)^n T^{-n} h^{-2n} (T + h)}{tg \varphi} dh$$

$$dP_S = \frac{2K}{tg \varphi} \left[\left(\frac{3Q}{2}\right)^n T^{-n} h^{-2n-1} + \left(\frac{3Q}{2}\right)^n T^{-n-1} h^{-2n} \right] dh$$

$$dP_S = \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T}\right)^n (h^{-1-2n} + h^{-2n} T^{-1}) dh$$

$$\begin{aligned}
P_S &= \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \int_{h_1}^{h_0} (h^{-1-2n} + h^{-2n} T^{-1}) dh \\
P_S &= \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \left\{ \left[\frac{h^{-1-2n+1}}{1-2n+1} \right]_{h_1}^{h_0} + \frac{1}{T} \left[\frac{h^{-2n+1}}{-2n+1} \right]_{h_1}^{h_0} \right\} \\
P_S &= \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \left\{ \left[\frac{h^{-2n}}{-2n} \right]_{h_1}^{h_0} + \frac{1}{T} \frac{1}{1-2n} [h^{-2n+1}]_{h_1}^{h_0} \right\} \\
P_S &= \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \left\{ \left[-\frac{1}{h_0^{2n}} \frac{1}{2n} + \frac{1}{h_1^{2n}} \frac{1}{2n} \right] \left[\frac{1}{T} \frac{1}{1-2n} (h_0^{1-2n} - h_1^{1-2n}) \right] \right\} \\
P_S &= \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \left\{ \frac{1}{2n} \left(\frac{1}{h_1^{2n}} - \frac{1}{h_0^{2n}} \right) + \left[\frac{1}{T} \frac{1}{1-2n} (h_0^{1-2n} - h_1^{1-2n}) \right] \right\} \\
P_S &= \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \frac{1}{2nh_1^{2n}} - \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \frac{1}{2nh_0^{2n}} + \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \frac{1}{T(1-2n)} \frac{h_0}{h_0^{2n}} \\
&\quad - \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2T} \right)^n \frac{1}{T(1-2n)} \frac{h_1}{h_1^{2n}} \\
P_S &= \frac{2K}{tg \varphi} \left(\frac{3Q}{2Th_1^2} \right)^n \left[\frac{1}{2n} \left(1 - \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} \right) + \frac{1}{T(1-2n)} \left(h_0 \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} - h_1 \right) \right] \\
P_S &= \frac{2\tau_S}{tg \varphi} \left[\frac{1}{2n} \left(1 - \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} \right) + \frac{1}{T(1-2n)} \left(h_0 \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} - h_1 \right) \right]
\end{aligned}$$

Vynecháním posledních dvou členů v rovnici se dostaneme k rovnici, která je podobná rovnici odvozené Cogswellem pro symetricky zužující se šterbinový kanál z obou stran, tlaková ztráta je v tomto případě 2x větší:

$$P_S = \frac{\tau_{S1}}{n \tan \varphi} \left[1 - \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} \right]$$

Cogswell ve své práci vztah zjednodušil. V případě této dipomové práce se ovšem k výsledkům dospělo s použitím celé rovnice:

$$P_S = \frac{2\tau_{S1}}{tg \varphi} \left[\frac{1}{2n} \left(1 - \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} \right) + \frac{1}{T(1-2n)} \left(h_0 \left(\frac{h_1}{h_0} \right)^{2n} - h_1 \right) \right]$$

Příloha 2 – Metodika zkoumání viskoelastických vlastností kolagenní hmoty

- Měření kolagenní hmoty na kapilárním reometru – měření na rovinných kapilárách s nainstalovanou vysokorychlostní kamerou kvůli možné analýze jet swellu
- Určení obsahu sušiny v kolagenní hmotě
 - Zvážení vzorků před a po sušení – to probíhá po dobu 24 hodin při teplotě 105 °C
- Určení reologických vlastností kolagenu
 - Tvorba programu v Matlabu
 - Výpočet prováděn pro rovinné kapiláry, které jsou k dispozici, přičemž kapilára číslo 1 je bez zvýšení výkonu pohonu pístu neměřitelná
 - Vykreslení průběhu tlaků z jednotlivých snímačů podél kapiláry za čas experimentu
 - Vyhlazení šumu pomocí mediánové/Savitzky-Golay filtrace
 - Kontrola výskytu náhlých poklesů/zvýšení tlaků a jiných anomálií z grafu průběhu tlakových hodnot a následné ohraničení oblasti bez anomálií pro kterou je daný pokus vyhodnocován
 - Výpočet K a n pomocí mocninového modelu
- Měření kolagenní hmoty na kapilárním reometru – měření na kapilárách s proměnnou výškou
- Vykreslení průběhu tlaků z jednotlivých snímačů podél kapiláry
- Výpočet rychlosti pohybu pístu
- Výpočet rychlosti proudění kolagenní hmoty
- Výpočet modifikovaného Reynoldsova čísla pro mocninné látky a následná kontrola, zda je proudění v laminární oblasti
- Výpočet rozsahu rychlostí deformace
- Namodelování situace v CFD programu pro co nejvíce rychlostí deformace
 - Vytvoření dostatečně husté mřížky – větší koncentrace segmentů v okolí nejužšího místa kapiláry

- Modelování pro mocninový model, čistě viskózní kapalina
 - Volba rozsahu viskozity
 - Koeficient konzistence a index toku voleny podle hodnot vypočtených z rovinných kapilár
- Výpočet – volba počtu iterací, aby řešení zkonvergovalo (minimálně 2000)
- Výpočet průběhu tlaků v Postprocessingu programu Ansys
- Porovnání tlakové ztráty vypočtené z experimentálních dat s tlakovou ztrátou vypočtenou pomocí simulace
 - Rozdíl hodnot je kombinací míry viskoelastivity a nepřesnosti měření vlivem vzduchových bublin
 - Je zároveň nutné porovnávat jednotlivé experimenty mezi sebou, rozdíl mezi tlakovými ztrátami je v tomto případě způsoben vyšším výskytem vzduchových bublin, což je způsobeno ručním vkládáním kolagenní hmoty do zásobníku
- Porovnání konvergentních-divergentních kapilár mezi sebou
 - Posouzení vlivu úhlu konvergence na stlačení, tlakové ztráty, viskoelasticitu
- Analytický výpočet viskoelastivity pomocí určení jednotlivých složek tlakové ztráty
 - Výpočet tlakové ztráty způsobené třením
 - Výpočet tlakové ztráty způsobené elongací
 - Porovnáním obou složek se určí míra viskoelastivity
- Vyhodnocení viskoelastivity ze snímků vystupujícího materiálu
 - Výpočet první normálové diference pomocí vztahu uváděného Barnesem [9] (viz (37))
 - Určení Weissenbergova čísla, které je přímým zhodnocením míry viskoelastivity
 - Výpočet relaxačního času