



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

207948

(11)

B1

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 12 12 79
(21) PV 8672-79

(51) Int. Cl.³ G 01 N 11/00

(40) Zveřejněno 28 11 80
(45) Vydáno 02 08 83

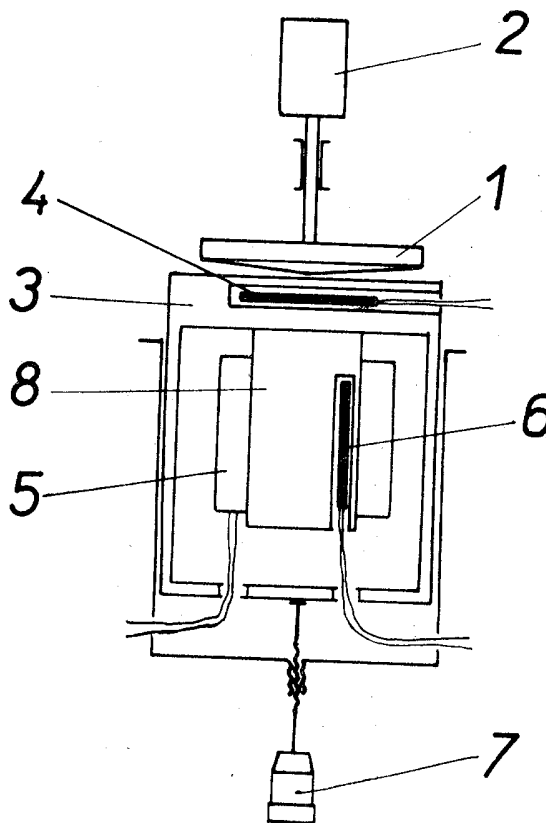
(75)

Autor vynálezu KAŠTÁNEK ALOIS ing., PARDUBICE
FORMAN LUBOŠ, PARDUBICE
VAŇÁSEK ZDENĚK, dipl. tech., PARDUBICE

(54) Zařízení k měření viskozity při zvýšených teplotách

Porušení tepelné rovnováhy při otevření termálního bloku viskozimetru s elektrickým ohřevem odstraňuje vynález, kde vzorek měřené látky se umístí na měřicí desku jejíž plocha může být předehřátá na teplotu 25 až 250 °C. Posunem desky ke hrotu kužele se upraví vzdálenost obou těchto součástí na požadovanou hodnotu, s výhodou na hodnotu 0,001 cm. Látka se vytemperuje na teplotu měření v uvedeném teplotním rozsahu s přesností nejvýše $\pm 0,5$ °C. Potom se měřicí kužel uvede do rotačního pohybu a na indikačním zařízení se odečte hodnota odpovídající tečnému napětí či viskozitě kapaliny.

Měření se provádí na zařízení, kde pod rotačním měřicím kuželem, který je spojen mechanickoelektricky s indikační jednotkou, je umístěna měřicí deska. Ta je posuvná pomocí mikrometrického šroubu. Dále je opatřena čidlem registračního teploměru a jádrem s regulačním teploměrem. Jádro je oteplováno vyhřívacím elektrickým elementem.



Vynález se týká způsobu měření viskozity při zvýšených teplotách rotačním viskozimetrem na principu deska - kužel a zařízení k provádění tohoto způsobu. Tímto způsobem lze měřit viskozity látek, které se při daných teplotách málo odpařují, nedochází u nich k podstatnému úbytku a je-li k dispozici jen malé množství těchto látek.

K měření viskozity látek se používají přístroje na různých principech. Podrobný přehled způsobů měření viskozit a používaných přístrojů je uveden např. v monografii J. R. Van Wazera "Viscosity and Flow Measurement" (Interscience Publishers, New York, 1963). Přístroje pro měření viskozity lze v podstatě rozdělit do tří hlavních skupin. Jsou to viskozimetry rotační, viskozimetry průtokové kapilární a ostatní viskozimetry. Nejčastěji používané měřicí systémy rotačních viskozimetrů jsou systém koaxiálních válců, rotující kotouč, systém kužel - deska a konicko - válcový systém. Kapilární viskozimetry lze rozdělit na gravitační a nízkotlakové skleněné viskozimetry a na vysokotlakové kovové viskozimetry. Ostatní typy viskozimetrů jsou založeny na jiných principech měření viskozity, např. na padání a rotaci koule, na vznášení bubliny, na vibrační rychlosti aj. Řada firem poskytuje na trhu v současné době moderní přístroje pro měření viskozit a uvádí jejich popis ve speciálních prospektech.

Viskozita látek je závislá na teplotě. Vyjádření této závislosti je předmětem prací autorů, např. Doolittle A. K.: The Technology of Solvents and Plasticizers, Wiley, New York, 1954; Glastone S., Laidler K. J., Eyring H.: Theory of Rate Processes, Mc Graw-Hill, New York, 1941; Vogel H.: Z. Physik 22, (1921) 645; Bueche F.: J. Chem. Phys. 21, (1953) 1850; Flory P. J.: J. Am. Chem. Soc. 62, (1940) 1057; Fox T. G., Flory P. J.: Appl. Phys. 21, (1950) 581.

Při vlastním měření viskozity je třeba temperovat měřenou látku na požadovanou teplotu měření. Nejčastěji se používá temperace viskozimetrů protékajícím kapalným médiem, které cirkuluje mezi pláštěm temperovaných částí viskozimetru a k němu připojeným termostatem. Pro teploty 20 až 90 °C se používá vody, pro vyšší teploty glycerin, di- a trietylglykol a silikonové oleje. Tento způsob temperace má celou řadu nevýhod. Během měření viskozit látek v širokém teplotním rozmezí je nutné přestavění aparátu na jiné temperační médium. Se zvyšující se teplotou se prodlužuje doba temperace, značně narůstají tepelné ztráty a je prakticky nemožné dosáhnout vysokých teplot. Při teplotách nad ca 180 °C se temperační média začínají rozkládat, znečišťují pracovní prostředí. V případě poruchy přívodu horké temperační kapaliny je nebezpečí popálení obsluhujícího pracovníka. Jedním z dalších nedostatků je i značná spotřeba elektrické energie.

Při vysokých teplotách je proto vhodnější druhý způsob temperace založený na temperaci měřené látky elektrickým ohřevem temperovaných částí viskozimetru. Tak lze měřit viskozitu bez výše popsaných nevýhod spojených s použitím kapalných temperačních médií. Tento způsob temperace u rotačních viskozimetrů a měřicím systémem deska - kužel je podle dosud známých provedení realizován tak, že celý systém deska - kužel je obklopen termálním blokem se zabudovaným elektrickým ohřevem. Toto provedení má určitou nevýhodu spočívající v tom, že při výměně vzorku na desce viskozimetru je třeba otevřít termální blok, tím dojde k porušení tepelné rovnováhy a dosažení nové tepelné rovnováhy vyžaduje delší dobu.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje předložený vynález, jehož předmětem je zařízení k měření viskozity při zvýšených teplotách rotačním viskozimetrem na principu deska - kužel. Podstata zařízení spočívá v tom, že pod rotačním měřicím kuzelem spojeným mechanickoelektricky s indikační jednotkou, je umístěna pomocí mikrometrického šroubu vertikálně posuvná měřicí deska se zabudovaným čidlem registračního teploměru a se svisle vybíhajícím jádrem s regulačním teploměrem, které je obepínáno alespoň jedním vyhřívacím elektrickým odporovým elementem.

Výhody předloženého vynálezu jsou následující. Je to především rychlé dosažení a ustálení měřicí teploty v rozsahu teplot 25 až 250 °C a jednoduché čištění desky a kužele od vzorků pomocí rozpouštědla. Další výhodou je jednoduché umístění vzorků na desku viskozimetru, v případě tuhých vzorků jsou slisovány pastilky, které jsou na desku položeny pomocí pinzety a kapalně vzorky jsou na desku převedeny pomocí tyčinky. Rovněž nedochází k znečiš-

tování pracovního prostředí jako v případě rozkladu kapalných temperačních medií. Jednou z posledních výhod je značná úspora elektrické energie, neboť deska je vyhřívána pomocí odporového elementu, jehož příkon je pouze 150 W, zatímco příkon elektrického termostatu, používaného při temperaci protékajícím médiem, je 1 330 W.

Postup měření viskozity při použití rotačního viskozimetru s měřícím systémem deska - kužel opatřená elektrickým ohřevem podle uvedeného vynálezu je následující: Po připojení desky pomocí držáku k tělu viskozimetru se deska vytemperuje na požadovanou teplotu. Pak se umístí na vrchní vodorovnou plochu desky vzorek; tuhé vzorky jsou slisovány v pastilky, které jsou položeny na desku pomocí pinzety, kapalně vzorky jsou převedeny na desku pomocí tyčinky. Deska je přiblížena ke kuželu vertikálním posunem vzhůru vytočením mikrometrického šroubu do určité polohy tak, aby vzdálenost hrotu kužele od vrchní plochy desky byla 0,001 cm. Jakmile je dosažena rovnovážná měřící teplota, jež je registrována na liniovém zapisovači, je možné ihned přistoupit k měření viskozity vzorku. Pohon kužele lze přepínat na různé rychlosti rotace, točné napětí mezi vrstvami pohybující se kapalinou je registrováno jako výchylka ručičky na stupnici elektrického měřidla, která odpovídá kroutivé síle působící na kužel rotující konstantní rychlostí. Točné napětí se vypočítá jako součin této výchylky a konstanty přístroje, jež se obvykle stanoví kalibrací při použití standardů se známými hodnotami viskozit. Poměr tečného napětí a rychlostního gradientu udává u newtonských kapalin viskozitu, u nenewtonských kapalin je tento poměr označován jako zdánlivá viskozita.

V případě teplotně stabilních látek se měří viskozita téhož vzorku při různých teplotách. U látek, které nejsou při vyšších teplotách stabilní a u nichž při delších působení zvýšené teploty může docházet ke změnám, je nutné umístit na desku vždy nový vzorek látky při každé teplotě měření. U látek nestabilních při vyšších teplotách, lze naopak ze sledování časové závislosti viskozity při určité teplotě usuzovat na kvalitu a kvantitu změn, k nimž u těchto látek dochází vlivem zvýšené teploty. Tímto způsobem lze sledovat reakce, kterými se mění struktura původní látky, např. vytvrzování.

Tento způsob měření viskozity je vhodný u látek, které se při dané teplotě málo odpařují a nedochází u nich k podstatnému úbytku a obzvláště tehdy, kdy máme k dispozici malé množství těchto látek. Lze jej užít pro měření viskozit, např. olejů, přírodních a syntetických pryskyřic, jakož i vysokomolekulárních syntetických polymerů.

Příklad konkrétního provedení zařízení podle vynálezu je uveden na připojeném výkresu. Zařízení sestává z rotačního měřícího kužele 1, spojeného mechanickoelektricky s indikační jednotkou 2. Pod tímto měřícím kuželem 1 je umístěna pomocí mikrometrického šroubu 7 vertikálně posuvná měřící deska 3. V ní je zabudované čidlo registračního teploměru 4 a svisle vybihaající jádro 8 s regulačním teploměrem 6. Jádro je obepínáno vyhřívacím elektrickým elementem 5.

Podle popsaného zařízení se měří většinou tak, že na vrchní vodorovnou plochu měřící desky 3 předeřátou elektrickým odporovým elementem 5 umístěným v měřící desce 3 na teplotu 74 °C se pomocí pinzety položí pastilka slisované epoxidové pryskyřice dianového typu o mol. hmotnosti 1 280. Měřící deska 3 se přiblíží k rotačnímu měřicímu kuželu 1 vertikálním posunem vzhůru vytočením mikrometrického šroubu 7 do polohy, kdy vzdálenost mezi vrchní vodorovnou plochou měřící desky 3 a vrcholem rotačního měřícího kužele 1 je 0,001 cm. Po třech min., kdy je dosaženo rovnovážné měřící teploty 74 °C, byl zapnut pohon rotačního měřícího kužele 1 s nejmenší rychlostí rotace a hodnota, úměrná tečnému napětí v kapalině, je odečtena na indikačním zařízení 2. Součin této hodnoty a konstanty přístroje udává tečné napětí. Přepínáním pohonu rotačního měřícího kužele 1 na vyšší rychlosti rotace se získají tečná napětí při různých rychlostních gradientech. Když je provedeno měření při nejrychlejším pohonu rotujícího měřícího kužele 1, pohon rotačního měřícího kužele 1 se vypne, měřící deska 3 se oddálí od rotačního měřícího kužele 1, otáčením mikrometrického šroubu 7 a rotační měřící kužel 1 s měřící deskou 3 se očistí chloroformem od epoxidové pryskyřice. Měřící deska 3 se předeřteje na teplotu 98,5 °C a na povrch měřící desky 3 se umístí nový vzorek stejné epoxidové pryskyřice a další postup měření viskozity je tentýž jako při

měření prvního vzorku epoxidové pryskyřice. Ze závislosti tečného napětí na rychlostním gradientu byla pro jednotlivé teploty získána viskozita (mPa.s) při nulovém rychlostním gradientu jako směrnice tečny k této závislosti při nulovém rychlostním gradientu (viz tab. 1).

Tabulka č. 1

Viskozity epoxidové pryskyřice o molekulové hmotnosti
 $M_n = 1\ 280$

T (°C)	(mPa.s)
74	1 937 500
98,5	28 750
122,5	3 750
152,5	650
187	231
228	96

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zařízení k měření viskozity při zvýšených teplotách rotačním viskozimetrem na principu deska - kužel, v y z n a č u j í c í s e t í m , že pod rotačním měřicím kuželem (1), spojeným mechanickoelektricky s indikační jednotkou (2), je umístěna pomocí mikrometrického šroubu (7), vertikálně posuvná měřicí deska (3) se zabudovaným čidlem registračního teploměru (4) a se svisle vybihajícím jádrem (8) s regulačním teploměrem (6), které je obepínané alespoň jedním vyhřívacím elektrickým odporovým elementem (5).

1 výkres

