

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.<sup>7</sup>

G01N 11/00

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01117757.8

[43] 公开日 2001 年 12 月 26 日

[11] 公开号 CN 1328253A

[22] 申请日 2001.5.10 [21] 申请号 01117757.8  
[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所  
地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号  
[72] 发明人 程镛时 薄淑琴 秦 汶 蔡佳利

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司  
代理人 曹桂珍

权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 一种毛细管粘度计的制备方法

[57] 摘要

本发明属于新型毛细管粘度计的制备方法。该方法是将毛细管粘度计的毛细管内表面采用涂覆法、粘合法、热胀法处理成具有憎水性毛细管内壁的粘度计,克服在无外加盐情况下,由于高分子链在玻璃或金属毛细管壁的吸附对粘度测定的干扰,从而简洁准确地测定包括聚电解质在内的聚合物水溶液和分散液的特性粘数。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

知识产权出版社出版

## 权 利 要 求 书

---

1. 一种新型毛细管粘度计的制作方法，其特征在于对毛细管内表面处理，分三种方法进行：

1). 涂覆法，在毛细管内壁上涂覆憎水性涂层-石蜡；

2). 粘合法，将憎水性的聚乙烯、聚丙烯、聚四氟乙烯、聚三氟乙烯、聚偏氟乙烯或四氟乙烯和全氟丙烯共聚物制成毛细管，用胶粘剂粘附在外毛细管的内壁上，外毛细管的内径较内毛细管的外径大 0.1-0.8mm；

3). 热胀法，将壁厚为 0.4-0.5mm 外径 1.3-1.7mm 的聚乙烯或聚偏氟乙烯热胀型毛细管拉伸至外径为 0.7-1.0mm 后，插入内径为 1.0-1.3mm 的粗毛细管中，加热后聚乙烯或聚偏氟乙烯毛细管膨胀直接压合在粗毛细管内壁；

将用粘合法、热胀法处理完毕的毛细管用耐温耐水的环氧、尼龙、聚丙烯酸、聚胺酯或有机硅橡胶直接将毛细管粘接在粘度计上或用螺帽及短螺栓连接，在螺帽及短螺栓中央各车出一孔，使刚可插入毛细管或待接部件，在距毛细管末端 2-10mm 处各打磨一深 1.0-1.5mm，宽 1-3mm 的环状沟槽，在螺栓内孔的相应位置也刻有环状沟槽，两者对齐后形成环形沟道，在沟道内灌注上述粘合法中提出的多种胶粘剂之一，固化后形成销钉，将毛细管与螺栓锁成一体，

粘度计的待接部件与螺帽作同样处理，使待接部件与螺帽锁为一体，再将相应的螺栓与螺帽旋紧；对于外管为金属管的毛细管及金属的其它部件，用红装方法直接与金属螺栓或螺帽相连接；螺栓和螺帽用不锈钢、聚四氟乙烯、聚丙烯、尼龙、聚芳醚酮、聚酰亚胺、聚甲醛、聚酯、聚砷或 ABS 树脂制作。

# 说明书

---

## 一种毛细管粘度计的制备方法

本发明属于新型毛细管粘度计的制作方法。

利用毛细管粘度计测定聚合物溶液粘度求得特性粘数是表征聚合物最常用、最方便的方法。但许多带有可电离基团的聚合物（聚电解质）水溶液粘度在常规浓度区呈现异常现象，比浓增比粘度随浓度的降低而急剧增加，称为聚电解质效应，为了克服聚电解质效应，人们通常在聚电解质溶液中加入一定量的盐用以消除这种异常现象，然后再用常规的外推方法得到在溶液中的特性粘数。这一方法迄今已经沿用了半个世纪。盐的加入不但实验手续繁杂，而且所得结果也非本征值。

本发明的目的是提供一种新型毛细管粘度计的制作方法，该方法是将毛细管粘度计的毛细管内表面采用涂覆法、粘合法、热胀法处理成具有憎水性毛细管内壁的粘度计，克服在无外加盐情况下，由于高分子链在玻璃或金属毛细管壁的吸附对粘度测定的干扰，从而简洁准确地测定包括聚电解质在内的聚合物水溶液和分散液的特性粘数。

以往认为，盐的加入，屏蔽聚电解质链内和链间带电基团间的静电排斥作用，从而消除了由于链内静电排斥作用而导致的链构象随浓

度的降低而增大,引起粘度异常现象。实际上, 前述粘度测定异常现象的原因并不是习惯上所认为的大分子链内电离基团间的排斥作用导致的结果,而是由于高分子链在玻璃毛细管壁的吸附所造成的。因此, 将毛细管粘度计的毛细管内表面处理成憎水性的。将改变已经沿用了半个世纪的用外加盐克服高分子链在玻璃或金属毛细管壁的吸附对粘度测定的干扰的常规方法。

本发明对毛细管内表面处理, 分三种方法进行:

1). 涂覆法, 在毛细管内壁上涂覆憎水性涂层-石蜡;

2). 粘合法, 将憎水性的聚乙烯、聚丙烯、聚四氟乙烯、聚三氟乙烯、聚偏氟乙烯或四氟乙烯和全氟丙烯共聚物制成毛细管, 用胶粘剂粘附在外毛细管的内壁上, 外毛细管的内径较内毛细管的外径大 0.1-0.8mm;

3). 热胀法, 将壁厚为 0.4-0.5mm 外径 1.3-1.7mm 的聚乙烯或聚偏氟乙烯热胀型毛细管拉伸至外径为 0.7-1.0mm 后, 插入内径为 1.0-1.3mm 的粗毛细管中, 加热后聚乙烯或聚偏氟乙烯毛细管膨胀直接压合在粗毛细管内壁;

将用粘合法、热胀法处理完毕的毛细管用耐温耐水的环氧、尼龙、聚丙烯酸、聚胺酯或有机硅橡胶直接将毛细管粘接在粘度计上或用螺帽及短螺栓连接, 在螺帽及短螺栓中央各车出一孔, 使刚可插入毛细管或待接部件, 在距毛细管末端 2-10mm 处各打磨一深 1.0-1.5mm,

宽 1-3mm 的环状沟槽，在螺栓内孔的相应位置也刻有环状沟槽，两者对齐后形成环形沟道，在沟道内灌注上述粘合法中提出的多种胶粘剂之一，固化后形成销钉，将毛细管与螺栓锁成一体，粘度计的待接部件与螺帽作同样处理，使待接部件与螺帽锁为一体，再将相应的螺栓与螺帽旋紧；对于外管为金属管的毛细管及金属的其它部件，可用红装方法直接与金属螺栓或螺帽相连接；螺栓和螺帽用不锈钢、聚四氟乙烯、聚丙烯、尼龙、聚芳醚酮、聚酰亚胺、聚甲醛、聚酯、聚砜、ABS 树脂制作。

本发明制作的新型毛细管粘度计，通过改变毛细管内壁的界面性质，由通常亲水性的改为憎水性的，从而改变了包括聚电解质在内的聚合物水溶液和分散液在毛细管中的流动模式，甚至可以完全消除界面吸附效应，不用外加盐即可方便地直接测定聚电解质水溶液的特性粘数。比如用聚四氟乙烯毛细管粘度计测定聚电解质-水解度为 19% 摩尔含量的部分水解聚丙烯酰胺水溶液的粘度，稀浓度区粘度曲线为一等于特性粘数的常量，克服了部分水解聚丙烯酰胺在玻璃毛细管粘度计中粘性流动产生的吸附效应。

本发明提供的实施例如下：

实施例 1：将玻璃毛细管乌氏粘度计充分洗涤并干燥后，将浓度为  $2.25 \times 10^{-4} \text{g/ml}$  的石蜡+乙醚溶液经稀释管缓缓注入粘度计内，至液面上升到毛细管以上测量球下刻线以下的位置保持半小时，

再将石蜡溶液由稀释管移出，真空抽干，使溶剂挥发留下石蜡涂层。然后仍经稀释管用乙醚洗涤悬液球，洗去悬液球中的涂层即可。在洗涤时注意乙醚洗涤液不要进入毛细管中。

实施例 2：先将内径 0.5 毫米外径 0.9 毫米的聚四氟乙烯管两端用针堵住，用环氧胶堆积在内径为 1.0 毫米的玻璃毛细管端部，然后将聚四氟乙烯毛细管插入玻璃毛细管中，拉动聚四氟乙烯毛细管，环氧胶即被带入玻璃毛细管中，待胶凝固后，截去多余的聚四氟乙烯管。

实施例 3：用聚乙烯作为毛细管，其余同 2。

实施例 4：用聚丙烯作为毛细管，其余同 2。

实施例 5：用聚三氟乙烯作为毛细管，其余同 2。

实施例 6：用聚偏氟乙烯作为毛细管，其余同 2。

实施例 7：用四氟乙烯和全氟丙烯共聚物作为毛细管，其余同 2。

实施例 8：取交联的聚乙烯毛细管，其无内应力状态下的外径为 1.5 毫米壁厚为 0.45 毫米、在其软化温度以上拉伸成外径为 0.8 毫米的细管，然后在拉伸状态下浸入冷水中，使其外形固定，截取一段，插入内径为 1.1 毫米的玻璃毛细管中。逐段加热交联聚乙烯管，使其向无应力状态方向膨胀。因外有玻璃毛细管的限制，最后紧贴于玻璃毛细管的管壁。由于交联聚乙烯管在径向膨胀的同时在毛细管方向产生收缩。截取的长度应为玻璃毛细管的 180%以上。冷却后切去毛细管

两端多余部分.

实施例 9:取交联聚乙烯毛细管,其外径为 1.3 毫米,壁厚为 0.4 毫米,拉伸到外径 0.7 毫米.取玻璃毛细管内径为 1.0 毫米.其余同实施例 8.

实施例 10:热胀法 取交联聚偏氟乙烯毛细管,其外径为 1.7 毫米,壁厚为 0.5 毫米.拉伸到 1.0 毫米.取玻璃毛细管内径为 1.3 毫米.其余同实施例 8.

实施例 11:胶粘剂连接法 以乌氏悬液式粘度计为例,将内衬有聚四氟乙烯管的毛细管下端用聚丙烯酸酯胶粘在悬液球上,待凝固后上端再用聚丙烯酸酯胶粘上测量球即可.粘接前把粘接端聚四氟乙烯毛细管的端口用针堵住,以防胶粘剂进入毛细管内,待完全凝固后再将针拔出.

实施例 12:螺旋连接法 以乌氏悬液式粘度计为例,取外径为 8mm 的玻璃毛细管,在距毛细管两端 5mm 处打磨出深为 1mm、宽为 2mm 的环形沟槽.按实施例 8 的方法,用热胀型交联聚乙烯毛细管胀合在玻璃毛细管内壁上.聚四氟乙烯材料制作的长 15mm 的短螺栓中央开孔,内径与玻璃毛细管的外径相配合;在离螺栓端部 5mm 的内壁上车出一深宽均为 2mm 的环形槽,与玻璃毛细管上的槽相配合,形成环形沟道;另在螺栓上铣出两个注料口,使与环形沟道相通;经一个注料口向环形沟道内充入环氧胶,固化后形成环状销钉使聚四氟乙烯螺栓与玻



璃毛细管形成一体,待连接的测量球也用类似方法固定在一聚四氟乙烯螺帽上,螺帽长 15mm,毛细管与测量球之间加一聚四氟乙烯的垫片后旋紧螺栓与螺帽即可.毛细管下端与悬液球上端连接也是照此方法办理。

实施例 13:金属毛细管螺旋连接 取内径为 0.8、1.0、1.2mm 的不锈钢毛细管一段,在其两端红装上长 10、15、20mm 的内径比不锈钢毛细管外径小 0.05-0.1-0.2mm 的不锈钢粗管,在不锈钢粗管接近管端的一半车出丝扣,另一半铣成六方形,毛细管两端车平。按实施例 8 方法热胀入交联聚乙烯的热胀管,在毛细管的两端加上聚四氟乙烯垫片后,直接与实施例 8 中的其它部件拧紧即可。