

E-mail: info@laboprag.com

www.laboprag.com

Návod k použití

„Kuličkový viskozimetr Höppler KF3.2“

1. Bezpečnostní pokyny

- Před uvedením do provozu si pečlivě přečtěte návod
- Přístroj vybalujte a instalujte na takovém místě, aby se do něj nemohla dostat žádná kapalina
- Displej přístroje chraňte před mechanickým poškozením
- Opravy smějí být prováděny pouze autorizovanými osobami
- Při měření při vysokých teplotách zabraňte popálení obsluhy
- Při napojení na termostat dbejte na správné zajištění hadic

Výrobce si vyhrazuje právo na technické změny výrobku.

2. Princip měření a oblasti použití přístroje

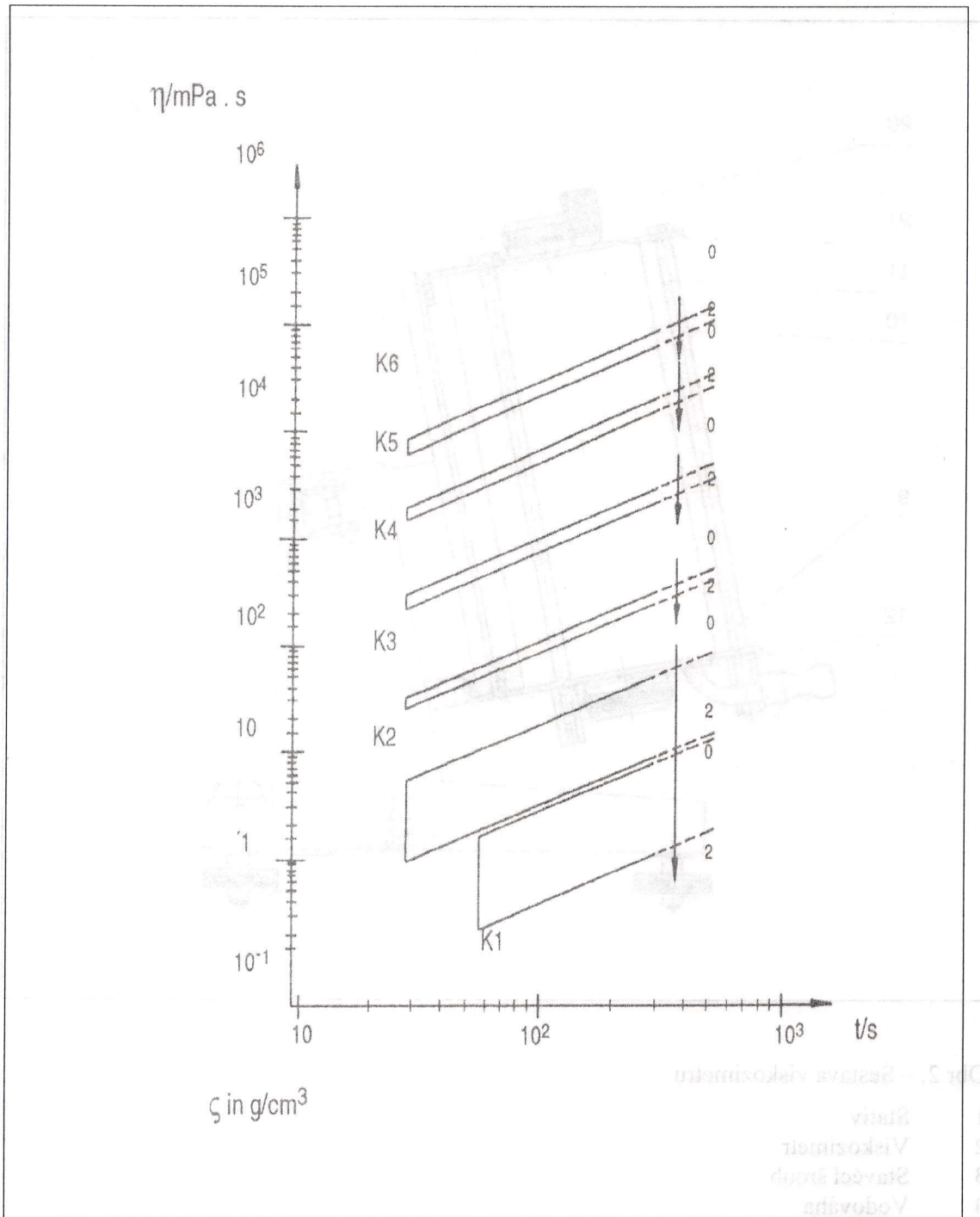
Höppler KF 3.2 je kuličkový viskozimetr podle DIN 53 015. Měří se pádová doba kuličky ve skleněné trubici, jejíž ose je odkloněna o 10° od vertikálního směru. Z naměřeného času resp. rychlosti pohybu se pak vypočítá odpor kapaliny proti pohybu kuličky, tedy viskozita kapaliny.

Höppler KF 3.2 je určen zvláště pro měření dynamické viskozity newtonských kapalin, ovšem tím, že jsou podmínky toku normovány, s ním lze provádět srovnávací měření i u kapalin se složitějším modelem chování.

Höppler KF 3.2 je zvláště vhodný pro použití v chemických laboratořích např. při výrobě lepidel, v ropném průmyslu, v medicíně, potravinářském průmyslu, kosmetickém průmyslu a mnoha další oborech.

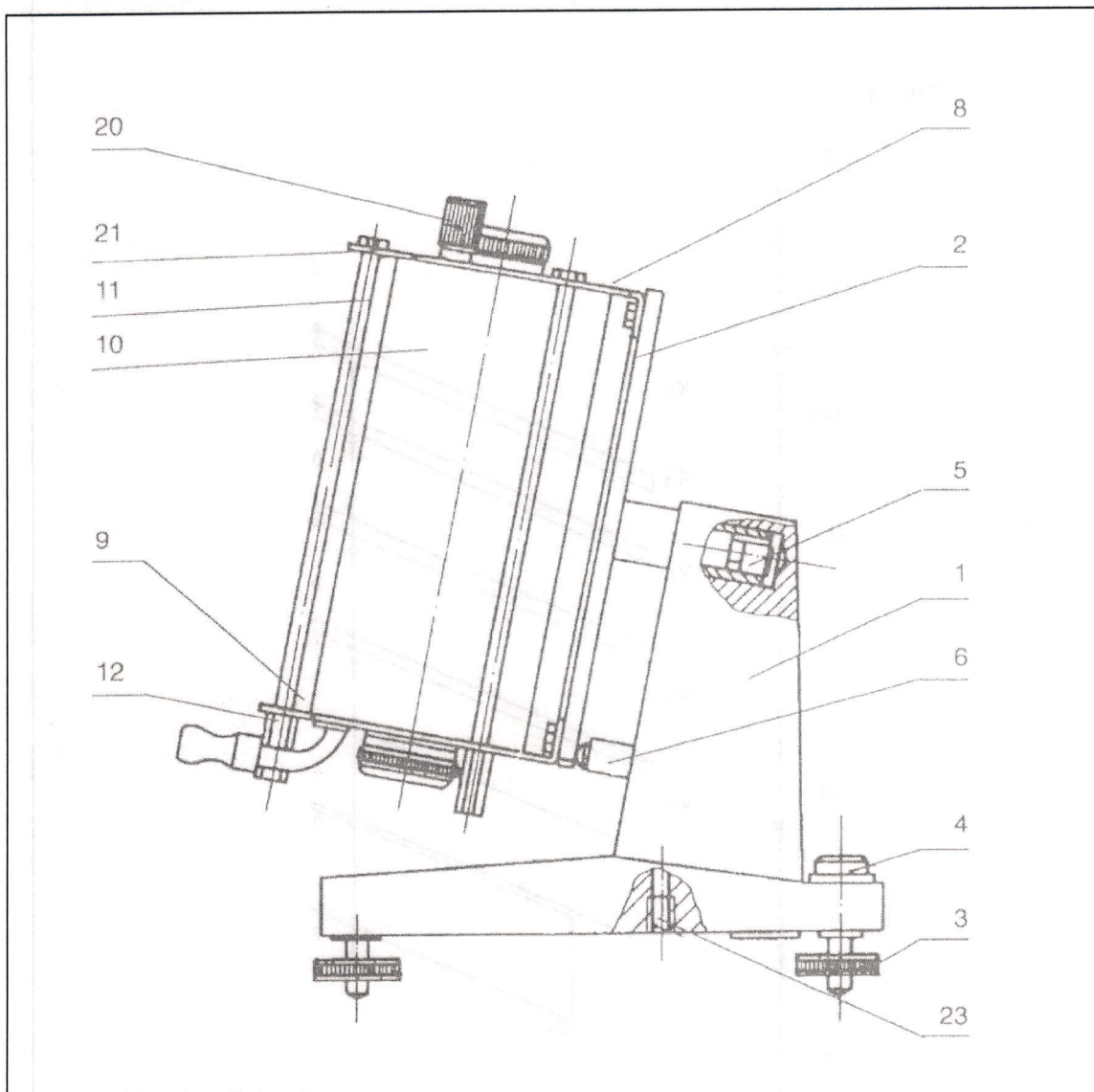
3. Technická data

Rozsah měření	0,6 ... 70000 mPas (30 ... 300 s)
Množství vzorku	40 ml
Relativní chyba měření	0,5 ... 2 %
Teplotní rozsah	-60 ... +150°C
Napájení	-
Rozměry (š h v)	205 x 185 x 315 mm
Hmotnost	ca 2,9 kg



Obr. 1 – Rozsah dynamické viskozity v závislosti na pádovém času, použité kuličky a hustotě měřené kapaliny (pro hustotu mezi 0 ... 2 g/cm³)

Potřeby pro
Laboratoře Praha spol. s r.o.
 Podolská 116, 147 00 Praha 4, Podolí
 IČO: 270 97 528, DIČ: CZ27097528
 Bankovní spojení: 86107369/0800
 Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108
 Mobil: +420 603 236 683, +420 603 831 880
 www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com

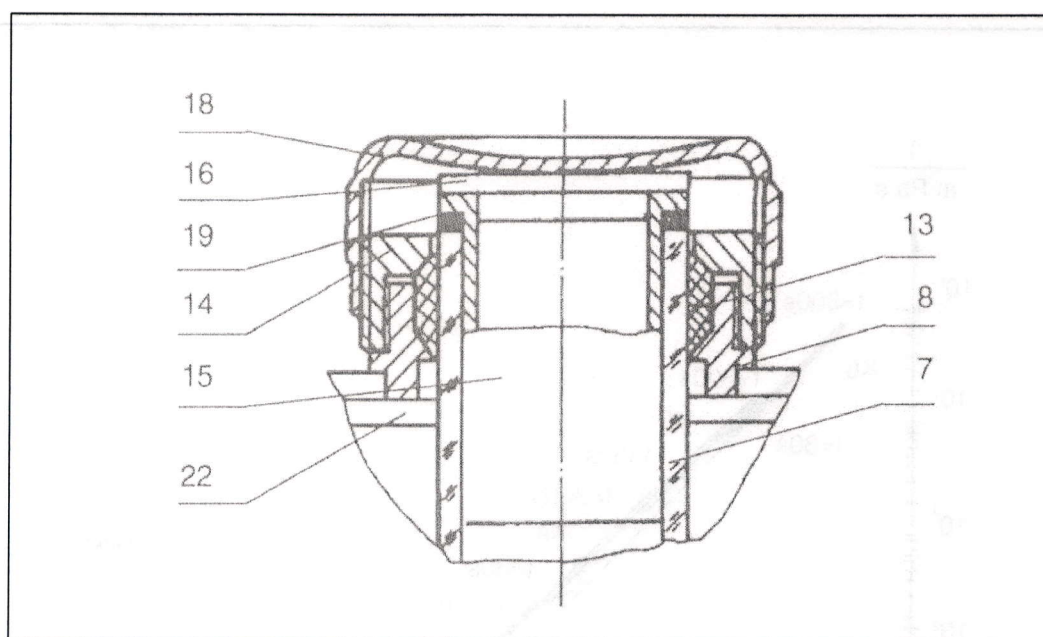


Obr. 2. – Sestava viskozimetru

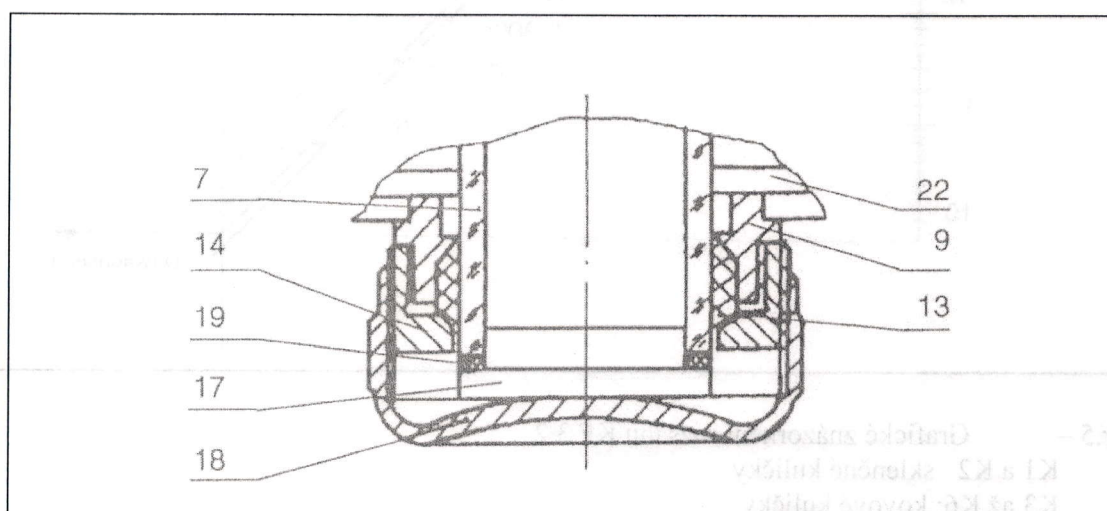
- | | |
|----|-------------------------|
| 1 | Stativ |
| 2 | Viskozimetr |
| 3 | Stavěcí šroub |
| 4 | Vodováha |
| 5 | Uchycení kloubu |
| 6 | Opěrné uchycení |
| 8 | Horní deska, komplet |
| 9 | Spodní deska, komplet |
| 10 | Temperační plášť |
| 11 | Spojovací tyč |
| 12 | Matka |
| 20 | Šroub teploměru |
| 21 | Těsnicí kroužek |
| 23 | Transportní pojistka M8 |

Potřeby pro
Laboratoře Praha spol. s r.o.

Podolská 116, 147 00 Praha 4, Podolí
 IČO: 270 97 528, DIČ: CZ27097528
 Bankovní spojení: 86107369/0800
 Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108
 Mobil: +420 603 236 683, +420 603 831 880
 www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com



Obr. 3 – Šroubové uchycení skleněné trubice na horní desce

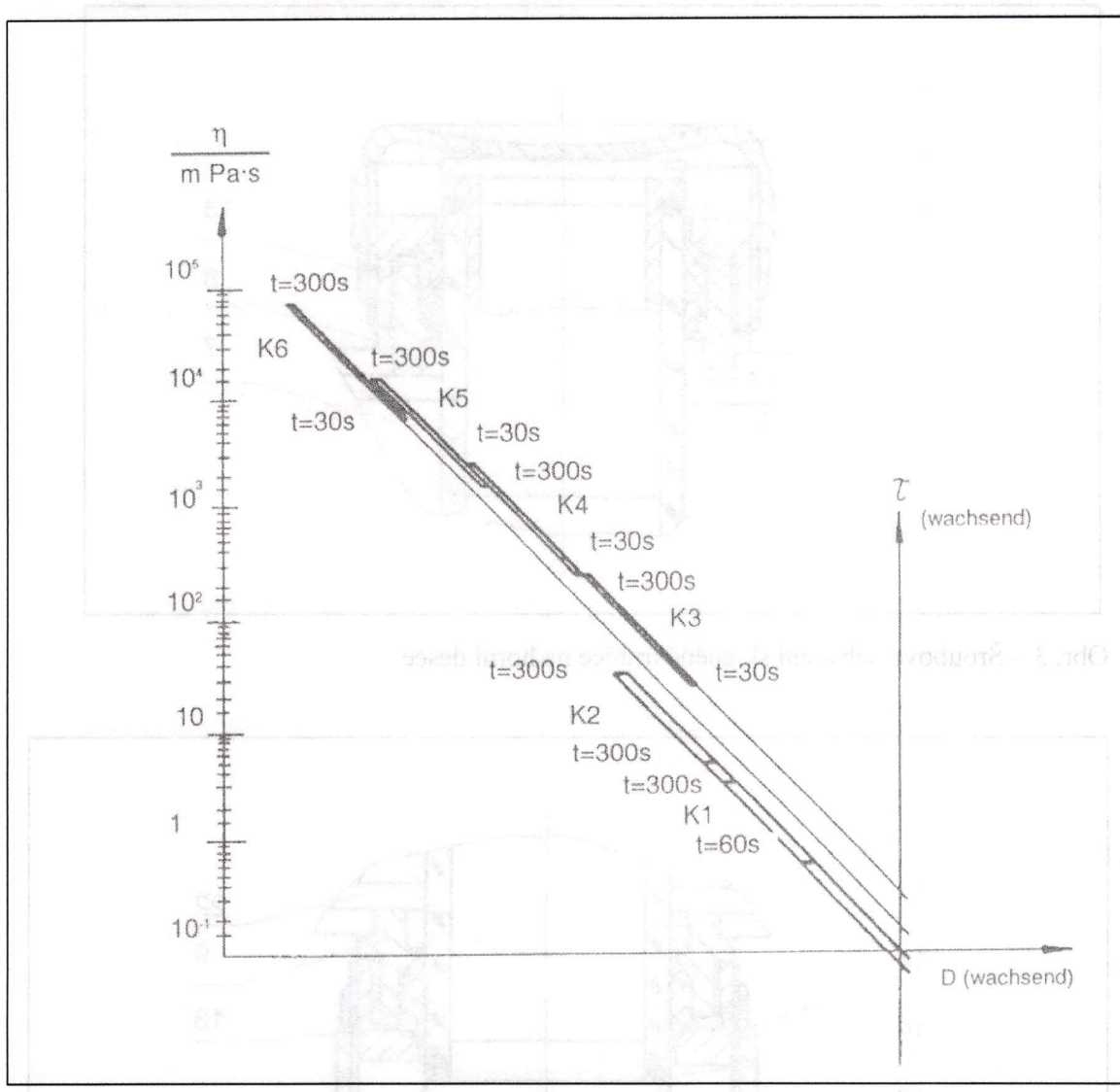


Obr. 4 – Šroubové uchycení skleněné trubice na spodní desce

- 7 Skleněná trubice
- 8 Horní deska, komplet
- 9 Spodní deska, komplet
- 13 Gumové těsnění
- 14 Šroubové uchycení trubice
- 15 Uzavírací zátka II
- 16 Víko
- 17 Uzavírací zátka I
- 18 Uzavírací kapsle.
- 19 Těsnící kroužek
- 22 Gumový kroužek

Potřeby pro
Laboratoře Praha spol. s r.o.

Podolská 116, 147 00 Praha 4, Podolí
 IČO: 270 97 528, DIČ: CZ27097528
 Bankovní spojení: 86107369/0800
 Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108
 Mobil: +420 603 236 683; +420 603 831 880
 www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com

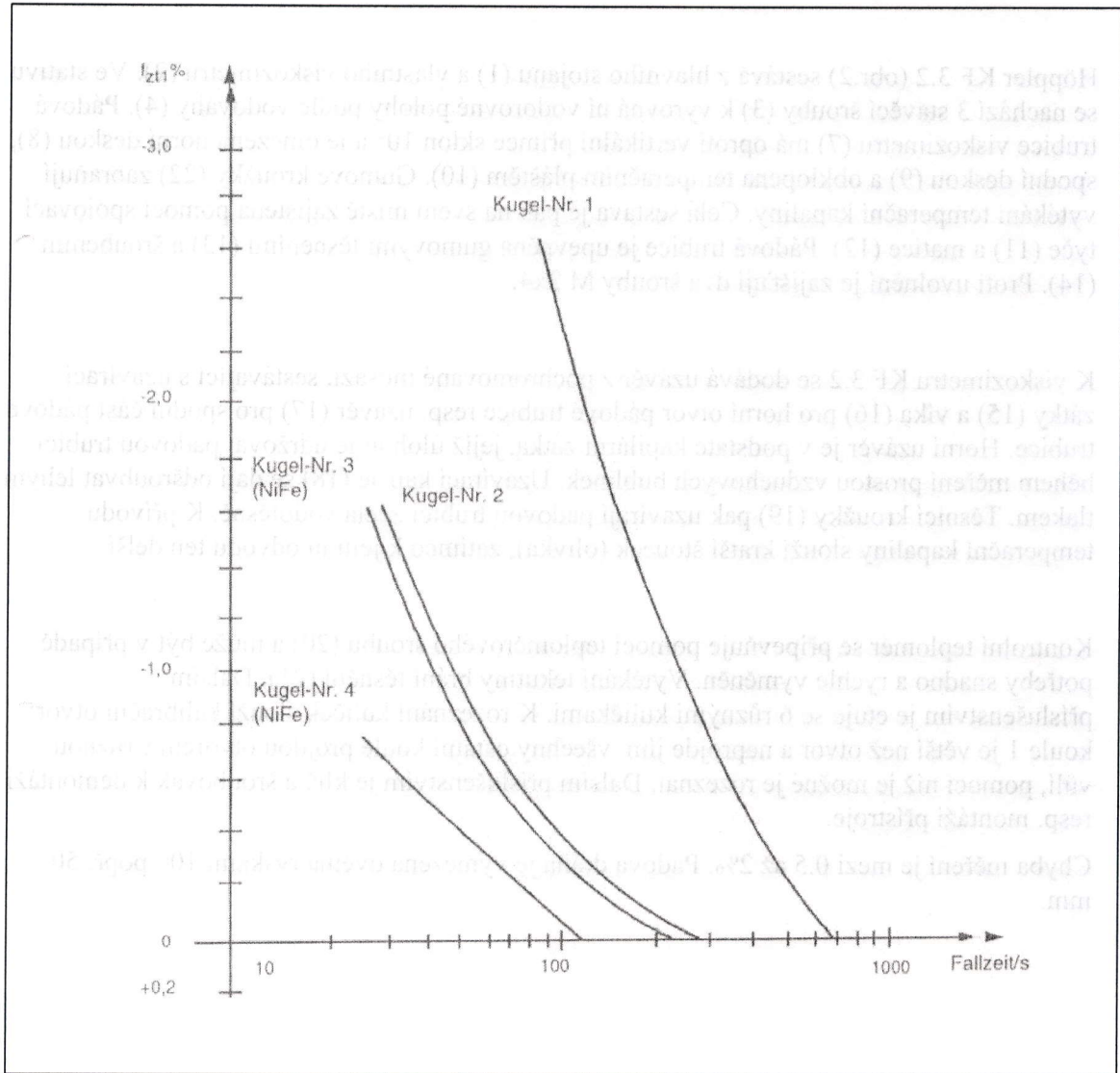


Obr.5 – Grafické znázornění rozsahu KF 3.2

K1 a K2 skleněné kuličky

K3 až K6: kovové kuličky

Potřeby pro
Laboratoře Praha spol. s r.o.
 Podolská 116, 147 00 Praha 4, Podolí
 IČO: 270 97 528, DIČ: CZ27097528
 Bankovní spojení: 86107369/0800
 Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108
 Mobil: +420 603 236 683, +420 603 831 880
 www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com



Obr.6 – Systematická přídavná chyba (%) pro krátké pádové časy (s)

Potřeby pro
Laboratoře Praha spol. s r.o.
 Podolská 116, 147 00 Praha 4, Podolí
 IČO: 270 97 528, DIČ: CZ27097528
 Bankovní spojení: 86107369/0800
 Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108
 Mobil: +420 603 236 683, +420 603 831 880
 www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com

4. Popis přístroje

Höppler KF 3.2 (obr.2) sestává z hlavního stojanu (1) a vlastního viskozimetru (2). Ve stativu se nachází 3 stavěcí šrouby (3) k vyrovnání vodorovné polohy podle vodováhy (4). Pádová trubice viskozimetru (7) má oproti vertikální přímce sklon 10° a je omezena horní deskou (8), spodní deskou (9) a obklopena temperačním pláštěm (10). Gumové kroužky (22) zabraňují vytékání temperační kapaliny. Celá sestava je pak na svém místě zajištěna pomocí spojovací tyče (11) a matice (12). Pádová trubice je upevněna gumovými těsněními (13) a šroubením (14). Proti uvolnění je zajišťují dva šrouby M 2x4.

K viskozimetru KF 3.2 se dodává uzávěr z pochromované mosazi, sestávající s uzavírací zátky (15) a víka (16) pro horní otvor pádové trubice resp. uzávěr (17) pro spodní část pádové trubice. Horní uzávěr je v podstatě kapilární zátky, jejíž úlohou je udržovat pádovou trubici během měření prostou vzduchových bublinek. Uzavírací kapsle (18) se dají odšroubovat lehkým tlakem. Těsnicí kroužky (19) pak uzavírají pádovou trubici zcela vodotěsně. K přívodu temperační kapaliny slouží kratší štouček (olivka), zatímco k jejímu odvodu ten delší.

Kontrolní teploměr se připevňuje pomocí teploměrového šroubu (20) a může být v případě potřeby snadno a rychle vyměněn. Vytékání tekutiny brání těsnění (21). Dalším příslušenstvím je etuje se 6 různými kuličkami. K rozeznání kuliček slouží kalibrační otvor: koule 1 je větší než otvor a neprojde jím, všechny ostatní koule projdou otvorem s různou vůlí, pomocí níž je možné je rozeznat. Dalším příslušenstvím je klíč a šroubovák k demontáži resp. montáži přístroje.

Chyba měření je mezi 0.5 až 2%. Pádová dráha je vymezena dvěma ryskami 100 popř. 50 mm.

Potřeby pro
Laboratoře Praha spol. s r.o.
 Podolská 116, 147 00 Praha 4, Podolí
 IČO: 270 97 528, DIČ: CZ27097528
 Bankovní spojení: 86107369/0800
 Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108
 Mobil: +420 603 236 683, +420 603 831 880
 www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com

5. Příprava k měření

5.1. výběr kuličky

Tabulka 1 – Sada měřicích kuliček

průměr: mm

konstanta: mPa.cm³/g

minimální pádový čas s

rozsah měření mPas (spodní hodnota je min.pád.čas, horní hodnota čas 300s)

max. chyba %

reprodukovatelnost %

číslo	průměr koule	konstanta	min.čas	rozsah měření	max.chyba	reproduk.
1	15,805	0,009	60	0,6 ... 5	2,0	1,00
2	15,63	0,07	30	3...30	0,5	0,25
3	15,56	0,13	30	25...250	0,5	0,25
4	15,200	0,7	30	200...4800	1,0	0,50
5	14,000	6,4	30	1250...12500	1,0	0,50
6	11,000	34	30	70000	1,5	0,75

Doporučuje se nepoužívat kratší časy než ty minimální z tabulky, poněvadž hrozí nebezpečí turbulentního proudění kapaliny a vzniku nepřesností. Vysokoviskozní kapaliny lze měřit i s delšími časy než je uvedených 300 s.

5.2. Čištění kuliček a trubice

Všechny části viskozimetru jsou vyrobeny s vysokou přesností, která je u pádové trubice $\pm 1 \mu\text{m}$ a u koulí $\pm 2 \mu\text{m}$., u menších koulí není průměr tak kritický a dostačuje přesnost $\pm 5 \mu\text{m}$.

Důležitá je i hmotnost koulí, proto je třeba se všemi součástmi zacházet s náležitou opatrností, aby nedocházelo k otěru ani žádným jiným změnám rozměrů a hmotnosti. Je třeba dbát na to, aby koule při vyjímání z přístroje nepadly na pevnou podložku. Koule i vnitřek pádové trubice musí být dokonale čisté. Pokud by na nich zůstal film předchozí měřené látky, je třeba jej odstranit vhodným rozpouštědlem a součásti pak dokonale osušit. Vysušení lze zrychlit propláchnutím sirouhlíkem nebo metylenchloridem (pozor na dodržení bezpečnostních předpisů). K odmaštění je vhodný např. horký roztok sody s 5% amoniakem, s následným oplachem v destilované vodě. Prach lze z koulí odstranit otřením kůží.

5.3. Naplnění trubice

Trubicu uzavřete spodním uzávěrem a uzavírací kapslí (obr.4). Z vrchní strany je třeba trubicu přidržovat, aby se neposunula směrem nahoru. Nízkoviskozní vzorky je vhodné plnit přes skleněnou fritu G3. Kapalina se plní do výše ca 25 mm pod okraj trubice, pak se do ní pomocí pinzety vloží koule. Pokud by pod koulí zůstala vzduchová bublina, je nutné ji odstranit zatlačením koule skleněnou tyčinkou. Pak se horní otvor trubice uzavře (viz obr. 3). U

Laboratoř Praha spol. s r.o.

Podolská 116, 147 00 Praha 4, Podolí

IČO: 270 97 528, DIČ: CZ27097528

Bankovní spojení: 86107369/0800

Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108

Mobil: +420 603 236 683, +420 603 831 880

www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com

tel. 466 798 230

info.cz@thermofisher.com

agresivnějších vzorků se používají kovové uzávěry, u ostatních se s výhodou používají měkké gumové (materiál perbunan). Pokud vzorek obsahuje absorbovaný vzduch, je třeba jej ohřát o ca 10°C nad teplotu měření, nechat vzduchové bublinky uniknout a pak teprve temperovat pro měření. Pokud přece jen ve vzorku před měřením vzniknou plynové bublinky, je třeba je lehkým poklepáním odstranit.

5.4. Temperování

Pro temperování je třeba použít správnou temperační kapalinu, vhodné jsou např.:

Teplotní rozsah (°C)	Temperační kapalina	Doporučený materiál hadic
-60 ... +10	Etanol	Perbunan izolovaný skleněnou vatou
+1 ... +95	destilovaná voda	Perbunan
+20 ... +150	silikonový olej	Perbunan

Poznámka: poněvadž je viskozita velmi silně závislá na teplotě, je při požadavku přesných měření nutné zajistit přesnou regulaci teploty měření. Také vytvoření tlaku v plášti může vést k chybám v měření, neboť se může změnit průměr vnitřku pádové trubice.

5.5 Osvětlení viskozimetru

Přístroj by měl být postaven před bíle osvětlené pozadí. Čím je vzorek tmavší a méně průhledný, tím je větší pravděpodobnost vzniku značné chyby měření.

Znovu je třeba zkontrolovat vodorovnou polohu pomocí vestavěné vodováhy.

5.6 Stanovení pádového času

Čas je nutné měřit pomocí přesných stopek, nejlépe s dělením 1/1000 s. Přístroj je tak citlivý, že i změna teploty o několik málo setin K je měřitelná v pádovém čase.

Poznámka: Pokud by po uzavření pádové trubice nastala značná změna teploty na teplotu měření, mohl by i tento fakt vést ke změně tlaku v přístroji, potažmo ke změně průměru trubice a výsledku měření. Je tedy lepší horní uzavírací kapsli zatěsnit až po dosažení temperační teploty.

Pro lepší viditelnost koule na spodní rýse může být vhodné podržet za trubicí proužek černého kartonu. Je možné i měření neprůhledných kapalin, pak je dobré vyzkoušet sledování kuličky šikmo zezadu přístroje.

Potřeby pro
Laboratoře Praha spol. s r.o.
 Pátekova 116, 147 00 Praha 4, Podolí tel. 466 798 230
 IČO: 270 97 528, DIČ: CZ27097528
 Bankovní spojení: 86107369/0800
 Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108
 Mobil: +420 603 236 683, +420 603 831 880
 www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com

info.cz@thermofisher.com

6. Výpočet viskozity z pádového času

Používá se vzorec

$$\eta = t \cdot (\rho_1 - \rho_2) \cdot K,$$

kde

η	dynamická viskozita v mPas
t	pádový čas kuličky
ρ_1	hustota koule v g/cm ³
ρ_2	hustota kapaliny při temperační teplotě, v g/cm ³
K	konstanta mPas.cm ³ /g

Hodnoty ρ_1 a K jsou pro každou kuličku udány v kalibračním protokolu.

Poznámka: Hustotu kapaliny je nutno určit tím přesněji, čím méně se liší od hustoty koule. Pro skleněné koule se doporučuje hustotu stanovit na 3 desetinná místa, pro kovové koule (s hustotou 8,1 g/cm³) postačí dvě místa.

7. Tokové anomálie

U neneutonských kapalin se vyskytují tokové anomálie různého druhu, a často vzájemně kombinované. Ve viskozimetru KF 3.2 lze vysledovat dvě nejdůležitější z nich:

7.1. Strukturní viskozita (dilatance)

Strukturně viskozí kapaliny nemají konstantní závislost tečného napětí v kapalině na stříhové rychlosti pohybu. Prakticky se to při měření s KF 3.2 projeví tím, že viskozita změřená různými koulemi má různou hodnotu. Pomocí jednoduchého viskozimetru typu KF 3.2 není možné stanovit tokové vlastnosti neneutonských látek kvantitativním způsobem, avšak tím, že pokus je standardizován, výsledky jsou reprodukovatelné a vzájemně porovnatelné.

7.2. Thixotropie (rheopexie)

Thixotropie patří mezi časově závislé tokové anomálie. Jedná se o jev reverzibilní a čistě mechanický, na rozdíl od jevů ireverzibilních, jakými je např. rozbití struktury či časově závislá chemická přeměna. Přístroje typu KF 3.2 nejsou vhodné pro přesné měření thixotropních látek, poněvadž nelze zaručit plnou reprodukovatelnost výsledků – nicméně míru thixotropičnosti lze tímto přístrojem stanovit dosti přesně. Obecné doporučení říká, že po naplnění přístroje je třeba počkat dostatečně dlouhou dobu, aby se rekonstruovala struktura látky. První a nejdelší pádový čas udává „gelovou“ viskozitu. Potom se opakují měření v rychlém sledu za sebou, dokud naměřené časy nejsou konstantní. Z těchto nejkratších časů

se spočítá „solová“ viskozita. Jejich rozdíl je mírou thixotropie ve vzorku. Opačný vliv má rheopexie, kdy se opakovanými pokusy pádový čas prodlužuje. V praxi se vyskytuje velmi zřídka.

9. Kalibrace viskozimetru

Po výměně, opravě či jakékoliv větší manipulaci s pádovou trubicí je třeba provést překalibrování přístroje. Provádí se pomocí kalibrační kapaliny, která se dodává v následujícím sortimentu: 2, 4, 10, 20, 30, 60, 115, 250, 700, 1000, 3000, 5000, 10000, 15000 a 50000 mPas.

Kapaliny se dodávají v balení po 50 ml, s udanou přesnou viskozitou při referenční teplotě 20°C. Za příplatek se ke kapalině dodává kalibrační certifikát výrobce.

Pro kalibraci přístroje s koulemi 1 až 5 jsou doporučeny následující kapaliny:

Číslo koule	1	2	3	4	5
Označení kapaliny	4	20	115	1000	3000

Teplotu je třeba udržovat co nejpřesněji (pokud možno s tolerancí lepší než $\pm 0,01$ K).

Konstanta se pak z pádového času vypočítá dle vztahu uvedeného v kapitole 6.

Složitější je výpočet pouze u koule číslo 6, kde hraje nezanedbatelnou roli změna průměru.

Konstanta se spočítá ze vztahu

$$K_6 = 1,4057(D-d_6)(0,750412 + 1,82637 d_6/D) ,$$

kde

D je průměr pádové trubice

d₆ průměr koule

K₆ konstanta koule 6

hodnoty D a d₆ jsou geometrické vlastnosti trubice resp. koule a lze je najít v dodacím protokolu výrobce.

Potřeby pro
Laboratoře Praha spol. s r.o.

Podolská 116, 147 00 Praha 4, Podolí
IČO: 270 97 528, DIČ: CZ227097528
Bankovní spojení: 86107369/0800
Tel.: +420-241 430 105, Fax: +420-241 430 108
Mobil: +420 603 236 683, +420 603 831 880
www.laboprag.com, E-mail: info@laboprag.com

Fisher Scientific s.r.o.

tel. 466 798 230

info.cz@thermofisher.com