



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

218164
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 11/16

(22) Prihlášené 27 06 80
(21) (PV 4595-80)

(40) Zverejnené 25 06 82

(45) Vydané 15 09 84

(75)
Autor vynálezu

BURDOVÁ KATARÍNA RNDr., NITRA, FIGURA ZDENO ing. CSc.,
BOŠACA, PORUBSKÁ MÁRIA ing., NITRA

(54) Spôsob merania viskozity roztokov polymérov pomocou ultrazvukového viskozimetra

Vynález sa týka hodnotenia roztokových vlastností plastických látok. Rieši spôsob merania viskozity polymérov, s výhodou zriadených roztokov pomocou ultrazvukového viskozimetra. Podstata vynálezu spočíva v tom, že ultrazvuková sonda s citlivosťou pre oblasť nízkych hodnôt viskozít sa ponorí do vytemperovaného roztoku polyméru a odčíta sa napätový signál vyvolaný tlmením ultrazvukových kmitov prostredím, ktorý je závislý na súčine dynamickej viskozity a mernej hmotnosti prostredia. Napätový signál sa po korekcii na nulovú polohu pretransformuje pomocou kalibračného grafu buď na absolútnu hodnotu dynamickej viskozity, alebo na hodnotu viskozitného čísla, zodpovedajúceho hodnote nameranej na kapilárnom viskozimetri. Vynález je možné využiť v podnikoch na výrobu a spracovanie polymérov, kde sa viskozimetrické merania za účelom kontroly produktov vykonávajú počas celej prevádzky.

Vynález sa týka spôsobu merania viskozity zriedených roztokov polymérov pomocou ultrazvukového viskozimetra s upravenou citlivosťou sondy.

Dôležitým faktorom určujúcim vlastnosti polymérov je molekulová hmotnosť. Všetky viskozimetrické metódy stanovenia molekulovej hmotnosti sú založené na skutočnosti, že sa pri nezmenenej koncentrácii a rozpúšťadle zvyšuje viskozita zriedených roztokov polymérov. Viskozita roztokov polymérov sa doteraz merala metódami založenými na princípe:

- a) prúdenia kvapaliny v kapiláre — kapilárnym viskozimetrom
- b) prúdenia kvapaliny medzi dvoma koncentrickými valcami — rotačným viskozimetrom
- c) meranie rýchlosti pádu guľičky v kvapaline — Höpplerovým viskozimetrom.

Najviac používaným z uvedených spôsobov je meranie viskozít kapilárnym viskozimetrom. Pre meranie viskozít zriedených roztokov polymérov je najvhodnejší Ubbelohdeho viskozimeter s visiacou hladinou, kde sa príspevok samotných makromolekúl k zvýšeniu viskozity zriedeného roztoku hodnotí z nameraných prietokových dôb roztoku a čistého rozpúšťadla. Táto metóda je presná, ale časovo náročná a veľmi práca. Pri meraní viskozity je bezpodmienečne nutná dokonalá čistota viskozimetra, meraného roztoku i rozpúšťadla. Preto pred každým meraním je potrebné roztok i rozpúšťadlo filtrovať. Počas merania mimo udržiavania teploty s presnosťou $\pm 0,01^\circ\text{C}$ musí byť viskozimeter chránený pred akýmkoľvek otrasmami. Časová náročnosť tejto metódy značne stúpa pri meraní viskozít polymérov rozpustných len pri vyššej teplote a nedegradovaných polymérov, ktoré majú sklon k tvorbe mikrogélu. V prípade, že dôjde k upchaniu kapiláry viskozimetra, je potrebné viskozimeter čistiť v kyseline chrómsírovej, čo je dlhší proces ako samotné meranie jednej vzorky.

Iný spôsob merania viskozít kvapalín využíva vlastnosti ultrazvuku. Ultrazvukové vlny, ktoré sa šíria kvapalným prostredím sú viac alebo menej tlmené podľa hodnoty viskozity a menej hmotnosti danej kvapaliny. Pre tlmenie ultrazvukovej vlny platí vzťah:

$$I = I_0 \cdot e^{-\alpha x}$$

kde x je dráha ultrazvukovej vlny v kvapaline a α je koeficient tlmenia kmitov. U vibračných metód je tlmenie voľných kmitov rezonátora závislé na súčine dynamickej viskozity η a mernej hmotnosti ρ kvapaliny, ktoré vystupujú vo vzťahu pre akustickú impedanciu šmykovej vlny Z_m :

$$Z_m = (1 + j) (\tau \eta \rho f)^{1/2}$$

kde f je frekvencia kmitov vlnenia.

V sonde ultrazvukového viskozimetra sa

prostredníctvom trvale kmitajúceho rezonátora získava závislosť medzi koeficientom tlmenia voľných kmitov $\rho \cdot \eta$ daná vzťahom:

$$\alpha = K \cdot (\eta \cdot \rho)^{1/2},$$

kde K je konštanta závislá na geometrických rozmeroch rezonátora. Získaná závislosť sa mení na úmerné napätie. Medzi súčinom $\rho \cdot \eta$ a výstupným napätím je nelineárna závislosť. Vzhľadom na túto skutočnosť je potrebné každý prístroj ciachovať. Doteraz však nie je známe použitie ultrazvukového viskozimetra na meranie viskozít zriedených roztokov polymérov.

Spôsob merania viskozity roztokov polymérov, s výhodou zriedených roztokov pomocou ultrazvukového viskozimetra podľa tohto vynálezu prebieha tak, že ponorením ultrazvukovej sondy s citlivosťou pre oblasť nízkych hodnôt viskozít do vytemperovaného meraného roztoku polyméru tlmenie ultrazvukových kmitov, spôsobené prostredím, vyvolá napäťový signál, ktorý je nelineárne závislý od súčinu mernej hmotnosti a dynamickej viskozity a po korekcii na nulovú polohu sa napäťový signál transformuje pomocou kalibračného grafu na absolútnu hodnotu kinematickej viskozity.

Na meranie viskozít zriedených roztokov polymérov sa používa ultrazvukový viskozimeter so špeciálne upravenou sondou. Úpravou sondy sa dosiahla zvýšená citlivosť v oblasti nízkych hodnôt viskozít zriedených roztokov polymérov.

Závažnú úlohu pri meraní zohráva vplyv teploty, a to nielen na meranú hmotnosť a viskozitu meraného roztoku, ale aj na samotnú meraciu sondu. Vplyvom teploty dochádza ku zmene frekvencie a amplitúdy vlnenia, ktoré s rastúcou teplotou klesajú. Preto je potrebné prístroj pre danú teplotu merania ciachovať pomocou referenčných roztokov o známej hodnote kinematickej viskozity meranej na kapilárnom viskozimetri.

Meraný roztok sa temperuje na danú teplotu s presnosťou $\pm 0,1^\circ\text{C}$ v dvojplášťovej nádobke ($V = 100 \text{ ml}$) napojenej na termostat. Pri meraní závislosti viskozity roztoku polyméru od koncentrácie sa buď pripraví roztoky o rôznej koncentrácii, alebo sa do nádoby presne napipetuje množstvo roztoku o najvyššej koncentrácii, potrebné na ponorenie celej sondy a nižšie koncentrácie sa pripraví riedením priamo v nádobke. Výstupné napätie vo voltoch sa meria digitálnym voltmetrom, čo umožňuje odčítat milivolty. Pred každým meraním sa odčíta nulová poloha sondy voči vzduchu u_0 . Meranie spočíva v ponorení meracej sondy do vytemperovaného meraného roztoku polyméru a odčítaní vyvolanej výchylky na voltmetri u_c . Odčítaná výchylka sa koriguje na nulovú polohu u'_c :

$$u'_c = u_c - u_0$$

Absolútne hodnoty kinematických viskozít meraných zriedených roztokov polymérov,

získané z korigovanej hodnoty výstupného napätia u_c pomocou kalibračného grafu vyjadrujúceho závislosť výstupného napätia od kinematickej viskozity, sa matematicky spracujú podľa známych vzťahov platiacich pre zriedené roztoky polymérov. Po zmeraní sa sonda z roztoku vyberie, utrie sa do sucha a po ustálení nulovej polohy je pripravená k ďalšiemu meraniu.

Nový spôsob merania viskozít zriedených roztokov polymérov predstavuje oproti meraniu na kapilárnom viskozimetri veľkú časovú úsporu, ktorá spočíva v podstatnom skrátení doby samotného merania a v úplnom odstránení zdĺhavého procesu čistenia kapilárneho viskozimetra. So skrátením času merania priamo súvisia aj úspory elektrickej energie na temperovanie, čo je výrazné najmä pri polyméroch rozpustných pri vyšších teplotách.

Uvedenú metódu možno úspešne použiť pre rýchle, pohodlné a presné meranie viskozít zriedených roztokov polymérov. Pri troch súbežných stanoveniach dosahuje relatívna chyba merania hodnotu 0,5 %.

Príklad

Z polyméru, ktorého viskozitné číslo sa stanovuje, sa pripraví roztok o koncentrácii 0,005 mg/ml. Po vytemperovaní na teplotu $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$ sa zmeria na ultrazvukovom viskozimetri výstupné napätie tohto roztoku i čistého rozpúšťadla. Z nameraných hodnôt sa vypočíta hodnota viskozitného čísla $(V\check{C})_{uv}$ podľa vzťahu:

$$(V\check{C})_{uv} = \frac{u_c - u_o}{u_o \cdot c} \quad (\text{ml/g})$$

kde u_c je výstupné napätie roztoku a u_o je výstupné napätie rozpúšťadla korigované na nulovú polohu sondy. Vypočítaná hodnota $(V\check{C})_{uv}$ sa pretransformuje pomocou kalibračného grafu na hodnotu viskozitného čísla $(V\check{C})_{kv}$ zodpovedajúceho hodnote nameranej na kapilárnom viskozimetri.

Kalibračný graf sa získa vynesением závislosti $(V\check{C})_{uv} = f(V\check{C})_{kv}$ získanej zmeraním uvedených hodnôt na kapilárnom a ultrazvukovom viskozimetri pre minimálne osem referenčných vzoriek.

V tabuľke I sú uvedené hodnoty viskozitných čísel polymérov nameraných uvedeným spôsobom pre päť rôznych typov polymérov, ktoré sú porovnané s hodnotami získanými meraním na kapilárnom viskozimetri. Rozdiel medzi hodnotami viskozitných čísel nameranými oboma spôsobmi nepresahujú rozdiel povolený Československou štátnou normou 64 3200 medzi dvoma súbežnými meraniami čo je $\pm 1 \text{ ml/g}$.

Tabuľka I

Typ polyméru	$(V\check{C})_{kv}$ (ml/g)	$(V\check{C})_{uv}$ (ml/g)
SLOVINYL 104/S	147,5	147,8
SLOVINYL 7/S	130,5	129,5
PEVIKON	116,0	116,0
LUKOVYL	108,5	107,5
SLOVINYL 622	96,8	97,5

Uvedený postup je možné použiť v podnikoch, ktoré produkujú i spracovávajú polyméry, kde sa viskozimetrické merania za účelom kontroly produktov vykonávajú počas celej prevádzky.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob merania viskozity roztokov polymérov pomocou ultrazvukového viskozimetra, vyznačujúci sa tým, že ponorením ultrazvukovej sondy s citlivosťou pre oblasť nízkych hodnôt viskozít do vytemperovaného meraného roztoku polyméru tlmenie ultrazvukových kmitov, spôsobené prostredím vy-

volá napäťový signál, ktorý je nelineárne závislý od súčinu mernej hmotnosti a dynamickej viskozity a po korekcii na nulovú polohu sa napäťový signál transformuje pomocou kalibračného grafu na absolútnu hodnotu kinematickej viskozity.