

УДК 541.64:532.5

КАПИЛЛЯРНЫЙ ВИСКОЗИМЕТР ДЛЯ РАБОТЫ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

© 1993 г. Г. Геериссен, П. Шютцайхель, Б. Вольф

Университет, Майнц, ФРГ

Поступила в редакцию 07.07.92 г.

Описаны изменения конструкции серийного вискозиметра Уббелоде, которые делают возможным его применение как автоматического измерительного прибора и таким образом способствуют существенному упрощению получения характеристик полимеров.

Капиллярная вискозиметрия вследствие своей простоты является одним из важнейших методов для установления ММ полимеров [1]. Обычно применяют комбинацию вискозиметров Уббелоде с автоматическим измерительным прибором, что позволяет проводить измерения при высоких температурах (80°C). Тем не менее определенные трудности возникают тогда, когда необходимо проводить измерения при температурах более 100°C. В этом случае приходится оставлять вискозиметр для заполнения и очистки в термостате, поэтому оказывается необходимой дополнительная стеклянная вставка в прибор.

Вискозиметр Уббелоде (рис. 1) состоит по существу из трех стеклянных трубок 1 - 3 с различным внутренним диаметром, запасного сосуда 4, капилляра 5, измерительного объема 6 и дополнительного шара 7, а также сосуда 8. Для различных диапазонов значений вязкости используют вискозиметры с капиллярами различного диаметра. Так как характеристическая вязкость $[\eta]$ зависит от температуры, капиллярные вискозиметры помещают в термостаты, в которых температуру поддерживают с точностью $\pm 0.1^\circ\text{C}$, а для прецизионных измерений – до $\pm 0.05^\circ\text{C}$. Различные фирмы предлагают автоматические приборы, в которых время истечения измеряется путем автоматической регистрации уровня жидкости световым лучом.

Обычный порядок проведения экспериментов [2] пригоден для получения характеристик таких полимеров, как ПС, ПВХ и ПИБ, т.е. тех полимеров, которые растворяются при комнатной температуре. Проблемы возникают тогда, когда измерения должны проводить выше 100°C, как, например, в случае ПЭ.

Специально для измерений $[\eta]$ растворов ПЭ в декалине (135°C) были описаны [3, 4] различные варианты вискозиметров Уббелоде. Так, в работе [5] сообщалось о модификации вискозиметра, который хорошо показал себя для серийных измерений как в лаборатории, так и в промышленности.

Этот вискозиметр обладает тем преимуществом, что во время всего процесса работы (заполнения, измерения, очистки) он может оставаться в термостатирующем сосуде. Недостатком конструкции прибора, однако, является то, что время истечения измеряется секундомером, а подъем раствора производится вручную. Это означает, что во время измерения экспериментатор практически привязан к месту измерения. Последнее неудобно при проведении большого количества серийных опытов, например, при фракционировании ПЭ. Естественно, что в таком случае предпочтительны автоматические вискозиметры.

С этой целью в конструкцию вискозиметра Уббелоде были внесены изменения, которые учтены при совместном создании нового капиллярного вискозиметра фирмами Шотт–Геретбау и Нормаг из Хоффхайма. На рис. 1 показана модифицированная конструкция вискозиметра Уббелоде.

Для заполнения вискозиметра измеряемым раствором и промывной жидкостью к верхней части запасного резервуара 4 добавлена дополнительная трубка 9, соединяемая с остальной частью вискозиметра стандартным шлифом (№ 14.5). Трубка 9 объемом 20 см³ содержит в нижней части впаянный стеклянный фильтр, а сверху закрыта тефлоновой пробкой. Во время заполнения прибора вместо этой пробки можно вставлять маленькую воронку на шлифе. Для отсасывания раствора с помощью водоструйного насоса в ниж-

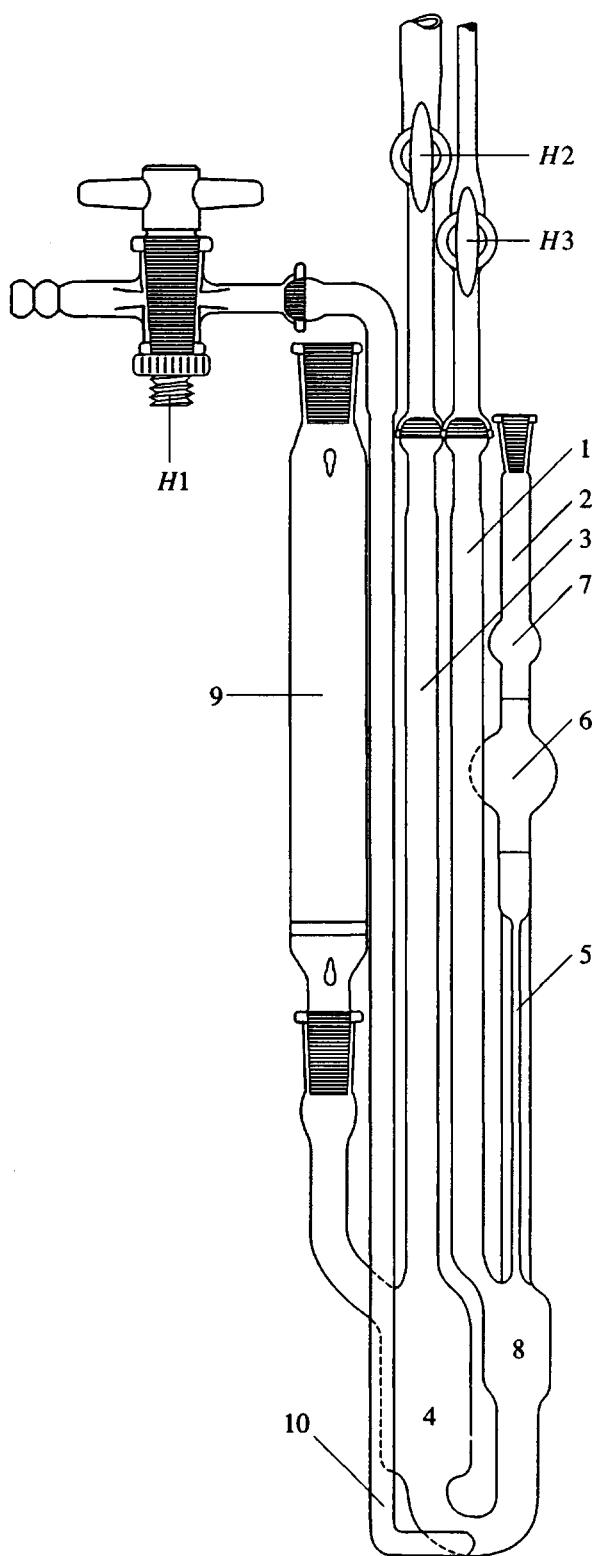


Рис. 1. Конструкция модифицированного вискозиметра Уббелоде.

нюю часть вискозиметра между емкостями 4 и 8 впаяна тонкая стеклянная трубка 10 с внутренним диаметром 3 мм, оканчивающаяся расширением с шаровидным шлифом. Последний соединен с краном H_1 . Трубки 1 и 3 также оканчиваются шаровидными утолщениями со шлифами, на которые надеваются краны H_2 и H_3 . С их помощью регулируется уровень рабочей жидкости в коленах вискозиметра.

Эта же конструкция обеспечивает возможность работы (отсос, заполнение, изменение уровня) без контакта с окружающей средой. Трубка 2 может быть закрыта маленькой стеклянной пробкой на стандартном шлиффе (№ 8).

Изменения в конструкции вискозиметра Уббелоде несложны и состоят во врезке в нижнюю часть прибора дополнительной трубы 10, а также деталей, назначение которых понятно при внимательном рассмотрении рис. 1.

Вискозиметр помещают на специальном штативе в терmostат. Фирма Шотт-Геретбау разработала для выпускаемых ею вискозиметров типа AVS-300 способ автоматической фиксации уровня жидкости и возможность автоматической записи. Эти усовершенствования могут быть использованы при самостоятельной переделке промышленных образцов вискозиметра Уббелоде (рис. 1). Последнее позволяет проводить исследования при высоких температурах, а также при низкой температуре опыта, но если есть необходимость исключения контакта раствора с окружающей атмосферой.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Meyerhoff G. // Fortschr. Hochpolym. Forsch. 1961/67. B. 3. S. 59.
2. Geerissen H., Roos R., Wolf B.A. // Makromol. Chem. 1985. B. 188. S. 736.
3. Deutsche Normen, DJN 51562. Teil 1. Januar 1983.
4. Langhammer G., Berger R., Seide H. // Plaste und Kautschuk. 1964. B. 11. S. 472.
5. Fitzsimons O. // Ind. Eng. Chem. 1935. V. 7. P. 345.

Capillary Viscometer Operating at High Temperatures

H. Geerissen, P. Schutzeichel, and B. Wolf

University of Mainz, Mainz, Germany

Abstract – A modification of the design of an industrial Ubbelohde viscometer, to make it possible to operate in the automated mode is described. The new design considerably simplifies the procedure of polymer characterization.