

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL** (11) **240846**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **422641**

(51) Int.Cl.
G01N 11/06 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **25.08.2017**

(54)

Wiskozymetr kapilarny grawitacyjny

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

11.03.2019 BUP 06/19

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

13.06.2022 WUP 24/22

(73) Uprawniony z patentu:

**INSTYTUT KATALIZY I FIZYKOCHEMII
POWIERZCHNI IM. JERZEGO HABERA
POLSKIEJ AKADEMII NAUK, Kraków, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**BARBARA JACHIMSKA, Kraków, PL
ZBIGNIEW ADAMCZYK, Kraków, PL**

(74) Pełnomocnik:

recz. pat. Adam Trawczyński

PL 240846 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest wiskozymetr kapilarny grawitacyjny do pomiaru lepkości dynamicznej, zwłaszcza cieczy o niskiej lepkości, zarówno przezroczystych jak i nieprzezroczystych lub silnie zabarwionych, oraz suspensji wykazujących tendencje do agregacji lub sedymentacji.

Wiadomo z praktyki, że w przypadku suspensji wykazujących podczas pomiaru tendencje do agregacji lub sedymentacji, precyzyjny pomiar lepkości przy użyciu klasycznych metod i znanych wiskozymetrów jest utrudniony lub wręcz niemożliwy, wskutek szeregu niekorzystnych czynników o charakterze dynamicznym wywołanych tymi zjawiskami. W przypadku pomiarów przy użyciu klasycznych wiskozymetrów, na przykład rotacyjnych, agregacja i sedymentacja powoduje powstawanie gradientów stężenia suspensji, prowadzących do pozornych, silnych zależności lepkości suspensji od szybkości ścinania.

W publikacji G. Schramm „Reologia”, Ośrodek Wydawnictwa Naukowego PAN, Poznań 1998, opisano wiskozymetry kapilarne grawitacyjne Ubbelohde'a (Ostwalda) oraz Cannon-Fenskiego, w których próbka cieczy wycieka przez kapilarę pod własnym ciężarem. Próbka pobierana jest do zbiorniczka na górze połączonego z kapilarą. Ciężar kolumny cieczy nad wyjściową kryzą zbiorniczka sprawia, iż ciecz przepływa przez kapilarę. Podstawą pomiaru lepkości jest czas przepływu płynu przez kalibrowaną kapilarę w ściśle określonych warunkach pomiarowych. Przykładowy powszechnie stosowany tego typu przyrząd, to jest wiskozymetr Ubbelohde (pokazany na załączonym rysunku – Pos. 1), zbudowany jest z trzech rurek połączonych ze sobą. Umownie lewa, szeroka rurka posiada w dolnej części duży zbiorniczek, a umownie prawa rurka składa się ze średniego zbiorniczka, przechodzącego ku górze w kapilarę, nad którą znajdują się dwa zbiorniczki – dolny i górny, połączone ze sobą i usytuowane jeden nad drugim, przy czym górny zbiorniczek jest otwarty ku górze i ma króciec do przyłączania źródła podciśnienia. Ponadto od średniego zbiorniczka odchodzi dodatkowa trzecia rurka. Na początku pomiaru przyrząd odchyła się o kąt ok. 30° od pionu i przez lewą rurkę napełnia się badaną cieczą duży zbiorniczek. Po ustawieniu lepkościomierza pionowo menisk cieczy powinien znajdować się między dwoma kreskami naniesionymi na ściankę dużego zbiorniczka. Następnie zatyka się palcem trzecią rurkę i gumową gruszką podłączoną do prawej rurki zasysa się ciecz do połowy wysokości górnego zbiorniczka tej rurki. Po odłączeniu gruszki i odkryciu trzeciej rurki odczeka się aż część cieczy z prawej rurki przepłynie do średniego zbiorniczka (aż do pojawienia się wiszącego menisku u końca kapilary nad zbiorniczkiem). Na koniec otwiera się lewą rurkę i mierzy czas przesunięcia menisku od górnej kreski, naniesionej na ściankę prawej rurki powyżej dolnego zbiorniczka, do dolnej kreski, naniesionej na ściankę prawej rurki poniżej dolnego zbiorniczka. Pomiar lepkości w różnych temperaturach odbywa się po wstawieniu lepkościomierza do termostatu. Lepkość względną η_{wz} badanej cieczy oblicza się ze wzoru:

$$\eta_{wz} = \frac{\rho_t}{\rho_o t_o}$$

gdzie:

t – średni czas przepływu badanej cieczy, t_o – średni czas przepływu wody, ρ – gęstość badanej cieczy, ρ_o – gęstość wody.

W opisie patentowym JPS 5374080 ujawniono wiskozymetr grawitacyjny kapilarny, będący modyfikacją wiskozymetru Ubbelohde'a, który jest przeznaczony do pomiaru lepkości roztworów substancji wielkocząsteczkowych. W tym celu bezpośrednio pod kapilarą wiskozymetru umieszczono element filtrujący. Alternatywnie, element filtrujący umieszczony jest bezpośrednio pod zbiorniczkiem, gromadzącym ciecz z kapilary.

Z kolei w opisie CN 101281111 przedstawiono wiskozymetr grawitacyjny typu Ubbelohde'a, mający korpus o dwóch zbiorniczkach – górnym i dolnym, usytuowanych jeden nad drugim i połączonych ze sobą kanałem. Górny zbiorniczek jest otwarty ku górze, a z dolną częścią dolnego zbiorniczka jest połączona kapilara pomiarowa, której wlot znajduje się poniżej dna dolnego zbiorniczka. Wiskozymetr ma środki detekcji poziomu cieczy w zbiorniczkach, w postaci par elektrod, z których pierwsza para jest usytuowana w ściankach korpusu powyżej dolnego zbiorniczka, a druga para jest usytuowana w ściankach korpusu poniżej dolnego zbiorniczka, lecz ponad wlotem do kapilary. Zastosowanie elektrod do detekcji poziomu cieczy pozwala na automatyczne wykonywanie pomiarów z dużą dokładnością.

Z opisu patentowego US 6484566 znany jest grawitacyjny reometr do pomiaru właściwości cieczy elektroeologicznych (ER) i magnetoreologicznych (MR), wykorzystujący nieliniowy model lepkości i bazujący na zmianie wysokości poziomu cieczy w zależności od czasu. Reometr zawiera statyczne źródło

cieczy (np. usytuowany u góry zbiornik) lub dynamiczne źródło cieczy (np. kanał lub szczelina), których boki tworzą elektrody, będące w kontakcie z przepływającą cieczą ER albo ma rurkę kapilarną dla przepływającej cieczy MR, wystawianą na działanie pola magnetycznego; dalej ma jedną lub dwie wznoszące się rurki oraz detektor wysokości kolumny cieczy, która podnosi się w jednej z wznoszących się rurek, połączonej poziomą rurką transportującą ciecz ze źródła cieczy. Detektor jest sprzężony z procesorem, który analizuje m.in. takie elementy jak wysokość słupa cieczy w czasie, aby określić zarówno lepkość jak i zmianę naprężeń.

Znany jest także z opisu patentowego PL 171272 reometr kapilarny do pomiaru dynamicznej lepkości pod ciśnieniem bardzo lepkich ośrodków, takich jak np. silikonowe elastomery. Reometr ma korpus w postaci tulei, wewnątrz której umieszczony jest ruchomy walec posiadający otwór kapilarny łączący dwie komory, wyposażony w czujnik ciśnienia.

W prezentacji Z. Adamczyk. A. Bratek. B. Jachimska „Wpływ pH i siły jonowej na lepkość roztworów polielektrolitów”, opubl. 26.09.2014 r. pod adresem internetowym

<http://www.slideserve.com/arnie/wp-yw-ph-i-si-y-jonowej-na-lepko-roztworow-w-polielektrolit-w> pokazano na slajdzie nr 10 fotografię i rysunek przekroju wiskozymetru kapilarnego grawitacyjnego, który był używany przez autorów prezentacji w Instytucie Katalizy i Fizykochemii Powierzchni PAN do pomiarów lepkości roztworów polielektrolitów, wyniki których przedstawione zostały w prezentacji.

Ujawniony w prezentacji wiskozymetr ma korpus, który zawiera dwa zbiorniczki – dolny i górny, połączone ze sobą kanałem i usytuowane jeden nad drugim, przy czym górny zbiorniczek jest otwarty ku górze i ma króciec do przyłączania źródła podciśnienia. Natomiast dolny zbiorniczek jest zamknięty od dołu odłączalną od korpusu teflonową zakrywką, mającą postać korka, wyznaczającą dno zbiorniczka. W zakrywce tej jest nieruchomo osadzona rurka kapilarna, tak iż płaski koniec rurki jest usytuowany w płaszczyźnie wyznaczającej dno zbiorniczka, a wzdłużna oś kapilary jest usytuowana w osi wzdłużnej korpusu. Ponadto znany wiskozymetr ma środki detekcji poziomu cieczy podczas pomiaru jej lepkości, które mają postać par elektrod pomiarowych, tworzących czujniki poziomu cieczy, korzystnie czujniki konduktometryczne, współpracujące z elektronicznym układem rejestracji poziomu cieczy, przy czym wspomniane środki detekcji poziomu cieczy są usytuowane w ściankach korpusu powyżej oraz poniżej górnego zbiorniczka. Zastosowanie konduktometrycznego pomiaru poziomu cieczy w górnym zbiorniczku za pomocą dwóch par elektrod pomiarowych, umożliwia bardzo precyzyjny pomiar położenia menisku cieczy, zarówno przezroczystych jak i nieprzezroczystych lub zabarwionych.

Zagadnieniem technicznym postawionym do rozwiązania jest opracowanie takiej konstrukcji grawitacyjnego wiskozymetru kapilarnego, która pozwoliła by wyeliminować wpływ procesów agregacji oraz sedymentacji badanych suspensji na wyniki pomiaru ich lepkości dynamicznej.

Tak postawione zagadnienie udało się rozwiązać poprzez wykorzystanie w wiskozymetrze według wynalazku znanego korpusu wiskozymetru mającego dwa usytuowane jeden nad drugim zbiorniczki na badaną ciecz, z których otwarty ku górze górny zbiorniczek wykorzystano do pomiaru szybkości wypływu badanej cieczy przez pionowo usytuowaną kapilarę wylotową w postaci rurki, połączonej z dolnym zbiorniczkiem, który z kolei wykorzystano jako odstojnik (wylapywacz agregatów), dzięki temu, że płaski koniec kapilary połączonej z dolnym zbiorniczkiem usytuowano ponad jego dnem w dającej się regulować wysokości. Taka konstrukcja eliminuje praktycznie całkowicie efekty agregacji i sedymentacji, gdyż stężenie suspensji znajdującej się w kapilarze wylotowej jest stałe w czasie pomiaru, niezależnie od szybkości sedymentacji cząstek.

Zgodnie z wynalazkiem, wiskozymetr kapilarny grawitacyjny mający korpus, który zawiera dolny zbiorniczek i górny zbiorniczek, połączone ze sobą kanałem i usytuowane jeden nad drugim, przy czym górny zbiorniczek jest otwarty ku górze i ma króciec do przyłączania źródła podciśnienia, natomiast dolny zbiorniczek jest zamknięty od dołu odłączalną od korpusu zakrywką, wyznaczającą dno dolnego zbiorniczka, zaś w zakrywce tej jest osadzona kapilarna rurka, której wzdłużna oś jest usytuowana we wzdłużnej osi korpusu, a ponadto mający środki detekcji poziomu cieczy podczas pomiaru jej lepkości, które to środki detekcji poziomu cieczy są usytuowane w ściankach korpusu powyżej oraz poniżej górnego zbiorniczka i mają postać par elektrod pomiarowych, tworzących czujniki poziomu cieczy, charakteryzuje się tym, że kapilarna rurka jest szczelnie i przesuwnie osadzona w zakrywce zamykającej od dołu dolny zbiorniczek, przy czym płaski koniec kapilarnej rurki sięga powyżej dna dolnego zbiorniczka, a korzystnie, płaski koniec kapilarnej rurki sięga powyżej połowy wysokości dolnego zbiorniczka.

Kapilarna rurka jest osadzona przesuwnie w zakrywce stanowiącej dno dolnego zbiorniczka w celu regulacji odległości płaskiego końca kapilarnej rurki od kanału łączącego górny zbiorniczek i dolny zbiorniczek podczas kalibracji wiskozymetru cieczą wzorcową.

Korzystnie, zakrywka dolnego zbiorniczka ma postać korka lub zakrętki.

Poza tym w celu rozszerzenia zakresu pomiarowego wiskozymetr jest korzystnie zaopatrzonego w zestaw wymiennych kapilarnych rurek o różnych średnicach, stopniowanych od 0,5 do 2,5 mm, przy czym najlepiej jest gdy każda z kapilarnych rurek jest szczelnie i przesuwnie osadzona w odrębnej zakrywce.

Zastosowanie zakrywki mającej postać korka lub zakrętki, mocowanej rozłącznie do korpusu wiskozymetru, od dołu dolnego zbiorniczka, ułatwia jego czyszczenie oraz umożliwia rozszerzenie zakresu pomiarowego wiskozymetru, dzięki możliwości wyposażenia przyrządu w zestaw zakrywek z osadzonymi w nich rurkami kapilarnymi o różnych średnicach.

Każda z kapilar używanych w wiskozymetrze jest kalibrowana przy użyciu cieczy wzorcowych o precyzyjnie znanej lepkości. Dla niskiego zakresu lepkości jako cieczy wzorcowych stosuje się wodę, alkohol butylowy i pentyłowy, natomiast dla wyższego zakresu lepkości – glikol etylowy oraz węglowodorowe cieczy wzorcowe.

Sygnal z elektrod czujników konduktometrycznych oraz dodatkowo prowadzony w znany sposób cyfrowy pomiar temperatury badanej cieczy z dokładnością $0,1^{\circ}\text{C}$ jest przetwarzany komputerowo, przy pomocy oprogramowania, nie będącego już przedmiotem niniejszego rozwiązania.

Jak wykazały przeprowadzone próby, dokładność pomiaru przy użyciu wiskozymetru będącego przedmiotem wynalazku, sięga 0.5% dla zakresu wartości lepkości 1–10 cP [g/(cm·s)], natomiast precyzja (dokładność pomiaru lepkości względnej) wynosi około 0.2%.

Przedmiot wynalazku w przykładzie wykonania uwidoczniony jest na rysunku, na którym fig. 1 który przedstawia schematyczny przekrój wiskozymetru kapilarnego do pomiaru dynamicznej lepkości, zamontowanego w stanowisku do pomiaru lepkości, a fig. 2 przedstawia jeden z praktycznych przykładów wykonania korpusu wiskozymetru.

Przykładowy wiskozymetr kapilarny grawitacyjny do pomiaru lepkości dynamicznej, składa się z szklanego korpusu 1 w postaci dwóch połączonych zbiorniczków górnego 2 i dolnego 3 na ciecz, której lepkość ma zostać zmierzona. Zbiorniczki 2 i 3 połączone ze sobą kanałem i usytuowane jeden nad drugim, przy czym górny zbiorniczek 2 jest otwarty ku górze i ma króciec do przyłączania źródła podciśnienia.

Górny zbiorniczek 2 posiada układ elektrod pomiarowych, utworzony z jednej pary elektrod 4, usytuowanych u góry górnego zbiorniczka 2 i z drugiej pary elektrod 5, usytuowanej pod górnym zbiorniczkiem 2.

Układ pomiarowy elektrod 4 i 5, tworzących dwa konduktometryczne czujniki, połączony jest z niewidocznym w szczegółach na rysunku, elektronicznym systemem 6 rejestracji poziomu cieczy w wiskozymetrze i jej temperatury podczas prowadzonego pomiaru lepkości. Ciężar kolumny cieczy powoduje jej swobodny przepływ przez rurkę kapilarną (kapilarę pomiarową) 7. Dolny zbiorniczek 3 jest zamknięty od dołu odłączalną od korpusu 1 zakrywką 8, wyznaczającą dno zbiorniczka 3, przy czym w zakrywce 8 jest szczelnie i przesuwnie osadzona rurka kapilarna 7, której płaski koniec znajduje się powyżej dna dolnego zbiorniczka 3.

Wiskozymetr posiada wymienne rurki kapilarne 7 o różnej średnicy wewnętrznej, na przykład od 0.5 do 2.5 mm.

W celu prowadzenia dokładnych pomiarów, cały układ pomiarowy wiskozymetru umieszcza się w płaszczu wodnym 9, co umożliwia w znany sposób kontrolę temperatury z dokładnością do $0,1^{\circ}\text{C}$.

Sygnal z par elektrod 4 i 5 do systemu 6 rejestracji poziomu cieczy oraz cyfrowy pomiar temperatury badanej cieczy z dokładnością $0,1^{\circ}\text{C}$ jest przetwarzany komputerowo, przy pomocy specjalnego oprogramowania, nie będącego przedmiotem niniejszego rozwiązania.

W jednym z praktycznych przykładów wykonania (pokazanym na fig. 2) korpus 1 wiskozymetru jest uformowany jako monolityczny szklany element i zawiera dwa połączone ze sobą zbiorniczki – górny 2 i dolny 3 na ciecz, której lepkość ma zostać zmierzona. Zbiorniczki 2 i 3 połączone są ze sobą kanałem i usytuowane jeden nad drugim, przy czym górny zbiorniczek 2 jest otwarty ku górze i ma króciec do przyłączania źródła podciśnienia.

Nad górnym zbiorniczkiem 2, w korpusie 1 uformowane są dwa leżące naprzeciw siebie drugie króćce 11, służące do osadzenia w nich, na przykład za pomocą masy uszczelniającej, jednej pary elektrod pomiarowych 4, zaś pod górnym zbiorniczkiem 2, w korpusie 1 uformowane są dwa leżące naprzeciw siebie trzecie króćce 12, służące do osadzenia w nich, na przykład za pomocą masy uszczelniającej, drugiej pary elektrod pomiarowych 5. Ponadto w prezentowanym praktycznym przykładzie,

w dolnym końcu korpusu 1 uformowany jest zewnętrzny gwint 13, służący do nakręcenia na niego zakrywki 8 z osadzoną w niej kapilarną rurką 7, która to zakrywka ma formę zakrętki, wyznaczającej dno dolnego zbiorniczka 3.

Zasadniczą zaletą wiskozymetru kapilarnego według wynalazku jest to, że umożliwia on dokonywanie pomiarów dynamicznej lepkości cieczy o bardzo niskiej lepkości, zarówno przezroczystych jak i nieprzezroczystych lub silnie zabarwionych, a także agregujących oraz sedymentujących suspensji.

Kolejną zaletą jest bardzo łatwe napełnianie wiskozymetru oraz jego demontaż. Łatwość demontażu umożliwia wymianę kapilary pomiarowej 7 (w razie uszkodzenia czy też zabrudzenia albo w przypadku konieczności zmiany zakresu pomiarowego wiskozymetru) oraz czyszczenie całego układu pomiarowego. Wymienna kapilara 7 pozwala na dostosowanie jej średnicy do zakresu lepkości badanej cieczy.

Pomiaru dynamicznej lepkości przy użyciu kapilarnego wiskozymetru grawitacyjnego według wynalazku dokonuje się następująco. Próbkę cieczy zasysa się kapilarą 7 ze zbiornika cieczy 10 do korpusu 1 wiskozymetru, do górnego zbiorniczka 2, przyłączając do króćca źródło podciśnienia, np. gumową gruszkę. Ciężar kolumny cieczy sprawia, iż po wyjęciu kapilary 7 ze zbiornika 10 i odłączeniu podciśnienia, ciecz przepływa w dół przez kapilarę pomiarową 7. Czas przepływu określonej ilości cieczy przez układ pomiarowy wiskozymetru mierzony jest automatycznie za pomocą elektrod 4 i 5. Mierzony czas przepływu określa się na podstawie pomiaru szybkości przepływu cieczy pomiędzy układem dwóch elektrod pomiarowych 4 i 5.

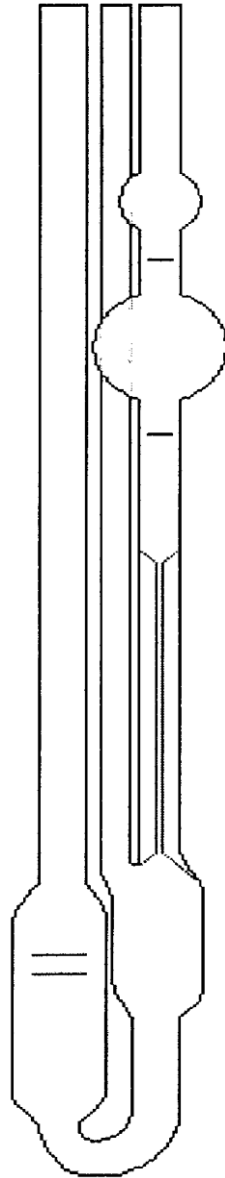
Na podstawie zarejestrowanego czasu przepływu wyznacza się dynamiczną wartość lepkości badanej cieczy z prawa Poisseille'a.

Będący przedmiotem wynalazku lepkościomierz kapilarny jest doskonałym narzędziem do pomiaru lepkości dynamicznej cieczy o niskiej i średniej lepkości. W przypadku pomiarów lepkości takich próbek jak woda, rozpuszczalniki czy roztwory polimerów oraz białek dokładnością znacznie przewyższa nawet najbardziej rozbudowane znane lepkościomierze rotacyjne.

Zastrzeżenia patentowe

1. Wiskozymetr kapilarny grawitacyjny mający korpus, który zawiera dolny zbiorniczek i górny zbiorniczek, połączone ze sobą kanałem i usytuowane jeden nad drugim, przy czym górny zbiorniczek jest otwarty ku górze i ma króciec do przyłączania źródła podciśnienia, natomiast dolny zbiorniczek jest zamknięty od dołu odłączalną od korpusu zakrywką, wyznaczającą dno dolnego zbiorniczka, zaś w zakrywce tej jest osadzona kapilarna rurka, której wzdłużna oś jest usytuowana we wzdłużnej osi korpusu, a ponadto mający środki detekcji poziomu cieczy podczas pomiaru jej lepkości, które to środki detekcji poziomu cieczy są usytuowane w ściankach korpusu powyżej oraz poniżej górnego zbiorniczka i mają postać par elektrod pomiarowych, tworzących czujniki poziomu cieczy, **znamienny tym**, że kapilarna rurka (7) jest szczelnie i przesuwnie osadzona w zakrywce (8) zamykającej od dołu dolny zbiorniczek (3), przy czym płaski koniec kapilarnej rurki (7) sięga powyżej dna dolnego zbiorniczka (3).
2. Wiskozymetr według zastrz. 1, **znamienny tym**, że płaski koniec kapilarnej rurki (7) sięga powyżej połowy wysokości dolnego zbiorniczka (3).
3. Wiskozymetr według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zakrywka (8) dolnego zbiorniczka (3) ma postać korka.
4. Wiskozymetr według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zakrywka (8) dolnego zbiorniczka (3) ma postać zakrętki.
5. Wiskozymetr według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że jest zaopatrzony w zestaw wymiennych kapilarnych rurek (7) o różnych średnicach, stopniowanych od 0.5 do 2.5 mm, przy czym korzystnie każda z kapilarnych rurek (7) jest szczelnie i przesuwnie osadzona w odrębnej zakrywce (8).

Rysunki



Pos.1

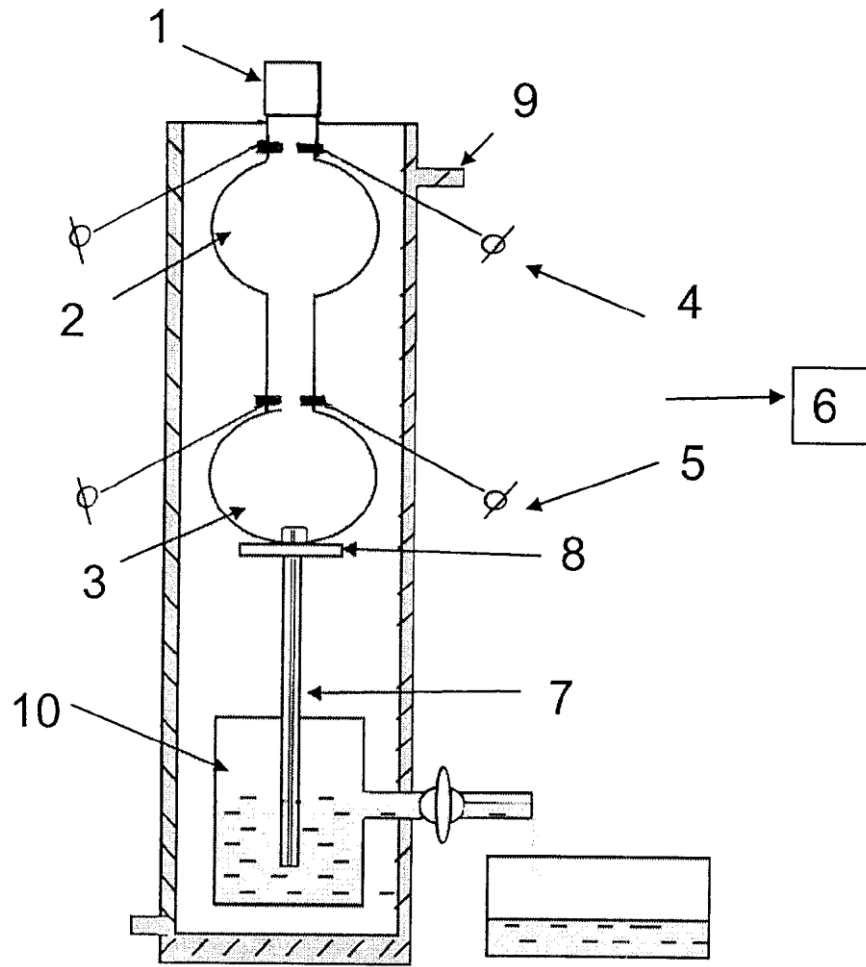


Fig.1

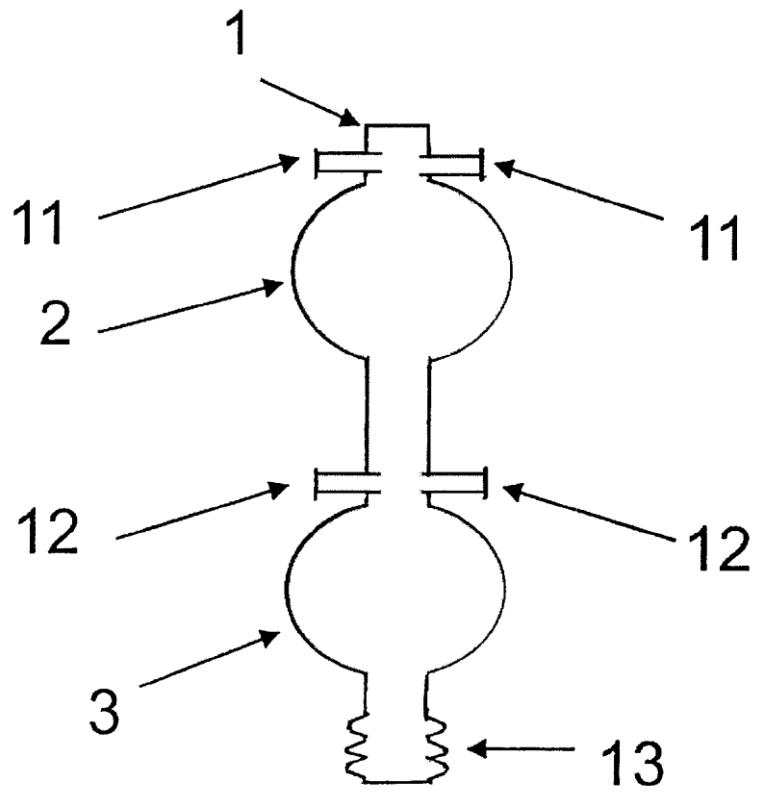


Fig.2