

Wiskozymetryczne materiały odniesienia i wzorcowanie kubków wypływowych

Patrycja Ruśkowska

Główny Urząd Miar – Zakład Fizykochemii

Wybór metody pomiaru lepkości oraz odpowiedniego typu przyrządu pomiarowego zależy od właściwości fizykochemicznych badanej cieczy oraz od warunków pomiarowych. Lepkość cieczy o specyficznym składzie chemicznym, takich jak farby i lakiery, jest często oznaczana za pomocą wiskozymetrów kapilarnych zwanych kubkami wypływowymi. W niniejszym artykule zdefiniowano pojęcie lepkości dynamicznej i lepkości kinematycznej cieczy oraz omówiono kapilarne wiskozymetry wypływowe. Przedstawiono metodę wzorcowania wiskozymetrycznych materiałów odniesienia wytwarzanych i stosowanych w Zakładzie Fizykochemii Głównego Urzędu Miar oraz omówiono metodę wzorcowania kubków wypływowych z dnem stożkowym.

Słowa kluczowe: pomiar lepkości; kubki wypływowe; wzorce wiskozymetryczne; czas wypływu.

Calibration of flow cups

In the field of viscometry, the choice of an appropriate measurement method and a type of the measuring instrument depends largely on physicochemical properties of the liquid and on measurement conditions. Viscosity of liquids of specific chemical composition, such as paints and varnish materials, is often measured with the use of capillary viscometers called flow cups. In this article, I define dynamic viscosity and kinematic viscosity and describe a few types of the outflow capillary viscometers. I give the method of calibration of viscosity reference materials produced and used in the Department of Physical Chemistry of the Central Office of Measures (GUM) and discuss the method of calibration of flow cups with cone-shaped bottoms.

Key words: viscosity measurement; flow cups; viscometric standards; flow time.

1. Wstęp

Lepkość jest to makroskopowa właściwość fizyczna płynów charakteryzująca wewnętrzne tarcie, jakie powstaje pomiędzy sąsiadującymi warstwami płynu, poruszającymi się z różnymi prędkościami. Pojęcie to stosuje się także do materiałów plastycznych i jest podstawowym parametrem występującym w reologii czyli nauce o płynięciu (z greckiego: *rheos* znaczy płynąć), obejmującej badanie odkształceń ciał rzeczywistych pod wpływem naprężeń zewnętrznych. Niniejsza praca przedstawia tematykę związaną z badaniem lepkości cieczy.

W wyniku wewnętrznego tarcia między warstwami cieczy płynącymi z różnymi prędkościami, następuje przekaz pędu i energii między sąsiednimi warstwami. Zjawisko to rozważał Newton i w roku 1687 podał teoretyczny opis lepkości z makroskopowego punktu widzenia, który został później potwierdzony na gruncie teorii cząsteczkowej i do dziś stosuje się w przypadku przepływów laminarnych. W modelu Newtona, lepkość cieczy określa współczynnik lepkości η , zwany też lepkością dynamiczną, który wyraża stosunek naprężeń ścinających, τ , w warstwie płynu, do prędkości ścinania $\dot{\gamma} = dw/dy$, czyli gradientu prędkości przepływu, w , sąsiadujących warstw cieczy, w kierunku normalnym do powierzchni styku obu warstw, a tym samym prostopadle do kierunku przepływu cieczy

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\tau}{dw/dy}, \quad (1)$$

natomiast stosunek lepkości dynamicznej η do gęstości badanego płynu ρ określany jest jako lepkość kinematyczna lub lepkość kinetyczna, ν

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}. \quad (2)$$

W układzie SI jednostką lepkości dynamicznej η jest paskalosekunda, Pa · s, zaś lepkość kinematyczna ν mierzona jest w m² s⁻¹ [1] lub w mm²/s (1 mm²/s = 10⁻⁶ m² s⁻¹).

Cechą charakterystyczną teorii Newtona jest założenie prostej proporcjonalności naprężenia ścinającego τ do prędkości ścinania $\dot{\gamma}$ (innymi słowy, lepkość płynu jest jego cechą fizyczną, niezależną od $\dot{\gamma}$). Założenie to implikuje laminarny przepływ cieczy, ponieważ przy przepływie turbulentnym nie jest ono spełnione. Płyny spełniające założenie newtonowskiej teorii lepkości zwane są płynami newtonowskimi. Wiele ważnych płynów, takich jak woda, powietrze, rozpuszczalniki organiczne oraz roztwory substancji organicznych i nieorganicznych, bardzo dobrze spełnia powyższy warunek i można przyjąć, że są płynami newtonowskimi.

Na poziomie mikroskopowym, źródłem lepkości cieczy są oddziaływania międzycząsteczkowe. Cząsteczki mogą pokonywać oddziaływania z sąsiednimi molekułami dzięki energii ruchów termicznych, która jest rzędu $k_B T$, gdzie k_B oznacza stałą Boltzmanna, a T temperaturę w skali bezwzględnej. Zależność pomiędzy temperaturą a lepkością cieczy opisuje równanie Arrheniusa-Guzmana

$$\eta = C \cdot \exp(E/RT), \quad (3)$$

gdzie C jest stałą charakterystyczną dla danej cieczy, E oznacza molową energię aktywacji przepływu lepkiego, $R = k_B \cdot N_A$ symbolizuje stałą gazową, zaś N_A oznacza stałą Avogadro. Ponieważ lepkość cieczy zależy bardzo silnie (wykładniczo) od temperatury, pomiar lepkości cieczy, a zwłaszcza wzorcowanie wiskozymetrów kapilarnych, wymaga bardzo dokładnej kontroli temperatury całego układu pomiarowego.

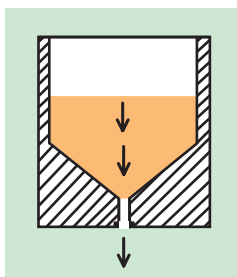
2. Przyrządy do pomiaru lepkości

Współcześnie stosowane przyrządy do pomiaru lepkości różnią się fizyczną zasadą działania oraz rozwiązaniami konstrukcyjnymi. Powszechnie znane są szklane kapilarne wiskozymetry przepływowe typu Ubbelohde, Ostwalda, Cannon-Fenske i Pinkevitcha oraz wiskozymetry z opadającym ciałem (np. aparat Höpplera), a także wiskozymetry tłokowe, wibracyjne, reometry oraz kubki wypływowe. Te ostatnie wyróżniają się prostotą konstrukcji, łatwością obsługi, szybkością pomiaru i dość dużym zakresem lepkości kinematycznej, w którym można je stosować. W tym rozdziale omówione zostaną wybrane typy wiskozymetrów wypływowych stosowanych w laboratoriach analitycznych i w przemyśle.

2.1 Wiskozymetry wypływowe grawitacyjne

Grawitacyjne wiskozymetry wypływowe są to takie wiskozymetry kapilarne, w których przyczyną wypływu cieczy przez kapilarę jest ciśnienie hydrostatyczne wypływającej

cieczy, albo innymi słowy – siła ciężkości badanej cieczy. Ważnym przykładem przyrządów tego typu są kubki wypływowe, których cechą charakterystyczną jest bardzo krótka kapilara, często w formie otworu znajdującego się w dnie zbiornika. Schemat przykładowego kubka wypływowego pokazany jest na rys. 1.



Rys. 1. Schemat kubka wypływowego.

Zbiorniki kubków wypływowych wykonane są zazwyczaj ze stali nierdzewnej, aluminium eloksalowego (anodyzowanego) lub innego materiału odpornego na korozję i nie zmieniającego właściwości pod wpływem badanych substancji. Kapilary wykonane są ze stali nierdzewnej, brązu lub mosiądzu. Ze względu na różnice w budowie, polegające głównie na różnej geometrii dna i średnicy otworu kapilarnego, wyróżniamy kilka typów kubków wypływowych.

W praktyce pomiarowej często stosowane są tzw. kubki Forda, inne typy kubków z dnem stożkowym oraz kubki z dnem płaskim. Przykłady kubków wypływowych wzorcowanych w Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej pokazano na rys. 2.



Rys. 2. (a) Kubek wypływowy z dnem stożkowym; (b) kubek Forda z wymiennymi dyszami; (c) kubek wypływowy Forda w statywie.

Wiskozymetr Forda (rys. 2b i 2c) konstrukcyjnie przypomina kubek z dnem stożkowym (rys. 2a), ponieważ jego zbiornik również ma kształt cylindra połączony ze stożkiem ściętym. Oba typy kubków mogą mieć różne pojemności zbiornika, kąty rozwarcia stożka oraz średnice otworów wypływowych, które w przypadku kubków z dnem stożkowym mogą zawierać się w przedziale $(2 \div 6)$ mm [2]. Tak szeroki przedział zmienności parametrów kubków pomiarowych umożliwia badanie cieczy w dość dużym zakresie lepkości kinematycznej. Dobór wiskozymetru o odpowiednich parametrach geometrycznych wiąże się z utrzymaniem czasu wypływu cieczy z kubka pomiarowego w określonych granicach, które podają

normy [2] pkt 7.2.1, [3] pkt 11.2 oraz [4] pkt 2.2.3 i 2.3.3. Poza kubkami z dnem stożkowym, często stosuje się również kubki cylindryczne z dnem płaskim.

Innym typem wiskozymetrów działających na zasadzie pomiaru czasu wypływu cieczy pod wpływem siły grawitacji są tzw. kubki zanurzeniowe, np. kubek typu Zahn, pokazany na rys. 3, oraz kubki Frikmar i Shell. Wiskozymetry tego typu umożliwiają przeprowadzanie szybkich pomiarów lepkości cieczy zarówno w laboratorium, jak i w warunkach przemysłowych, gdzie czas wypływu mierzony jest natychmiast po wynurzeniu kubka z kadzi produkcyjnej.

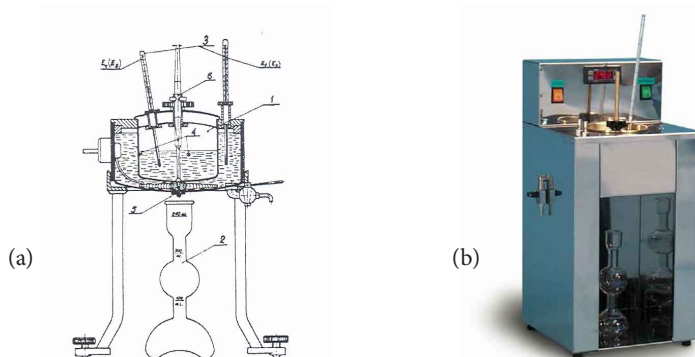


Rys. 3. Kubek zanurzeniowy typu Zahn.

Kubki wypływowe są powszechnie stosowane do pomiaru lepkości w przemyśle, również wówczas, gdy właściwości badanego płynu odbiegają istotnie od założeń doskonałego płynu newtonowskiego. Wiskozymetry te stosuje się m.in. do badania ciekłych farb i lakierów poliakrylowych, poliuretanowych i nitrocelulozowych, które są bardzo ważne w handlu i przemyśle, ze względu na zdolność tworzenia trwałych powłok ochronnych na powierzchniach metalowych, drewnianych i tynku. Można je też stosować do badania lepkości lakierów dyspersyjnych w przemyśle poligraficznym.

2.2 Wiskozymetr Englera

Zasada działania wiskozymetru Englera jest podobna do zasady działania wyżej wymienionych wiskozymetrów wypływowych, a mianowicie lepkość wyznaczana jest na podstawie czasu wypływu określonej ilości płynu przez skalibrowany otwór. Różnica polega na



Rys. 4. Wiskozymetr Englera: (a) schemat budowy; (b) jednojęzyczny aparat cyfrowy z łożyskiem wodnym wyposażony w precyzyjny termoregulatorem.

tym, iż wpływ cieczy z naczynia pomiarowego przez kapilarę następuje wskutek przyłożenia z zewnątrz znanej różnicy ciśnień, a nie wskutek działania ciśnienia hydrostatycznego wypływającej cieczy. Zastosowanie wiskozymetru Englera do badania lepkości olejów, smarów, żywic, wosków i emulsji asfalt-woda [5] może stanowić praktyczną alternatywę dla skomplikowanych, a zarazem kosztownych wiskozymetrów rotacyjnych. Rysunek 4 ilustruje schemat budowy wiskozymetru Englera oraz współczesny cyfrowy aparat tego typu.

3. Ciekłe wzorce wiskozymetryczne

W Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej Zakładu Fizykochemii GUM wytwarzane są ciekłe wzorce wiskozymetryczne [6] o właściwościach zbliżonych do doskonałych cieczy newtonowskich. Wzorce te, pokazane na rys. 5, reprezentują bardzo szeroki zakres zmienności lepkości kinematycznej i są wykorzystywane do wzorcowania wiskozymetrów różnych typów, w tym również kubków wypływowych.

Oleje mineralne (OM)		Oleje syntetyczne polibuteny (PB)	
OM-2	OM-140	PB-3	PB-30
OM-5	OM-250	PB-5	PB-40
OM-13	OM-650	PB-10	PB-60
OM-15	OM-800	PB-20	PB-150
OM-20	OM-1400	PB-25	
OM-50	OM-2000		
OM-80			

zakres lepkości, ν : (2 - 2000) mm²/s ν : (3000 - 150 000) mm²/s

Rys. 5. Zestaw wzorców wiskozymetrycznych wytwarzanych i stosowanych w GUM.

Pod względem chemicznym, wzorce lepkości są to oleje mineralne pochodzenia naturalnego, składające się głównie z mieszanin aromatycznych i heteroaromatycznych układów wielopierścieniowych, otrzymywanych w wyniku frakcjonowanego oczyszczania ropy naftowej, oraz polibutyleny i poliizobutyleny otrzymywane syntetycznie na drodze polimeryzacji lub kopolimeryzacji α -olefin. Ze względu na dość dużą odporność chemiczną oraz niską higroskopijność związków wchodzących w skład wzorców lepkości, stabilność ich właściwości fizykochemicznych jest wysoka, a okres trwałości wzorców wiskozymetrycznych wynosi co najmniej kilka miesięcy.

Zgodnie z zaleceniami ISO [7] i IUPAC [8], wzorcem podstawowym w dziedzinie metrologii lepkości jest dwukrotnie przedestylowana woda, dla której lepkość kinematyczna w temperaturze 20 °C wynosi $\nu = 1,0034$ mm²/s, a lepkość dynamiczna $\eta = 1,0016$ mPa · s. Aby zapewnić spójność pomiarową, wzorcowanie innych cieczy wiskozymetrycznych rozpoczyna się od wywzorcowania wodą kompletu szklanych wzorcowych wiskozymetrów kapilarnych Master typu Ubbelohde w stałej temperaturze (20 ± 0,01) °C [9, 10]. Wzorcowanie polega na pomiarze średniego czasu przepływu wody, t_{sr} , od kresy górnej do kresy dolnej zbiorników pomiarowych kompletu wiskozymetrów Ubbelohde, a następnie obliczeniu stałych wiskozymetrów, K , ze wzoru

$$\nu = K \cdot t_{sr} \cdot C_{KE}, \quad (4)$$

gdzie czynnik C_{KE} symbolizuje poprawkę ze względu na zmienną w trakcie pomiaru energię kinetyczną przepływającej cieczy, który odgrywa istotną rolę w przypadku cieczy o niskich lepkościach.

Przekazanie jednostki lepkości do coraz wyższych zakresów lepkości kinematycznej odbywa się metodą step-up. Polega ona na tym, że wiskozymetry typu Master, wywzorcowane wodą w pierwszym kroku procedury, wykorzystuje się do wywzorcowania oleju o lepkości kinematycznej nieco większej od wody, rzędu $\nu = 2 \text{ mm}^2/\text{s}$. Następnie olej ten używany jest do wywzorcowania pary wiskozymetrów o odpowiednio większych wartościach stałych K , tzn. przystosowanych do pomiaru lepkości cieczy o większej wartości ν . Wiskozymetry te wykorzystywane są do wywzorcowania cieczy wiskozymetrycznej o jeszcze większej lepkości. Procedurę tę powtarza się, wzorcując kolejne wiskozymetry i oznaczając lepkość cieczy wiskozymetrycznych o coraz większych wartościach lepkości kinematycznej ν , dochodząc do olejów o bardzo wysokich wartościach lepkości. W ten sposób powstaje cała seria ciekłych wzorców wiskozymetrycznych, spójnych pomiarowo z wodą jako wzorcem podstawowym, których lepkość kinematyczna obejmuje szeroki zakres wartości, od $\nu = 2 \text{ mm}^2/\text{s}$ do $\nu = 150\,000 \text{ mm}^2/\text{s}$, zaś niepewność względna wyznaczenia lepkości wzorców mieści się w granicach od 0,1 % do 0,7 % [6].

4. Wzorcowanie kubków wypływowych

Wzorcowanie kubków wypływowych polega na oznaczeniu średniego czasu wypływu określonej objętości wzorca wiskozymetrycznego przez otwór (dyszę) o ściśle określonej średnicy, w stałej temperaturze ($20,0 \pm 0,5$) °C. Określenie średniego czasu wypływu wzorca wymaga wielokrotnego pomiaru czasu wypływu w stałych warunkach środowiskowych. Z uśrednionego czasu wypływu oblicza się lepkość kinematyczną zgodnie z zaleceniami norm [2 – 4]. Wzorcowanie wymaga powtórzenia pomiarów dla trzech wzorców wiskozymetrycznych o różnych lepkościach kinematycznych. Wartości lepkości wyznaczone za pomocą kubka odnoszone są do wartości lepkości zastosowanych certyfikowanych materiałów odniesienia.

W Zakładzie Fizykochemii GUM opracowano instrukcję wzorcowania kubków wypływowych [11], uwzględniając wymagania techniczne zawarte w odpowiednich normach [2 – 4]. Procedura wzorcowania rozpoczyna się od napełnienia kubka wypływowego określoną objętością wzorca wiskozymetrycznego, przy szczelnie zamkniętym otworze wypływowym, tak aby utworzył się menisk wypukły nad górną krawędzią kubka. Poziom cieczy należy wyrównać za pomocą szklanej płytki, przesuwając ją po górnej krawędzi kubka. Wiskozymetr w trakcie pomiaru umieszczony jest w statywie (rys. 2c) i wypoziomowany. Stoper uruchamiany jest w momencie otwarcia otworu wypływowego. Wypływająca ciecz zbierana jest do naczynia szklanego klasy B o pojemności (100 ÷ 150) cm³, umieszczonego współosiowo względem dyszy kubka. Pomiar czasu swobodnego wypływu, t , prowadzony jest do momentu pierwszego przerwania się strumienia wypływającej cieczy i powtarzany dziesięciokrotnie [11], a następnie uśredniany. Rozrzut zmierzonego czasu wypływu nie może przekraczać 2 % dla czasu wypływu nie dłuższego niż 100 s lub 3 % dla czasu dłuższego niż 100 s [2].

Ponieważ, jak wspomniano wcześniej, temperatura istotnie wpływa na lepkość cieczy, wzorcowanie kubków wypływowych prowadzi się w stałej temperaturze, zwykle

(20,0 ± 0,5) °C, co wymaga klimatyzacji pomieszczenia i stałego monitorowania warunków środowiskowych. Ponieważ kubki wypływowe, w przeciwieństwie do bardziej zaawansowanych przyrządów, na ogół nie są wyposażone w urządzenie termostatujące, temperatura ciekłego wzorca wiskozymetrycznego powinna być sprawdzana zarówno przed, jak i po wykonaniu pomiaru czasu wypływu. Przed i po każdym pomiarze, kubek wypływowy powinien być dokładnie umyty i osuszony przy użyciu odpowiedniego rozpuszczalnika organicznego.

Procedura wzorcowania wiskozymetru wymaga wykonania trzech serii pomiarowych, dla trzech wzorców wiskozymetrycznych o różnych wartościach lepkości kinematycznej. Wybór odpowiednich cieczy wzorcowych zależy od średnicy otworu kapilarnego i kształtu dna kubka.

Zmierzony (średni) czas wypływu, t_{sr} , przeliczany jest na lepkość kinematyczną ν , wyrażaną w mm²/s (1 mm²/s = 10⁻⁶ m² s⁻¹), zgodnie z równaniem

$$\nu = A \cdot t_{sr} - \left(\frac{B}{t_{sr}} \right). \quad (5)$$

Wartości współczynników A i B , podane w Tabeli 1, zależą od średnicy otworu wypływowego kubka i są określone normą [2]. Zakres pomiarowy lepkości kinematycznej dla wiskozymetrów kapilarnych typu kubek wypływowy wynosi (7 ÷ 14 000) mm²/s [11].

Tabela 1. Wartości współczynników A i B w zależności od średnicy otworu wypływowego kubka z dnem stożkowym. Tolerancja średnicy otworu wynosi ±0,01 mm.

Średnica [mm]	Współczynnik A [mm ² s ⁻²]	Współczynnik B [mm ²]
3,00	0,443	200
4,00	1,37	200
5,00	3,28	200
6,00	6,90	570

Wartość lepkości kinematycznej ν_{obl} , wyznaczona z równania (5), zostaje odniesiona do lepkości kinematycznej wzorca wiskozymetrycznego, ν_{wz} , poprzez obliczenie względnego odchylenia procentowego

$$\Delta\nu = \left(\frac{\nu_{obl} - \nu_{wz}}{\nu_{wz}} \right) \cdot 100\% , \quad (6)$$

który jest miarą błędu systematycznego wzorcowanego kubka [12]. Obliczenia na podstawie równań (5) i (6) powtarzane są dla pozostałych dwu cieczy wzorcowych.

Celem wzorcowania jest zbadanie, czy wzorcowany przyrząd spełnia podane w normie wymagania metrologiczne, określające jego przydatność do przekazywania jednostki miary lepkości. Wartością graniczną $\Delta\nu$ dla kubków wypływowych jest 10 % [11]. Jeżeli wartość odchylenia $\Delta\nu$ nie przekracza 10 % dla żadnego z trzech wzorców wiskozymetrycznych, kubek wypływowy może być stosowany do pomiarów lepkości. W sytuacji, gdy wartość odchylenia przekracza 10 % tylko w jednym przypadku, należy przeprowadzić ponowne

wzorcowanie. W przypadku ponownego wykazania niezgodności przekraczającej 10 %, kubek powinien zostać zbrakowany lub, gdy istnieje taka możliwość, zalecana jest wymiana dyszy oraz powtórzenie wzorcowania.

W procedurze szacowania niepewności wzorcowania uwzględniono, zgodnie z wymaganiami zawartymi w dokumentach [13, 14], niepewność pomiaru czasu t , temperatury T , średnicy otworu kapilarnego kubka D , lepkości kinematycznej użytego wzorca ν oraz objętości wewnętrznej kubka V . Pomiar czasu przy użyciu stopera cyfrowego obarczony jest błędami związanymi z niedokładnością wskazań stopera, jego rozdzielczością oraz, w przypadku pomiaru ręcznego, czasem reakcji osoby mierzącej. Przy wyznaczaniu niepewności związanej ze zmiennością temperatury w trakcie wzorcowania, uwzględnia się także temperaturowy współczynnik lepkości, który zależy od parametrów użytego wzorca wiskozymetrycznego. Niepewność wyznaczenia średnicy otworu wypływowego związane z wartością współczynnika A , podanego w Tabeli 1. Niepewność wyznaczenia objętości wewnętrznej przyrządu wyznaczono na podstawie danych ze świadectwa ekspertyzy. W szacowaniu niepewności wzorcowania kubka wypływowego, uwzględniono także niepewność wyznaczenia lepkości użytego certyfikowanego materiału odniesienia. Równanie niepewności pomiaru lepkości za pomocą kubka wypływowego określa zależność

$$u_{\text{crel}}^2(\nu) = u_{\text{rel}}^2(t_{\text{sr}}) + u_{\text{rel}}^2(T) + u_{\text{rel}}^2(\nu_{\text{wz}}) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(D), \quad (7)$$

gdzie dla kolejnych składowych założono odpowiednie rozkłady statystyczne: dla niepewności pomiaru czasu – rozkład trapezowy, dla temperatury – rozkład prostokątny, dla lepkości wzorca wiskozymetrycznego – rozkład normalny, dla objętości wewnętrznej kubka wypływowego – rozkład prostokątny oraz dla średnicy kubka – rozkład normalny.

Świadectwo Wzorcowania podaje wartość niepewności rozszerzonej U przy poziomie ufności 95 % i współczynnika rozszerzenia $k = 2$. Wynik wzorcowania podawany w Świadectwie zawiera również wartość lepkości certyfikowanego materiału odniesienia ν_{wz} , wyznaczoną wartość lepkości ν_{obl} , oraz względne odchylenie wartości wyznaczonej od wartości wzorcowej, $\Delta\nu = (\nu_{\text{obl}} - \nu_{\text{wz}}) / \nu_{\text{wz}}$, dla trzech wzorców wiskozymetrycznych użytych w procesie wzorcowania.

5. Podsumowanie

Zakład Fizykochemii Głównego Urzędu Miar i pracownicy jego Laboratoriów przywiązują dużą wagę do współpracy z przemysłem, wychodząc naprzeciw bieżącym i przewidywanym potrzebom rynku w dziedzinie metrologii parametrów fizykochemicznych.

Pomiar lepkości cieczy ma duże znaczenie dla rozwoju przemysłu chemicznego w Polsce, a w szczególności dla sektora produkcji farb i lakierów. Uzyskanie nie tylko dużej wydajności, ale przede wszystkim wysokiej jakości produktów przemysłu chemicznego wymaga przestrzegania warunków fizykochemicznych procesów technologicznych. Lepkość stanowi ważny parametr analityczny w systemach kontroli jakości zarówno w trakcie cyklu produkcyjnego, jak i w badaniu przydatności eksploatacyjnej wyrobów wielu gałęzi przemysłu chemicznego.

Dokładność i wiarygodność pomiarów lepkości wymaga okresowego wzorcowania wiskozymetrów. W Zakładzie Fizykochemii GUM ukończono prace badawczo-rozwojo-

we w dziedzinie wiskozymetrii, których celem było zwiększenie możliwości pomiarowych GUM w tym zakresie. W Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej opracowano instrukcję wzorcowania kubków wypływowych (instrukcja IW4-M.V, [11]), które są powszechnie stosowane do pomiaru lepkości cieczy w wielkoprzemysłowej produkcji ciekłych farb i lakierów oraz w przemyśle poligraficznym do badania lepkości płynów dyspersyjnych. Nowa instrukcja wzorcowania umożliwi obecnie realizację wzorcowań kapilarnych wiskozymetrów wypływowych dla przemysłu, poszerzając tym samym zakres wysokiej dokładności wzorcowań w dziedzinie fizykochemii.

Laboratorium Gęstości, Lepkości i Analizy Spektralnej bierze aktywny udział w pracach Grupy Roboczej ds. Lepkości, działającej w ramach Komitetu Doradczego ds. Masy i Wielkości Związanych (WVG – CCM BIPM). Laboratorium z powodzeniem uczestniczy w porównaniach kluczowych organizowanych przez BIPM i EURAMET (poprzednio EUROMET) oraz w wielu innych porównaniach międzynarodowych w dziedzinie pomiarów lepkości, koordynowanych przez Amerykańskie Stowarzyszenie Badań i Materiałów (American Society for Testing Materials, ASTM) we współpracy z wiodącą w tej dziedzinie firmą Cannon Instrument Company. W ciągu ostatniej dekady, Laboratorium wzięło udział w 12 takich porównaniach, potwierdzając swą kompetencję pomiarową na najwyższym poziomie metrologicznym na forum międzynarodowym.

Literatura

- [1] Polska Norma PN-ISO 31-3. *Wielkości fizyczne i jednostki miar. Część 3: Mechanika*, październik 2000.
- [2] Norma ISO 2431. *Paints and varnishes – Determination of flow time by use of flow cups*, wyd. 4, 1993.02.15, z późniejszymi zmianami: *Technical Corrigendum 1*, 1994, oraz *Technical Corrigendum 2*, 1999.
- [3] Norma ASTM D1200-88. *Standard Test Method for Viscosity by Ford Viscosity Cup*, 1988.
- [4] Polska Norma PN-C-81701. *Oznaczanie czasu wypływu wyrobów lakierowych i farb graficznych za pomocą kubków wypływowych z dnem stożkowym i płaskim*, 1997.
- [5] Opis patentowy nr 66117. *Przyrząd do oznaczania lepkości materiałów*, 1972.
- [6] Jackowska M.: Instrukcja GUM IW2-M.V. *Instrukcja: Wzorcowanie wzorców lepkości cieczy*, 2008.
- [7] Raport Techniczny ISO/TR 3666, 1998.
- [8] Marsch K.N. IUPAC – *Recommended Reference Materials for Realization of Physico-chemical Properties, Section Viscosity*, Pure Appl. Chem. **52**, 2393 – 2404 (1980).
- [9] Norma ISO 3105. *Glass capillary kinematic viscometers. Specifications and operating instructions*, 1994.
- [10] Jackowska M.: Instrukcja GUM IW1-M.V. *Instrukcja: Wzorcowanie wzorcowych wiskozymetrów kapilarnych szklanych*, 2008.
- [11] Ruśkowska P.: Instrukcja GUM IW4-M.V. *Instrukcja: Wzorcowanie kubków wypływowych*, 2009.
- [12] Arendarski J.: *Niepewność pomiaru*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, 2003.
- [13] *Wyrażanie niepewności pomiaru. Przewodnik*. GUM 1999.
- [14] Dokument EA-4/02. *Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu*, rozdz. 7, poz. 5, 1999.