

## 20. gyakorlat

**POLIMER OLDATOK ÉS GÉLEK VISZKOZITÁSÁNAK  
MEGHATÁROZÁSA KAPILLÁRIS VISZKOZIMÉTERREL  
ÉS ROTÁCIÓS VISZKOZIMETRIÁVAL**

**4.1. Elméleti bevezető****4.1.1. Makromolekulás oldatok, ill. gélek tulajdonságai**

A makromolekulák kis molekulákból (un. monomerekből) kovalens kötéssel felépülő óriás molekulák, a molekulatömegük ( $M$ ) általában nagyobb, mint 10000 g/mol. Eredetük szerint lehetnek természetes és mesterséges (szintetikus) anyagok; kémiai szerkezetük rendkívül változatos, így tulajdonságaik is nagy variabilitást mutatnak. Csak a lineáris láncú makromolekulák oldódnak alkalmas oldószerben, de a molekulatömeg növekedésével az oldékonyságuk csökken. Az oldódás sebessége igen lassú, a szilárd szemcsékbe hatoló oldószer molekulák szolvatálják (vízben hidratálják) a láncokat, a szemcsék térfogata nő, duzzadnak, majd a duzzadás korlátlanul válik, a szolvatált láncok kiszabadulnak és az egyedi gombolyagok az oldatba kerülnek; a térhálós szerkezetű anyagok duzzadása korlátozott (a térhálót összetartó kovalens kötések miatt).

A hidrogélek alaktartó makromolekulás rendszerek, amelyek vízben duzzadó hidrophil anyagok, gyakran kiszáritott gélek, un. xerogélek vízben való duzzadásával keletkeznek. Szerkezetüket tekintve lehetnek:

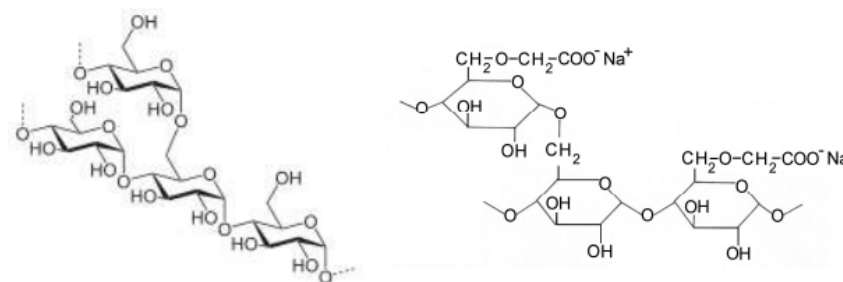
- kémiai térhálók (kovalens vagy ionos kötésekkel felépített) (pl. keratin, kitin, keményítő, cellulóz, amilopektin) vagy
- fizikai térhálók (másodlagos kötésekkel összetartott) (pl. zselatin, xantán gumi).

A hidrogélek nagy gyakorlati jelentőséggel bírnak a gyógyszer formulálásban, a kozmetikai és élelmiszeriparban; a természetes eredetű géleképzők közül a kitozánt, a hialuronsavat és a cellulóz származékokat (pl. karboximetil-, hidroxietil- cellulóz) igen széles körben alkalmazzák.

Xerogél darabkákat vízbe helyezve vagy páradús körülmények között tárolva idővel nagy, a száraz minta tömegét többszörösen meghaladó mennyiségű folyadékot képes felvenni.

Eközben térfogata nő, szilárdsága, rugalmassága jelentős mértékben megváltozik, de alakja közel változatlan marad. Ezt a jelenséget nevezzük duzzadásnak. Duzzadás során a gélvázat alkotó molekulákat a víz hidratálja, a funkciós csoportjaik disszociálnak, a keletkező töltések között taszító erők lépnek fel. A duzzadást a térfogatváltozáson kívül kalorimetriáson mérhető hőfelszabadulás és igen jelentős többletnyomás fellépése is kíséri. A duzzadás és az életjelenségek kapcsolata közismert mind az egészséges növényi és állati szervezetek fejlődése és változásai, mind pedig bizonyos kóros elváltozások (ödémák, nefritis, stb.) kapcsán.

A CMA karboximetil ( $-\text{CH}_2-\text{COO}^-\text{Na}^+$ ) amilopektin (**1. ábra**) egy elágazó láncú poliszacharid, a keményítő kémiai módosításával előállított gélképző anyag. A keményítő különféle növényekben keletkezik, különböző szerkezetű glükóz molekulákból épül fel, melynek összegképlete  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$ . Az építő alapelemek száma 10 és 500 ezer között változik. A keményítő két főkomponenst tartalmaz, az amilózt és az amilopektint, melyek aránya a különböző növényekben eltérő lehet.



**1. ábra.** Egy elágazó láncú poliszacharid (bal oldal) és a karboxi-metil-amilopektin (jobb oldal) molekula szerkezetének részlete

A keményítő jellemző tulajdonságai közé tartozik, hogy hideg vízben oldhatatlan, forró vízben gyorsan duzzad és koloid oldatot képez, amely lehűtve gélle dermed: "csirízt" alkot. A keményítőoldatok, ill. gélek képződését és tulajdonságait oxidációval, hidrolízissel éter-, ill. észter-származékok előállításával lényeges mértékben befolyásolható. A módosított keményítőszármazékok között található legismertebbek a karboxi-metil-

keményítő- féleségek. A CMA egy tipikus anionos polielektrolit, relatív molekulatömege a százezret is elérheti. Vízben gyorsan duzzad és már viszonylag kis koncentráció esetén gél képez. Hátránya viszont, hogy érzékeny az elektrolitok és különösen a többértékű kationok jelenlétére. Géljeiben több mikroorganizmus gyorsan szaporodik, illetve szaporítható, ezért tartósítani kell, melyre elsősorban a NIPAGIN (metil-p-hidroxibenzoát) alkoholos oldatát használják. Ennek ellenére nagyon sok iparágban (pl. élelmiszer-, gyógyszer-, kozmetikai- és textiliparban) elterjedten alkalmazzák.

A polimerek egy sor jellemző fizikai-kémiai sajátosságait oldatban szokták vizsgálni. Polimer oldatok fizikai-kémiai tulajdonságai sok esetben jelentősen eltérnek a kis molekulájú vegyületeknél tapasztaltaktól. Lényeges eltérés, hogy molekulatömegük nem adható meg egyetlen számmal még monodiszperz minta esetén sem, ennél is csak egy szűk méret intervallum jellemző a molekulatömeg- eloszlásra. Szélesebb eloszlással bíró polidiszperz minták átlagos molekulatömeg értékei különbözőek és a meghatározási módszertől függenek. A polimer oldatok gyakran mért, jellemző tulajdonságai:

- ozmózis nyomás (membrán egyensúly)
- fényszórás (statikus és dinamikus módszerek)
- ülepedés centrifugális erőterben (ultracentrifugálás)
- viszkozitás (híg oldatok esetében kapilláris- és polimer gélek esetében rotációs viszkozimetria)

Ezek a fontosabb mérhető tulajdonságok egyben molekulatömeg meghatározási lehetőségek, amelyek különféle átlag molekulatömegeket eredményeznek. Például az ozmózisnyomás koncentráció függéséből a szám szerint, a fényszórásból és az ülepedési sebességéből a tömeg szerint súlyozott átlag molekulatömeg számolható.

A vízben oldódó/duzzadó makromolekulák hidrofil jellegűek, általában vizes rendszereiket tanulmányozzák, ill. használják. Kémiai szerkezetüktől függően lehetnek:

- nem-ionos makromolekulák, a láncban heteroatomot tartalmazó (pl. polietilénoxid  $(-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_p$ , POLYOX; polietilén-glikol, PEG) hidrofil polimerek és

- ionos makromolekulák, ill. polielektrolitok, amelyek kémiaiilag kötött disszociálható funkció csoportokat tartalmaznak, így töltéshordozóvá válhatnak.

A polielektrolitok lineáris lánc vagy térhálós szerkezetűek, a funkció csoportjaik minősége szerint pedig

- anionos vagy savas (pl.  $-\text{COO}^-$ , poliakrilsav),
- kationos vagy bázikus (pl.  $-\text{NH}_3^+$ , poliamin) és
- amfoter (pl. polipeptid lánc, fehérjék)

jellegűek lehetnek. Töltésállapotuk függ a funkció csoportjaik minőségétől, valamint a közeg pH-jától és elektrolit- tartalmától. A polielektrolitok és vizes oldataik tulajdonságait (pl. duzzadóképeségüket, oldatbeli stabilitásukat, viszkozitásukat, elektroforetikus vándorlási sebességüket) döntően a töltéshordozó jellegük befolyásolja.

A láncokhoz kovalens kötésekkel rögzített sok funkció csoport disszociációja következtében töltéshordozóvá válnak a láncok, a gombolyagokban töltések halmozódnak fel, amelyet az ellenionok, kationok felhője semlegesít, a töltésemlegesítés a gombolyag környezetében jön létre. A gombolyagok konformációja az oldat pH-jától és az oldott elektrolitok minőségétől és koncentrációjától függ. Mindezek a paraméterek a polimer oldat, ill. gél viszkozitását is jelentősen befolyásolják, ill. a polielektrolitok oldhatósága és az oldat viszkozitása jelentősen változik pH-val és az oldott sók minőségével és mennyiségével.

#### 4.1.2. Polimer oldatok viszkozitása

A polimer oldatok viszkozitása függ a hőmérséklettől, az oldószer minőségétől, valamint a polimer minőségétől, molekulatömegétől és koncentrációjától. Gömb alakú kolloid részecskéket tartalmazó oldatok relatív viszkozitása ( $\eta_{\text{rel}}$ ) kizárólag azok térfogattörtjétől ( $\varphi$ ) függ az EINSTEIN- összefüggés szerint:

$$\eta_{\text{rel}} = 2.5\varphi + 1$$

ahol a relatív viszkozitás  $\eta_{\text{rel}} = \eta/\eta_0$  megadja, hogy az oldat  $\eta$  viszkozitása hányszor nagyobb az oldószer  $\eta_0$  viszkozitásánál. A polimer  $n = v_p/v_0$  összefüggéssel definiált térfogattörtje megadható a  $v_0$  térfogatú oldatban

lévő polimer térfogatának ( $v_p$ ) ismeretében, ez utóbbi a  $v_o$  térfogatban feloldott polimer  $m$  tömegének és a gombolyag  $\rho_g$  sűrűségének ismeretében számolható:

$$\varphi = (m/\rho_g)/v_o = (m/v_o)/\rho_g = c_p/\rho_g$$

ahol  $c_p$  a polimer oldat koncentrációja (g/ml). Az utóbbi kifejezést az Einstein egyenletbe helyettesítve kapjuk az

$$\eta_{rel} = 1 + 2.5 c_p/\rho_g$$

összefüggést, amelyet átrendezve

$$(\eta_{rel} - 1)/c_p = 2.5/\rho_g = \eta_{sp}/c_p$$

bevezethető a specifikus viszkozitás ( $\eta_{sp}=(\eta-\eta_0)/\eta_0$ ). Ez utóbbi egyenlet csak végtelen híg oldatokban érvényes, ahol az áramló makromolekulás gombolyagok közötti kölcsönhatás elhanyagolható, ami csak nulla koncentrációra extrapolált határértékként érhető el. A  $\eta_{sp}/c_p$  adatokat a polimer koncentráció függvényében ábrázolva és nulla polimer koncentrációra extrapolálva megkapjuk az ún. határviszkozitást ( $[\eta]$ ):

$$\lim_{c_p \rightarrow 0} \eta_{sp}/c_p = [\eta] = 2.5/\rho_g$$

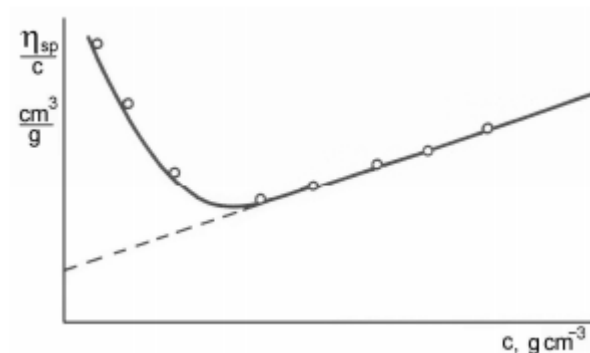
Ez az összefüggés mutatja, hogy a polimerek oldásakor tapasztalható viszkozitás növekedés fordítva arányos a  $\rho_g$  átlagos gombolyagsűrűséggel. A KUHN-féle gyököstörvény szerint

$$\rho_g = K_p M^{-1/2}$$

pedig a statisztikus gombolyag sűrűsége növekvő molekulatömeeggel ( $M$ ) csökken. Az egyenleteket összevonva molekulatömeg meghatározására használható összefüggéshez jutunk:

$$[\eta] = 2.5/K_p M^{-1/2} = K_\eta M^{1/2}$$

amely a  $\Theta$ - állapotban lévő, ideális statisztikus gombolyagot tartalmazó oldatra vonatkozó KUHN-féle viszkozitástörvényként ismert.



2. ábra. A határviszkozitás  $[\eta]$  meghatározása grafikus extrapolációval

Ha a szolvatáció a polimerlánc kigombolyodását eredményezi, a  $\rho_g$  gombolyagsűrűség csökken, ami az egyenlet  $1/2$  exponensét növeli és így helyette az oldószer jóságától, a szolvatációtól függő értékkel (a) kell számolni. A határviszkozitás tetszőleges szolvatáció esetében a KUHN-MARK-HOUWINK egyenlettel adható meg:

$$[\eta] = K_\eta M^a$$

A  $K_\eta$  a polimertől, az a kitevő pedig az oldószer-polimer kölcsönhatástól függő állandó, értéke általában  $0,5 - 0,85$  között változik. Ezen konstansok numerikus értékei nagyszámú polimer-oldószer párra megtalálhatók polimer kézikönyvekben. Néhány adatot az 1. táblázatban foglaltunk össze.

**1. táblázat.** A KUHN-MARK-HOUWINK- egyenlet állandói különféle polimeroldatokra

Polimer	Oldószer	t °C	$K_{\eta}$ (ml/g)	a
Polietilén	Xilol	75	$1,35 \cdot 10^{-2}$	0,74
Polisztirol	Toluol	30	$1,20 \cdot 10^{-2}$	0,72
PMMA	Metil-etil-ke-ton	25	$0,58 \cdot 10^{-2}$	0,72
PVA, PEG	Víz	<b>25</b>	<b><math>4,28 \cdot 10^{-2}</math></b>	<b>0,64</b>
Epoxi gyanta	Dioxán	25	$3,98 \cdot 10^{-2}$	0,61

A polimeroldatok relatív viszkozitását a legegyszerűbben az OSTWALD-féle kapilláris viszkoziméterben határozhatjuk meg a kifolyási idők mérésével. Mivel a HAGEN- POISEUILLE- törvény szerint a térfogati áramlási sebesség ( $Q=V/t$ )

$$Q = \frac{\pi \cdot R^4}{8 \cdot L \cdot \eta} \cdot \Delta p$$

a kapilláris geometriáján (R sugár, L hossz), a folyadékoszlop hidrosztatikai nyomásán ( $\Delta p \propto h \rho$ , ahol  $\rho$  a folyadék sűrűsége, h az oszlop magassága) kívül az áramló folyadék  $\eta$  viszkozitásától függ. Az oldószert és az oldatot azonos viszkoziméterben vizsgálva az átáramló térfogat, a kapilláris geometria és a folyadékoszlop magassága ugyanaz, így a viszkozitás az adott térfogat átáramlásához szükséges idő (t az oldat,  $t_0$  pedig az oldószer átfolyási ideje) és a sűrűség szorzatával arányos. Ha eltekinthetünk az oldószer és a híg oldat közötti sűrűségkülönbségtől ( $\rho = \rho_0$ ) a relatív viszkozitás felírható

$$\eta_{rel} = \eta/\eta_0 = t \rho/t_0 \rho_0 \sim t/t_0$$

a kifolyási idők hányadosaként. A híg oldat specifikus viszkozitása pedig az

$$\eta_{sp}=(\eta-\eta_0)/\eta_0 \sim (t-t_0)/t_0$$

összefüggéssel számolható. Mérve az oldószer és a különböző koncentrációjú ( $c_p$ ) oldatok  $t_0$  és t kifolyási idő értékeit, a  $\eta_{sp}/c_p$  adatok számolhatók, amelyeket a  $c_p$  függvényében ábrázolva meghatározható a  $[\eta]$  határviszkozitás (**2. ábra**).

#### 4.1.3. Rotációs viszkozimetria

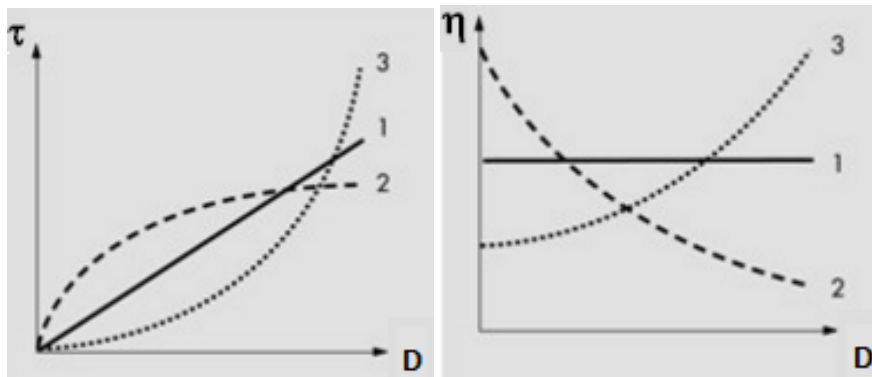
Polimeroldatok viszkozitása függ a hőmérséklettől, az oldószer minőségétől, valamint a polimer minőségétől, molekulatömegétől és koncentrációjától. A polimeroldatok, gélek, szuszpenzió, ill. egyéb kolloidális rendszerek viszkozitás- meghatározásának egyik legjobb módja a rotációs viszkozimetria.

A rotációs viszkoziméterekben két koncentrikus henger között helyezkedik el a vizsgálandó anyag. Az egyik henger rögzített, a másik pedig különböző szögsebességgel forgatható. A henger forgatása a vizsgálandó anyagot tangenciálisan deformálja, amely a deformációval szemben ellenállást fejt ki. Viszkózus (newtoni) rendszereknél (pl. kismolekulás folyadékoknál) a súrlódási ellenállás jellemezhető a súrlódási erővel. Mivel a résben lévő anyag deformációja nyírás, az ellenállás mértéke erővel, ill. az erőnek a henger felületegységére vonatkoztatott nagyságával, az ún. nyírófeszültséggel jellemezhető. Jele  $\tau$ , mértékegysége  $N/m^2$  vagy Pascal (Pa). Viszkózus rendszerekre ismeretes az alábbi összefüggés:

$$\tau = \eta D$$

ahol D a deformációsebesség gradiens ( $s^{-1}$ ),  $\eta$  pedig a belső súrlódási együttható. A newtoni folyadékoknál a nyírófeszültség ( $\tau$ ) a sebességgradiens (D) lineáris függvénye, azaz a viszkozitás ( $\eta$ ) állandó (**3. ábra** 1. számú vonal). Más anyagoknál a lineáris függés nem érvényes, a viszkozitás nem állandó. Kétféle eltérés van az ideális viselkedéstől:

- szerkezeti viszkózus, vagy nyírásra elfolyósodó (shear thinning) anyagoknál a viszkozitás csökken (2. számú vonal),
- dilatáns, vagy nyírásra szilárduló (shear thickening) rendszereknél pedig növekszik a nyírás sebességének növelésével (3. számú vonal)



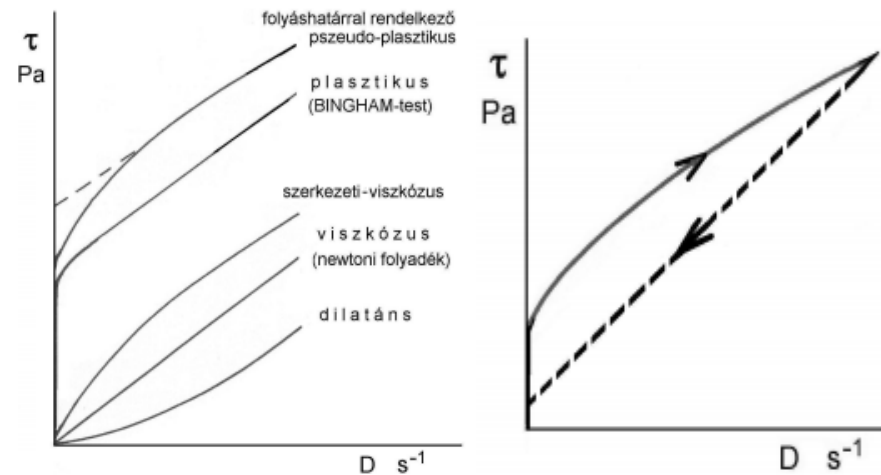
**3. ábra.** Különböző reológiai rendszerek folyás- (bal oldali ábra) és viszkozitás- (jobb oldali ábra) görbéi 1: ideálisan viszkózus (Newtoni); 2: szerkezeti viszkózus (nyírásra elfolyósodó); 3: dilatáns (nyírásra szilárduló)

Ezért ezeknek az anyagoknak a folyási tulajdonságait nem lehet egyetlen adattal, a belső súrlódási együtthatóval leírni, hanem jellemzésükhöz a  $\tau = f(D)$  (folyásgörbe) vagy az  $\eta = f(D)$  (viszkozitásgörbe) függvényeket használjuk (**3. ábra**). Ezen függvények meghatározására alkalmasak a rotációs viszkoziméterek.

Plasztikus (BINGHAM-test) és pseudo-plasztikus rendszereknél a folyásgörbék lineáris szakaszának  $D = 0$ -ra történő extrapolálásával a BINGHAM-féle folyáshatárt ( $\tau_B$ ), a meredekségből pedig a plasztikus viszkozitást ( $\eta_{pl}$ ) kapjuk (**4. ábra**):

$$\tau = \tau_B + \eta_{pl} D$$

Vannak olyan rendszerek (paszták, masszák, krémegek, gélek), amelyeknek a viszkozitása függ az alkalmazott mechanikai hatás nagyságától és a behatás idejétől. Ezt a viselkedést mérni, jellemezni lehet, ha a rendszerek relaxációs ideje ( $10 - 10^3$  s) összemérhető a mérési idővel.



**4. ábra.** Reológiai rendszerek folyásgörbéi (bal oldali ábra) és egy tixotróp rendszer folyásgörbéje (jobb oldali ábra)

Leggyakoribb időfüggő jelenségek: i) A tixotrópia, amikor állás közben hosszabb-rövidebb idő alatt felépülő, alaktartó szilárd-szerű szerkezet mechanikai behatásra (pl. nyírás) összeomlik, folyékonyvá válik; a nyírás alatt folyadékszerűen viselkedő rendszer szerkezete nyugalomban felépül, az izoterm reverzibilis szol-gél átalakulás a tixotróp hurokkal jellemezhető (**4. ábra**). ii) Ennek ellentettje az antitixotrópia vagy negatív tixotrópia. iii) A reopexia az a jelenség, amikor a szerkezet lassú keverés közben épül fel. Ezen jelenségek tanulmányozására és függvények meghatározására a rotációs viszkoziméterek alkalmasak.

A rotációs viszkoziméterben a belső henger szögsebessége különböző értékekre állítható és egyúttal meghatározható a hozzátartozó nyírófeszültség, ill. viszkozitás is. A belső henger spirálrugóval csatlakozik a forgatótengelyhez, amit szinkronmotor hajt meg. A forgatótengely fordulatszámát különböző értékekre állítható. A  $D$  sebességgradiens arányos a motor fordulatszámával, mert

$$D = du/db \sim \Delta u/\Delta b = k r \omega = 2 k \pi n,$$

ahol  $\Delta b$ : a réstávolság,  
 $\Delta u$ : a belső henger kerületi sebessége,  
 $r$ : a belső henger sugara,  
 $\omega$ : a belső henger szögsebessége,  
 $n$ : a belső henger fordulatszáma,  
 $k$ : konstans

A forgatótengely forgása a spirálrugón keresztül áttevődik a belső hengerre, ezért a belső henger rövid idő után ugyanolyan szögsebességgel forog, mint a forgató tengely. A készülék bekapcsolásakor a belső henger tehetetlensége folytán a rugó megfeszül. Ha a két henger között súrlódást okozó anyag nem lenne, a rugó feszültsége teljesen megszűnne a fordulatszám felvételekor. Súrlódó anyag jelenléte miatt azonban a rugó feszülése nem szűnik meg teljesen, ezért ilyenkor a forgató tengely és a forgatott henger egymáshoz képest bizonyos szöggel elfordulva marad az azonos szögsebesség ellenére is. A forgató tengelyhez egy potenciométer csatlakozik, melynek állító tengelye a belső hengerhez rögzített. A potenciométer ellenállása arányos a henger szögmaradásával, ezért a szögmaradást a potenciométer ellenállásának mérésével, gyakorlatilag a potenciométeren áthaladt áram erősségének mérésével határozhatjuk meg.

## 4.2. A gyakorlat célja, az elvégezendő feladat

### 4.2.1. Polimer oldatok viszkozitásának és a polimer molekulatömegének meghatározás kapilláris viszkozimetriás módszerrel

A mérés célja a kiadott polietilén-glikol (PEG) polimer oldat határviszkozitásának  $[\eta]$  meghatározása és a polimer viszkozitás szerinti molekulatömegének megadása. Ehhez a vizsgálandó polimer mintából mérjen ki egy adott (3,5-7,5 g közötti) mennyiséget az 50 ml-es mérőlombikba. A pontos értéket az oktató mondja meg, amennyiben a

gyakorlatvezető mást nem mond, akkor a kimérendő polimer mennyisége legyen 5 g.

*Eszközök:* 1 db OSTWALD-féle kapilláris viszkoziméter, 1 db stopperóra, 1 db bemérő csónak, 1 db 50 ml-es mérőlombik, 1 db 25 ml-es és 1 db 10 ml-es hasas pipetta, 5 db 50 ml-es főzőpohár.

*Anyagok:* adott molekulatömegű PEG (polietilén-glikol) polimer, ioncserélt víz

Töltse fel a lombikot desztillált vízzel jelig. FONTOS: A polimerek lassan oldódnak, kezdetben csak duzzadnak. Figyelje meg a PEG darabok duzzadását. A szilárd mintán lévő buborékokat távolítsa el lassú mozgatással. Jelre töltés előtt a lombikot ne rázogassa. A PEG oldat erősen habzik. A PEG oldódása után az adott töménységű törzsoldatból készítsen ismételt kétszeres hígítással hígítási sorozatot. 25 ml oldatot pipettázzon ki a mérőlombikból az egyik 50 ml-es főzőpohárba. (Kétjelű pipetta használatánál a jel alatt maradt oldatot tegye vissza a mérőlombikba!) A maradékot hígítsa desztillált vízzel 2-szeresre, homogenizálja és vegyen ki a hígított oldatból 25 ml-t az 50 ml-s főzőpohárba; a mérőlombikban maradt 25 ml oldatot hígítsa ismét 2-szeresre, homogenizálja és vegyen ki belőle 25 ml-t; még egyszer ismételje meg a hígítást. Mérje az elkészített oldatsorozat 10-10 ml-es mintáinak a viszkozitását Ostwald-féle kapilláris viszkoziméterben. Mérés előtt alaposan mossa át desztillált vízzel a viszkozimétert, legalább 100 ml-t szivasson át a kapillárison vízszugár-szivattyúval. A 10 ml térfogatot hasas pipettával mérje a viszkoziméterbe. Szívja fel a folyadékot a viszkoziméter gömbjének felső jele fölé, vigyázva, hogy ne menjen a műanyag csőbe. Majd hagyja szabadon áramolni a folyadékot, közben figyelje a meniszkusz süllyedését. Mérje az átfolyási időt úgy, hogy indítsa el a stoppert amikor a meniszkusz a gömb feletti jelen áthalad és állítsa meg, amikor a gömb alattin. Először határozza meg a desztillált víz két jel közötti átfolyási idejét ( $t_0$ ), majd mérje az oldatok átfolyási idejét ( $t$ ) a növekvő töménységnek megfelelő sorrendben, végül a törzsoldatét is. Az átfolyási idő mérést, a bemért 10 ml folyadék ismételt

felszívásával, háromszor kell megismételni minden mintánál, kivéve a túl hosszú (pl. 6-7 perc) átfolyási idejű mintákat (ezek ismétlésére nincs idő, így elegendő 1-2-szer mérni őket).

### A mérési eredmények kiértékelése

Számolja ki az oldatok relatív illetve specifikus viszkozitását és foglalja táblázatba az eredményeket:

PEG oldatok		átfolyási idő, s				$\eta_{rel}=t/t_0$	$\eta_{rel}-1 = \eta_{spec}$	$\eta_{spec}/c_p$
Hígítás	$c_p$ , g/ml	1.	2.	3.	átlag			
$\infty$ (víz)	0					1	0	-

Ábrázolja az  $\eta_{sp}/c_p$  értékeket a polimerkoncentráció függvényében. A kísérleti pontokra fektetett egyenes nulla polimerkoncentrációra való extrapolációjával határozza meg a határviszkozitást  $[\eta]$ . A **2. táblázatban** található konstansokat használva a Kuhn-Mark-Houwink egyenlettel számolja ki a PEG minta viszkozitás átlag molekulatömegét. Értelmezze az eredményeket!

### 4.2.2. Hidrogélek viszkozitásának meghatározása rotációs viszkoziméterrel

A mérés célja a karboximetil- cellulóz (CMC) polimer által képzett gél szerkezetképzésének és reológiai sajátosságainak vizsgálata, ill. az erre alkalmas rotációs viszkoziméter működésének elsajátítása. A gyakorlat során a feladat az, hogy egy meghatározott viszkozitás értékkel rendelkező hidrogél mintát preparáljunk a polimer koncentrációjának beállításával. Ehhez egy kiindulási 5 m/v%- os CMC gél áll rendelkezésre. Először ennek a viszkozitását határozzuk meg, majd a polimerből egy legalább öt pontból álló hígítási sort készítünk és ezeknek a rendszereknek is mérjük meg a viszkozitását. Az így kapott kalibráció birtokában állítsunk elő egy olyan mintát, melynek viszkozitása 500-40000 mPas között van. A pontos értéket a gyakorlatvezető mondja meg, mennyiben a gyakorlatvezető mást nem

mond, úgy a gél viszkozitása 5000 mPas legyen. A gyakorlat célja továbbá, hogy megállapítsuk, a kiadott vizes CMC gél milyen típusú reológiai rendszerek közé tartozik és magyarázatot adjunk reológiai viselkedésére. Ehhez a polimer gélek viszkozitásának változását mérjük egyre növekvő deformáció- sebességek alkalmazása mellett.

*Eszközök:* ST-2020L típusú rotációs viszkoziméter tartozékaival, 4 db (L1-L4) mérőfej, 1 db üveg mintatartó henger, 5 db 100 cm<sup>3</sup>-es főzőpohár, 4 db üvegbot, 1 db 10 cm<sup>3</sup>-es osztott pipetta, 1 db 1L-es spricflaska

*Anyagok:* 5%-os CMC hidrogél, ioncserélt víz

1. Először a gyakorlathoz tartozó mellékletben leírt instrukciók alapján a rotációs viszkozimétert kell üzembe helyezni.
2. Ezt követően meg kell határozni a kiindulási 5%-os CMC gél viszkozitását. Ez szintén a mellékletben leírt mérési módszer, ill. instrukciók alapján történik. A mérési eredményeket foglaljuk össze az alábbi táblázat szerint:

x% polimer koncentráció; T= °C			
fordulatszám (rpm)	tartomány (%)	mérőfej	viszkozitás (mPas)

3. Vizsgáljuk meg, hogyan viselkedik a kiadott CMC polimer gél egyre növekvő nyíróerők hatására. Ehhez növekvő fordulatszámok alkalmazása mellett mérjük a gél viszkozitását. A mérés során úgy kell megválasztani az alkalmazott nyíróerő értékeket, hogy a mért viszkozitás értékek legalább egy nagyságrenddel változzanak. Ez esetben nem kell rá törekedni, hogy a jobb felső sarokban található mérési tartomány százalékos értéke közel legyen a 100%- hoz.

4. A kiindulási 5%-os CMC gél viszkozitásának ismeretében desztillált vizes hígítással készítsünk kétszeres és négyszeres hígításokat, majd ezeknek a rendszereknek is határozzuk meg a viszkozitását az 1. pontban leírt módon.

#### A mérési eredmények kiértékelése

1. Foglaljuk össze táblázatosan a különböző koncentrációval rendelkező polimer gélek viszkozimetriás mérése során kapott eredményeit.
2. Ábrázoljuk a polimer koncentráció függvényében a mért viszkozitás értékeket és értelmezzük azok alakulását.
3. Vizsgáljuk meg, hogy a kiadott CMC polimer gél viszkozitása hogyan alakul a növekvő nyíróerők során. A viszkozitás görbe ábrázolása után adjunk magyarázatot annak lefutására.

#### Ellenőrző kérdések

1. A polimerek definíciója
2. Milyen makromolekulák képesek vízben oldódni és melyek duzzadni? Irjon egy- egy példát!
3. Mik a polielektrolitok? Csoportosítsa őket a makromolekula szerkezete és funkciók csoportjaik minősége szerint!
4. Mik a hidrogélek? Jellemezzen egy anyagot, amelyből hidrogél készíthető!
5. Magyarázza a polimeroldatok egyik olyan tulajdonságát, aminek mérésével átlagos molekulatömeg határozható meg! Miért csak az átlagos molekulatömeg értelmezhető a polimerekre?
6. Mitől függ a polimeroldatok viszkozitása és milyen a polimer oldatok viszkozitása a kis molekulájú vegyületek oldataihoz viszonyítva?
7. Hogyan határozható meg a határviszkozitás és milyen összefüggésben van a polimerek molekulatömegével?

8. Milyen anyagok folyási tulajdonságai jellemezhetők korrekt módon csak rotációs viszkozimetriával?

9. Mit nevezünk folyásgörbének és viszkozitásgörbének?

10. Milyen folyásgörbe típusokat ismersz?

11. Mi a nyírófeszültség? (definíció, jel, mértékegység)

12. Mik a newtoni folyadékok?

13. Milyen eltérések lehetségesek a reológiai viselkedésben a newtoni folyadékoktól?

14. Mi a tixotrópia? Rajzolja fel a tixotróp rendszerek jellemző folyásgörbéjét?

15. Mely folyásgörbe típusok lehetnek jellemzőek a koherens rendszerekre?

16. Hogyan lehet meghatározni a plasztikus viszkozitást ( $\eta_{pl}$ ) és a Bingham-féle folyáshatárt ( $\tau_B$ )?

17. Hogyan lehet befolyásolni a polimer gélek viszkozitását?