

# ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫЕ

Том (A) X

СОЕДИНЕНИЯ

№ 8

1968

## МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

УДК 678.01:53

### НИЗКОГРАДИЕНТНЫЙ РОТАЦИОННЫЙ ВИСКОЗИМЕТР

B. И. Зак

Проблема низких градиентов возникла в связи с определением характеристики вязкости высокомолекулярных фаговых ДНК. Применяющиеся обычно капиллярные вискозиметры имеют градиенты порядка  $10 \text{ сек}^{-1}$  и выше, и линейная экстраполяция к нулевому градиенту становится ненадежной, а в ряде случаев и невозможной. Ротационные вискозиметры с жесткой фиксацией ротора достаточно сложны и имеют градиенты выше  $0,1 \text{ сек}^{-1}$ . В 1962 году Цимм и Кроузерс [1] предложили оригинальную и несложную для исполнения конструкцию вискозиметра, которая в принципе позволяет снизить градиент до  $0,001 \text{ сек}^{-1}$ . Однако вискозиметр

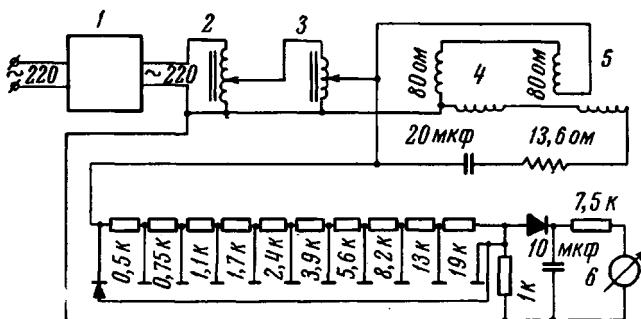


Рис. 1. Электрическая схема прибора:

1 — прецизионный стабилизатор переменного напряжения П-71;  
2 — ЛАТР-2М; 3 — ЛАТР-М; 4 и 5 — статорные обмотки двигателей СД-09 М; 6 — микроамперметр типа ЛМ (шаг 100 мА, падение напряжения 0,166 в)

Цимма и Кроузера имеет ряд недостатков, главный из которых — чрезвычайно большое время проведения измерений на разных градиентах и температурах.

В конструкции, предложенной в самое последнее время Квадрат и Мунк [2], время оборота ротора измеряется автоматически, и градиентная зависимость определяется с одним ротором. Однако необходимость стабильных напряжения и температуры (отсюда использование аккумуляторов) и некоторое усложнение конструкции за счет применения врачающихся электромагнитов несколько снижают достоинства этого прибора и оправдывают появление данного сообщения.

Описываемый прибор использует в основном принцип, изложенный Циммом и Кроузерсом: стеклянный ротор с диском из магнитного материала подвешивается на мениске, а врачающийся момент создается врачающимся магнитным полем.

Данный прибор отличается от вискозиметра Цимма и Кроузера следующим: 1) отсутствует врачающийся постоянный магнит; магнитное поле создается в статоре однополюсного электродвигателя (типа СД-09М). Напряжение сдвига пропорционально квадрату напряжения, питающего обмотки статора; меняя это напряжение, можно с одним ротором перекрыть весь допустимый диапазон скоростей вращения. В вискозиметре Цимма и Кроузера использовался набор роторов, каждый из которых имел фиксированное напряжение сдвига; 2) в приборе используются два оди-

наковых вискозиметра, питаемых от одного стабилизатора переменного напряжения и одного ультратермостата, что снижает требования к стабильности и точности установки напряжения и температуры. Принципиально вполне приемлемы феррорезонансный стабилизатор переменного напряжения, стрелочный прибор класса 0,5 (для установки напряжения) и термостат с обычным контактным термометром.

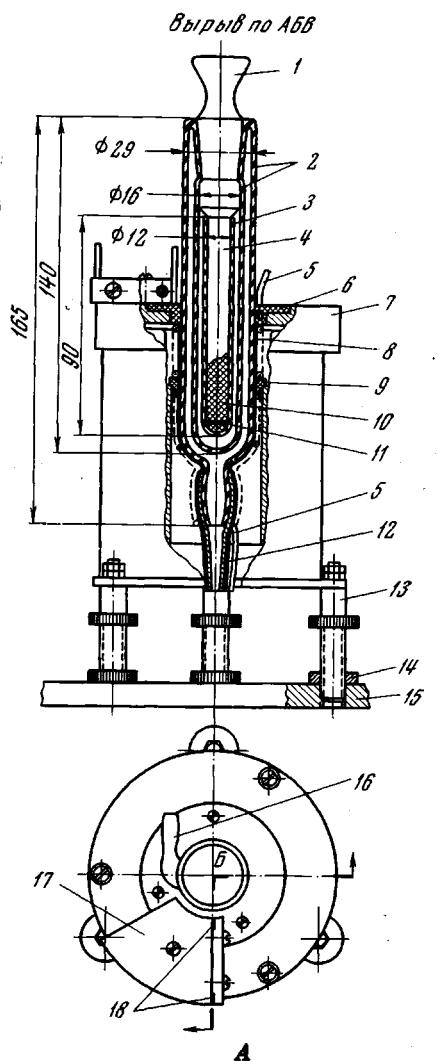


Рис. 2. Эскиз одного из вискозиметров:

1 — шлиф; 2 — термостат; 3 — исследуемая жидкость; 4 — ротор; 5 — алюминиевая трубка для охлаждения статора электродвигателя; 6 — верхнее центрирующее кольцо (телефон); 7 — крышка (дюраль); 8 — теплоизоляция (асбест); 9 — нижнее центрирующее кольцо (телефон); 10 — эпоксидная смола с наполнителем (стеклянная пудра); 11 — диск (железо армко); 12 — резиновый шланг; 13 — регулировочный винт (сталь); 14 — контргайка (сталь); 16 — верхний патрубок; 17 — визир (оргстекло); 18 — лезвия бритвы

зонарный стабилизатор переменного напряжения, стрелочный прибор класса 0,5 (для установки напряжения) и термостат с обычным контактным термометром.

На рис. 1 изображена электрическая схема вискозиметра. «Прецизионный» стабилизатор П-71, ЛАТРы и самодельный вольтметр можно заменить любыми другими подходящими приборами. Делитель вольтметра имеет приблизительно постоянный коэффициент деления 1,5, так что при установке напряжения используется верхняя половина шкалы микроамперметра.

На рис. 2 приведен эскиз одного вискозиметра с основными размерами. На рис. 3 показано размещение вискозиметров и вольтметра на плате.

Относительной конструкции прибора нужно заметить следующее: мениск перескакивает на внутреннюю кромку ротора, поэтому при шлифовке торца необходимо сохранить ее достаточно

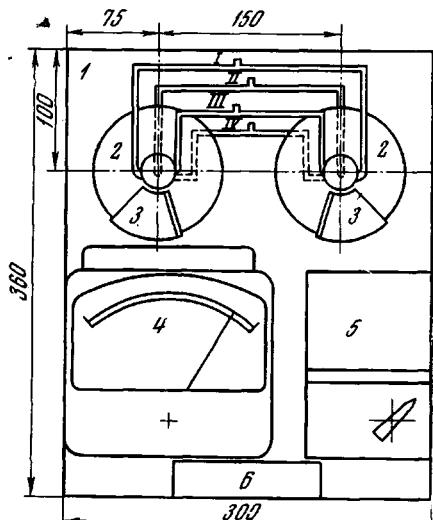


Рис. 3. Вид сверху на плату:

I — плата; 2 — вискозиметры; 3 — визиры; 4 — микроамперметр; 5 — коробка с радиодеталями; 6 — упор; I — входной тройник термостата, II — выходной тройник термостата, III — выходной тройник охлаждения статоров, IV — входной тройник охлаждения статоров

острой, так как от этого зависит идентичность подвеса ротора при разных заполнениях. На внутренней поверхности ротора наносится пять штрихов с цифрами; визиром служат два обломка лезвия бритвы, закрепленных в держателе. При наличии нескольких штрихов можно практически одновременно производить замеры времени вращения обоих роторов при всех скоростях вращения. После вертикальной установки ротора в стакане с водой по отвесу он помещается в статор с соответствующей по плотности жидкостью, и статор устанавливается так, чтобы зазор между его стенками и ротором был одинаковым по высоте. Вискозиметр очень чув-

ствителен к перекосам, поэтому оба статора устанавливаются на стальной плите, а последняя на кронштейне у капитальной стены или на подоконнике.

Для определения относительной вязкости ( $\eta_{отн.}$ ) в оба вискозиметра заливается приблизительно по 10 мл растворителя и после 10—15 мин. прогрева одновременно двумя секундомерами измеряется время оборота (или нескольких оборотов) первого и второго роторов (соответственно  $T_1'$  и  $T_2'$ ) при различных напряжениях сдвига. Затем в один из вискозиметров, например в первый, заливается исследуемый раствор и измеряются времена  $T_1''$  и  $T_2''$ ; тогда относительная вязкость

$$\eta_{отн} = \frac{T_1'' \cdot T_2'}{T_2'' \cdot T_1'}$$

Проверка вискозиметра с дистиллированной водой и 1 молем NaCl при комнатной температуре показала, что среднеквадратичная ошибка величины  $T_1/T_2$  при четырех заполнениях вискозиметра и четырехкратном измерении  $T_1/T_2$  (при каждом заполнении) составляет 0,001, 0,003 на градиентах от 0,05 до 1  $сек^{-1}$ , причем цифра 0,003 была получена лишь в одном из шести опытов.

На этом вискозиметре была проведена также серия измерений  $\eta_{отн.}$  высокомолекулярной фаговой ДНК. Полученные при этом данные свидетельствуют об удовлетворительной работе прибора при столь низких концентрациях ДНК (3—6  $мкг/мл$ ), когда приведенная вязкость практически не зависит от концентрации.

Практически вискозиметр позволяет работать достаточно точно при температуре не выше 30° и времени одного оборота ротора в диапазоне от 5 сек. до 10 мин. (при указанных на рис. 2 размерах это соответствует градиентам от 1,5 до 0,005  $сек^{-1}$ ). Этот диапазон можно расширить в сторону больших градиентов, если использовать автоматическую регистрацию определенного числа оборотов. Для работы при температуре выше 30° и более низких градиентах потребуется, кроме этого, существенное улучшение терmostатирования исследуемой жидкости (для исключения конвекции), а также статоров электродвигателей.

Приношу глубокую благодарность В. Андрееву, А. П. Платонову и Т. И. Тихоненко за помощь и советы в этой работе.

## Выводы

1. Вискозиметр работает в диапазоне температур 15—30° и в диапазоне градиентов 0,05—1,5  $сек^{-1}$  при среднеквадратичной ошибке 0,1—0,3%.
2. Применение в приборе статоров однополюсных электродвигателей для создания вращающегося магнитного поля позволяет с одним ротором перекрыть весь диапазон напряжений сдвига.
3. Использование дифференциальной схемы снижает требования на стабильность и точность установки температуры и напряжения.
4. Улучшение терmostатирования и применение автоматического отсчета времени позволяет расширить рабочий диапазон температур и градиентов.

Институт вирусологии им. Д. И. Ивановского  
АМН СССР

Поступила в редакцию  
31 V 1967

## ЛИТЕРАТУРА

1. B. H. Zimm, D. M. Crothers, Proc. Nat. Acad. Sci., Wash., 48, 905, 1962.
2. O. Quadrat, P. Munk, Collect. czechoslov. chem. communic., 30, 3631, 1965.

## LOW GRADIENT ROTATION VISCOSIMETER

V. I. Zak

### Summary

In this apparatus like in Zimm's and Crothers's viscosimeters glass rotor with magnetic disk is sustained on meniscus and driven by rotating magnetic field. However use of differential scheme and one pole stators (for attaining rotating magnetic field enables to considerably decrease time of measurements and requirements to stability of temperature and strain. Viscosimeter operates at temperatures 15—30°C and gradients 0,05—1,5  $сек^{-1}$ . Average square mistake is 0,1—0,3%.