

Valtteri Viljanen

VISKOSITEETTIMITTAUSTEN HYÖDYNTÄMINEN BIOETANOLITEHTAAN
SUUNNITTELUSSA

Kemiantekniikan koulutusohjelma
Kemiantekniikan suuntautumisvaihtoehto
2012

VISKOSITEETTIMITTAUSTEN HYÖDYNTÄMINEN BIOETANOLITEHTAAN SUUNNITTELUSSA

Viljanen, Valteri
Satakunnan ammattikorkeakoulu
Kemiantekniikan koulutusohjelma
toukokuu 2012
Ohjaajat: DI Hannelius, Timo & Ins. Toukonen, Tapio
Sivumäärä: 34
Liitteitä: 9

Asiasanat: viskositeetti, viskosimetri, sekoitus, pumppaus

Kasvava huoli ympäristömme laadusta sekä kasvihuoneilmiöstä on johtanut bioraaka-aineiden eli uusiutuvista luonnonvaroista saatujen raaka-aineiden laajamittaiseen käyttöön. Euroopan Unioni on asettanut direktiivit polttoaineen sisältämän bioraaka-aineen osuuden lisäämisestä kymmeneen prosenttiin vuoteen 2020 mennessä. Tähän tavoitteeseen pyritään uudelleenkäyttämällä jätteiksi luokiteltuja materiaaleja, joissa on haluttuja komponentteja. Näitä jättejakeita ovat mm. paperiteollisuuden sellupitoiset jättejakeet sekä elintarviketeollisuuden tärkkelyspitoiset jättejakeet.

Tämän työn tarkoituksena oli tutkia bioraaka-aineista valmistettavan etanolin valmistusprosessissa syntyvien nesteseoksien viskositeetteja, ja niiden vaikutusta prosessin eri yksikköoperaatioihin, kuten sekoitukseen ja pumppaukseen. Viskositeetit mitattiin käyttämällä värähtely- ja rotaatioviskosimetriä. Värähtelyviskosimetri antoi luotettavampia tuloksia alhaisella viskositeettialueella. Suspensioiden viskositeettimittaukset eivät olleet toistettavia, mikä johtui liukenemattoman kuiva-aineen aiheuttamista häiriöistä.

Entsymaattisessa hydrolysoinnissa, joka tarkoittaa entsyymien ja veden avulla hajotettuja komponentteja, huomattiin viskositeetissa selkeä lasku entsyymin vaikutuksesta. Sekoituksen tarvitsemaan tehoon entsyymin lisäys ei sen sijaan juuri vaikuttanut kolmen tunnin sekoituksen aikana. Teollisuusympäristössä pienikin muutos sekoitustehossa voi tuoda suuret säästöt käytettäessä isoja teollisuussekoittimia. Näyttäisi siltä, että sekoitus- tai pumppaustehon määrittäminen voisi olla paras keino arvioida suspensioiden käyttäytymistä prosessissa. Luotettavat viskositeettimittaukset edellyttävät, että näyte on liuosmainen.

UTILIZING VISCOSITY MEASUREMENTS IN DESIGNING BIOETHANOL FACILITY

Viljanen, Valtteri

Satakunnan ammattikorkeakoulu, Satakunta University of Applied Sciences

Degree Programme in Chemical Engineering

May 2012

Supervisors: Hannelius, Timo & Toukonen, Tapio

Number of pages: 34

Appendices: 9

Keywords: Viscosity, viscosimeter, agitation, pumping

Rising concern about the quality of our environment and the greenhouse effect has led to an extensive use of bio raw materials, which are materials obtained from renewable natural resources. European Union has set directives to increase the percentage of bio raw materials in petroleum to ten percent until year 2020. To obtain this goal waste, with desirable components, is being reused. Such types of wastes are for example pulp waste from paper industry and starch containing waste from food industry.

The purpose of this thesis was to study viscosities of suspensions formed in the process when bioethanol is produced from bio raw materials, and also their effects to different unit operations, such as agitation and pumping. Viscosities were analyzed using rotation and vibration viscometer. From the results we can see that vibration viscometer was more accurate, within low values of viscosity. Viscosity measurements for suspensions were not well reproducible, which was caused by interference of insoluble solid matter in the sample.

In enzymatic hydrolysis, which means components degraded by water and enzymes, was noticed clear decrease in viscosity caused by enzymes. The power needed for agitation was not affected by enzymes within three hour agitation. In industrial environment even slightest change in the power taken by agitation can lead to huge savings when using big industrial size mixers. It seems that, determining the power needed for agitation and pumping could be the best way to evaluate how suspensions are behaving in process. Reliable viscosity measurements are requiring that the sample is pure solution with all the components dissolved.

SISÄLLYSLUETTELO

TIIVISTELMÄ

ABSTRACT

1	JOHDANTO.....	1
2	BIORAAKA-AINEET	2
2.1	Biomassan määritelmä.....	2
2.2	Biomassan valmistus ja jalostus	2
3	VISKOSITEETTI.....	4
3.1	Yleinen määritelmä.....	4
3.1.1	Dynaaminen viskositeetti	5
3.1.2	Kinemaattinen viskositeetti.....	6
3.2	Fluidityypit	7
3.2.1	Newtonilaiset fluidit.....	7
3.2.2	Ei-newtonilaiset fluidit.....	7
3.3	Viskositeetin vaikutus virtausteknisesti.....	9
3.3.1	Pumppaus	9
3.3.2	Sekoitus	16
3.4	Viskosimetrit.....	19
3.4.1	Kapillaariviskosimetri	19
3.4.2	Höppler-viskosimetri, kuulaviskosimetri.....	20
3.4.3	Rotaatioviskosimetri	23
3.4.4	Värähtelyviskosimetri	25
4	TYÖN SUORITUS	27
4.1	Glyserolikoe.....	27
4.2	Viskositeettistandardien määrittäminen	28
4.3	Näytteiden viskositeettimittaukset.....	29
4.4	Entsyyminen hydrolysointikoe	29
5	TULOSTEN TARKASTELU	31
5.1	Glyserolikoe.....	31
5.2	Viskositeettistandardien määrittäminen	31
5.3	Näytteiden viskositeettimittaukset.....	31
5.4	Entsyyminen hydrolysointikoe	32
5.4.1	Sekoitustehon mittaaminen	33
6	JOHTOPÄÄTELMÄT	33

LÄHTEET

LIITTEET

1 JOHDANTO

Ympäristönsuojelun korostuminen viime vuosikymmeninä on osaltaan myös johtanut kiristyneisiin polttoainedirektiiveihin. Niissä vaaditaan lisäämään liikenteen polttoaineiden sisältämän bioraaka-aineen osuutta. Bioraaka-aineita sisällyttämällä polttoaineeseen saadaan pakokaasupäästöjä kuriin ja samalla fossiilisten polttoaineiden käyttö pienenee. Nykytrendi on siirtyä kasvavassa määrin uusiutuviin luonnonvaroihin, pois luontoa rasittavista fossiilisista polttoaineista.

Maailman talouden järkkyessä myös öljyn hinnan kehitys on epävarmaa. Hinnan nousua voidaan kompensoida juuri lisäämällä polttoaineiden bioraaka-aineiden osuutta. Samalla riippuvuus raakaöljyn tuotannosta pienenee. Lisäksi ympäristön kannalta bioraaka-aineiden käyttö on hyväksi, koska näin voimme hillitä kasvihuonekaasupäästöjen muodostumista. Tähän velvoittaa jo pelkästään EU-direktiivi, jonka tavoitteena on kasvattaa uusiutuvista energianlähteistä saatujen raaka-aineiden osuus kymmeneen prosenttiyksikköön vuoteen 2020 mennessä.

Bioraaka-aineista voidaan valmistaa useita eri tuotteita, kuten bioetanolia. St1 Oy valmistaa maailman ympäristöystävällisintä etanolia jätteistä (esim. elintarvike- ja paperiteollisuuden jättejakeet), jotka muuten loppusijoitettaisiin kaatopaikalle. Näin etanolin tuotannossa ei synny uusia hiilidioksidipäästöjä ja samalla hyödynnetään jättejakeet, jotka sisältävät haluttuja komponentteja, mutta muuten joutuisivat kaatopaikalle.

St1 Oy on suomalaisomisteinen energiayhtiö. Yhtiöllä on yhteensä 1500 polttoaineen jakeluasemaa Suomessa, Ruotsissa ja Norjassa. Ruotsissa sijaitsee lisäksi myös jalostamo. St1 Biofuels Oy on St1:n tytäryhtiö, joka perustettiin vuonna 2006. St1 Biofuels työllistää jo yli 50 biopolttoaineiden huippuosaajaa. Yhtiön pääasiallinen tavoite on kehittää ratkaisuja fossiilisten polttoaineiden korvaamiseksi kannattavasti. Tämän työn tarkoituksena on tutkia uuden etanolitehtaan mitoitusparametreja viskositeetteja mittaamalla.

2 BIORAAKA-AINEET

2.1 Biomassan määritelmä

Biomassa on uusiutuvista luonnonvaroista saatua raaka-ainetta (esim. puu ja levät) lisäksi siihen lasketaan erinäiset jätteet (biojäte sekä maa- ja metsätalouden ylijäämät). Määritelmä käsittää siis kaiken auringon energiaa yhteyttämässä sitoneen eloperäisen aineksen. Näitä raaka-aineita pystytään hyödyntämään jalostamalla eri tekniikoilla. Biomassoista voidaan valmistaa useita tuotteita, mm. kemikaaleja ja liikennevälineisiin sopivia polttoaineita. Biopolttoaineisiin luetaan: biodiesel, biokaasu, synteettiset polttoaineet sekä eri alkoholit, kuten bioetanoli, jonka tuotantoprosessia tässä työssä tarkastellaan.

Öljyn sekä sähkön hinnan nousu yhdessä ilmastonmuutoksen vähentämiseksi asetettujen EU-direktiivien kanssa ovat pääasiallisesti aikaansaaneet bioraaka-aineiden laajamittaisen hyödyntämisen polttoainekäyttöön. EU:n RES-direktiivi 2009/28/EY keskeisin tavoite on uusiutuvien luonnonvarojen osuuden kasvattamista liikenteen polttoaineissa 10 %:iin vuoteen 2020 mennessä. (1,2,3)

2.2 Biomassan valmistus ja jalostus

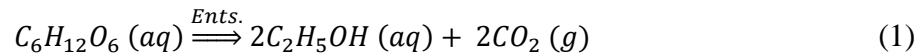
Biomassaa valmistetaan perinteisellä tuotantomenetelmällä esim. Brasiliassa, jossa tuotetaan paljon korkean sokeripitoisuuden omaavia kasveja (sokeriruoko) bioetanolin raaka-aineeksi. Koko maailmassa noin 60 % tuotetusta bioetanolista valmistetaan sokeripitoisista viljelykasveista (esim. sokeriruoko, sokerijuurikas), myös Suomessa viljellään paljon sokerijuurikasta. Suomen viileä ilmasto kuitenkin kilpailee bioetanolin perinteisen tuotantomenetelmän kannattavuuden kanssa.

On havaittu, että ympärillämme on etanolin valmistukseen sopivaa raaka-ainetta, kuten biojätettä ja paperin valmistuksessa syntyvää puuperäistä jätettä, valmiiksi saatavilla ilman ylimääräistä energian tuhlausta. Lisäksi biojäte kaatopaikalle joutuessaan mätänee muodostaen toiseksi merkittävintä kasvihuonekaasua, metaania. Käyttämällä biojätettä hyödyksi tehokkaasti estetään myös sen joutuminen

suurimmissa määrin kaatopaikalle näin hidastaen ilmastonmuutosta ja edelleen vähentäen energiaintensiteettiä polttoaineen valmistuksessa.

Bioraaka-aineita voidaan jalostaa sekä mekaanisesti että kemiallisesti. Kemiantekniikka onkin ratkaisevassa asemassa polttoaineen tuotannossa, jossa jalostus tapahtuu biokemiallisesti. Bioteknologian keinoja käytetään, kun bioraaka-ainetta käsitellään prosessissa. Bioteknologialla tarkoitetaan esim. solujen molekyylien erottamista entsyymikäsittelyllä ja mikrobien avulla käytettyä etanolia hiilihydraattilähteestä. Entsyymit ovat valkuaisaineita eli proteiineja, jotka kiihdyttävät biokemiallisia reaktioita solutasolla. Mikrobit sen sijaan ovat hyödyllisiä pieneliöitä, esimerkkinä hiiva käymisprosessissa.

Bioraaka-ainetta jalostetaan etanoliksi käsittelemällä se ensin entsyymaattisesti, vapauttaen raaka-aineen sisältämät hiilihydraatit eli sokerit. Tätä vaihetta kutsutaan entsyymaattiseksi hydrolyysiksi. Hydrolyysiajalla tarkoitetaan entsyymien lisäyksen jälkeen kulunutta aikaa. Entsyymien lisäyksellä saadaan myös viskositeettia pienemmäksi, jolloin raaka-aineen käsittely helpottuu. Lopuksi saadut sokerit käytetään mikrobien avulla muodostaen etanolia kaavan (1) osoittamalla tavalla. Koko prosessi raaka-aineesta tuotteeksi nähdään kuvasta (2.1). (2,3)



Kuva 2.1 Biomassan jalostuskaavio tuotteiksi, kuten bioetanoliksi.

(Kuva <http://www.bioteknologia.info>)

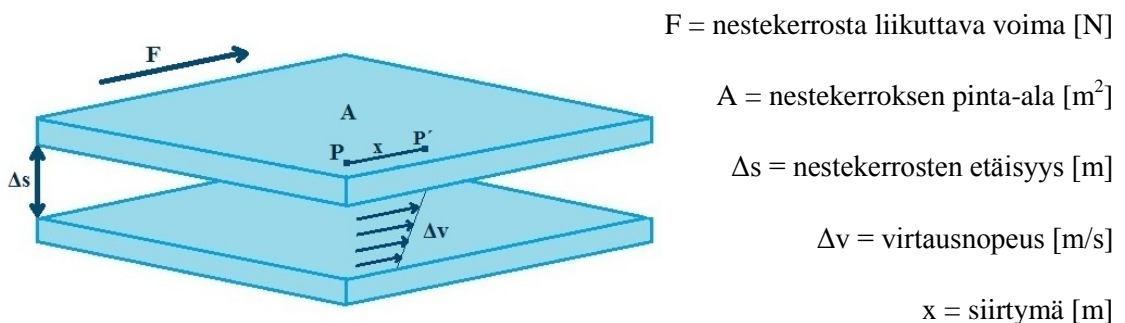
3 VISKOSITEETTI

3.1 Yleinen määritelmä

Viskositeetti kuvaa nesteen tai kaasun sisäistä kitkaa tietyssä lämpötilassa. Tässä tutkimustyössä keskitytään määrittämään vain nesteen viskositeettia. Se on aineen ominaisuuksissa fysikaalinen suure, johon vaikuttaa lämpötila ja paine, nimenomaisessa järjestyksessä. Viskositeetin avulla ymmärretään myös nesteen juoksevuus, mitä pienempi viskositeetti, sitä suurempi juoksevuus, eli alhaisempi viskositeetti.

Paineen vaikutus nesteiden viskositeettiin on alhainen, mutta lämpötilaa nostettaessa viskositeetti yleensä pienenee eli juoksevuus kasvaa. Suuren viskositeetin omaavilla öljyillä on kyseinen ilmiö helpompi huomata, kuin esimerkiksi vedestä, josta eroa tuskin huomaa nesteen juoksevuudessa. Öljyillä viskositeetti voi laskea jopa sadasosaan lämpötilan noustessa 0°C asteesta 100°C asteeseen. (4,5)

Viskositeetin määritelmää voidaan tarkastella Newtonin viskositeettimallin (kuva 3.1) avulla. Kuvassa on kaksi samansuuntaista nestekerrosta, joista ylempi liikkuu nopeudella v . Kitkavastuksien voittamiseen tarvitaan voima F . Tämä voima on suoraan verrannollinen pinta-alaan A . Näiden kahden suureen suhdetta kutsutaan leikkausjännitykseksi τ .



Kuva 3.1 Viskositeetin määrittely yksinkertaistettuna yhdensuuntaisten nestekerrosten avulla.

Leikkausjännitys τ saadaan laskettua kaavasta (2). Yksikkönä leikkausjännityksellä on $\text{Pa} = \text{N/m}^2$.

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (2)$$

jossa

$F = \text{Voima [N]}$

$A = \text{Pinta-ala [m}^2\text{]}$

Jos partikkeli kohdassa P (kuva 3.1) kulkee leikkausjännityksen aikaansaamana kohtaan P' se on liikkunut matkan x , ja matkaan on kulunut aika t . Dimensioton leikkausrasitus γ saadaan jakamalla partikkelin kulkema matka eli siirtymä x nestekerrosten välisellä etäisyydellä (3).

$$\gamma = \frac{x}{\Delta s} \quad (3)$$

Leikkausnopeus $\dot{\gamma}$ saadaan jakamalla leikkausrasitus partikkelin siirtymään kuluneella ajalla (4). Leikkausnopeus siis ilmaistaan virtausnopeuden derivaattana paikan suhteen, jolloin yksikkönä on $1/\text{s}$. (6,7)

$$\dot{\gamma} = \frac{\gamma}{dt} = \frac{x}{t \cdot \Delta s} = \frac{\Delta v}{\Delta s} \quad (4)$$

3.1.1 Dynaaminen viskositeetti

Dynaaminen viskositeetti μ on kokeellinen suure, jota voidaan mitata viskosimetrillä. Isaac Newton löysi kokeellisesti yhteyden viskositeettiin leikkausjännityksen ja -nopeuden suhteesta (5). (6,7)

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (5)$$

Kaavaan (5) sijoitetaan leikkausnopeus $\dot{\gamma}$, jolloin saadaan Newtonin viskositeetilaki (6).

$$\tau = \mu \frac{\Delta v}{\Delta s} \quad (6)$$

Dynaamisen viskositeetin SI-järjestelmän mukainen yksikkö on kg/ms eli pascalsekunti (Pas). Vedelle dynaaminen viskositeetti (20°C) 1,005 mPas ja (100°C) 0,284 mPas. Usein kuitenkin käytetään edelleen vanhaa yksikköä, Jean Louis Marie Poiseullen mukaan nimettyä Poisea (P). (8)

$$1 \text{ P (poisi)} = 0,1 \text{ Pas}$$

$$1 \text{ Pas} = 1 \text{ Ns/m}^2 = \text{kg/ms}$$

3.1.2 Kinemaattinen viskositeetti

Petrokemian puolella on yleisemmin käytetty kinemaattista viskositeettia ν , jonka yksikkönä on George Gabriel Stokesin mukaan nimetty Stoki (St). SI-järjestelmän mukainen yksikkö kinemaattiselle viskositeetille on $\frac{\text{m}^2}{\text{s}}$. Kinemaattinen viskositeetti lasketaan dynaamisen viskositeetin avulla, jakamalla se tutkittavan nesteen tiheydellä (7), esimerkiksi vedelle kinemaattinen viskositeetti (20°C) $1 \text{ cSt} = 10^{-6} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$. (6)

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (7)$$

,jossa

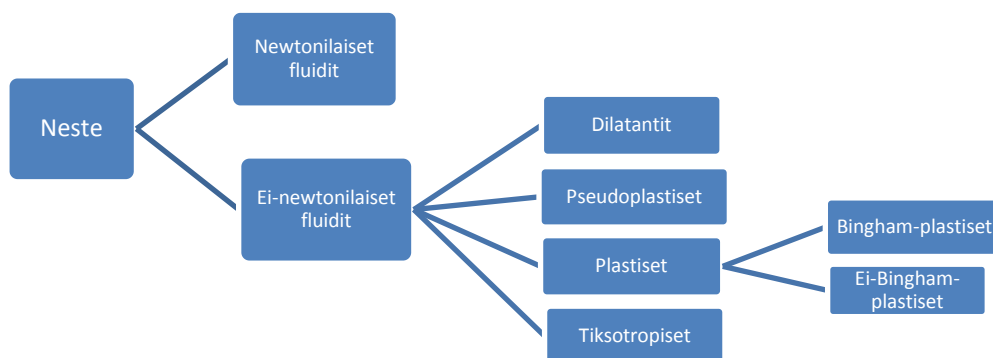
ν = kinemaattinen viskositeetti [m^2/s]

μ = dynaaminen viskositeetti [Pas]

ρ = tiheys [kg/m^3]

3.2 Fluidityypit

Nesteet eli fluidit voidaan luokitella usealla eri tavalla. Erään jaottelun mukaan nesteet voidaan jakaa täysin viskoottisiin (newtonilaiset fluidit), viskoelastisiin ja aikariippuvaisiin nesteisiin. Tässä työssä on kuitenkin jaoteltu nesteet ensin Newtonin viskositeettilain mukaan oheisella kaaviolla (kuva 3.2). Tämän jaottelun karkeimman eron tekevät newtonilaiset ja ei-newtonilaiset nesteet. (13)



Kuva 3.2. Fluidityyppien jaottelu.

3.2.1 Newtonilaiset fluidit

Newtonilaiset fluidit tarkoittavat kaikkia nesteitä, jotka käyttäytyvät Newtonin viskositeettilain (5) mukaan. Toisin sanoen ko. nesteiden viskositeetti on suoraan verrannollinen leikkausjännitykseen ja -nopeuteen. Esimerkkinä newtonilaisista fluideista voidaan mainita etanoli, glyseroli ja vesi.

3.2.2 Ei-newtonilaiset fluidit

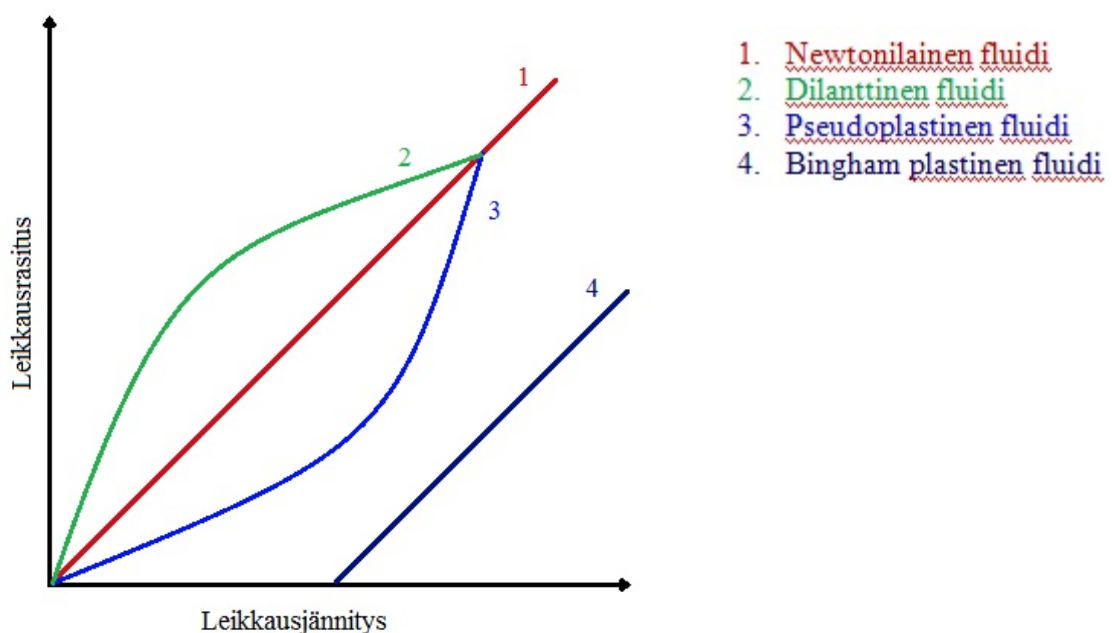
Ei-newtonilaisille fluideille nimensä mukaisesti ei voida soveltaa Newtonin viskositeettilakia. Näiden nesteiden mallintaminen on jo huomattavasti vaikeampaa, sillä niiden viskositeettikerroin ei ole newtonilaisten nesteiden tapaan lineaarinen. Paineen ja lämpötilan lisäksi viskositeetti riippuu ei-newtonilaisilla nesteillä myös leikkausnopeudesta tai -ajasta. Näiden riippuvuussuhteiden mukaan ei-newtonilaiset

nesteeet jaotellaan: dilatantteihin, plastisiin, pseudoplastisiin ja tiksotropisiin fluideihin. Viskositeetti riippuu ajasta dilatanteilla, plastisilla sekä pseudoplastisilla fluideilla. Viskoelastisia fluideja ovat tiksotropiset.

Aikariippuvaisia ovat siis dilatanttiset, plastiset ja pseudoplastiset nesteet. Dilatantit eli leikkauspaksuuntuvat fluidit paksuuntuvat, eli viskositeetti kasvaa, kun leikkausnopeus kasvaa. Esimerkkinä dilatanteista ovat tärkkelyspohjaiset liukset, TiO_2 -lietteet ja juoksuhiikka. Pseudoplastisten eli leikkausohenevien fluidien viskositeetti taas pienenee leikkausnopeuden kasvaessa. Pseudoplastisia fluideja ovat esim. shampoo ja ketsuppi. Bingham-plastiset fluidit käyttäytyvät newtonilaisten nesteiden tavoin, sillä erotuksella, että ne tarvitsevat alkuun tietyn leikkausjännitteen, jotta virtausta voisi muodostua. Esimerkkinä Bingham-plastisista fluideja ovat biolietteet, margariini ja hammastahna.

Viskoelastisiin fluideihin luetaan tiksotropiset nesteet. Tiksotropisten eli lepojähmeiden fluidien viskositeetti pienenee ajan kuluessa, kun niihin kohdistetaan painetta tai sekoitusta. Neste näyttää hyvin viskoottiselta, mutta on kuitenkin pumpattavissa helposti. Esimerkkinä tiksotrooppisista nesteistä on jogurtti ja tietyt maalit. (9, 10,11)

Edellä mainittujen fluidityyppien karakteristikat nähdään kuvasta (3.3).



Kuva 3.3 Fluidien ominaiskäyrät.

3.3 Viskositeetin vaikutus virtausteknisesti

Virtaustekniikassa keskeisessä asemassa on Reynoldsin luku (Re-luku) (8). Se on dimensioton luku, joka ilmaisee virtauksen luonnetta. Virtausta on kahden tyyppistä: laminaarinen ja turbulenttinen virtaus. Putkivirtauksessa laminaarisen virtauksen raja-arvo on suhteellisen pieni eli, kun Re-luku < 2300 . Turbulenttista virtaus on, kun Re-luku > 4000 . Näiden välissä on ns. välialue, jossa virtaus ei ole selkeästi laminaarista tai turbulenttista. (14)

$$Re = \frac{\rho v d}{\mu} \quad (8)$$

,jossa

ρ = tiheys [kg/m^3]

v = virtausnopeus [m/s]

d = putken halkaisija [m]

μ = dynaaminen viskositeetti [Pas]

Reynolds-lukua käytetään myös monessa sovellutuksissa, kuten pumppauksen ja sekoituksen tehon laskennassa. Putkivirtauksessa Re-luku vaikuttaa vain kitkakertoimen suuruuteen. Reynolds-luku riippuu myös viskositeetista kääntäen verrannollisesti, mitä suurempi viskositeetti, sitä pienempi Re-luku. Suuri viskositeetti on haitallinen esim. sekoituksessa, jossa turbulenttisuuden parantamisella saadaan parempi sekoitustulos.

3.3.1 Pumppaus

Pumppauksessa keskeisessä asemassa on Bernoullin yhtälö (9), jonka avulla lasketaan pumppauksessa syntyviä painehäviöitä. Pumpun tulee voittaa vähintään syntyneet painehäviöt, jotta pumppausta voi tapahtua.

$$p_1 + \rho g h_1 + \frac{1}{2} * \rho v_1^2 = p_2 + \rho g h_2 + \frac{1}{2} * \rho v_2^2 \quad (9)$$

$\rho g(h_2 - h_1)$ = hydrostaattinen paine-ero [Pa]

$\frac{1}{2} \rho(v_2^2 - v_1^2)$ = dynaaminen paine-ero [Pa], kun kitkaa ei huomioida

Kitkallisissa putkivirtauksissa dynaamiselle paine-erolle lisätään vielä kitkavastukset jolloin yhtälö on muotoa (10).

$$\Delta p_{dyn} = \frac{1}{2} * \rho v^2 \left(\xi * \frac{L}{D} + \Sigma \zeta \right) \quad (10)$$

,jossa

ξ = putkivastuskerroin

L = putkilinjan pituus [m]

D = putken halkaisija [m]

ζ = putkikarheus

Viskositeetti vaikuttaa myös pumppauksessa, jossa kitkavoimat aiheuttavat painehäviöitä nostaan pumppaukseen tarvittavaa energiaa ja sitä kautta myös kustannuksia. Pumpun tarvitsema teho lasketaan kaavasta (11).

$$P = \frac{\dot{V} * \Delta p}{\eta} \quad (11)$$

,jossa

\dot{V} = tilavuusvirta [$\frac{m^3}{s}$]

Δp = kokonaispainehäviö [Pa]

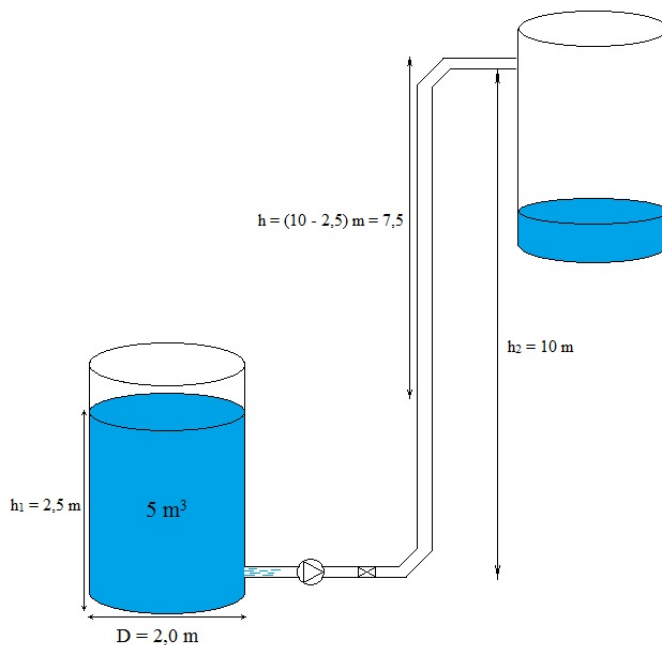
η = pumpun hyötysuhde

Pumpun valinnassa vaikuttaa monet valintakriteerit, joita ovat:

1. Pumpun tuotto
2. Pumppauksen painehäviöt
3. Pumpattavan nesteen ominaisuudet:
 - i. Viskositeetti
 - ii. Kiintoainepitoisuus
 - iii. Korroosio-ominaisuudet
 - iv. Tiheys
 - v. Lämpötila
 - vi. Likaavuus

Esimerkki 1. Fluidin pumppaus

Tarkastellaan esimerkkilaskun avulla pumppausta putkijonossa. Avoimesta säiliöstä (kuva 3.4), jonka tilavuus on 5 m^3 pumpataan nestettä nopeudella $v = 2,5 \text{ m/s}$, hyötysuhteen ollessa 70% , teräksisessä putkijonossa, jonka paksuus $D = 200 \text{ mm}$ (NS 200) ja pituus $L = 50 \text{ m}$, on yhteensä neljä 45° asteen kulmaa ja yksi läppäventtiili. Pumpattavan nesteen viskositeetti $\mu = 15 \text{ mPas}$ ja tiheys $\rho = 900 \text{ kg/m}^3$.



Kuva 3.4. Pumppaus avonaisesta säiliöstä toiseen.

Ensin määritetään Re-luku.

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 2,5 \frac{m}{s} * 0,2m}{15 * 10^{-3} mPas} = 30\ 000$$

Lasketaan suhteellinen putkikarheus jakamalla absoluuttinen putkikarheus K_{abs} putken halkaisijalla D . Absoluuttisten karheuksien arvioituja arvoja on taulukoitu. (5)

Teräsputkelle $K_{abs} = 0,00003$

$$K_{rel} = \frac{K_{abs}}{D} = \frac{0,00003}{0,2\ m} = 0,00015\ m$$

Moodyn käyrästä (LIITE1) saadaan putkivastuskerroin ξ , Reynolds-luvun sekä suhteellisen putkikarheuden avulla.

$$\xi = 0,024$$

Putkikarheuksien summa $\Sigma \zeta$ saadaan laskemalla kaikki putkilinjassa painehäviöitä aiheuttavien tekijöiden putkivastuskertoimet yhteen.

Läppäventtiili $\zeta = 0,8$

45° asteen kulma $\zeta = 0,14$

$$\Sigma \zeta = 4 * 0,14 + 0,8 = 1,36$$

Ratkaistut arvot sijoitetaan dynaamisen painehäviön kaavaan (10).

$$\Delta p_{dyn} = \frac{1}{2} * 900 \frac{Kg}{m^3} * \left(2,5 \frac{m}{s} \right)^2 * \left(0,024 * \frac{50\ m}{0,2\ m} + 1,36 \right) = 20\ 700\ Pa$$

Lasketaan hydrostaattinen painehäviö.

$$\Delta p_{hyd} = 900 \frac{Kg}{m^3} * 9,81 \frac{m}{s^2} * 7,5\ m = 66\ 217,5\ Pa$$

Kokonaispainehäviö on dynaamisen ja hydrostaattisen painehäviöiden summa.

$$\Delta p_{tot} = \Delta p_{hyd} + \Delta p_{dyn} = 66\,217,5\,Pa + 20\,700\,Pa = 86\,917,5\,Pa \approx 87\,kPa$$

Lasketaan tilavuusvirta \dot{V} virtausnopeuden v ja putken pinta-alan avulla jatkuvuusyhtälöstä (12).

$$\dot{V} = vA \quad (12)$$

$$A = \frac{\pi D^2}{4} = \frac{\pi(0,2\,m)^2}{4} = 0,031416\,m^2$$

$$\dot{V} = 2,5\,\frac{m}{s} * 0,031416\,m^2 = 0,07854\,\frac{m^3}{s}$$

Määritetään pumpun ottama teho kaavasta (11).

$$P = \frac{0,07854\,\frac{m^3}{s} * 86\,917,5\,Pa}{0,7} = 9\,752,12\,W \approx 9,8\,kW$$

Esimerkki 2. Fluidin pumppaus viskositeetin muuttuessa.

Tarkastellaan edellisen esimerkkilaskun avulla tilannetta, kun pumpataan teräksisessä putkilinjassa, jonka halkaisija $D = 100\,mm$ (NS 100) ja pituus $L = 100\,m$, nopeudella $v = 2,0\,m/s$, pumppauksen hyötysuhteen ollessa edelleen 70 %. Putkikarheuksien summa pysyy samana. Pumpattavan nesteen tiheys $\rho = 900\,kg/m^3$, mutta dynaaminen viskositeetti μ vaihtelee:

- a) 5 mPas
- b) 10 mPas
- c) 15 mPas
- d) 50 mPas

a)

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 2,0 \frac{m}{s} * 0,1m}{5 * 10^{-3} mPas} = 36\ 000$$

$$K_{rel} = \frac{K_{abs}}{D} = \frac{0,00003}{0,1\ m} = 0,0003\ m$$

Moodyn käyrästä (LIITE1) saadaan putkivastuskerroin ξ , Reynolds-luvun sekä suhteellisen putkikarheuden avulla.

$$\xi = 0,022$$

Tehdään sijoitus dynaamisen painehäviön kaavaan (10).

$$\Delta p_{dyn} = \frac{1}{2} * 900 \frac{Kg}{m^3} * \left(2,0 \frac{m}{s} \right)^2 * \left(0,022 * \frac{100\ m}{0,1\ m} + 1,36 \right) \approx 42,0\ kPa$$

Jatkuvuusyhtälöstä (12) lasketaan putkelle (NS 100) uusi tilavuusvirta.

$$A = \frac{\pi D^2}{4} = \frac{\pi (0,1\ m)^2}{4} = 0,007854\ m^2$$

$$\dot{V} = 2,0 \frac{m}{s} * 0,007854\ m^2 = 0,015708 \frac{m^3}{s}$$

Määritetään pumpun ottama teho kaavasta (11). Nyt ei huomioida hydrostaattista painehäviötä.

$$P = \frac{0,015708 \frac{m^3}{s} * 42048Pa}{0,7} = 943,555\ W \approx 0,9\ kW$$

b)

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 2,0 \frac{m}{s} * 0,1m}{10 * 10^{-3} mPas} = 18\ 000$$

$$\xi = 0,028$$

$$\Delta p_{dyn} = 52\,848 \text{ Pa} \approx 52,8 \text{ kPa}$$

$$P = 1\,185,91 \text{ W} \approx 1,2 \text{ kW}$$

c)

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 2,0 \frac{m}{s} * 0,1m}{15 * 10^{-3} mPas} = 12\,000$$

$$\xi = 0,031$$

$$\Delta p_{dyn} = 58\,248 \text{ Pa} \approx 58,2 \text{ kPa}$$

$$P = 1\,307,08 \text{ W} \approx 1,3 \text{ kW}$$

d)

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 2,0 \frac{m}{s} * 0,1m}{50 * 10^{-3} mPas} = 3\,600$$

$$\xi = 0,040$$

$$\Delta p_{dyn} = 74\,448 \text{ Pa} \approx 74,5 \text{ kPa}$$

$$P = 1\,670,61 \text{ W} \approx 1,7 \text{ kW}$$

Taulukoidaan arvot eri viskositeeteille (taulukko 3.1). Taulukosta voidaan todeta, että pumppausteho melkein kaksinkertaistuu, viskositeetin kasvaessa kymmenkertaiseksi. Taulukosta lisäksi nähdään dynaamisen painehäviön suuruus (kPa) sataa putkimetriä kohden.

Taulukko 3.1 Viskositeetin vaikutus pumppaustehoon.

Dyn. viskositeetti (mPas)	Dyn. painehäviö (kPa/100m)	Pumppausteho (kW)
5	42,0	0,9
10	52,8	1,2
15	58,2	1,3
50	74,5	1,7

3.3.2 Sekoitus

Sekoituksessa Reynolds-luku poikkeaa hieman yleisestä määritelmästä (8). Reynolds-luku riippuu nyt kierrosluvusta n sekä sekoittimen halkaisijan d neliöstä (14). (9,14)

$$Re = \frac{\rho n d^2}{\mu} \quad (14)$$

Reynolds-luku puolestaan määrittää teholuvun N_p , jota puolestaan käytetään sekoituksen tehon laskennassa (15).

$$P = N_p \rho n^3 d^5 \quad (15)$$

,jossa

N_p = teholuku

n = kierrosluku [1/s]

d = sekoittimen halkaisija

Esimerkki 3. Sekoitusteho.

Tarkastelemme esimerkkilaskun avulla sekoitusta säiliössä, jonka halkaisija $D = 2$ m ja korkeus $H = 2,5$ m. Säiliössä, jossa neljä haittalevyä sekoitetaan potkurisekoittimella kierrosluvulla $n = 10$ 1/s lietettä, jonka viskositeetti $\mu = 15$ mPas ja tiheys $\rho = 900$ kg/m³.

Mitoitusparametreiltaan sekoittimen potkurin halkaisija $d = 0,2 - 0,5 D$. Valitaan halkaisijaksi $d = 0,3 D = 0,6$ m

Ensin määritetään kyseiselle sekoitukselle Re-luku.

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 10 \frac{1}{s} * (0,6m)^2}{15 * 10^{-3} mPas} = 216\ 000$$

Taulukosta (Fig. 8, LIITE2) luetaan Re-lukua vastaava tehokeruus $N_p = 0,35$.
Lasketaan sekoittimen tarvitsema teho P sijoittamalla tehokeruus kaavaan (15).

$$P = 0,35 * 900 \frac{Kg}{m^3} * (10 \frac{1}{s})^3 * (0,6m)^5 = 24\ 494,4\ W \approx 24,5\ kW$$

Sekoitukseen tarvittava teho P jaetaan säiliön tilavuudella V, jolloin saadaan kuvaava arvo sekoitustehon tarpeesta.

$$V = \frac{\pi D^2}{4} * H = \frac{\pi * (2\ m)^2}{4} * 2,5\ m = 7,85\ m^3$$

$$\frac{P}{V} = \frac{24,5\ kW}{7,85\ m^3} = 3,121\ \frac{kW}{m^3} \approx 3,0\ \frac{kW}{m^3}$$

Vuorokaudessa sekoitukseen kuluu sähköenergiaa:

$$\Delta W_{El} = 3,121\ kW * 24\ h = 74,9\ kWh \approx 75\ kWh$$

Esimerkki 4. Sekoitusteho viskositeetin muuttuessa.

Määritetään sekoitusteho P, kun viskositeetti on:

- a) 5 mPas
- b) 10 mPas
- c) 50 mPas

a)

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 10 \frac{1}{s} * (0,6m)^2}{5 * 10^{-3} mPas} = 648\ 000$$

Taulukosta (Fig. 8, LIITE2) teholuku $N_p = 0,35$.

b)

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 10 \frac{1}{s} * (0,6m)^2}{10 * 10^{-3} mPas} = 324\ 000$$

Taulukosta (Fig. 8, LIITE2) teholuku $N_p = 0,35$.

c)

$$Re = \frac{900 \frac{Kg}{m^3} * 10 \frac{1}{s} * (0,6m)^2}{50 * 10^{-3} mPas} = 64\ 800$$

Taulukosta (Fig. 8, LIITE2) teholuku $N_p = 0,35$.

Huomataan, että suurilla Reynolds-luvun arvoilla teholuku N_p ei juuri muutu (taulukko 3.2). Reynolds-luvun pienentyessä teholuku kasvaa epälineaarisesti, mutta silti näinkin isolla vaihteluvälillä kuvaajasta ei voida tulkita eroa teholukuun. Näin ollen viskositeetin vaihteluvälillä 5,0 - 50 mPas ei pystytä teoreettisesti laskemaan sekoitusteholle eroa. Voidaan todeta, että sekoitusteho ei kuitenkaan muutu huomattavasti ko. alueella.

Taulukko 3.2 Viskositeetin vaikutus sekoitustehoon.

Dyn. viskositeetti (mPas)	Reynolds-luku	Teholuku N_p	Sekoitusteho (kW)
5	648 000	0,35	24,5
10	324 000	0,35	24,5
15	216 000	0,35	24,5
50	64 800	0,35	24,5

3.4 Viskosimetrit

3.4.1 Kapillaariviskosimetri

Kapillaariviskosimetri koostuu ohuesta kapillaarista eli lasiputkesta, jonka läpi tutkittava neste ohjataan. Viskositeettia mitattaessa virtauksen täytyy olla laminaarista (Re -luku <100). Näin ollen virtausprofiili on paraboloidinen, jolloin virtausprofiilit ovat yhdensuuntaisia ja molekyylien nopeudet ovat pienimpiä putken seinämällä kasvaen putken keskustaa kohti. Laminaarista virtausta sylinterimäisen putken läpi kuvaa tunnettu Hagen-Poiseullen yhtälö (16). (9,10)

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\pi r^4}{8\mu} * \frac{\Delta p}{L} \quad (16)$$

,jossa

$$\frac{dV}{dt} = \text{tilavuusvirta [m}^3/\text{s]}$$

r = kapillaarin säde [m]

Δp = paine-ero [Pa]

μ = dynaaminen viskositeetti [$\frac{m^2}{s}$]

L = kapillaariputken pituus [m]

Kapillaariviskosimetrejä on tyypiltään useita erilaisia. Tunnettu ja usein käytetty tyyppi on Ostwaldin kapillaariviskosimetri (kuva 3.5). Tämän tyyppisessä viskosimetrissä ajavana voimana on painovoima. Näin ollen paine-ero on verrannollinen nesteen tiheyteen ρ . Jolloin paine-ero saa muodon (17). (9)

$$\Delta p = \rho g L \quad (17)$$

Viskositeetti ratkaistaan Ostwaldin viskosimetrille edelleen Hagen-Poiseullen yhtälöstä (16), ottaen huomioon muuttuneen paine-eron (17), jolloin yhtälö ratkeaa muotoon (18).

$$\mu = \frac{\pi r^4 g}{8V} \rho t \quad (18)$$

Yhtälön (18) kerrointermi ilmaistaan laitevakiona C , joka riippuu kapillaarin säteestä sekä tilavuudesta. Tällöin yhtälö voidaan kirjoittaa yksinkertaiseen muotoon (19).

$$\mu = C * \rho t \quad (19)$$



Kuva 3.5 Ostwald-viskosimetri

(Kuva: <http://www.labsupplies.ie>)

3.4.2 Höppler-viskosimetri, kuulaviskosimetri

Kaikista klassisin viskosimetri on ns. Höppler-viskosimetri eli kuulaviskosimetri (Kuva 3.6). Kuulaviskosimetrillä määritetään viskositeetti pudottamalla lasinen tai teräksinen kuula (Kuva 3.7) ympyräsylinteriin, joka on täytetty tutkittavalla nesteellä. Ympyräsylinteriin on merkitty rajat, joiden väliseen matkaan pallolta kulunut aika mitataan. Tämän ajan avulla pystytään Stokesin kaavalla (20) laskemaan viskositeetti. Kuula ei saa pudota liian nopeasti, mutta ei myöskään liian hitaasti, jotta putoamiseen kulunut aika voidaan mitata luotettavasti. Tästä syystä kuula valitaan tutkittavan nesteen tiheyden mukaan. (1,2)



Kuva 3.6 Höppler-viskosimetri.



Kuva 3.7 Höppler-viskosimetrin kuulat ja korkit.

Melkein koko elinikänsä nesteiden virtauksia tutkinut George Gabriel Stokes kehitti kuuluisan Stokesin lain (20), joka kuvaa palloon kohdistuvaa voimaa sen liikkuesssa viskoottisessa nesteessä tietyllä nopeudella. Hän löysi yhteyden pallon putoamisnopeuden ja kitkavoiman välille. Kuulaviskosimetrin toiminta perustuu juuri tähän ilmiöön. (5)

$$F_d = 6 \pi \mu v d \quad (20)$$

,jossa

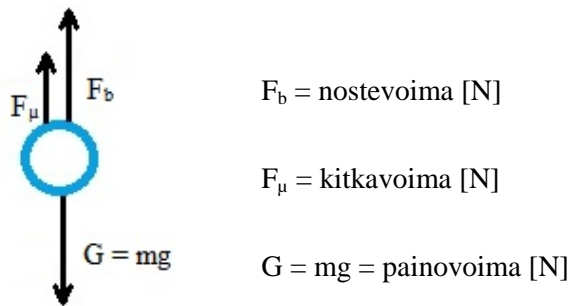
F_d = palloon vaikuttavan fluidin kitkavoima (Hydrodynaaminen vastus)

μ = nesteen dynaaminen viskositeetti [Pas]

v = pallon nopeus suhteessa fluidiin [m/s]

d = pallon halkaisija [m]

Stokesin laissa mainitusta pallosta mallinnetaan vapaakappalekuva, josta näkyy nesteessä olevaan palloon vaikuttavat voimavaikutukset (Kuva 3.8)



Kuva 3.8 Vapaakappalekuva Höppler-viskosimetrin kuulasta.

Dynaaminen viskositeetti μ voidaan laskea seuraavalla yhtälöllä (21). Jokaiselle kuulalle on olemassa sille ominainen kokeellinen vakioarvo K , joka riippuu kuulan tiheydestä, koosta ja materiaalista.

$$\mu = K * (\rho_1 - \rho_2) * t \quad (21)$$

,jossa

ρ_1 = kuulan tiheys [g/ cm³]

ρ_2 = nesteen tiheys mitattavassa lämpötilassa [g/ cm³]

t = putoamiseen kulunut aika (s)

3.4.3 Rotaatioviskosimetri

Rotaatioviskosimetri (Kuva 3.9) on vääntömomenttiin perustuva viskosimetri. Sillä voidaan mitata viskositeetteja laajalla skaalalla, myös erittäin viskooseja nesteitä. Rotaatioviskosimetrillä mitattaessa valitaan näytteelle sopiva spindelit (Kuva 3.10) ja kierrosnopeus, jolla spindeliä pyöritetään nesteessä.

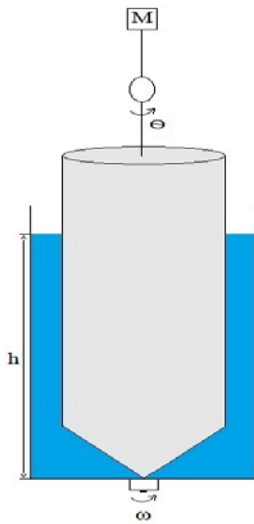


Kuva 3.9 Rotaatioviskosimetri.



Kuva 3.10 Rotaatioviskosimetrin spindelit.

Rotaatioviskosimetrin mittauseriaate on suhteellisen yksinkertainen. Viskosimetrissä on kaksi sisäkkäistä sylinteriä (kuva 3.11). Moottori pyörittää toista sylinteriä tietyllä kierrosnopeudella, toisen pysyessä paikallaan. Pyörimisen synnyttämä liike aiheuttaa viskositeettivastuksen, joka on sitä suurempi mitä viskoosimpaa neste on. Momenttilähetin mittaa paikallaan pysyvään sylinteriin kohdistuvaa voimaa, momenttia, joka pyrkii pyörittämään myös toista sylinteriä. Kyseinen momentti on nesteen viskositeettiin suoraan verrannollinen. (4)



θ = sylinterin kulmapoikkeama

h = nestepinnan korkeus [m]

ω = kulmanopeus [$\frac{1}{s}$]

Kuva 3.11 Rotaatioviskosimetrin rakennekuva.

Rotaatioviskosimetrillä saadaan tutkittua eri viskositeetin omaavia nesteitä vaihtamalla spindeleitä ja muuttamalla kierrosnopeutta. Rotaatioviskosimetri mittaa sylinterin kulmapoikkeamaa θ ja muuntaa tuloksen dynaamiseksi viskositeetiksi. Kulmanopeus ω eli pyörimisnopeus on tunnettu, nestepinnan korkeuden h ja laitevakion K pysyessä vakiona. Dynaaminen viskositeetti saadaan laskettua kaavasta (22). Nestepinnan korkeus h on merkitty spindeleihin, jolloin se pysyy vakiona mittauksissa. Laitevakio K saadaan määritettyä kalibrointiliuoksilla. (4)

$$\mu = \frac{K\theta}{\omega h} \quad (22)$$

,jossa

μ = dynaaminen viskositeetti [Pa]

K = laitevakio

θ = sylinterin kulmapoikkeama

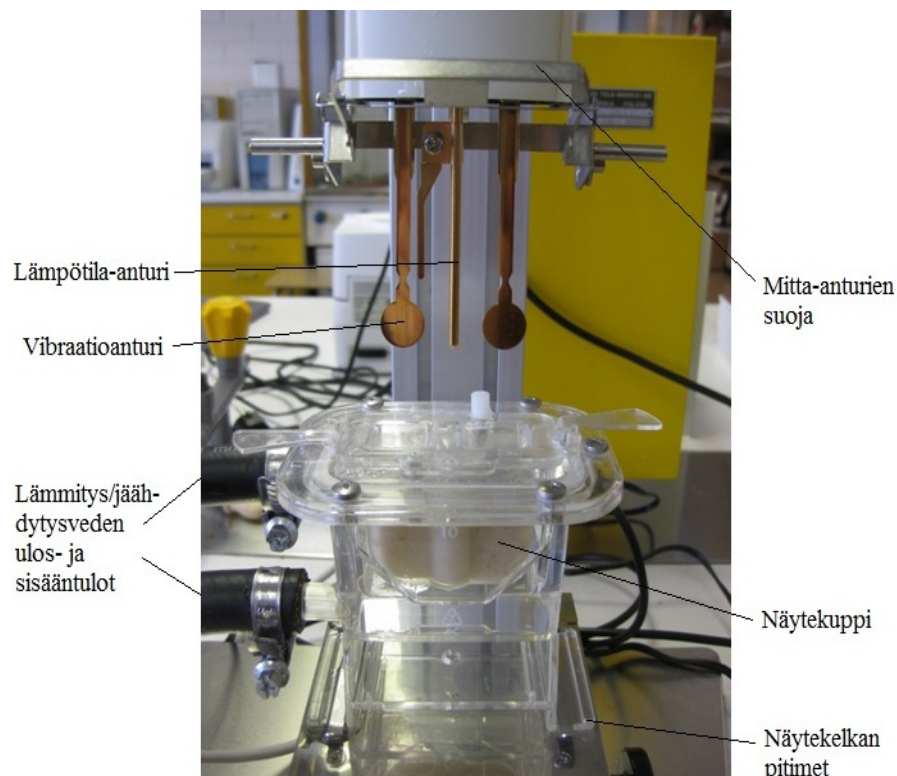
ω = kulmanopeus [$\frac{1}{s}$]

h = nestepinnan korkeus [m]

3.4.4 Värähtelyviskosimetri

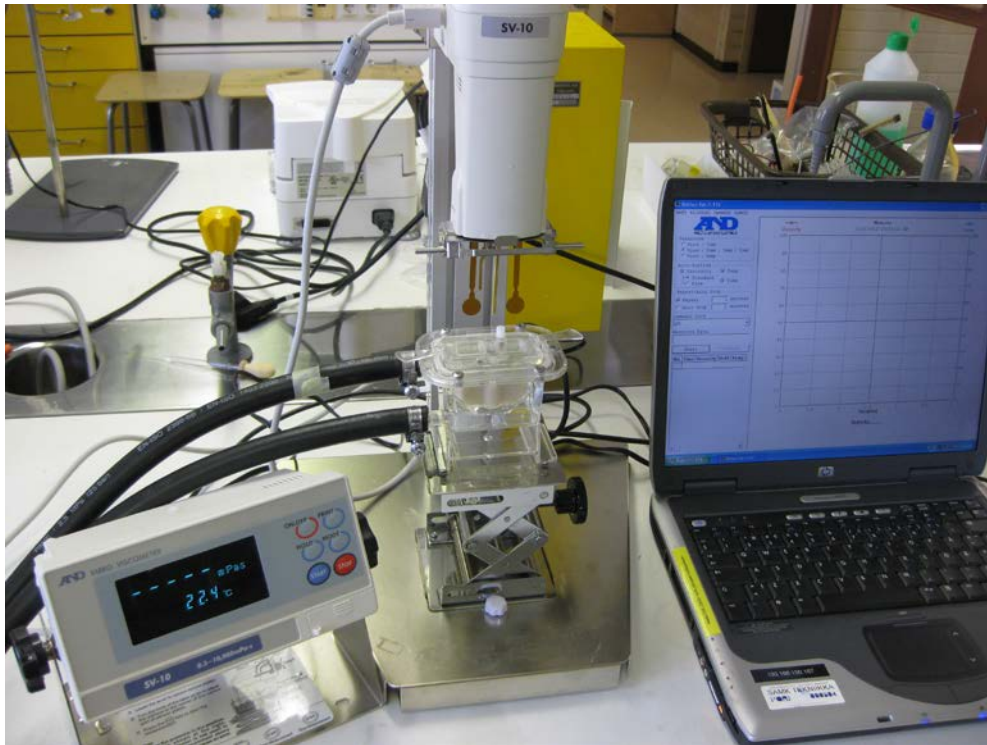
Värähtelyviskosimetri on nimensä mukaisesti värähtelyliikkeeseen perustuva viskosimetri. Viskositeetti määritetään kontrolloimalla mitta-anturien amplitudia eli värähdystaajuutta ja mittaamalla tarvittavaa sähkövirtaa antureille. Värähtelytaajuuden mukaan värähtelyviskosimetrit luokitellaan matala- ja korkeataajuusviskosimetreihin. Korkeataajuusvärähtelyviskosimetrien tarkkuus on huono (suhteellinen virhe $\pm 10\%$) ja mitta-alue on suhteellisen pieni noin 4 mPas:sta vain muutamisiin kymmeneen millipascalisiin. Matalataajuusviskosimetri on tarkempi, ja mittausalue on huomattavasti laajempi 0,3 – 10 000 mPas. (15,16)

Värähtelyviskosimetrin rakenne kuvasta (Kuva 3.12) nähdään laitteen rakenne ja osat. Näyte laitetaan näytekuppiin (10 ml), johon myös mitta-anturit upotetaan. Mitta-anturit koostuvat lämpötila-anturista sekä kahdesta värähtelevästä mitta-anturista. Laite säätelee virranottoa säätäen anturit värähtelemään tasaisella 30 Hz taajuudella. Kitkavoimien ollessa suoraan verrannollisia viskositeettiin, myös tarvittava sähkövirta, joka tarvitaan liikuttamaan mitta-antureita tietyllä värähtelytaajuudella, on suoraan verrannollinen näytteen viskositeettiin.



Kuva 3.12 Värähtelyviskosimetrin rakennekuva.

Värähtelyviskosimetri koostuu ohjaus- ja mittausyksiköstä (Kuva 3.13). Viskosimetri voidaan kytkeä myös tietokoneeseen, jolloin online-mittaus on mahdollista.



Kuva 3.13 SV-10 -Värähtelyviskosimetri lisälaitteinen.

4 TYÖN SUORITUS

Viskositeettimittauksissa käytetyt mittalaitteet eli viskosimetrit ovat esiteltynä työn teoriaosuudessa. Värähtelyviskosimetri (kuva 3.13) on A&D:n valmistama Vibroviscometer SV-10. Rotaatioviskosimetrinä (kuva 3.9) käytettiin Thermo Electron Corporationin valmistamaa HAAKE Viscotester 7 Plus. Kuulaviskosimetri, eli Höppler-viskosimetri (kuva 3.6), on myös Thermo Electron Corporationin valmistama.

4.1 Glyserolikoe

Aluksi mittausmenetelmien tarkkuutta määritettiin kahden näytteen perusteella arvioidulle näytteiden mitta-alueelle glyseroli-vesiseoksen avulla. Näytteet osoittivat aluksi olevan alueella 4-10 mPas. Mitta-alueen ylärajaa kuvaa parhaiten 60 m-% glyseroli-vesiseos, jonka viskositeetin kirjallisuusarvo on 10,8 mPas (20°C). Määritettiin 60 m-%:sen glyseroliliuoksen viskositeetti huoneenlämmössä (22°C) eri menetelmillä. (17)

Värähtelyviskosimetri:

$$\left. \begin{array}{l} \mu_1 = 12,1 \text{ mPas} \\ \mu_2 = 12,2 \text{ mPas} \\ \mu_3 = 12,9 \text{ mPas} \end{array} \right\} \mu_{\text{ave}} = 12,4 \text{ mPas}$$

Suhteellinen virhe 15 %.

Rotaatioviskosimetri:

$$\left. \begin{array}{l} \mu_1 = 16 \text{ mPas} \\ \mu_2 = 16 \text{ mPas} \\ \mu_3 = 17 \text{ mPas} \end{array} \right\} \mu_{\text{ave}} = 16,3 \text{ mPas}$$

Suhteellinen virhe 51,2 %.

Höppler-viskosimetri:

$$\left. \begin{array}{l} t_1 = 86,21 \text{ s} \\ t_2 = 85,91 \text{ s} \\ t_3 = 86,03 \text{ s} \end{array} \right\} t_{\text{ave}} = 86,05 \text{ s}$$

Suhteellinen virhe 25 %.

Kaavasta (21) saadaan laskettua viskositeetti, kun kuulan K arvo on 0,09 ja tiheys $\rho_1 = 2,2 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ sekä 60 m-% glyseroli-vesiseoksen tiheys $\rho_2 = 1,154 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$.

$$\mu = 0,09 * (2,2 - 1,154) \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} * 86,05 \text{ s} \approx 8,10 \text{ mPas}$$

4.2 Viskositeettistandardien määrittäminen

Lisäksi kaikkien mittausmenetelmien tarkkuutta arvioitiin määrittämällä viskositeetit standardiliuoksista. Standardeina käytettiin 5, 100 ja 1000 Brookfieldin viskositeettistandardiliuoksia. Standardiliuosten todellinen viskositeetti on annettu 25°C lämpötilassa. Standardit määritettiin huoneenlämpötilassa 21°C.

Taulukko 4.1. Viskositeetit eri menetelmillä, standardilla 5 (viskositeetti 4,5 mPas).

Mittalaite	Viskositeetti (mPas)	Suhteellinen virhe (%)
Höppler-viskosimetri	3,7	18,8
Rotaatioviskosimetri	9,0	100
Värähtelyviskosimetri	4,4	1,6

Taulukko 4.2. Viskositeetit eri menetelmillä, standardilla 100 (viskositeetti 96,8 mPas).

Mittalaite	Viskositeetti (mPas)	Suhteellinen virhe (%)
Höppler-viskosimetri	102,5	5,9
Rotaatioviskosimetri	93,0	4,0
Värähtelyviskosimetri	84,1	13,2

Taulukko 4.3. Viskositeetit eri menetelmillä, standardilla 1000 (viskositeetti 925 mPas).

Mittalaite	Viskositeetti (mPas)	Suhteellinen virhe (%)
Höppler-viskosimetri	765	17,3
Rotaatioviskosimetri	892,7	3,5
Värähtelyviskosimetri	977,3	5,7

4.3 Näytteiden viskositeettimittaukset

Näytteitä oli kaiken kaikkiaan 10. Ne analysoitiin huoneenlämpötilassa käyttäen rotaatio- ja värähtelyviskosimetriä. Höppler-viskosimetri ei soveltunut näytteille korkean kiintoainepitoisuuden vuoksi, sillä kiintoaine esti kuulun vapaan putoamisen. Tulokset on esitetty taulukoituna liitteissä (LIITE 3 ja 4).

4.4 Entsymaattinen hydrolysointikoe

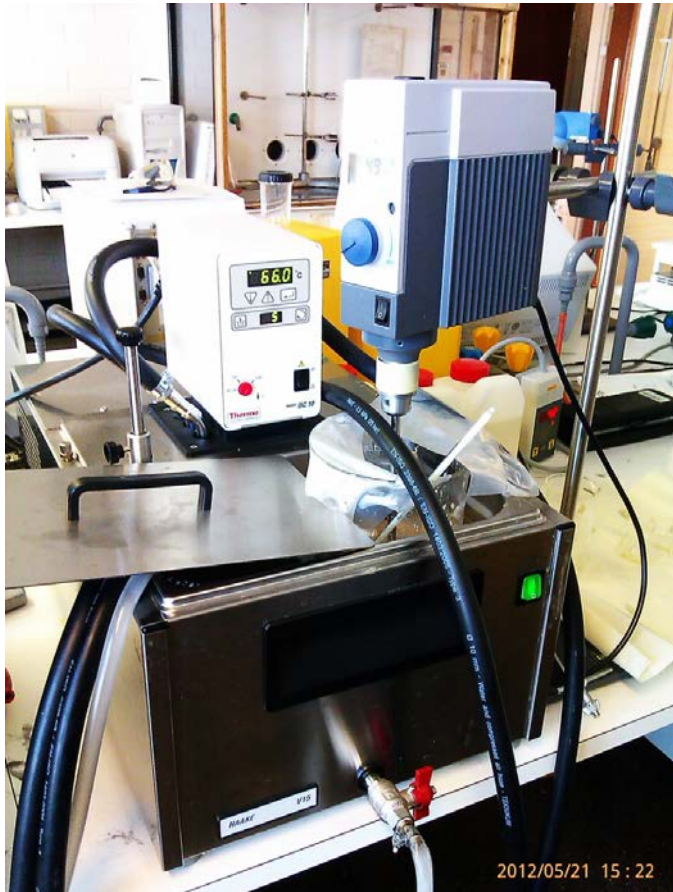
Hydrolyysikoetta varten valmistettiin tuoreesta hiivaleivästä 20 m-% leipä-vesiseos, jonka annettiin turvota noin 15 minuuttia. Seosta sekoitettiin ja leipäpalat murskattiin huhmareella mahdollisimman homogeenisen seoksen aikaan saamiseksi. Seoksen viskositeetti mitattiin värähtely- ja rotaatioviskosimetrillä ensin huoneenlämmössä. Tulokset ovat taulukoituna liitteissä (LIITE 5, 6, 7 ja 8). Tämän jälkeen seos lämmitettiin 60°C tarkkelyksen turpoamiseksi. Lämmityksen jälkeen viskositeetti mitattiin uudelleen.

Kyseistä entsyymiä tulee lisätä 2 g kiintoainekiloa kohden. Käytetystä hiivaleivästä mitattiin kiintoainepitoisuus kuivattamalla tuoretta hiivaleipäpalaa uunissa 105°C lämpötilassa noin kolmen tunnin ajan. Leipäpala punnittiin ennen ja jälkeen uunia analysivaa'alla. Leivän kuiva-ainepitoisuudeksi saatiin 67.4 m-%. Tuoreen hiivaleivän massa oli 200 g, joten entsyymiä tuli lisätä vastaavasti 0,27 g.

Entsyymien lisäyksen jälkeen leipä-vesiseosta sekoitettiin VWR VOS Power Control -sekoittimella (Kuva 4.1) kierrosnopeuden ollessa $50 \frac{1}{min}$. Sekoittimessa käytettiin IKA:n nelilapaista potkurisekoitinta, jonka halkaisija on 50 mm. Kyseisessä sekoittimessa on myös digitaalinen näyttö, mutta kierrosnopeus varmistettiin kaikesta huolimatta Ecom Instruments EX-Tacho 10 -takometrillä. Sekoituksen tarvitsemää tehoa mitattiin WSE LVM 210 -tehomittarilla.

Entsyymien vaikutusta viskositeettiin ajan funktiona tutkittiin ottamalla vesihauteessa olevasta leipämassasta näyte 15 minuutin välein ja analysoimalla se rotaatio- ja värähtelyviskosimetrillä. Näytteestä tarkkailtiin lämpötilaa koko ajan perinteisellä elohopealämpömittarilla. Sekoituksen kokonaisaika oli kolme tuntia.

Sekoituksen tehoa mitattiin tehomittarilla sekoituksen aikana. Mittalukemat kirjattiin sekoituksen alussa sekä viskositeettimittausten yhteydessä 15 minuutin välein. Tulokset on esitetty liitteissä (LIITE 9).



Kuva 4.1 Entsymaattisen hydrolysoinnin koejärjestely. Kuvassa näkyy sekoitin ja vesihaude.

5 TULOSTEN TARKASTELU

5.1 Glyserolikoe

Glyserolikokeen tuloksista voi päätellä, että värähtelyviskosimetri antaa tarkimman tuloksen viskositeetin ollessa suhteellisen pieni. Rotaatioviskosimetri on epätarkka kyseisellä mitta-alueella. Höppler-viskosimetrillä tarkkuus on suhteellisen huono, vaikka se soveltuu hyvin kyseisen kokeen suorittamiseen. Ajanotossa virhemarginaali oli kaikesta huolimatta hyvin pieni.

5.2 Viskositeettistandardien määrittäminen

Sekä glyserolikokeesta, että standardien määrittämisestä voidaan todeta rotaatioviskosimetrin olevan epäluotettava mittausmenetelmä alhaisilla viskositeetin arvoilla. Menetelmä on luotettavalla tasolla vasta alkaen noin 100 mPas viskositeeteista, jolloin suhteellinen virhe laskee noin neljään prosenttiyksikköön.

Höppler-viskosimetrillä ylimääräistä virhettä syntyi standardiliuoksen tiheyden määrittämisessä. Lisäksi virhettä syntyi muutaman asteen lämpötilaerosta standardeissa ilmoitetun ja mittauksissa käytetyn lämpötilan välillä.

Värähtelyviskosimetrillä toistettavuus on hyvä ja suhteellinen virhe pysyy matalana alhaisilla viskositeeteilla. Tarkkuus kärsii suurilla viskositeetin arvoilla.

5.3 Näytteiden viskositeettimittaukset

Kuten aiemmin todettiin, värähtelyviskosimetrin toistettavuus on hyvällä tasolla. Mittausten välillä ei juuri esiinny poikkeamia. Epätarkkuus kasvaa viskositeetin noustessa.

Rotaatioviskosimetrillä toistettavuus on myös hyvä näytteiden viskositeettialueella. Näytteistä tehtiin kaksi koesarjaa, joita verrattiin keskenään. Koesarjoissa käytettiin samoja kierroslukuja ja spindeleitä, jotta tulokset olisivat vertailukelpoisia. Näyttenumero 10 jouduttiin mittaamaan eri spindelillä kuin muut näytteet. On

huomattava, että eri spindelien kosketuspinta-ala nesteen kanssa vaihtelee. Kuvasta (kuva 3.10) nähdään, että spindelin L1 kosketuspinta-ala eli mittaava alue on huomattavasti pienempi, kuin käytettäessä spindeliä L2. Spindelillä L1 mittaava alue on 65 mm pitkä, kun taas spindelillä L2 se on vain 7 mm.

Virhettä näytteiden analysoinnissa kasvattaa näytteen suuren kiintoainepitoisuuden lisäksi kiintoaineen laskeutuminen. Kiintoaine ei sinällään vaikuta viskositeetin arvoon, sillä vain liuenneet komponentit ottavat osaa viskositeettiin, mutta laskeutumisen johdosta näytteen koostumus muuttuu koko ajan. Suhteellisen virheen minimoimiseksi näytteet on pyritty käsittelemään mahdollisimman tarkasti samalla tavalla.

5.4 Entsymaattinen hydrolysointikoe

Leipä-vesiseoksen viskositeetti laski 42,0 % lämmitettäessä seosta lämpötilasta 21 °C lämpötilaan 60 °C värähtelyviskosimetrillä mitattaessa. Entsyymien lisäämisen ja kolmen tunnin sekoituksen jälkeen värähtelyviskosimetrillä todettiin leipämassan viskositeetin laskevan noin kymmeneen prosenttiyksikköön alkuperäisestä arvosta (kuvaaja 4.1, LIITE 6).

Rotaatioviskosimetrillä mitattaessa entsyymien lisäyksen jälkeen kolmen tunnin sekoituksen aikana viskositeetti laski huomattavasti hitaammin, kuin värähtelyviskosimetrillä mitattaessa. Viskositeetti sekoituksen lopussa oli vain noin kolmasosa alkuperäisestä viskositeetin arvosta (kuvaaja 4.2, LIITE 8).

Virhettä syntyi mittauksissa lämpötilan vaihtelusta mitattaessa. Rotaatioviskosimetrillä noin 2 desilitran kokoinen näyte ehti mittauksen aikana jäähtyä noin 5 celsiusastetta. Värähtelyviskosimetrin näytekuppi on vain 10 ml, jolloin myös näyte jäähtyi huomattavasti nopeammin. Arvioitu jäähtyminen oli noin 10 °C. Lisäksi virhettä lisäsi kiintoaineen laskeutuminen näytteessä. Tämä yritettiin minimoida tekemällä mittaukset välittömästi, mutta toistomittaukset sekä kahden analyysilaitteen yhtäaikainen käyttö vei aikaa, jolloin laskeutumista ehti tapahtua jossain määrin.

5.4.1 Sekoitustehon mittaaminen

Sekoituksen vaatima teho ei muuttunut lähes ollenkaan mittausten aikana. Entsyymien lisäyksen jälkeen sekoitusteho laski hieman ja se oli minimissään 4 W tunnin jälkeen. Sekoituksen ottama teho alkoi kasvaa uudelleen puolelta tunnin jälkeen entsyymien lisäyksestä. Tämä selittyy sillä, että näytteen sisältämä tärkkelys turpoaa ja muuttuu hiljalleen ns. siirappimaiseksi lämpötilan vaikutuksesta, mutta entsyymit pilkkovat samalla tärkkelysmolekyylejä. Näytteen viskositeetti laskee entsyymien ansiosta, mutta sekoituksen vaatima teho ei muutu oleellisesti. Sekoitustehon kokonaismuutos oli vain 0,1 W pienempi kuin sekoituksen alussa.

6 JOHTOPÄÄTELMÄT

Mittausmenetelmien tarkkuutta arvioivissa kokeissa voitiin todeta rotaatioviskosimetrin antavan luotettavimman tuloksen näytteiden viskositeettialueelle. Mittaustavalla todettiin olevan suuri merkitys mittaustuloksiin, sillä näytteet ovat ei-newtonilaisia suspensioita ja sisältävät suuren kiintoainepitoisuuden. Rotaatioviskosimetrin perusteella kierroslukua muuttamalla voitiin todeta kaikkien näytteiden olevan pseudoplastisia eli leikkausohenevia.

Hydrolysointikokeessa entsyymien lisäys ei näyttänyt laskevan sekoitukseen tarvittavaa tehoa merkittävästi, ainakaan hydrolysointikokeen kolmen tunnin sekoituksen aikana. Näytteen sisältämä tärkkelys sitoutui pikkuhiljaa lämpötilan vaikutuksesta vaatien lopulta melkein saman tehon sekoituksessa, kuin sekoituksen alussa. Viskositeettiin entsyymien lisäys kuitenkin vaikutti merkittävästi, alentaen sitä jopa noin kolmasosaan rotaatioviskosimetrillä ja noin kymmenesosaan värähtelyviskosimetrillä mitattuna. Entsyymien laskemasta viskositeetista huolimatta sekoitusteho ei muuttunut laskennallisesti eikä kokeellisesti.

Yhteenvedon voidaan todeta, että entsyymien vaikutus viskositeettiin on suuri alentaen sitä merkittävästi sekoituksen aikana. Alentuneen viskositeetin ansiosta pumppausteho pienenee huomattavasti, jolloin pumppauksen kokonaiskustannus

pienenee. Sekoituksen vaatima teho kuitenkin pysyi kolmen tunnin sekoituksen aikana melko lailla samana, kuitenkin niin, että tunnin jälkeen entsyymien lisäyksestä sekoitusteho oli pienimmillään. Kaikesta huolimatta teollisuusympäristössä suurilla sekoittimilla, etenkin jatkuvatoimisissa sekoituksissa, myös pieni muutos sekoitustehossa voi tuoda suuria säästöjä.

Tehdasparametreja mitoittaessa laboratoriokokeet ovat ehdottoman tärkeitä. Kokeissa käytetty 20 m-% leipäuspensio on erityisesti ei-newtonilaisen luonteensa sekä korkean kiintoainepitoisuuden vuoksi hankala mallintaa matemaattisesti. Suspensio on myös vaikea analysoitava, sillä viskositeetin arvo riippuu suuresti mittaustavasta. Laboratoriossa tehdyt kokeet ovat vain suuntaa antavia, sillä liuosmäärät ovat pieniä ja näytteessä tapahtuvien muutosten tuomat vaikutukset, etenkin sekoituksen tehossa, eivät tule selkeästi esille. Näiden seikkojen vuoksi lisäksi käytännön kokeita ja mittauksia tulisi tehdä pienikokoisilla koesäiliöillä ja pumpuilla todellisten kustannusten ja mitoitusten varmistamiseksi.

LÄHTEET

1. Valtion teknillinen tutkimuslaitos (VTT), VTT vastaa E10-kysymyksiin. Viitattu 3.5.2012. http://www.vtt.fi/news/2011/topicals/01262011_e10.jsp
2. Tekes, Bioteknologia info. Viitattu 10.4.2012. <http://www.bioteknologia.info>
3. Ohlström M. & Savolainen I., Teknologiaa kasvihuonekaasupäästöjen vähentämiseen, KTM Julkaisuja, 1/2005, s. 41-44. Viitattu 10.4.2012. [http://ktm.elinar.fi/ktm_jur/ktmjur.nsf/All/EE9B7BADF2D2EDF6C2256FA300326444/\\$file/jul1eos_2005.pdf](http://ktm.elinar.fi/ktm_jur/ktmjur.nsf/All/EE9B7BADF2D2EDF6C2256FA300326444/$file/jul1eos_2005.pdf)
4. Pihkala J., Prosessisuureiden mittaustekniikka, Opetushallitus, 2008, 2. painos, s. 117-118 ja 120
5. Shearer S.A. & Hudson J.R., Fluid Mechanics: Stokes' Law and Viscosity, Measurement Laboratory, Biosystems and Agricultural Engineering. Viitattu 5.4.2012. <http://www.engr.uky.edu/~egr101/ml/ML3.pdf>
6. Reid, Prausnitz & Poling, The Properties of Gases & Liquids, s. 388-389 ja 433
7. Sleight A., Fluid Mechanics and Fluid Properties. Viitattu 15.4.2012. <http://www.efm.leeds.ac.uk/CIVE/CIVE1400/PDF/Notes/section1.pdf>
8. Keskinen K.A., Kemian laitetekniikan taulukoita ja piirroksia, s. 19

9. Dunn D.J., Tutorial no1, Fluid Flow Theory. Viitattu 15.4.2012.
<http://www.freestudy.co.uk/fluid%20mechanics/t1203.pdf>

10. Jyväskylän yliopiston kemian laitos. Viitattu 24.4.2012.
<https://koppa.jyu.fi/avoimet/kemia/kems448/suomeksi/ohjeet/liuokset/viskosi-teetti>

11. Carman S., Introduction to Rheology. Viitattu 25.4.2012.
<http://www.drcarman.info/kem121lb/07lab121.pdf>

12. Habdas P., Rheology. Viitattu 25.4.2012.
<http://www.sju.edu/~phabdas/physics/rheo.html>

13. Rohsenow W.M., Hartnett J.P. & Cho Y.I., Handbook of Heat Transfer, Chapter 10, 1998, Third Edition. Viitattu 25.4.2012.
http://203.158.253.140/media/e-Book/Engineer/Heat%20And%20Mass%20Transfer/Handbook%20of%20Heat%20Transfer/35558_10.pdf

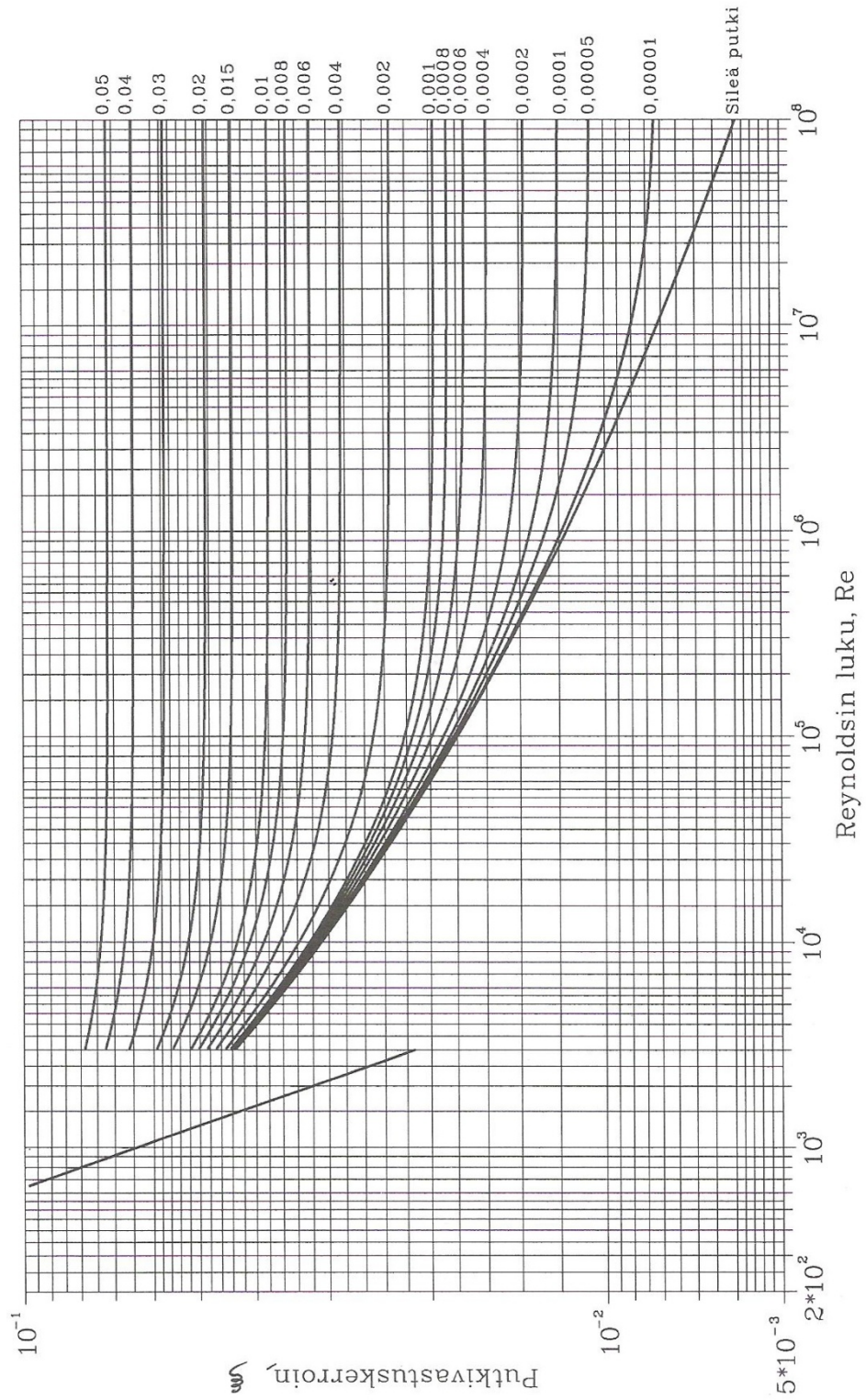
14. Hannelius T., Virtaustekniikan luentomonisteet (2012), Satakunnan ammattikorkeakoulu

15. A&D Company ltd, SV series Vibro-viscometer, User's Handbook, August 2006

16. Malvern Instruments, Technical note, SV-10 Vibro-viscometer. Viitattu 15.4.2012.
<http://www.malvern.com/common/downloads/campaign/MRK650.pdf>

17. Physical Properties of Glycerine and its Solutions, sivu 10. Viitattu 4.5.2012.
http://www.aciscience.org/docs/Physical_properties_of_glycerine_and_its_solutions.pdf

LIITE 1



Kuva 20. Moodyn käyrästä: Putkivirtauksen putkivastuskerroin Reynoldsin luvun funktiona. Käyrien parametrina on putken suhteellinen karheus.

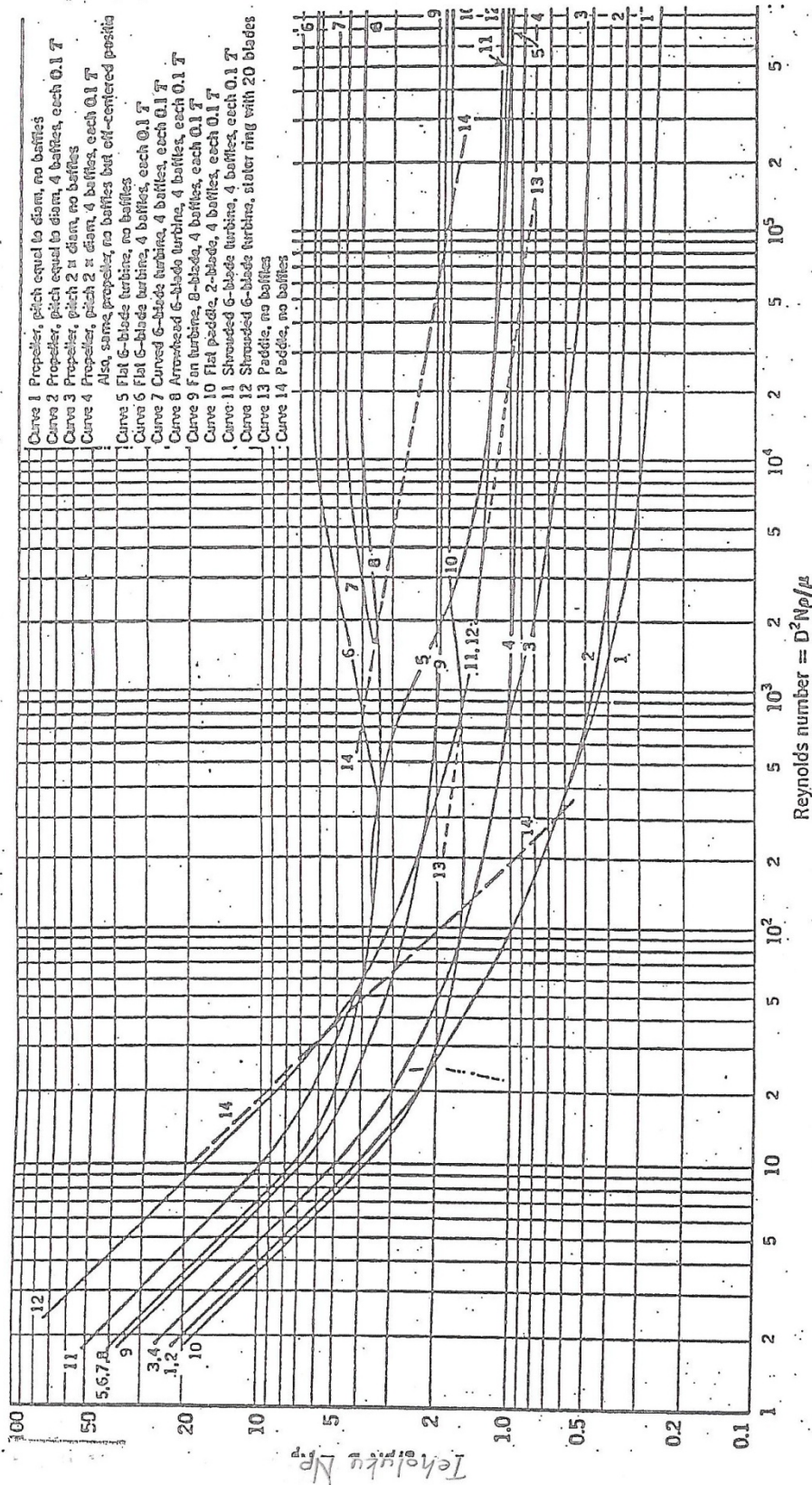


Fig. 3. Power characteristics of mixing impellers (see also Table 1) (6). LEGEND: a , constant; D , impeller diam; g , gravitational constant; N , impeller speed; N_{Fr} , Froude number (g/N^2D); N_p , power number, $N_p a$, Reynolds number; P , power; T , tank diameter; ρ , liquid density; μ , liquid viscosity. Except when no baffles in which case for N_{Re} over 300

$$\phi = N_p(N_{Fr})^a$$

LIITE 3

Taulukko 4.4. Näytteiden viskositeetit (20°C) värähtelyviskosimetrillä.

Näytenro	μ_1 (mPas)	μ_2 (mPas)	μ_3 (mPas)	μ_{ave} (mPas)
1	9,9	8,8		9,4
2	8,77	8,32		8,5
3	7,47	6,98		7,2
4	6,91	7,55		7,2
5	6,46	6,02		6,2
6	7,02	6,88		7
7	4,75	4,6		4,7
8	10,9	10,6		10,8
9	9,7	7,51	6,75	8
10	29	23,8	23,1	25,3

Taulukko 4.5. Vertailusarja 1. Näytteiden viskositeetit (20°C) rotaatioviskosimetrillä.

Kierrosluku n = (1/min)					
30 20 12					
Näytenro	μ (mPas)	μ (mPas)	μ (mPas)	μ_{ave} (mPa)	spindeli
1	176	224	322	240,7	L1
2	187	246	346	259,7	L1
Kierrosluku n = [1/min]					
60 50 30					
Näytenro	μ (mPas)	μ (mPas)	μ (mPas)	μ_{ave} (mPa)	spindeli
3	51	56	79	62	L1
4	58	55	70	61	L1
5	88	93	117	99,3	L1
6	82	89	118	96,3	L1
7	76	82	104	87,3	L1
8	430	488	682	533,3	L1
9	58	67	95	73,3	L1
Kierrosluku n = [1/min]					
10 6 5					
Näytenro	μ (mPas)	μ (mPas)	μ (mPas)	μ_{ave} (mPa)	spindeli
10	1800	2100	2700	2200	L2

LIITE 4

Taulukko 4.6. Vertailusarja 2. Näytteiden viskositeetit (20°C) rotaatioviskosimetrillä.

Kierrosluku n = (1/min)					
	30	20	12		
Näytenro	μ (mPas)	μ (mPas)	μ (mPas)	μ_{ave} (mPa)	spindeli
1	181	229	318	242,7	L1
2	179	232	326	245,7	L1
Kierrosluku n = [1/min]					
	60	50	30		
Näytenro	μ (mPas)	μ (mPas)	μ (mPas)	μ_{ave} (mPa)	spindeli
3	51	56	75	60,7	L1
4	53	61	83	65,7	L1
5	88	97	128	104,3	L1
6	81	90	120	97	L1
7	76	83	114	91	L1
8	436	495	690	540,3	L1
9	60	64	82	68,7	L1
Kierrosluku n = [1/min]					
	10	6	5		
Näytenro	μ (mPas)	μ (mPas)	μ (mPas)	μ_{ave} (mPa)	spindeli
10	1600	2000	2400	2000	L2

Taulukko 4.7. Vertailusarjojen keskimääräiset viskositeetit (20°C) rotaatioviskosimetrillä.

Näytenro	μ_1 (mPas)	μ_2 (mPas)	μ_{ave} (mPas)
1	240,7	242,7	241,7
2	259,7	245,7	252,7
3	62	60,7	61,4
4	61	65,7	63,4
5	99,3	104,3	101,8
6	96,3	97	96,7
7	87,3	91	89,2
8	533,3	540,3	536,8
9	73,3	68,7	71
10	2200	2000	2100

LIITE 5

20 m-% leipä-vesiseoksen viskositeetti (21 °C) värähtelyviskosimetrillä:

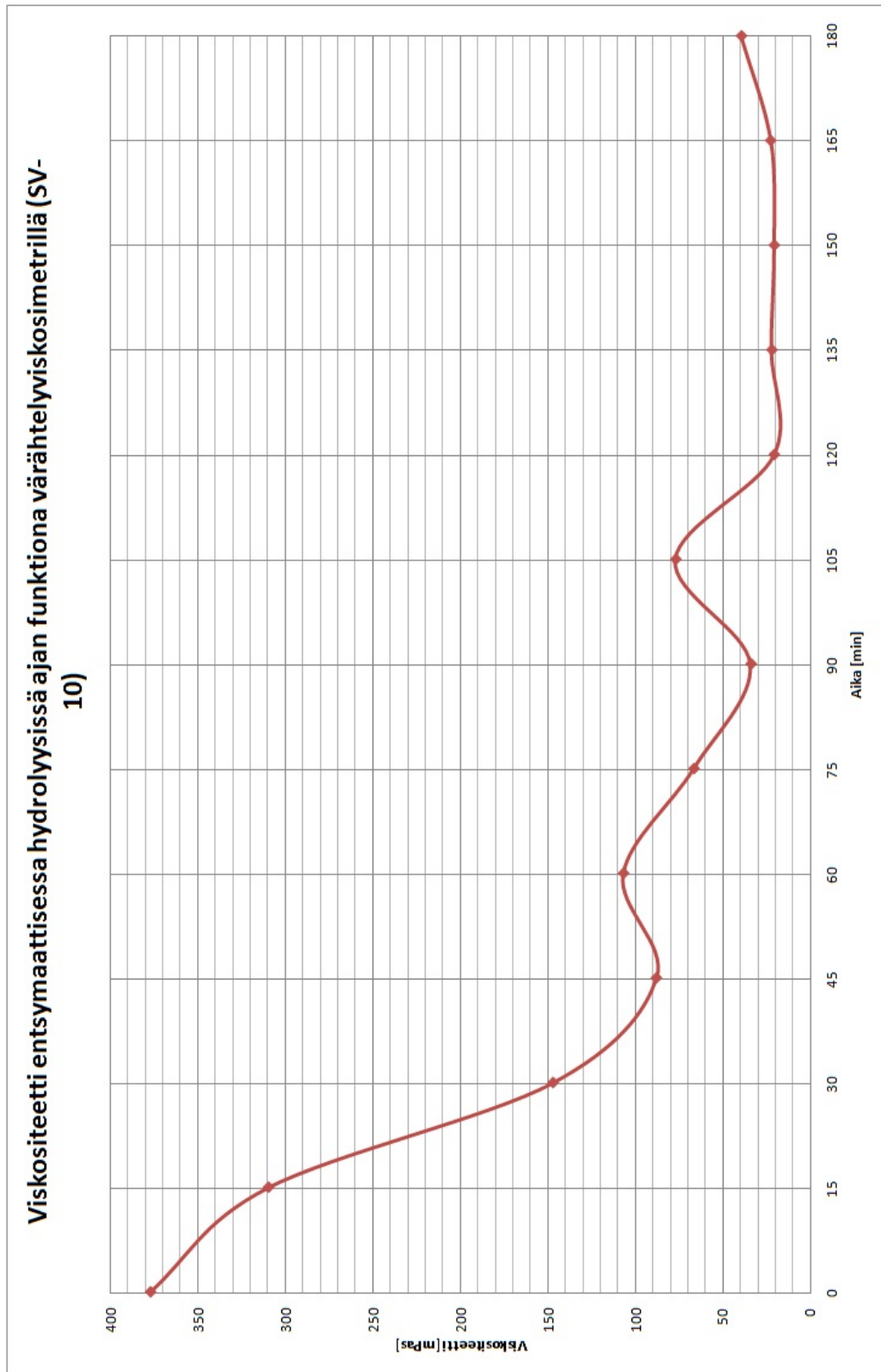
$$\left. \begin{array}{l} \mu_1 = 943 \text{ mPas} \\ \mu_2 = 854 \text{ mPas} \end{array} \right\} \mu_{\text{ave}} = 898,5 \text{ mPas}$$

20 m-% leipä-vesiseoksen viskositeetti (60 °C) värähtelyviskosimetrillä:

$$\left. \begin{array}{l} \mu_1 = 325 \text{ mPas} \\ \mu_2 = 430 \text{ mPas} \end{array} \right\} \mu_{\text{ave}} = 377,5 \text{ mPas}$$

Taulukko 4.8. Entsyymaattinen hydrolyysi värähtelyviskosimetrillä (60 °C).

Aika (min)	μ_1 (mPas)	μ_2 (mPas)	μ_{ave} (mPas)
0	325	430	377,5
15	357	263	310
30	194	101	147,5
45	87,5	88,7	88,1
60	115	99,1	107,05
75	66,6	67,4	67
90	38,8	30,3	34,55
105	78,4	76,3	77,35
120	19,8	21,9	20,85
135	22	23,1	22,55
150	25,1	16,6	20,85
165	19,4	26,2	22,8
180	38,4	41,4	39,9



Kuvaaja 4.1. Viskositeetti värähtelyviskosimetrillä entsyymaattisessa hydrolyysissä (60°C) ajan funktiona.

LIITE 7

Taulukko 4.9. 20 m-% leipä-vesiseoksen viskositeetti (21°C) rotaatioviskosimetrillä (RPM = 4, Spindeli L2).

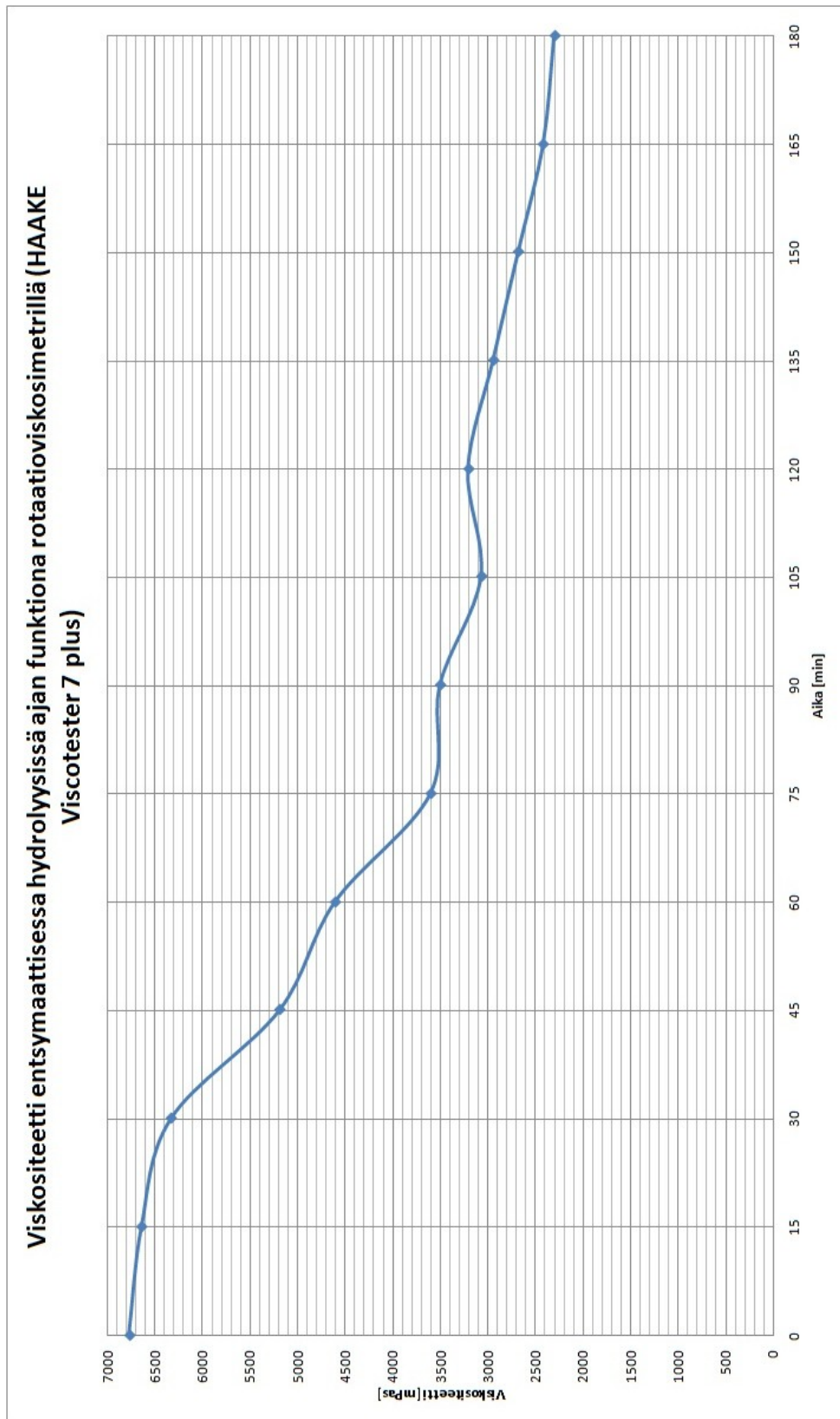
μ (mPas)	%	μ_{ave} (mPas)
7200	96	7154,5
7109	94,7	

Taulukko 4.10. 20 m-% leipä-vesiseoksen viskositeetti (60°C) rotaatioviskosimetrillä (RPM = 4, Spindeli L2).

μ (mPas)	%	μ_{ave} (mPas)
6688	89,1	6774,5
6861	91,4	

Taulukko 4.11. Entsyymaattinen hydrolyysi rotaatioviskosimetrillä (60°C) (RPM = 4, Spindeli L2).

Aika (min)	μ_1 (mPas)	%	μ_2 (mPas)	%	μ_{ave} (mPas)
0	6688	89,1	6861	91,4	6774,5
15	6370	84,9	6915	92,2	6642,5
30	5743	76,5	6921	92,2	6332
45	5560	74,1	4823	64,3	5191,5
60	4787	63,8	4430	59	4608,5
75	3674	48,9	3536	54,1	3605
90	4213	56,1	2798	37,3	3505,5
105	3207	42,7	2942	39,2	3074,5
120	3451	46	2968	39,5	3209,5
135	3083	41,1	2811	37,4	2947
150	2784	37,1	2582	34,4	2683
165	2402	32	2436	32,4	2419
180	2138	28,5	2471	32,9	2304,5

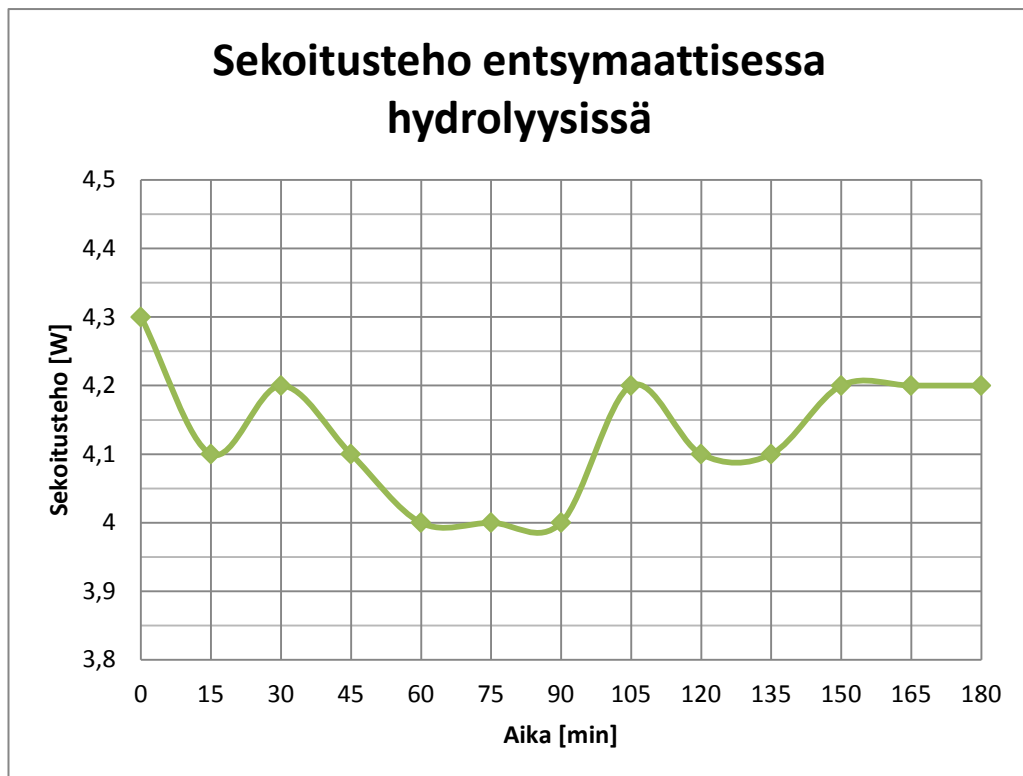


Kuvaaja 4.2. Viskositeetti rotaatioviskosimetrillä entsyymaattisessa hydrolyysissä (60°C) ajan funktiona.

LIITE 9

Taulukko 4.12. Sekoituksen ottama teho.

Aika (min)	Teho (W)
0	4,3
15	4,1
30	4,2
45	4,1
60	4
75	4
90	4
105	4,2
120	4,1
135	4,1
150	4,2
165	4,2
180	4,2



Kuvaaja 4.3. Sekoituksen teho entsymaattisessa hydrolyysissä.