

1/12	D55 5374	رنگها خصوصیات رئولوژیک ...
------	----------	----------------------------

روش های آزمایش مواد

D55 5374

اندیس B



رنگها

خصوصیات رئولوژیک

(ویسکوزیومتر چرخشی با استوانه های هم محور)

2/12	D55 5374	رنگها خصوصیات رئولوژیک ...
------	----------	----------------------------

تألیف : 01 - 02 - 1995 OR

موضوع تغییر :

B 22 - 04 - 1997 نگارش دوباره پس از افزودن روش B

A 15 - 11 - 1996 بدون تغییر

OR 01 - 02 - 1995 تألیف استاندارد



مستندات :

اسناد PSA :

استانداردها :

سایر موارد :

اسناد خارجی :

۱- موضوع و زمینه کاربرد

این استاندارد به منظور تعیین خصوصیات رنگ ها در حالت مایع از طریق پارامترهای رئولوژیک که هنگام اندازه گیری به وسیله دستگاه ویسکوزیتر چرخشی با استوانه های هم محور به دست آمده اند می باشد .
این روش برای رنگ های نیمه نهایی و نهایی ، رقیق شده با موادی غیراز آب ، بکار می رود .
دو روش مورد استفاده قرار می گیرد .

• روش A : اندازه گیری مجموعه خواص رئولوژیک .

• روش B : اندازه گیری ویسکوزیته دینامیک با گرادیان برش معین . این روش برای رنگ هایی با ویسکوزیته

دینامیک $\leq 25 \text{ mPa.s}$ بکار می رود .

۲- روش A

۲-۱ مبنای آزمایش

به کمک یک ویسکوزیتر چرخشی با استوانه های هم محور و سرعت معین ، مراحل زیر را انجام دهید :

• منحنی جریان برای گرادیان سرعت D ما بین 0 تا 100 s^{-1} را رسم کنید . بوسیله این منحنی موارد زیر را می توان محاسبه کرد :

- میزان ویسکوزیته η_{100} بر حسب mPa.s برای گرادیان سرعت 100 s^{-1} ،

- آستانه جریان σ بر حسب mPa .

• پس از برش با گرادیان سرعت $D=30 \text{ s}^{-1}$ ، ساختار مجدد محصول را با $D=1 \text{ s}^{-1}$ ثبت کنید که از این طریق موارد زیر قابل محاسبه می شوند :

- ویسکوزیته η_1 بر حسب mPa.s برای گرادیان سرعت 1 s^{-1} ،

- سرعت اولیه ساختار مجدد V_{gel} بر حسب mPa.s/s ،

- زمان ساختار مجدد ژل t_{gel} بر حسب ثانیه ،



۲-۲ تعریف اصطلاحات

• آستانه جریان σ .

فشار حداقل برای دستیابی به آغاز جریان محصول .

• زمان ساختار مجدد ژل t_{gel} .

زمان سپری شده برای بدست آوردن ویسکوزیته ثابت بر روی منحنی ویسکوزیته $f(t)$ (به منحنی پیوست ۱ مراجعه شود .)

• سرعت اولیه ساختار مجدد V_{gel} .

سرعت اولیه برای از سرگیری ویسکوزیته محصول . این مقدار از طریق کاهش خطی بین چهارمین و نهمین نقطه بدست آمده منحنی ویسکوزیته محاسبه شده است $f(t)$ (به منحنی پیوست ۱ مراجعه شود .)

• ساختار جدید

سازماندهی دوباره تدریجی ساختار فیزیکی - شیمیایی یک محصول که پس از تحمیل فشار یا تغییر شکل ، متمایل به بازگشت به ساختار اولیه خود می باشد .

• خرابی ساختار

خرابی موقتی یا برگشت ناپذیر ساختار فیزیکی - شیمیایی یک محصول که تحت فشار یا تغییر شکل (برش و ...) قرار گرفته باشد .

۲-۳ وسایل و واکنشگرهای مورد نیاز

۲-۳-۱ ویسکوزیمتر چرخشی

HAAKE از نوع CV100/RV20 یا مشابه آن .

۲-۳-۲ سیستم اندازه گیری

ME45 و ME30 , MOONEY EWART ME 15 .

۲-۳-۳ صافی $1\mu m$ خشک کننده ، برای هوای متراکم .

5/12	D55 5374	رنگها خصوصیات رئولوژیک ...
------	----------	----------------------------

۲-۳-۴ حمام ترموستاتیک

با قابلیت تنظیم دما بین -20°C و $100^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$.

۲-۳-۵ میکرو کامپیوتر

سازگار با IBM - PC .

۲-۳-۶ سرنگ

شیشه ای ۱۰ میلی متری .

۲-۳-۷ اسپاتول (همزن)

۲-۳-۸ محلول شستشو

از نوع نفتا (100% آروماتیک) یا اتر گلیکول .

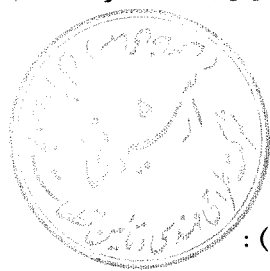
۲-۴ روش اجرا

- بنابر میزان ویسکوزیته در نظر گرفته شده برای رنگ مورد آزمایش ، یکی از سیستم های اندازه گیری (۲-۳-۲) را انتخاب کنید .
- حمام ترموستاتیک (۲-۳-۴) را از قبل در دمای $23^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ تنظیم کرده و مجموعه سیستم اندازه گیری را به مدت حدوداً ۳۰ دقیقه در این دما نگه دارید .
- به کمک اسپاتول (۲-۳-۷) نمونه رنگ را هم بزنید تا رنگدانه ها به حالت معلق باقی بمانند .
- بوسیله سرنگ (۲-۳-۶) مقدار موردنیاز رنگ (2 تا 10 ml) را بردارید .
- منحنی جریان را مطابق شرایط زیر برنامه ریزی کنید .



تعداد نقاط اکتساب	زمان (دقیقه)	گرادیان سرعت D (s^{-1})
۱۰۰	۴	از صفر تا ۱۰۰
۵۰	۲	۱۰۰
۲۵۰	۴	از ۱۰۰ تا صفر

- برش را روی همان نمونه به مدت ۵ دقیقه با $D = 30 s^{-1}$ (با ۱۰۰ نقطه اکتساب) برنامه ریزی کنید. و به دنبال آن همین عمل را به مدت ۱۵ دقیقه با $D = 1 s^{-1}$ انجام دهید (با ۳۰۰ نقطه اکتساب).



۲-۵ تشریح نتایج

- روی آخرین قسمت منحنی جریان، موارد زیر را مشخص کنید (به پیوست ۲ مراجعه شود):
- میزان ویسکوزیته η_{100} بر حسب میلی پاسکال - ثانیه (mPa.s)، ما بین $80 s^{-1}$ و $100 s^{-1}$ با کاهش نوع **BINGHAM**.

- آستانه جریان σ ، بر حسب میلی پاسکال (mPa) با کاهش نوع **CASSON** روی پنج نقطه آخر اندازه گیری (به منحنی نمونه در پیوست ۲ مراجعه شود).

- روی آخرین قسمت منحنی ساختار مجدد، موارد زیر را مشخص کنید (به پیوست ۱ مراجعه کنید):
- سرعت اولیه ساختار مجدد V_{gel} بر حسب میلی پاسکال - ثانیه بر ثانیه (mPa.s / s) که بنا بر کاهش خطی بین چهارمین و نهمین نقطه اکتساب، محاسبه می شوند.
- ویسکوزیته در $\eta_1 s^{-1}$ بر حسب میلی پاسکال - ثانیه (mPa.s) که بنابر کاهش خطی ما بین ۱۴ و ۱۵ دقیقه اکتساب، محاسبه می شود.
- زمان ساختار مجدد ژل t_{gel} بر حسب ثانیه که نقطه تقاطع دو خط کاهش می باشد. (به منحنی نمونه در پیوست ۱ مراجعه شود).

۳- روش B

۳-۱ مبنای آزمایش

محصول مورد نظر را تحت عمل تغییر شکل برشی " γ " قرار داده و فشار برش " τ " حاصله را ثبت کنید. ویسکوزیته دینامیک ظاهری $\eta_{(D)}$ از نسبت τ / γ محاسبه می شود.

۳-۲ وسایل و واکنشگرها

۳-۲-۱ ویسکوزیته چرخشی

با نیروی برش مشخص و با چاپ مستقیم در جهت ویسکوزیته دینامیک، که به طور اتوماتیک قادر به اجرای گرادیان برشی مشخص در زمان معین، باشد.

۳-۲-۲ سیستم اندازه گیری

با استوانه های هم محور که مشخصات هندسی آنها به صورت زیر است:

• شعاع دستگاه اندازه گیری $R_i = 22.5 \text{ mm}$.

• شعاع جام اندازه گیری: $R_a = 24.4 \text{ mm}$.

• زاویه مخروط اندازه گیری: $\alpha = 120^\circ$.

• طول دستگاه اندازه گیری: $L = 67.5 \text{ mm}$.

• فاصله بین لبه پایینی دستگاه اندازه گیری با کف جام $L' = 35 \text{ mm}$.

این سیستم باید مجهز به یک محفظه تنظیم دما، به همراه یک سنسور دمایی که داخل آن، قرار دارد.

۳-۲-۳ حمام ترموستاتیک

با گردش مایع که امکان تنظیم دمای محفظه سیستم اندازه گیری (۳-۲-۲) را در $23^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ فراهم می سازد.

۳-۲-۴ تراز حبابی

ترجیحا" دایره ای شکل.



۵-۲-۳ دماسنج دقیق

با دقت 0.5°C .

۶-۲-۳ روغن مبنا

با ویسکوزیته تأیید شده $\eta = 34 \text{ mPa.s}$ در دمای 25°C .

۷-۲-۳ روغن مبنا

با ویسکوزیته تأیید شده $\eta = 120 \text{ mPa.s}$ در دمای 25°C .

۸-۲-۳ روغن مبنا

با ویسکوزیته تأیید شده $\eta = 230 \text{ mPa.s}$ در دمای 25°C .

۹-۲-۳ محلول پاک کننده

سازگار با محصول مورد آزمایش.

۳-۳ روش اجرا

۱-۳-۳ کالیبراسیون ویسکوزیمتر

- بوسیله تراز جبابی (۴-۲-۳)، عمود بودن ویسکوزیمتر (۱-۲-۳) را بررسی کنید.
- بدون اعمال فشار، صفر الکتریکی ویسکوزیمتر را مطابق مشخصات سازنده دستگاه تنظیم کنید.
- حمام ترموستاتیک (۳-۲-۳) را بکار انداخته و دمای محفظه تنظیم سیستم اندازه گیری (۲-۲-۳) را بررسی کنید.
- دقت و حساسیت ویسکوزیمتر را دوبار در سال بوسیله روغن های مبنای (۶-۲-۳) و (۷-۲-۳) و (۸-۲-۳)، به صورت زیر کنترل کنید:

- سیستم اندازه گیری (۲-۲-۳) را مورد استفاده قرار دهید.

- گرادیان های برش $\gamma \text{ s}^{-1}$ 50, 100, 200, 300 را اعمال کنید.

- برای هر گرادیان برشی، ویسکوزیته η مربوطه را ثبت کنید.

توجه: در تمام موارد، اختلاف نسبت به مقدار تأیید شده باید کمتر از 1% باشد.



۳-۳-۲ آماده سازی آزمایش

- قبل از هر آزمایش ، سیستم اندازه گیری (۳-۲-۲) را بوسیله محلول پاک کننده (۳-۲-۹) ، تمیز کنید .
- حدوداً " 500 gr از محصول مورد تجزیه را به عنوان نمونه بردارید .
- محصول مورد نظر پس از یکنواخت شدن باید عاری از حباب هوا ، پوسته و هرگونه جسم خارجی معلق باشد .
- نمونه و سیستم اندازه گیری (۳-۲-۲) باید در دمای $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ قرار داشته باشند ، در غیر این صورت آنها را در این دما قرار دهید .
- نمونه را تا سطحی که سازنده دستگاه توصیه کرده ، داخل جام سیستم اندازه گیری بریزید و دقت کنید تا حباب های هوا با آن مخلوط نشوند .
- گردانه مربوطه را به آرامی داخل جام قرار دهید و دستگاه اندازه گیری را با توجه به روش استفاده آن ، ثابت کنید .
- قبل از انجام آزمایش ۵ دقیقه صبر کنید .

۳-۳-۳ آزمایش

- حساسیت دستگاه را با توجه به روش استفاده آن ، بصورت اتوماتیک یا دستی تنظیم کنید .
 - ویسکوزیتر (۳-۲-۱) را مطابق توصیه های سازنده ، بکار اندازید و آزمایش را تحت شرایط زیر انجام دهید .
- گرادیان برشی : 250 s^{-1}

- زمان : 60 S

- آزمایش را سه بار ، با سه نمونه برداری مختلف ، انجام دهید .



۳-۴ تشریح نتایج

- ویسکوزیته دینامیک یک رنگ ، بر حسب میلی پاسکال - ثانیه (mPa.s) نزدیک ترین عدد صحیح به میانگین حسابی نتایج سه اندازه گیری است .
- اختلاف بین هر یک از اندازه گیری ها و مقدار میانگین باید کمتر از 3% مقدار میانگین باشد .

۴- گزارش آزمایش

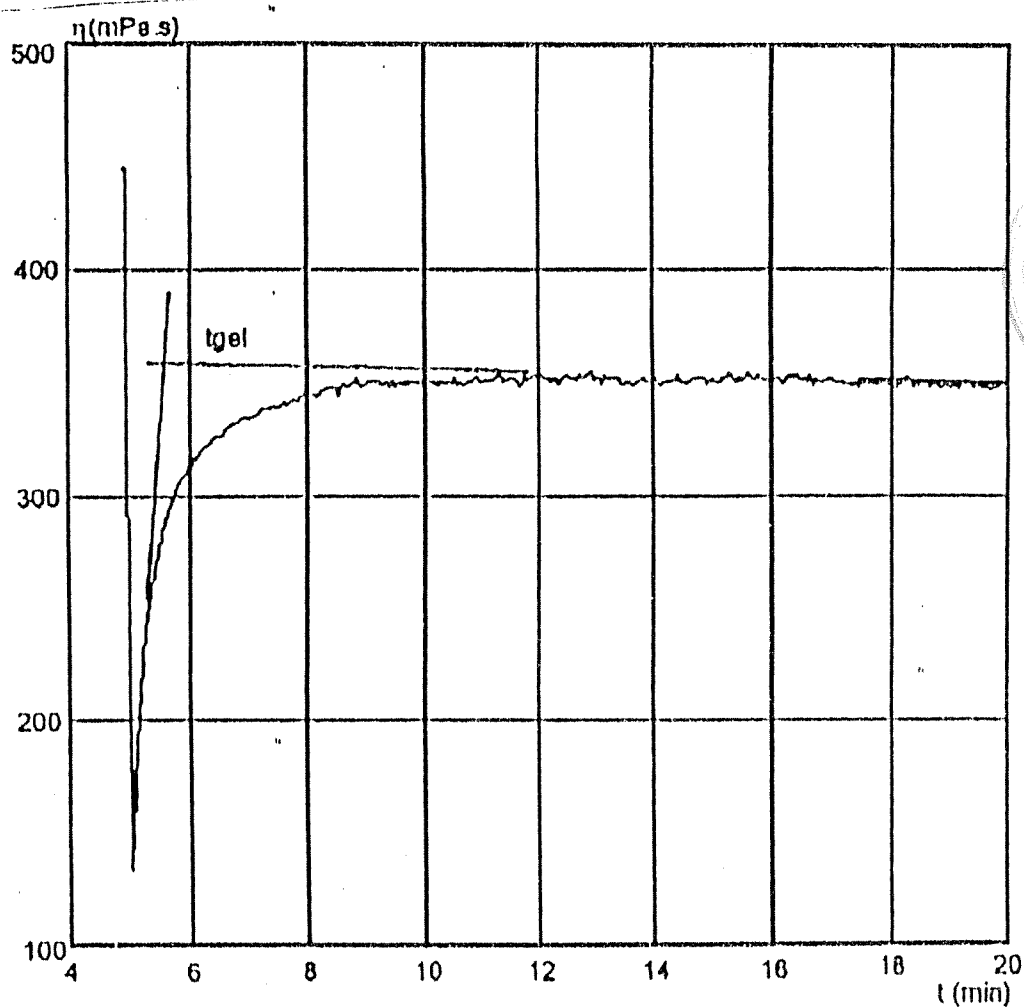
علاوه بر نتایج بدست آمده ، گزارش آزمایش باید به موارد زیر اشاره کند :

- مرجع روش حاضر ،
- مرجع محصول مورد آزمایش و نام تهیه کننده آن ،
- روش استفاده شده (A یا B) ،
- مشخصات سیستم اندازه گیری استفاده شده ،
- عملیات احتمالی که قبل از آزمایش بر روی نمونه انجام شده (روش A) ،
- دمای آزمایش (روش B) ،
- جزئیات عملی پیش بینی نشده در این روش و همچنین اتفاقات احتمالی که ممکن است روی نتایج تأثیر گذاشته باشند .



پیوست ۱

مثال برای منحنی ساختار مجدد



HAAKE

اپراتور :

ماده :

شماره تست :

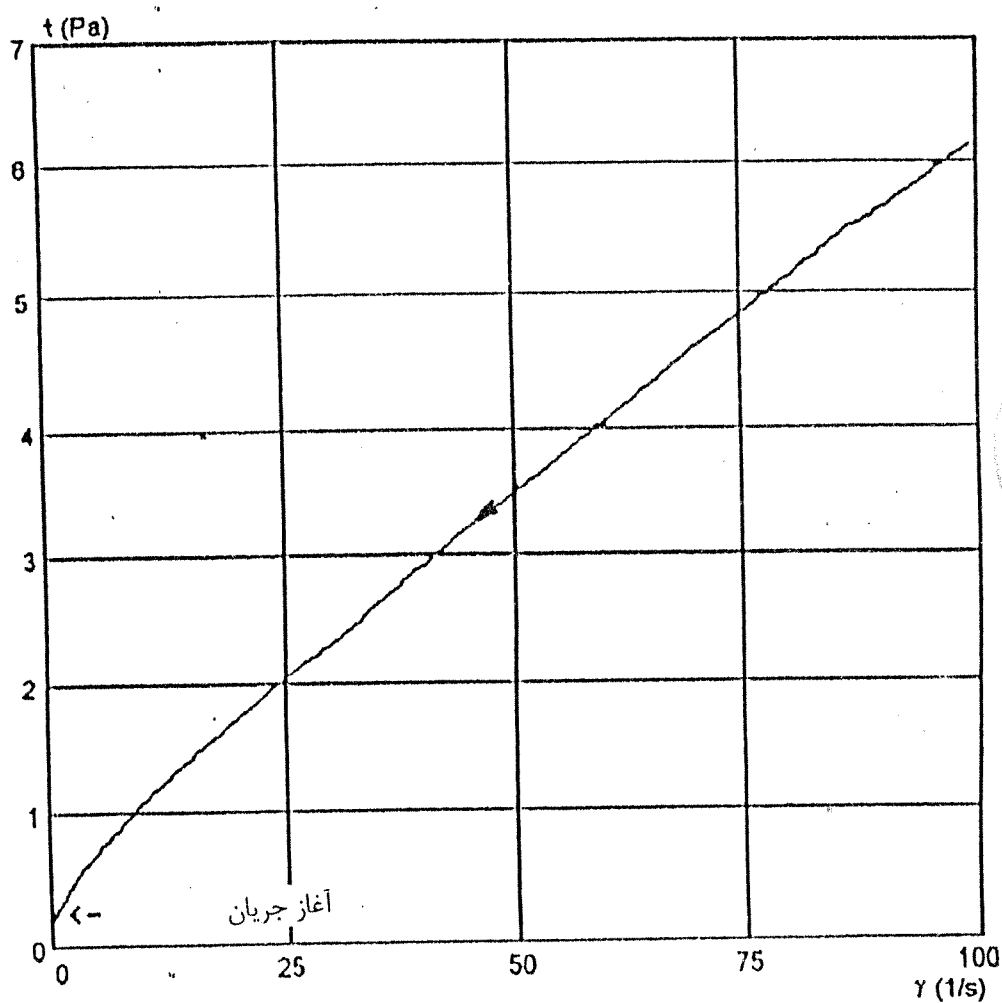
اندازه گیری :

سیستم اندازه گیری :

دما :

پیوست ۲

مثال منحنی جریان



HAAKE

اپراتور :

ماده :

شماره تست :

اندازه گیری :

سیستم اندازه گیری :

دما :