

УДК 532.74

Составители: Е. В. Шельдешова, И. А. Шабанова, А. М. Стороженко, П. А. Ряполов

Рецензент

Кандидат физико-математических наук, доцент *А.Е. Кузько*

Механика микро- и нанодисперсных магнитных сред: методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Е. В. Шельдешова, И. А. Шабанова, А. М. Стороженко, П. А. Ряполов - Курск, 2024. 76 с.: Библиогр.: с. 22,70,75,76.

Изложены метод определения размера оболочки ПАВ ферромагнитных наночастиц с помощью метода малоуглового рентгеновского рассеяния, практические приемы работы на вискозиметре Brookfield DV2T и способ получения магнитной жидкости на основе керосина в качестве дисперсионной среды с использованием химически чистых материалов.

Методические указания соответствуют требованиям Федеральных государственных образовательных стандартов высшего образования и учебного плана направления подготовки 28.04.01 Нанотехнологии и микросистемная техника, степень (квалификация) – магистр. Материал предназначен для студентов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника» всех форм обучения, а также будет полезен студентам всех других направлений подготовки, изучающих дисциплины нанотехнологического профиля.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *9.10.24* Формат 60 x 84 1/16.

Усл. печ. л. 4,4. Уч.-изд. л. 4. Тираж 50 экз. Заказ *1130* Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Содержание

| | |
|--|----|
| Лабораторная работа №1 « <i>Определение размера оболочки ПАВ ферромагнитных наночастиц с помощью метода малоуглового рентгеновского рассеяния</i> »..... | 9 |
| Лабораторная работа №2 « <i>Практические приемы работы на вискозиметре Brookfield DV2T</i> » | 15 |
| Лабораторная работа №3 « <i>Получение магнитных жидкостей на основе керосина в качестве дисперсионной среды</i> »..... | 9 |

Определение размера оболочки ПАВ ферромагнитных наночастиц с помощью метода малоуглового рентгеновского рассеяния

Цель работы: Ознакомление с установкой малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) Anton Paar SAXSess mc² на базе РЦН (ЮЗГУ), правилами техники безопасности и теоретическими закономерностями, лежащими в основе метода МУРР; обучение методу анализа структурных свойств нанообъекта (магнитной жидкости).

ВВЕДЕНИЕ

Метод малоуглового рентгеновского рассеяния (далее МУРР) является одним из специфических методов рентгеноструктурного и рентгенофазового анализа. Его основной особенностью является изучение структуры объектов нанометрового диапазона (1-100 нм) благодаря получению информации из малых углов рассеяния рентгеновских лучей, что недоступно для обычных методов рентгеноструктурного анализа, которые дают информацию о структурах с характерными размерами до 30 ангстрем (кристаллические структуры). С помощью метода МУРР можно измерять структурные характеристики таких объектов, как:

- коллоидные растворы наночастиц;
- нанопорошки;
- полимеры и волокнистые структуры;
- жидкие кристаллы;
- нанокompозиты;
- катализаторы;
- нанопористые материалы;
- и другие.

Метод МУРР широко используется в современных лабораториях по изучению наноматериалов и является одним из наиболее информативных и точных способов исследования структуры и свойств нанообъектов.

Основным отличием малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) от более распространенных рентгеновских методов, таких, как рентгеноструктурный анализ (XRD, X-Ray Diffraction), является извлечение информации из картины дифракции на малых углах рассеяния (до 10 градусов). Благодаря этому можно получить информацию о структуре и распределении в образце объектов с крупными размерами (от 1 до нескольких сотен нанометров). Исследование крупных структур затруднено из-за слишком сильной интенсивности рассеяния и малого угла, тогда как исследование малых структур размером менее 1 нм (кристаллические структуры) не представляет особой проблемы. Данный метод является перспективным и

широко распространенным, а также универсальным для некоторых объектов исследования.

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ

1 История метода

Принцип МУРР был изобретен на основе классического рентгеноструктурного анализа. Основы рентгеноструктурного анализа заложили такие ученые, как М. Лауэ, В. Фридрих, П. Книппинг, У. Брэгг, Г. Вульф и другие. Многочисленные методики рентгеноструктурного анализа, разработанные на сегодняшний день, позволяют изучать структурные параметры кристаллов (сингония, постоянные решетки, дефекты и др.), причем для различных образцов (монокристаллы, поликристаллические вещества).

Рентгеноструктурный анализ (рентгенодифракционный анализ) — один из дифракционных методов исследования структуры вещества. В основе данного метода лежит явление дифракции рентгеновских лучей на трехмерной кристаллической решётке. Явление дифракции рентгеновских лучей на кристаллах открыл Лауэ, теоретическое обоснование явлению дали Вульф и Брэгг (условие Вульфа-Брэгга). Как метод, рентгеноструктурный анализ разработан Дебаем и Шеррером.

Метод позволяет определять атомную структуру вещества, включающую в себя пространственную группу элементарной ячейки, её размеры и форму, а также определить группу симметрии кристалла. Рентгеноструктурный анализ и по сей день является самым распространенным методом определения структуры вещества в силу его простоты и относительной дешевизны.

Разновидности рентгеноструктурного анализа:

- Метод Лауэ применяется для монокристаллов. Образец облучается пучком с непрерывным спектром, взаимная ориентация пучка и кристалла не меняется. Угловое распределение дифрагированного излучения имеет вид отдельных дифракционных пятен (лауэграмма).

- Рентгенодифрактометрический метод — основан на использовании рентгеновского дифрактометра, прибора для одновременной регистрации интенсивности и направления дифрагированных лучей. Рентгеновский дифрактометр состоит из источника рентгеновского излучения, рентгеновского гониометра, в который помещают исследуемый образец, детектора излучения и электронного измерительно-регистрирующего устройства. Детектором излучения служит счётчик квантов (ионизационная камера, пропорциональные счётчики и сцинтиляционные счётчики). На счётчик выводится последовательно каждый дифракционный луч, что достигается перемещением счётчика в процессе измерения. Рентгеновский дифрактометр позволяет измерять интенсивности дифрагированного в заданном направлении рентгеновского излучения и углы дифракции. В данном методе монокристалл

вещества вращается на гониометре и облучается монохроматическим излучением.

- Метод Дебая — Шеррера используется для исследования поликристаллов и их смесей. Хаотическая ориентация кристаллов в образце относительно падающего монохроматического пучка превращает дифрагированные пучки в семейство коаксиальных конусов с падающим пучком на оси. Их изображение на фотоплёнке (дебаеграмма) имеет вид концентрических колец, расположение и интенсивность которых позволяет судить о составе исследуемого вещества.

Первые основополагающие работы, посвященные принципу малоуглового рентгеновского рассеяния, были выполнены в конце 30-х годов французским ученым Гинье. В последующих работах Гинье и Фурне показали, что с помощью МУРР можно исследовать не только размер и форму наночастиц, но и их внутреннюю структуру.

Настоящий прорыв для метода МУРР наступил в 60-70-е годы, с успехами в развитии источников рентгеновского излучения. Многие исследователи стали проявлять интерес к данному методу для изучения биологических материалов (полимеров, макромолекул, биомолекулярных структур) и наноматериалов.

В 90-х годах был разработан и успешно применялся метод моделирования макромолекулярных структур на основе данных МУРР. Данный метод использовался в основном для анализа структуры протеинов и нуклеиновых кислот.

В 2005 году был запущен 4-хлетний проект по созданию целой структуры лабораторий в Евросоюзе, использующих метод МУРР и комбинирующих данный метод с другими аналитическими приборами. Также в рамках проекта было создано программное обеспечение, позволяющее обрабатывать большие массивы данных МУРР.

2. Физический принцип работы установки

Результатом рассеяния рентгеновских лучей на исследуемом объекте и последующей обработки картины рассеяния является функция $I(s)$, где I – интенсивность рассеяния, s – вектор рассеяния, определяющийся выражением:

$$|\vec{s}| = 2|\vec{k}_0| \sin \theta/2 = \frac{4\pi \sin \theta/2}{\lambda}$$

где \vec{k}_0 – волновой вектор падающего луча, θ – угол рассеяния, λ – длина волны рентгеновского излучения.

В методе рентгеноструктурного анализа рассеяние рентгеновских лучей происходит на электронных оболочках атомов в кристаллической решетке, т.е. на резком градиенте электронной плотности. В методе МУРР благодаря рассматриваемым размерам можно пренебречь размерами атомов и по аналогии предположить, что рассеяние происходит на градиенте электронной

плотности нанометровых размеров (в случае коллоидного раствора – на границе раздела наночастица-растворитель). Как и в классическом рентгеноструктурном анализе, основной формулой для метода является условие Вульфа-Брэгга:

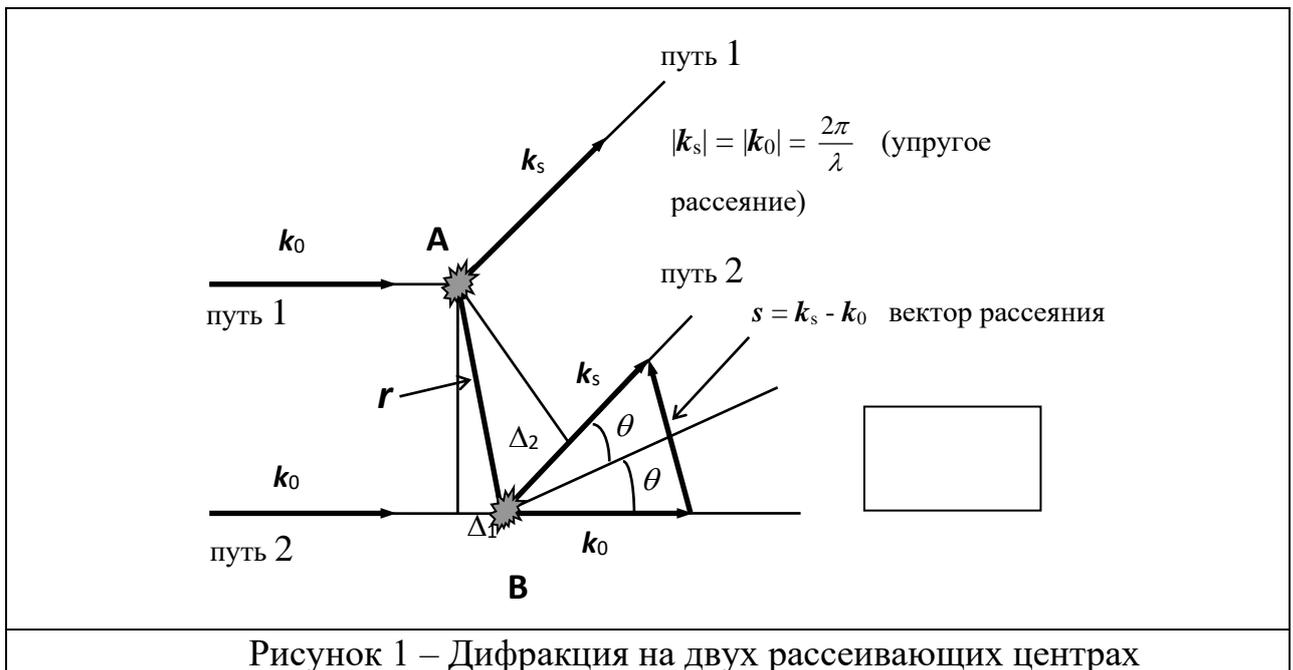
$$2d \sin \theta = m\lambda \quad (1)$$

где λ – длина волны рентгеновского излучения, d – период рассеивающей структуры, θ – угол рассеяния.

Так как величина рассеивающих структур в методе МУРР много больше длины волны рентгеновского излучения, то интерференция от наномасштабных структур наблюдается в области малых углов, чем и обусловлена специфика метода.

Основным способом изучения структуры в методе МУРР является Фурье-преобразование от функции рассеяния.

Рассеивающие центры имеют разные пространственные координаты, следовательно, по геометрическим соображениям, в точке суммирования рассеянных ими волн между этими волнами возникает разность фаз, обусловленная разностью хода лучей. Нам осталось выразить в векторном виде угловую меру. Она непосредственно вытекает из величины разности фаз. Пусть А и В – два рассеивающих центра, расстояние между которыми определено вектором r :



Пусть волновой вектор рассеянной волны k_s задает направление рассеяния на угол 2θ , k_0 – вектор падающей волны. Тогда длина вектора рассеяния (вектора разности между векторами рассеянной и падающей волн) равна

$$|s| = 2|k_0| \sin \theta = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda} \quad (2)$$

где \vec{k}_0 – волновой вектор падающего луча, θ – угол рассеяния, λ – длина волны рентгеновского излучения.

Эта величина и будет служить нам угловой мерой.

Подсчитаем теперь разность хода между путями распространения 1 и 2 (рис.1.), которая складывается из отрезков Δ_1 и Δ_2 .

Проекция r на k_0 равна $\Delta_1 = -\frac{k_0 \cdot r}{|k_0|}$ (в пространственных единицах размерности), проекция r на k_s равна $\Delta_2 = \frac{k_s \cdot r}{|k_s|}$, тогда разность хода между двумя путями равна:

$$\Delta = \Delta_1 + \Delta_2 = \frac{1}{|k_0|} [k_s \cdot r - k_0 \cdot r] = \frac{\lambda}{2\pi} [(k_s - k_0) \cdot r] = \frac{\lambda}{2\pi} [s \cdot r] \quad (3)$$

Иногда, для упрощения записи формул, вместо вектора s (который обычно используют в теории дифракции нейтронов) используют векторы q , h , S (или даже s но с другим значением) равные $s/2\pi$ (т.е. модуль волнового вектора полагают равным $1/\lambda$, а не $2\pi/\lambda$).

Мы тоже будем использовать такое определение, для того чтобы подчеркнуть, что формулы относятся к ориентированным структурам:

$$|q| = 2|k_0| \sin \theta = \frac{2 \sin \theta}{\lambda} = \frac{s}{2\pi} \quad \text{при} \quad |k| = \frac{1}{\lambda} \quad (4)$$

Разность хода записывается в виде $\Delta = \lambda[q \cdot r]$.

Фазовый сдвиг (разность фаз), измеряемый числом волновых периодов, укладываемых в разность хода, равен

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \Delta = 2\pi \cdot q \cdot r = s \cdot r \quad (5)$$

Согласно принципу суперпозиции, амплитуду рассеяния образцом можно записать как сумму всех вторичных волн для данного вектора рассеяния s :

$$A_s(q) = \sum_{i=1}^N f_i(q) \cdot e^{2\pi i \cdot q \cdot r_i} \quad (6)$$

где $f_i(q)$ - амплитуда рассеяния i -м центром, которая, в свою очередь, также зависит от угла. Выражение (6) для суммарной амплитуды рассеяния имеет универсальный характер, так как в качестве рассеивающей способности центра f можно использовать функцию амплитуды рассеяния любым физическим центром (атомом, молекулой, кластером, или иной структурной единицей) и это широко используется при интерпретации экспериментальных данных.

Для порошков, коллоидных растворов и прочих неупорядоченных систем необходимо провести усреднение интенсивности рассеяния по ориентациям рассеивающих мотивов.

Усреднение экспоненциального множителя по ориентациям в сферических координатах дает формулу Дебая:

$$\langle e^{isr} \rangle = \frac{1}{4\pi} \int_0^{2\pi} d\varphi \int_0^\pi e^{isr} \sin \theta \cdot d\theta = \frac{\sin sr}{sr} \quad (12)$$

Теперь необходимо усреднить интенсивность рассеяния, выраженную формулой (10):

$$\begin{aligned} \langle I(s) \rangle &= \frac{1}{4\pi} \cdot \int_{\Omega} I(s) \cdot d\Omega = \frac{1}{4\pi} \cdot \int_{\Omega} \langle \int P(r) e^{isr} dr \rangle d\Omega = \\ &= 4\pi \cdot \int_{r=0}^{\infty} r^2 dr \cdot \left\{ \frac{1}{4\pi} \int_{\omega=0}^{4\pi} P(\mathbf{r}) \cdot d\omega \right\} \cdot \frac{\sin(sr)}{sr} \end{aligned} \quad (13)$$

где $d\Omega$ – элемент телесного угла в обратном пространстве, $d\omega$ – элемент телесного угла в прямом пространстве, $P(\mathbf{r})$ – функция Паттерсона.

Обозначим в данном выражении $\gamma(r) = \langle P(\mathbf{r}) \rangle_{\omega} = \frac{1}{4\pi} \int_{\omega=0}^{4\pi} P(\mathbf{r}) \cdot d\omega$ –

корреляционная функция (усредненная по расстояниям функция Паттерсона). Получим конечные формулы для неупорядоченных сред:

$$I(s) = \langle I(s) \rangle_{\Omega} = 4\pi \int_{r=0}^{\infty} r^2 \gamma(r) \cdot \frac{\sin(sr)}{sr} dr \quad (14)$$

$$\gamma(r) = \langle P(\mathbf{r}) \rangle_{\omega} = \frac{1}{2\pi^2} \int_{s=0}^{\infty} s^2 I(s) \cdot \frac{\sin(sr)}{sr} ds \quad (15)$$

Здесь $r^2 \gamma(r) = p(r)$ – функция распределения по расстояниям. Полученные формулы примечательны еще и тем, что в них r и s теперь скаляры, а не векторы. Функции $\gamma(r)$ можно придать вероятностные свойства, пронормировав ее.

Конечная функция интенсивности рассеяния от сложной структуры с разными размерами является суммой периодических функций рассеяния от каждой структуры с характерным размером, определяемым функцией распределения парных расстояний $p(r)$.

Функция $p(r)$ рассчитывается таким образом, чтобы полученная из выражения (14) расчетная кривая рассеяния совпадала с экспериментальной кривой. Степень совпадения, и, соответственно, правильность расчета $p(r)$ определяется методом Монте-Карло.

Функция распределения парных расстояний несет важную информацию о структуре нанообъекта при выполнении условий:

- монодисперсность исследуемой системы, т.е. распределение структур по размерам в образце должно быть достаточно узким;
- пренебрежимо малая энергия взаимодействия между наноструктурами внутри объекта (для коллоидного раствора – малая концентрация);
- контрастность, т.е. достаточно большая разница электронной плотности между рассеивающей наноструктурой и окружением (теорема Барбина о контрасте);

Примером такого объекта является качественно приготовленный и разбавленный коллоидный раствор наночастиц металла (золото, серебро, медь) в полярном или неполярном растворителе.

Экспериментальная кривая рассеяния аппроксимируется функцией:

$$I(q) = \langle F^2(q) \rangle S(q) \quad (16)$$

В этом выражении $\langle F^2(q) \rangle$ – усредненный квадрат форм-фактора частицы, $S(q)$ – структурный фактор частицы. Для описания типа взаимодействия наночастиц магнетита в МЖ был выбран форм-фактор твердых сферических частиц и структурный фактор, основанный на РУ-аппроксимации.

Функция распределения парных расстояний $p(r)$ определялась исходя из формулы:

$$I(q) = \int_{r=0}^{r_{\max}} p(r) \frac{\sin(qr)}{qr} dr \quad (17)$$

Оценка точности расчета функции $p(r)$ проводилась методом Монте-Карло путем многократного расчета функции $p(r)$ с добавлением случайных ошибок в экспериментальную кривую. Затем результаты усреднялись для получения наименьшего среднего отклонения теоретической функции рассеяния $I(q)$ от экспериментальной функции рассеяния $I_{\text{exp}}(q)$.

Тем же методом было рассчитано объемное распределение наночастиц по размерам согласно формуле [5]:

$$I(q) = \int_{r=0}^{r_{\max}} D_V(r) V^2(r) F(qr) dr \quad (18)$$

где $V(r)$ – объем частицы, $F(qr)$ – заданный форм-фактор частицы.

Структурные параметры частиц МЖ были также рассчитаны на основе анализа полученных баллистическим методом кривых намагничивания образцов $M(H)$.

Полученная полевая зависимость магнитного потока $\Phi(B)$ переводилась в зависимость $M(H)$ по расчетной формуле:

$$M = \frac{2\Phi}{\pi\mu_0 d^2 N(1 - N_d)} \quad (19)$$

где d – внутренний диаметр капсулы с образцом, N – число витков в катушке, N_d – размагничивающий фактор для выбранной капсулы.

Полученная кривая аппроксимировалась функцией Ланжевена, описывающей процесс намагничивания слабоконцентрированной МЖ:

$$M(H) = M_S L(\xi), L(\xi) = \text{cth}\xi - \frac{1}{\xi} \quad (20)$$

где $\xi = \mu_0 m_* H / k_0 T$ – параметр Ланжевена, представляющий собой отношение магнитной энергии частицы к тепловой; M_S – намагниченность насыщения МЖ.

Предположение гамма-распределения наночастиц магнетита по размерам приводит к следующим расчетным выражениям:

$$M_{teor}(H) = M_S \int f(r, \alpha, x_0) L(\xi V) dr, \quad \xi = M_{SO} H / kT$$

$$f(r, \alpha, x_0) = r^\alpha \frac{\exp(-r/x_0)}{x_0^{\alpha+1} \Gamma(\alpha+1)} \quad (21)$$

где $M_{SO} = 477,7 \text{ кА/м}$ – намагниченность насыщения магнетита, $V = 4\pi r^3/3$ – объем наночастицы в предположении, что она является шаром радиуса r ; $f(r, \alpha, x_0)$ – функция гамма-распределения с параметрами α, x_0 ; $\Gamma(\alpha+1)$ – гамма-функция Эйлера.

Для определения параметров распределения частиц МЖ по размерам с учетом межчастичных взаимодействий можно записать следующую систему уравнений:

$$\frac{(\alpha+5)^3 - \alpha - 5}{(\alpha+2)^3 - \alpha - 2} = \frac{\langle m_*^2 \rangle}{\langle m_* \rangle^2} \quad x_0^3 = \frac{6\langle m_* \rangle}{\pi M_{SO} (\alpha+1)(\alpha+2)(\alpha+3)} \quad (22)$$

$$\langle m_* \rangle = M_S / n \quad \langle m_*^2 \rangle = 3kT\chi_L / \mu_0 n$$

где $\langle m_* \rangle$ – средний магнитный момент частицы; $\langle m_*^2 \rangle$ – средний квадрат магнитного момента частицы; M_{SO} – намагниченность насыщения магнетита; M_S – намагниченность насыщения МЖ; χ_L – начальная магнитная восприимчивость МЖ; n – количественная концентрация магнитных частиц.

В данном случае предполагается, что магнитный момент наночастиц магнетита равен произведению их объема на удельную намагниченность насыщения магнетита.

3. Виды современных приборов

Современные установки МУРР производятся такими фирмами, как Rigaku, Hecus, Anton Paar, а также некоторыми другими. Различия этих приборов заключаются в характеристиках, специфических методах исследования и сбора информации, а также в использовании различных программных пакетов обработки данных.



Особенности дифрактометра Hecus XRS:

- Технологии SAXS, SWAXS (наблюдение рассеяния в широких углах), GISAXS (рассеяния на отражение, возможность исследовать тонкие пленки) и рентгеновская рефлектометрия
- Возможность менять различные внешние параметры (температура, давление, влажность)
- Различные детекторы для разных режимов работы



Рисунок 3 – малоугловой дифрактометр Rigaku S-MAX3000

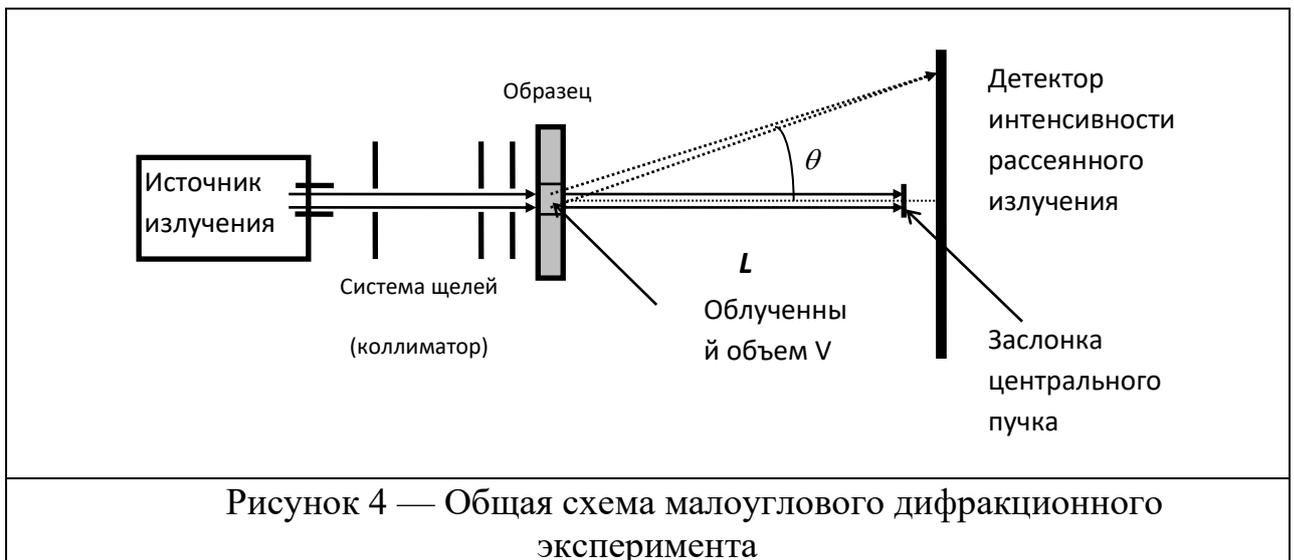
Особенности дифрактометра Rigaku S-MAX3000:

- Длина камеры 3 метра
- Моторизованный держатель на 6 образцов
- Возможность использования различных источников излучения
- 2D-детектор реального времени
- Технологии SAXS, SWAXS, GISAXS

4. Особенности, описание работы

На рис. 4 представлена общая схема малоуглового дифракционного эксперимента. Рентгеновское излучение, образованное в рентгеновской трубке, проходит через монохроматор и поступает в систему коллимационных щелей, задача которых – выделить узкую полосу излучения. Затем меньшая часть излучения рассеивается на образце, а большая часть проходит насквозь (центральный пучок). Т.к. интенсивность центрального пучка на несколько порядков выше интенсивности рассеянного излучения, то ее искусственно понижают с помощью заслонки центрального пучка. Рассеянное излучение попадает на детектор, который представляет собой фоточувствительную пластину или камеру на ПЗС-матрице.

Показания с детектора переводятся с цифровой вид и обрабатываются с помощью программного пакета (в случае установки SAXSess Anton Paar это программы SAXSquant, GIFT).



Здесь θ - угол рассеяния, L - расстояние от образца до детектора. В качестве источника излучения используют рентгеновские трубки с простыми монохроматорами.



Рисунок 5 – Общий вид установки SAXSess mc²: 1 – Основной блок, содержащий устройство питания и насосную систему; 2 – инструментальный блок, включающий в себя экспериментальную камеру и контроль температуры (2а); 3 – генератор рентгеновского излучения с рентгеновской трубкой (3а); 4 – система детектирования или фотопленка; 5 – блок управления системой охлаждения и рентгеновской трубкой; 6 – ПК с программным пакетом

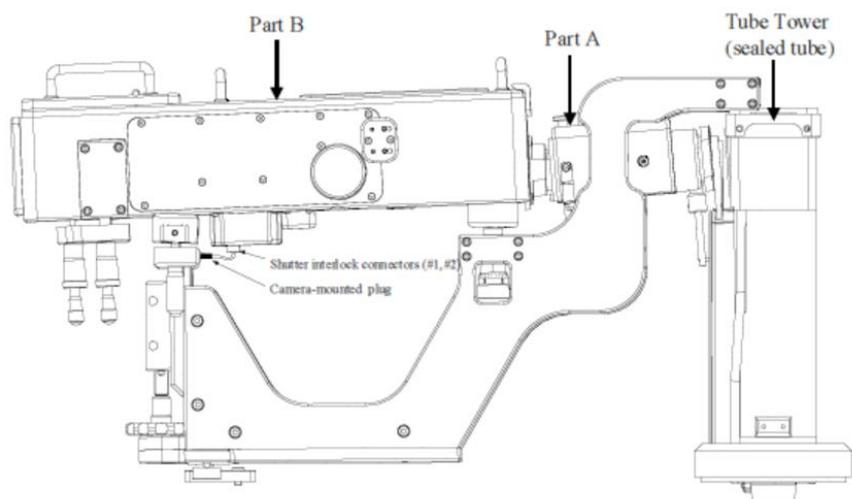


Рисунок 6 – Общий вид экспериментальной камеры с рентгеновской трубкой (Tube Tower), монохроматором (Part A) и основной частью (Part B), содержащей систему коллимации, держатель для капсулы и для фотопластинки

Параметры установки SAXSess mc²:

1. Диапазон измеряемых углов от 0° до 30°
 2. Длина волны излучения $\lambda = 0,1542 \text{ нм}$
 3. Воздаваемый вакуум менее 4 мбар
 4. Диапазон температур $-70...150 \text{ }^\circ\text{C}$
 5. Возможность исследования жидких образцов, порошков, твердотельных образцов, гелей и др.
 6. Управление временем и автоматизацией эксперимента
- Мощный программный пакет, в котором собрано большое количество функций и средств обработки экспериментального спектра

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Включить охлаждающий блок поворотом тумблера.
2. Включить питание установки МУРР поворотом тумблера.
3. Повернуть ключ включения установки МУРР на блоке управления (рис. 2.5) на половину оборота с зажатой клавишей “Cancel” для входа в меню параметров работы.
4. Выбрать второй пункт с помощью стрелочек на основной панели управления и нажать “Enter”.
5. Проверить давление охлаждающей жидкости.
6. Полностью повернуть ключ запуска установки МУРР.
7. Ключом открыть верхнюю панель и запустить ПК нажатием кнопки “Power”.
8. Запустить программный пакет “SAXSquant”.

9. В программе выбрать пункт Generator (рис. 4) и установить галочку “Set online”, затем открыть меню генератора, поставить галочку “Power Up” и нажать “Apply”, при этом запустится таймер прогрева рентгеновской трубки, в течение которого нельзя проводить эксперимент (при частом использовании около 5 минут, при редком – около 20 минут).

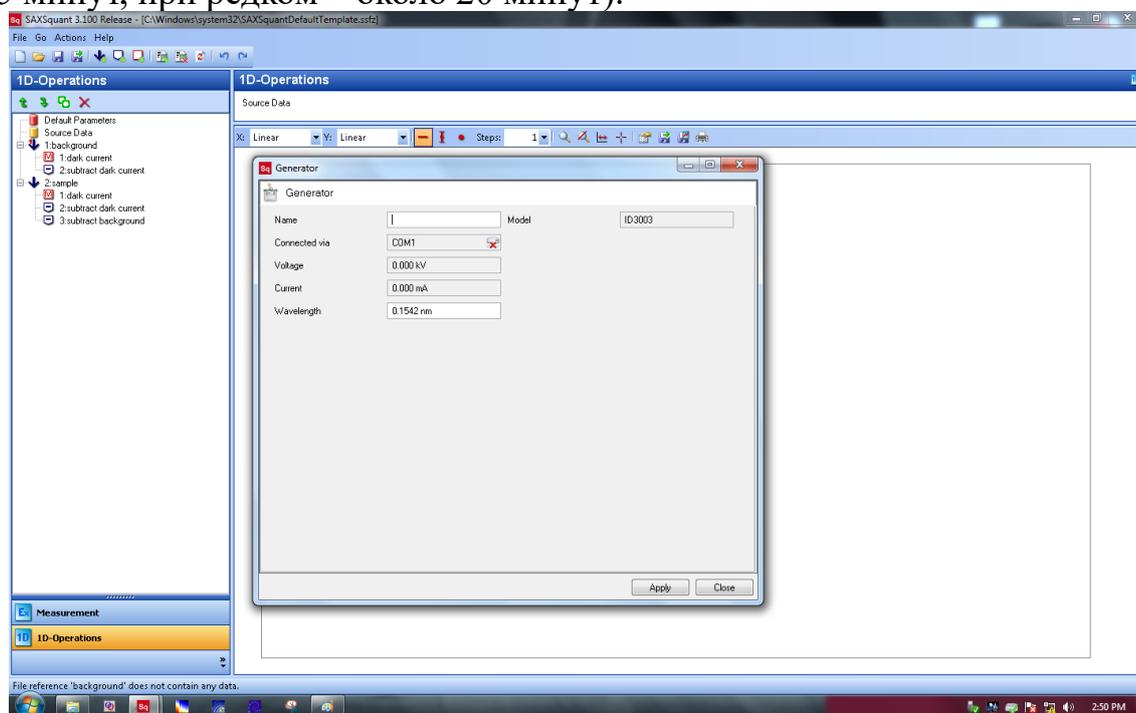


Рисунок 4 – Окно программы SAXSquant с окном Generator

10. Подготовить образец, для этого открыть крышку на боковой стороне экспериментальной камеры (рис.3), извлечь капсулу из экспериментальной зоны.

11. Прочистить капсулу от следов предыдущего образца, обработав ее изопропиловым спиртом и водой. Затем наполнить капсулу пробой образца с помощью микродозатора.

12. Аккуратно вставить капсулу по специальным пазам в экспериментальную камеру, плотно закрыть крышкой.

13. Установить верхний блок экспериментальной камеры для широкоформатной пленки.

14. Открыв крышку верхнего блока, вставить широкоформатную пленку по специальным пазам и плотно закрыть крышку.

15. Открыть вкладку “Generator” в программе SAXSquant и задать время измерения (около 5 минут для коллоидного раствора наночастиц).

16. Проверить истечение таймера прогрева рентгеновской трубки, а также плотность закрытия крышек экспериментальной камеры.

17. Откачать воздух из экспериментальной камеры, для этого необходимо плотно закрыть клапан насоса, включить насос кнопкой “Power” на блоке

управления (рис. 5), нажать на кнопку “Start/Stop” насоса и дождаться падения давления менее 4 мбар.



Рисунок 5 – Внешний вид блока управления насосом.

18. Выбрать вкладку “Generator” в программе SAXSquant и нажать кнопку “Apply”, при этом откроется заслонка рентгеновской трубки и начнется облучение исследуемого объекта.

19. По окончании эксперимента заслонка автоматически закроется, после чего необходимо нажать на кнопку “Start/Stop” насоса и немного открутить клапан насоса для быстрого установления атмосферного давления в экспериментальной камере.

20. Для избежания засвета пленки выключить в лаборатории свет.

21. Открыть крышку верхнего блока экспериментальной камеры и извлечь пленку, и прижать ее к себе для избежания засвета.

22. Открыть крышку прибора Cyclone, извлечь барабан, отщелкнуть рычаги держателей на барабане.

23. Вставить пленку в держатели, плотно пригнав в поверхности барабана и сместив к нижнему краю. Защелкнуть рычаги держателей, при этом избегать засвета пленки.

24. Вставить барабан с пленкой в Cyclone, плотно закрыть крышку.

25. Запустить программу OptiQuant на ПК, выбрать вкладку “Instruments”.

26. Дождаться инициализации прибора Cyclone.

27. Из выпадающего списка выбрать широкоформатный тип пленки, установить название для данного скана, нажать кнопку “Scan” для начала считывания спектра.

28. Дождаться окончания считывания спектра, при этом на экране программы появится изображение пленки со считанной картиной рассеяния. Сохранить картину рассеяния в отдельный файл командой Ctrl+S.

29. Открыть программу SAXSquant 3.91, с помощью действия File->Open открыть сохраненный спектр рассеяния (рис. 6).

30. С помощью регулятора на приборной панели установить контраст, при котором будет четко видна линия основного пучка. Она должна быть достаточно тонкой и располагаться в левой части спектра.

31. Нажать на раздел “Beam position” и растянуть линию вдоль основного пучка излучения.

32. Нажать на раздел “Mask coordinates” и растянуть рамку расположения основного пучка до правого края картины рассеяния.

33. На панели действий программы нажать кнопку “Integrate profile mask”, в результате на экране мы получим одномерную функцию рассеяния $I(q)$.

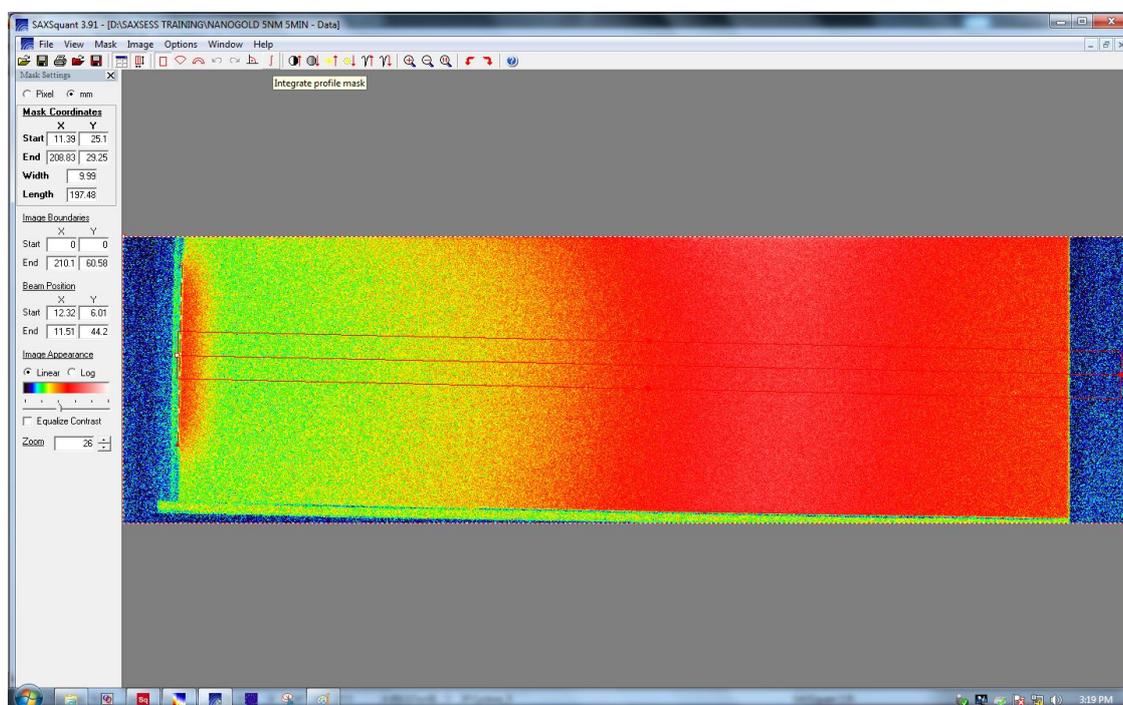


Рисунок 6 – Внешний вид программы SAXSquant 3.91

34. Перевести шкалу в логарифмическую нажатием соответствующих кнопок, с помощью кнопки определения пика поставить начало отсчета от пика основного луча (самый первый пик слева на графике).

35. Нажать кнопку “Define origin of q-scale” , чтобы перевести зависимость в нужный формат.

36. Сохранить файл комбинацией клавиш Ctrl+S.

37. Повторить последовательность действий 10-36 для растворителя, используемого в образце.

38. Открыть программу SAXSquant, в нижнем левом углу перейти из вкладки “Measurement” на вкладку “1D-Operations” (рис. 7).

39. В левой колонке действий выбрать строку “Source data”, нажать на кнопку “Add data...” и выбрать сохраненные файлы с одномерной картиной рассеяния для образца и для растворителя.

40. С помощью выпадающих вкладок перейти к логарифмической шкале измерения.

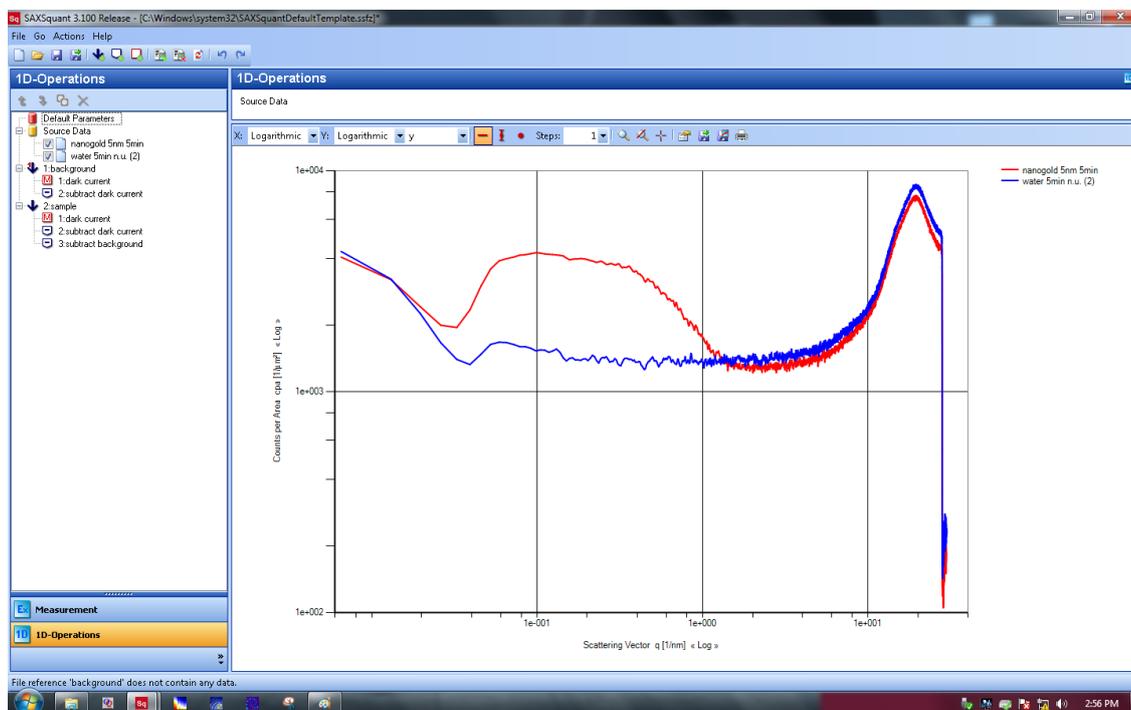


Рисунок 7 – Внешний вид вкладки 1D-Operations программы SAXSquant с кривыми рассеяния

41. Открыть вкладку “Background” на левой панели программы, нажать кнопку “Add preferences...” и выбрать спектр растворителя.

42. В колонке “Background” открыть параметр “Dark current”, выбрать диапазон самой правой, наименьшей по интенсивности, части спектра, а также тип параметра “Mean or moment” (расчет вклада случайных помех и фона в общую интенсивность рассеяния).

43. В колонке “Background” выбрать операцию “Subtract dark current”, в качестве аргумента выбрать параметр “Dark current”, в качестве действия выбрать “Subtract”.

44. Действия 41-43 повторить для вкладки “Sample” и для спектра рассеяния образца.

45. Открыть операцию “Subtract background”, в качестве аргумента выбрать функцию “Background”.

46. Открыть операцию “Abscissa”, выбрать действия “Change abscissa” и установить границы $0,05 - 6 \text{ нм}^{-1}$.

47. Нажать кнопку “Save data”, выбрать папку для сохранения и ввести формат файла IFT.

48. Открыть программу обработки данных GIFT.

49. Открыть вкладку “Expert mode->Main settings” (рис. 8).

50. В открытом окне выбрать для обработки сохраненный файл, ввести границы расчетов от 9 до 235 (примерные границы ровной спадающей части графика), в разделе “Type of evaluation” выбрать “Indirect Fourier Transformation”, в разделе “Smearing effects to be considered” оставить только галочку “Slit length distribution” и выбрать файл профиля луча (путь к файлу D:\SAXSess Training\GIFT\beam length(1).dat.pdh).

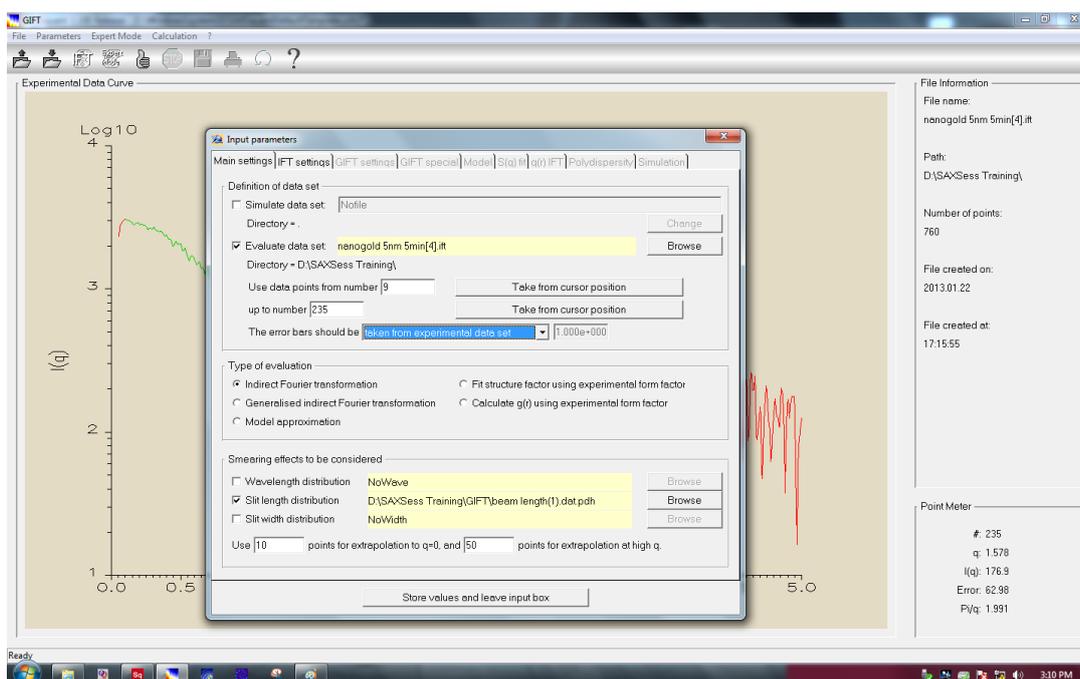


Рисунок 8 – Вкладка Main settings программы GIFT

51. Перейти во вкладку IFT Settings (рис. 9).

52. Выбрать “standard IFT evaluation”, установить диапазон вычислений множителя Лагранжа от 10 до -5 с шагом 0.50.

53. В разделе “Real space curves” ввести значения 20 и 8 и нажать “Add”.

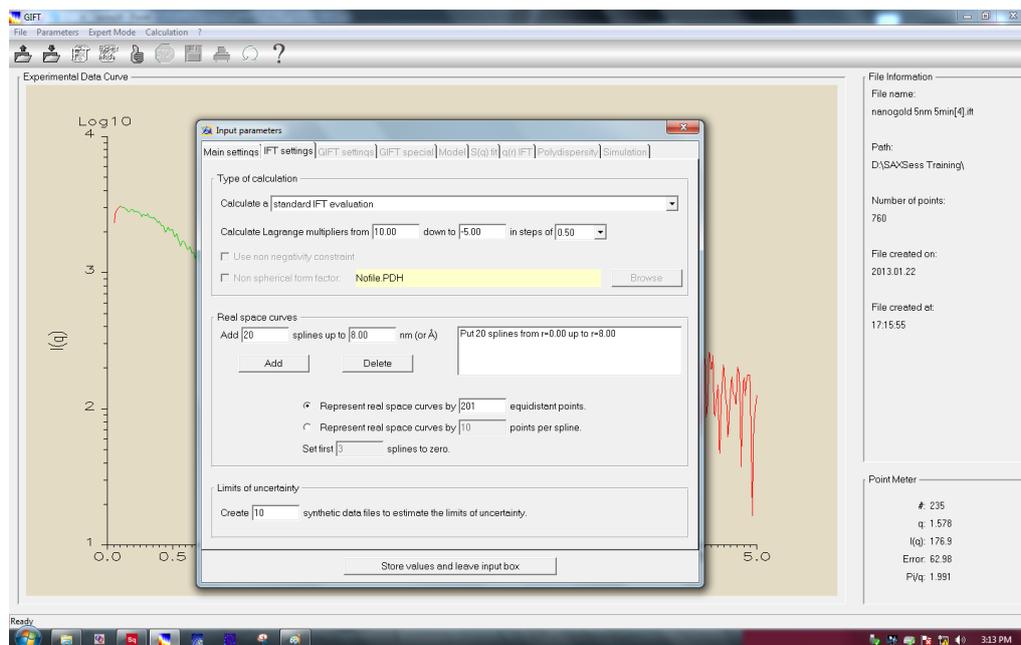


Рисунок 9 – Вкладка IFT Settings программы GIFT

54. Нажать кнопку “Store values and leave input box”, затем нажать на кнопку начала расчетов.

55. Дождаться конца расчетов и выбрать на полученном графике значение множителя Лагранжа около 6, получив в правом окне ровную колоколообразную функцию парного распределения расстояний (рис. 10).

56. Сохранить полученный результат, он сохранится в файле формата PDDF.

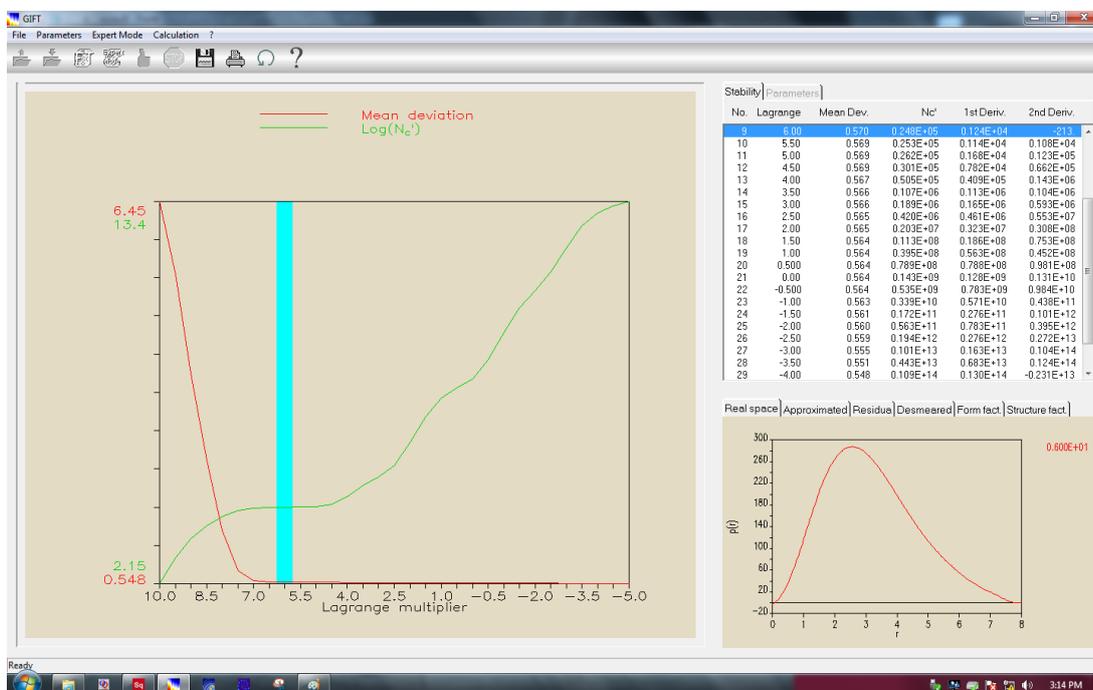


Рисунок 10 – Расчет функции распределения парных расстояний (справа внизу)

57. В программе SAXSquant открыть файл формата PDDF (тем же способом, что и картину рассеяния). С помощью кнопки “Show point coordinates” выделить пик распределения, абсциссой которого является радиус наночастицы.

58. Сохранить распределение в виде картинки с помощью кнопки “Save as image”.

59. Сравнить максимальный размер магнитных наночастиц, полученный с помощью данных МГА [4]-[6], с максимальным размером функции парного распределения расстояний. Разность этих величин определяет величину оболочки ПАВ вокруг наночастицы ферромагнетика.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Основной принцип метода МУРР
2. Перечислить объекты, которые можно изучать с помощью МУРР
3. Классическое рассмотрение дифракции, условие Вульфа-Брэгга
4. Описать постановку задачи о дифракции на двух рассеивающих центрах
5. Что подразумевается под разностью хода лучей и фазовым сдвигом?
6. Суперпозиция амплитуд рассеяния и Фурье-преобразование.
7. Связь интенсивности рассеяния и автокорреляционной функции как способ определения внутренней структуры объекта исследования.
8. Виды современных установок МУРР
9. Общая схема малоуглового дифракционного эксперимента.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Д. И. Свергун, Л. А. Фейгин. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние. — М.: “Наука”, 1986. — 279с.
2. В. В. Волков. Определение формы частиц по данным малоуглового рентгеновского и нейтронного рассеяния: методическое пособие. — М.: Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова РАН, 2009. — 51с.
3. SAXSess mc² Small-Angle X-ray Scattering System Pre-Installation Manual. — Austria: Anton Paar GmbH, 2009. — 19p.
4. Полуниин В.М. Магнитогранулометрический и акустогранулометрический анализ нанодисперсной фазы сильноконцентрированной МЖ / Полуниин В.М., Стороженко А.М., Танцюра А.О., Сычев Г.Т. / Известия ЮЗГУ. Серия физика и химия. 2011. - №2. – С. 15-21.
5. Pshenichnikov, A.F. Magneto-granulometric analysis of concentrated ferrocolloids [Text] / A.F. Pshenichnikov, V.V. Mekhonoshin, A.V. Lebedev // J. Magn. Magn. Mater., 1996. – Vol. 161. – P. 94-162.

Практические приемы работы на вискозиметре Brookfield DV2T

Цель работы: освоить навыки работы на вискозиметре Brookfield DV2T.

Приборы и принадлежности: Ротационный вискозиметр в комплекте с ПО, с поверкой и доставкой, адаптер на малые пробы с измерительным шпинделем SC4-18, циркуляционный термостат Брукфильда, штатив лабораторный ПЭ-2700, Экрос.

Введение

Изучение свойств объектов и зависимостей изменения количественной характеристики этих свойств под влиянием различных факторов является одним из наиболее распространенных экспериментальных методов исследования. В зависимости от объектов и целей исследования изучению подвергаются различные свойства. В отдельную группу можно выделить реологические свойства материалов, дающие информацию об объемно-структурных свойствах объектов исследования.

Реология (от греч. rheos - течение, поток и logos - слово, учение) - это наука о деформациях и текучести веществ. В общенаучном плане реологию, по мнению М. Рейнера, следует рассматривать как раздел физики, который ближе всего примыкает к механике, а, по мнению П.А. Ребиндера - к физико-химической механике.

Идеальная жидкость, т.е. жидкость, движущаяся без трения, является абстрактным понятием. Всем реальным жидкостям и газам в большей или меньшей степени присуща вязкость или внутреннее трение. Вязкость проявляется в том, что возникающее в жидкости или газе движение после прекращения действия причин, его вызвавших, постепенно прекращается.

Для измерения вязкости (вискозиметрии) применяют ряд экспериментальных методов, основанных на различных принципах [1, 2]. Каждый из этих методов обладает особым диапазоном условий его применения.

Независимо от применяемого вискозиметрического метода для корректных измерений вязкости необходимо соблюдение следующих требований:

- 1) результат измерений не должен зависеть от линейных размеров рабочих элементов вискозиметра;
- 2) не должно иметь место пристеночное скольжение в жидкости;
- 3) поток жидкости в вискозиметре должен быть ламинарным, т.е. в капиллярах необходимо выполнение условия, что значение числа Рейнольдса $Re < 2320$, а в случае падающего шарика – $Re < 1$.

Абсолютное измерение вязкости гарантируют капиллярный, ротационный методы и метод падающего шарика [3]. В остальных случаях необходимо прибегать к помощи калибровочных жидкостей с известными значениями вязкости.

1 ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ

1.1. Вязкость жидкостей

Вязкость - одно из явлений переноса, свойство текучих тел (жидкостей и газов) оказывать сопротивление перемещению одной их части относительно другой. В результате работа, затрачиваемая на это перемещение, рассеивается в виде тепла. Вязкость проявляется в том, что при относительном перемещении слоёв жидкости медленнее движущийся слой жидкости «тормозит» слой, движущийся быстрее, и наоборот [4]. Характерной особенностью этого вида трения является то, что оно наблюдается не на границе твердого тела и жидкости, а во всем объеме жидкости. Вязкость обусловлена наличием между отдельными частицами (молекулами) жидкости сил притяжения, которые при перемещении одной части жидкости относительно другой сдерживают движение слоёв. Очевидно, что все жидкости должны быть вязкими, так как между реальными молекулами всегда существуют силы не только притяжения, но и отталкивания. Равновесие между этими силами и определяет равновесное состояние жидкости. Если один из слоёв жидкости вывести из состояния равновесия и перемещать его с некоторой скоростью относительно другого, то силы притяжения частиц будут тормозить это движение.

При теоретическом описании вязкости жидкость рассматривают как непрерывную бесструктурную среду. В равновесном состоянии частицы (молекулы) будут располагаться таким образом, что равновесная сила (разность между силами притяжения и отталкивания) будет равна нулю.

Если это не соблюдается, то молекулы будут перемещаться относительно друг друга до тех пор, пока вновь не наступит состояние равновесия.

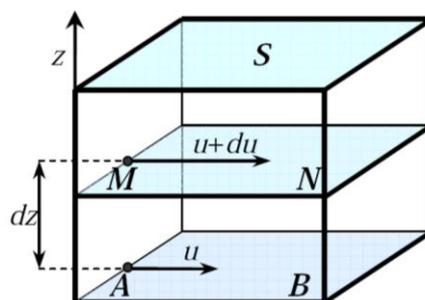


Рисунок. 1 - Модель, поясняющая движение соприкасающихся слоёв жидкости

Если под действием какой-либо силы жидкость привести в движение (рисунок 1) таким образом, что один из слоёв, например MN , будет перемещаться с ускорением du по отношению к слою AB , то между слоями возникнет сила трения, стремящаяся выровнять скорости движения слоёв AB и MN и вернуть их в состояние равновесия. Сила трения $F_{тр}$ прямо пропорциональна относительной скорости движения du и площади контакта слоёв S и обратно пропорциональна расстоянию между слоями dz (между центрами движущихся слоёв). Эта сила, направленная по касательной к слоям, называется *силой внутреннего трения*. Исаак Ньютон предложил для её расчёта следующую формулу

$$F_{тр} = \tau S, \quad (1)$$

где $\tau = \pm \eta \frac{du}{dz}$ - касательное напряжение; $\frac{du}{dz}$ - скорость деформации сдвига; S - площадь соприкасающихся слоёв; η - динамическая вязкость жидкости.

Жидкости, для которых справедлива зависимость (1), называются *ньютоновскими*. Существуют жидкости (коллоидные суспензии, растворы полимеров, строительные растворы и т.п.), для которых связь между касательным напряжением и скоростью деформации сдвига выражается другими соотношениями. Такие жидкости относятся к *неньютоновским*.

Динамическая вязкость - характеристика вещества, численно равная силе трения, возникающей между двумя слоями жидкости площадью по 1 м^2 каждый при градиенте скорости, равном 1 м/с на метр. Размерность динамической вязкости в Международной системе единиц (СИ) - $[\eta] = [\text{Па} \cdot \text{с}]$, в системе СГС - пуаз; $[\text{Па} \cdot \text{с}] = 10 \text{ пуаз}$. В некоторых случаях принято пользоваться так называемой кинематической вязкостью, равной динамической вязкости жидкости, делённой на плотность жидкости, $\text{м}^2/\text{с}$:

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

В жидкостях внутреннее трение обусловлено действием межмолекулярных сил - расстояния между молекулами жидкости сравнительно невелики, а потому силы взаимодействия значительны. Молекулы жидкости, подобно молекулам твёрдого тела, колеблются около положений равновесия, но эти положения не являются постоянными. По истечении некоторого интервала времени молекула скачком переходит в новое положение. Это время называется *временем «оседлой жизни» молекулы*.

Силы межмолекулярного взаимодействия зависят от рода жидкости. Вещества с малой вязкостью - текучи, и наоборот, сильно вязкие вещества могут иметь значительную механическую твёрдость, как, например, стекло. Вязкость существенно зависит от количества и состава примесей, а также от температуры. С повышением температуры время «оседлой жизни» уменьшается, что обуславливает рост подвижности жидкости и уменьшение её вязкости.

1.2 Методы измерения вязкости

Вязкость жидкостей определяется при помощи приборов, называемых вискозиметрами. Имеется несколько типов вискозиметров, различных по своей конструкции и принципу действия. Основными из них являются капиллярные вискозиметры, вискозиметры истечения и ротационные вискозиметры.

В капиллярных вискозиметрах вязкость жидкости определяется путем наблюдений над движением исследуемой жидкости по трубке весьма малого диаметра, в которой устанавливается ламинарный режим.

В вискозиметре истечения коэффициент вязкости жидкости определяется в результате наблюдений над временем истечения исследуемой и стандартной жидкости из отверстия в дне сосуда. Одним из наиболее распространенных типов вискозиметров истечения является вискозиметр Энглера, в котором с помощью секундомера измеряют время истечения одинаковых объемов исследуемой и стандартной жидкостей.

В ротационных вискозиметрах испытуемая жидкость помещается в зазор между двумя длинными вертикально расположенными соосными цилиндрами. Один из них приводится во вращение с варьируемой угловой скоростью, в то время как другой цилиндр испытывает закручивающее усилие, величина которого измеряется в процессе опыта. Изменение крутящего момента в зависимости от числа оборотов вращающегося цилиндра можно интерпретировать как связь между напряжением сдвига и скоростью сдвига. Изменение скорости сдвига в каждой точке исследуемого образца зависит от ширины кольцевого зазора между цилиндрами. Если щель достаточно мала, то изменение скорости сдвига поперек зазора будет незначительно, т. е. радиальное изменение указанной величины будет пренебрежимо мало. Величина вязкости жидкости в этих вискозиметрах определяется по скорости вращения подвижного цилиндра при заданном крутящем моменте или, наоборот, по крутящему моменту, вызывающему заданную скорость:

$$\eta = K \frac{M}{\omega}, \quad (3)$$

где M - крутящий момент, ω - угловая скорость, K - постоянная прибора.

2 РОТАЦИОННЫЙ ВИСКОЗИМЕТР BROOKFIELD DV2T

2.1 Общее описание

Вискозиметры Brookfield – это ротационные вискозиметры, принцип работы которых основан на измерении закручивания калиброванной пружины при вращении шпинделя (цилиндра и др.) в тестируемой жидкости с постоянной скоростью. Шпиндель (1) (рис. 2) вращается в жидкости, помещенной в контейнер (2) с помощью мотора (3), помещенного в корпус (4) через калиброванную пружину (5). Вязкое трение жидкости о шпиндель определяется по закручиванию калиброванной пружины, которое измеряется датчиком угла вращения. Закручивание пружины отражается на дисплее (6), либо выводится на печать.

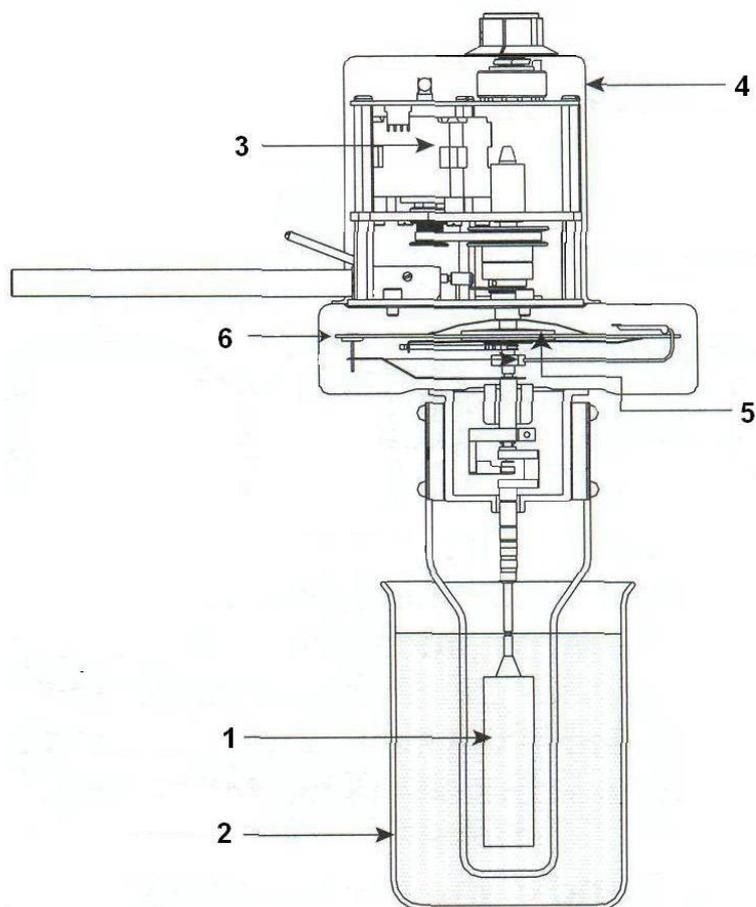


Рисунок 2 – Схема ротационного вискозиметра Brookfield DV2T

Вискозиметр DV2T компании (Brookfield) предназначен для измерения вязкости жидкости при заданных скоростях сдвига. Благодаря возможности использования различных скоростей и шпинделей возможно измерение вязкости в различных диапазонах. Диапазон измерения вязкости жидкости зависит от скорости вращения шпинделя, его размеров и формы, а также от размеров и формы контейнера с жидкостью, в которой вращается шпиндель, и

линейного диапазона момента кручения калиброванной пружины. Момент кручения для калиброванной пружины в модели – DV2TLV составляет 673.7дин-см (или 0.0673 миллиньютон-м). Вискозиметр предлагает различные режимы контроля, включая традиционное автономное управление, автоматическое управление через программу, загружаемую в прибор с компьютера, или полное управление через ПК с использованием программы Brookfield Rheocalc T. Данные измерений, выводимые на дисплей:

1. Вязкость выводится на дисплее вискозиметра DV2T в следующих единицах: сантипуаз (сP), пуаз (P), миллипаскаль-секунда (mPa·s) или Паскаль-секунда (Pa·s) либо сантистокс (сSt) или кв. миллиметр в секунду (mm²/sec).

2. Касательное напряжение сдвига отображается в следующих единицах: дин/кв. сантиметр (D/cm²) или Ньютон/кв. метр (N/m²) либо Паскаль (Pa).

3. Скорость сдвига выводится в следующих единицах измерения: обратная секунда (1/sec).

4. Крутящий момент отображается на дисплее вискозиметра DV2T в следующих единицах: дин-сантиметр или Ньютон-метр (в обоих случаях отображается в виде процента "%").

5. Плотность выводится в следующих единицах: грамм/куб. сантиметр (g/cm³) или килограмм/куб. метр (kg/m³).

Технические характеристики:

Скорости в диапазоне 0,1 – 200 об/мин

Диапазон измерения температуры: -100 °C – 300 °C (от -148 до 572 °F)

Точность измерения вязкости: ±1,0% полного диапазона измерений.

Воспроизводимость измерения вязкости: ±0,2% полного диапазона измерений.

Точность измерения температуры: ±1°C | от -100 до +149±2°C | от +150 до +300°C

Условия эксплуатации: Диапазон температур от 0 до 40°C (от 32 до 104°F). Относительная влажность 20-80%: атмосфера без конденсации.

2.2 Установка

1) Соберите лабораторный штатив модели G.
2) Установите вискозиметр на штатив.
3) Подключите резисторный датчик температуры к разъему на задней панели DV2T.

4) Вискозиметр должен быть установлен ровно. Для этого необходимо использовать два регулировочных винта, которые находятся на основании. После регулировки пузырьковый уровень, расположенный спереди DV2T, должен располагаться в центре круга.

ПРИМЕЧАНИЕ В процессе использования периодически проверяйте уровень.



Рисунок 3 – Внешний вид вискозиметра Brookfield DV2T

5) Снимите транспортировочную крышку, которая скрепляет соединительную гайку на вискозиметре с вращающейся чашкой.

6) Убедитесь, что сетевой выключатель на задней стороне DV2T находится в положении OFF (выкл.).

Подключите шнур к разъему на задней панели прибора и включите вилку в сеть переменного тока.

7) Установите сетевой выключатель в положение ON (вкл.) и, прежде чем выполнять автоматическую установку на нуль, дайте вискозиметру прогреться в течение 10 мин.

8) При необходимости подсоедините USB-кабель (DVP-202) к USB-порту для подключения DV2T к компьютеру или принтеру.

2.3 Основные функции

На вискозиметре DV2T имеется дисплей с сенсорным экраном и интерфейс. Пользователь вводит все данные для вискозиметра с помощью сенсорного экрана. На рисунке 4 подробно показаны различные доступные типы сведений и действий.

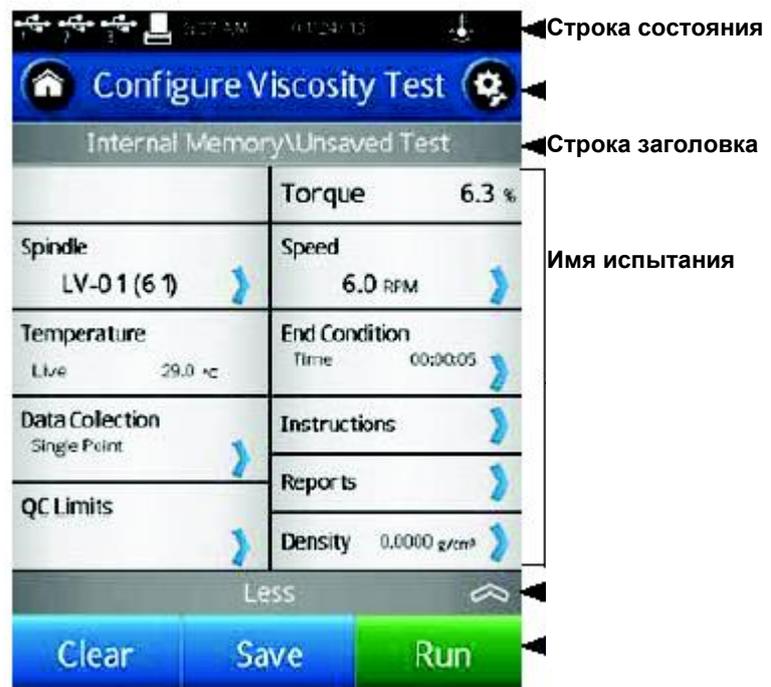


Рисунок 4

Строка состояния В строке состояния предоставляется информация, касающаяся даты и времени (в соответствии с настройками пользователя) и различных подключений к вискозиметру DV2T.

Имя испытания Имя испытания определяет имя испытания, загруженного в данный момент.

Строка заголовка В строке заголовка определяется операция, которая должна проводиться в текущем представлении, и содержатся все необходимые значки навигации.

Поля данных В полях данных содержатся результаты измерений и параметры испытания.

Строка "больше/меньше" В строке "больше/меньше" содержится информация для пользователя, когда доступны дополнительные поля данных и когда можно сократить число полей данных.

Командные клавиши Командные клавиши указывают действие, которое можно предпринять. Эти клавиши меняются в зависимости от представления и отражают различные необходимые действия.

2.4 Начало работы

2.4.1 Включение

При включении питания DV2T будет выполняться последовательность включения прибора. Вискозиметр издаст звуковой сигнал, затем появится синий экран, и в заключение в течение 5 секунд будет отображаться экран сведений о DV2T. Экран сведений представлен ниже.

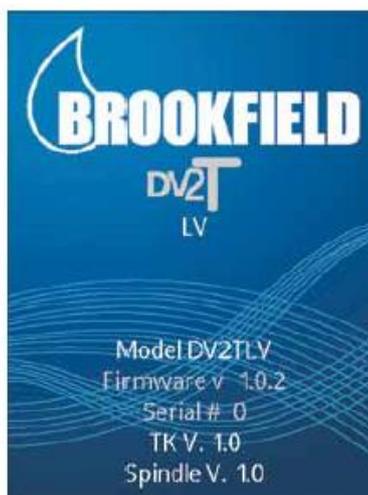


Рисунок 5

Переход от экрана сведений о DV2T к экрану AutoZero (Автоматическая установка на нуль) будет производиться автоматически.

2.4.2 Автоматическая установка на нуль

Вискозиметр DV2T должен выполнять автоматическую установку на нуль перед выполнением измерений вязкости. Этот процесс служит для установки нулевого показания для системы измерений. Автоматическая установка на нуль будет выполняться при каждом включении прибора. Кроме того, автоматическую установку на нуль можно выполнить в любое время с помощью меню настроек

Экран AutoZero будет выводиться автоматически после отображения экрана сведений о приборе во время включения.



Рисунок 6

Оператор должен убедиться, что вискозиметр стоит ровно, и снять присоединенный шпиндель или муфту. После нажатия кнопки Next (Далее) вискозиметр будет работать приблизительно 13 секунд. После завершения автоматической установки на нуль и нажатия оператором кнопки Next вискозиметр перейдет к экрану Configure Viscosity Test (Настройка испытания для вязкости). Если установка на нуль выполнена из меню настроек, вискозиметр вернется к меню настроек.

2.4.3 Навигация

На вискозиметре DV2T используется дисплей с сенсорным экраном. Навигация по функциям прибора выполняется с помощью различных полей данных, стрелок, командных клавиш и значков навигации.

Для полей данных требуется, чтобы пользователь коснулся экрана для инициирования ввода данных/процесса выбора. Эти поля обычно обведены черным цветом. Также они могут содержать синие стрелки. Синие стрелки указывают, что для поля данных существуют опции. Пользователю необходимо нажать в любом месте поля данных или специально нажать на синюю стрелку.

Командные клавиши – это кнопки, которые обеспечивают непосредственное выполнение DV2T конкретного действия, такого как сохранение набора данных (SAVE) или остановка программы (STOP). Командные клавиши имеют разный цвет. Обычно они находятся в нижней части экрана.

Значки навигации расположены слева и справа в строке заголовка. Эти кнопки позволяют перейти в определенные области операционной системы:

- | | | | |
|---|--|---|---|
|  | Начальное меню |  | Выполнение ввода данных из прокручиваемого списка |
|  | Вход в систему (будет доступен, только если администратор активировал вход пользователя в систему) |  | Сортировка файлов по дате создания |
|  | Меню настроек |  | Сортировка файлов по алфавиту |
|  | Меню сервиса (доступно только для авторизованных сервисных центров Brookfield) |  | Выбор из дополнительных опций |
|  | Блокировка (во время испытания) |  | Назад (возврат на предыдущий экран) |



Снятие блокировки (во время испытания)



Вверх (возврат на предыдущий уровень в структуре файла)



Выполнение ввода данных с помощью цифровой клавиатуры

2.4.4 Начальный экран

Для получения доступа к начальному экрану DV2T можно использовать значок начального экрана . На начальном экране отображаются функции главного меню и предоставляется доступ к входу пользователя в систему и настройкам.



Рисунок 7

Configure Viscosity Test: создание и выполнение испытаний для вязкости.

Load Test: загрузка испытания, которое было ранее сохранено или создано с помощью ПО PG Flash. Испытания можно загрузить из внутренней памяти или с флэш-накопителя USB.

View Results: загрузка результатов (сохраненных тестовых данных), которые ранее были сохранены. Результаты можно загрузить из внутренней памяти или с флэш-накопителя USB.

Manage Files: управление файловой системой во внутренней памяти или на флэш-накопителе USB для программ испытаний и сохраненных данных. Создание новых структур папок, удаление, переименование и перемещение файлов.

External Mode: подача команды DV2T связаться с ПО Brookfield Rheocalc T для полного управления вискозиметром.

2.4.5 Настройка испытания для вязкости

Измерения вязкости выполняются на вискозиметре DV2T с помощью функции Configure Viscosity Test. Пользователь получает возможность настройки испытания для вязкости в завершение функции установки на нуль или при выборе начального меню.

Все элементы, связанные с измерением вязкости, выбираются в рамках настройки испытания для вязкости. Создаваемые испытания можно сохранить во внутренней памяти вискозиметра DV2T или на подключенном флэш-накопителе USB. Испытания можно загрузить из памяти, выбрав функцию загрузки испытания на начальном экране.

Основное представление Configure Viscosity Test (Настройка испытания для вязкости) показано на рисунке 8. В этом представлении имеются строка состояния, строка заголовка (где расположены значки начальной страницы и настроек), имя испытания, параметры испытания, строка "больше/меньше" и командные клавиши.

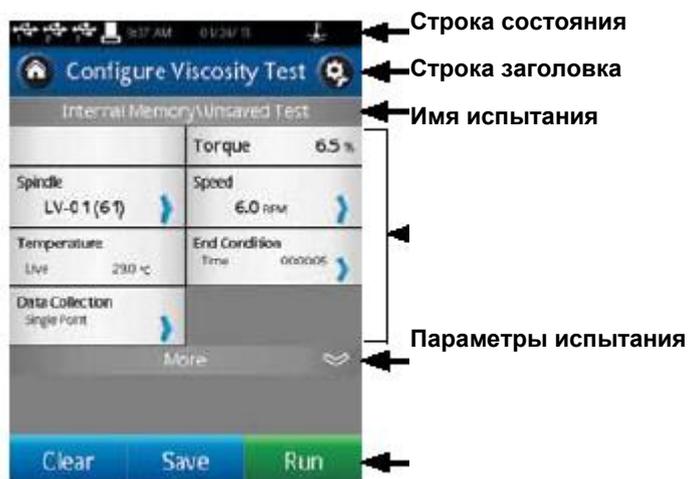


Рисунок 8

На рисунке 9 показаны дополнительные сведения, к которым можно получить доступ. В этом представлении строка "больше/меньше" содержит стрелку вверх, указывающую, что дополнительные сведения можно скрыть.



Рисунок 9

Командные клавиши: Clear (Очистить), Save (Сохранить) и Run (Выполнить).



Очистить: очистка всех данных, введенных в параметрах испытаний, и восстановление заводских настроек по умолчанию.



Сохранить: сохранение текущего испытания.

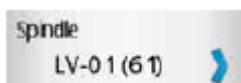


Выполнить: выполнение текущего испытания.

В области параметров испытания содержится множество элементов испытания для вязкости, а также измерения в реальном времени крутящего момента (%) и температуры. Данные температуры будут отображаться, только если к вискозиметру DV2T подключен датчик температуры Brookfield.



Крутящий момент: сигнал от вискозиметра в реальном времени.



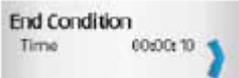
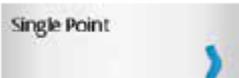
Шпиндель: выбранный в данный момент шпиндель. На основе этого шпинделя будут выполняться расчеты вязкости, скорости сдвига и напряжения сдвига. Номер шпинделя можно изменить, нажав синюю стрелку.



Скорость: выбранная в данный момент скорость вращения. Вискозиметр будет работать с этой скоростью после нажатия командной клавиши RUN. Скорость можно изменить, нажав синюю стрелку.



Температура: сигнал в реальном времени от вискозиметра, если подключен датчик температуры (№ по кат. Brookfield DVP-94Y или SC4-61Y).

| | |
|---|--|
|  | Конечное условие: указывается условие завершения испытания. |
|  | Сбор данных: указывается количество данных, собираемых во время испытания. |
|  | Инструкции: создается сообщение, которое пользователь будет видеть в начале испытания. |
|  | Отчеты: определяется способ просмотра данных при завершении испытания. |
|  | Пределы QC: определяются пределы для допустимых данных измерений. |
|  | Плотность: определяется плотность испытываемого образца. Эта информация будет использоваться, если для отображения будут выбраны единицы кинематической вязкости |

2.4.6 Внешний режим

Управление вискозиметром DV2T можно осуществлять с компьютера при помощи дополнительно приобретаемой программы Brookfield Software RheocalcT. Внешний режим управления для вискозиметра необходимо установить из главного меню. Вискозиметр следует подключить к компьютеру с помощью кабеля USB A (DVP-202).

В случае настройки для работы с компьютером на DV2T будет отображаться External Mode (Внешний режим). Появится кнопка Return (Возврат), с помощью которой можно вернуться к автономному функционированию вискозиметра.

2.4.7 Диапазон

Вискозиметр DV2T будет рассчитывать диапазон измерений для конкретной комбинации шпинделя и скорости. Эта информация отображается на экране при выборе номера шпинделя, как показано на рисунок 10. В ходе выполнения измерения в представлении Running Viscosity Test (Выполнение испытания для вязкости) также выводится Range (Диапазон). Вязкость будет отображаться в единицах измерения, указанных в настройках (по умолчанию используется сантипуаз (сP)).



Рисунок 10

2.4.8 Выход за пределы диапазона

Если измерение выходит за границы диапазона прибора, на экране вискозиметра DV2T появится соответствующая индикация. Если показание крутящего момента превышает 100% (полный диапазон), на экране для %Torque (Крутящий момент, %), Viscosity (Вязкость) и Shear Stress (Напряжение сдвига) будет отображаться EEEE (см. рисунок 11). Если значение %Torque находится в диапазоне 0 – 9.9%, подпись поля данных будет мигать. Если значение %Torque будет меньше нуля (отрицательное), на экране для вязкости и напряжения сдвига будет отображаться ----.

СОВЕТ Рекомендуется производить сбор данных, только если показание %Torque находится в диапазоне 10-100%.

| Unsaved Data | |
|--------------|--------------|
| Point # 1 | |
| Viscosity | EEEE |
| Torque | EEEE |
| Speed | 6.0 RPM |
| Temperature | 29.0 °C |
| Time | 00:00:07 |
| SS | EEEE |
| SR | 7.338 1/s |
| Density | 0.0000 g/cm³ |
| Accuracy | 100 cP |

Рисунок 11

Если показание %Torque выходит за границы диапазона, сбор данных измерений выполнять не следует. Состояние выхода за границы диапазона можно устранить, либо изменив скорость (уменьшив скорость, если показание выходит за пределы диапазона: высокое), либо изменив шпиндель (увеличив размер шпинделя, если показание выходит за пределы диапазона: низкое).

2.5 Адаптер для маленьких образцов SSA

SSA адаптер позволяет производить измерение вязкости на образцах малого объема, от 2 до 16 мл. Измерительную ячейку адаптера легко снять для замены или очистки. Ячейка заключена в кожух для поддержания постоянной температуры продукта. Рабочий диапазон от: -15°C до + 100°C.

1. Надежно закрепите вискозиметр на его лабораторной стойке согласно инструкции по эксплуатации, поставляемой вместе с лабораторной стойкой.

2. Прикрепите установочный канал к вискозиметру (см. рисунок 12), вкрутив верхний монтажный винт в резьбовое отверстие в опорной чаше вискозиметра. Не перетяните винт. Конец установочного канала со штырьком должен быть внизу.

3. Присоедините отрезок шланга с внутренним диаметром 1/4 или 5/16 дюйма к выходному штуцеру циркуляционного насоса термостабилизирующей ванны и к нижнему (входному) штуцеру водяной рубашки. Присоедините другой отрезок шланга к верхнему (выходному) штуцеру рубашки и к входному штуцеру ванны. Шланги должны быть достаточной длины, допускающей надлежащую циркуляцию в водяной рубашке без появления какого-либо бокового усилия на узле во время эксплуатации.

4. Прикрепите узел водяной рубашки к установочному каналу нижним монтажным винтом. Не перетяните винт. Верхняя пластина водяной рубашки должна касаться установочного штырька в установочном канале. (Для испытательных камер из нержавеющей стали: верх водяной рубашки можно опознать по металлическому штырьку, торчащему внутри муфты камеры.) Ослабьте монтажный винт и опустите водяную рубашку вниз, чтобы можно было прикрепить шпиндель.

5. Налейте в съемную камеру для проб указанное количество исследуемой жидкости (в нашем случае, 6,7 мл), наклонив камеру под углом 45° и медленно заливая исследуемую жидкость вдоль внутренней стенки камеры, чтобы избежать захвата пузырьков воздуха. В исследуемой жидкости не должно быть пузырьков, чтобы обеспечить точные измерения.

Примечание. При погружении шпинделя жидкость будет вытесняться, поэтому тщательно следите за тем, чтобы камера не переполнилась, и исследуемая жидкость не проливалась.

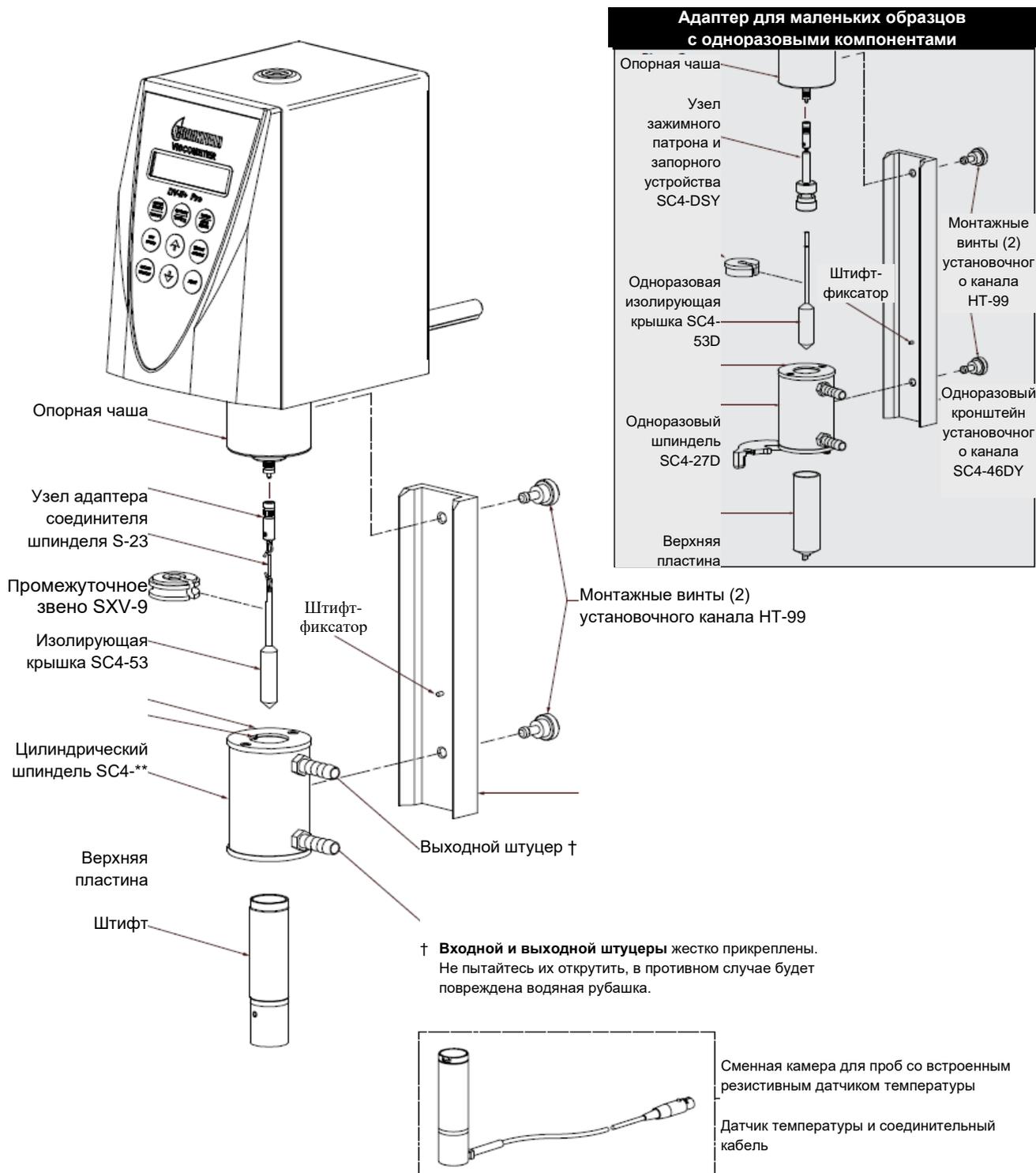


Рисунок 12 - Адаптер для маленьких образцов

6. Камеры для проб из нержавеющей стали. Осторожно вставьте камеру с пробой в водяную рубашку снизу до касания с металлическим

штырьком в верхней пластине рубашки. Поворачивайте камеру, пока штырек не войдет в зацепление с прорезью сбоку камеры. Поднимите камеру и вращайте ее против часовой стрелки (при взгляде сверху), пока она не остановится. Осторожно отпустите камеру, чтобы она опустилась и зафиксировалась на месте. Подключите соединительный кабель от головки вискозиметра к камере, если в камере есть встроенный датчик температуры.

7. Соберите вместе шпindel, промежуточное звено и соединительную гайку. Медленно погрузите шпindel в исследуемую жидкость. Наверните соединительную гайку (внимание: левая резьба) на соединитель шпинделя и вискозиметра. Установите изолирующую крышку на камеру с пробой, если необходимо.

8. Выровняйте вискозиметр. Общие эксплуатационные процедуры и входные коды шпинделей приведены в руководстве по эксплуатации вискозиметра.

9. Очищайте шпindel и камеру с помощью подходящих очищающих растворов.

3 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ВЯЗКОСТИ

3.1 Быстрый запуск

A) Соберите вискозиметр и установите его ровно
B) Включите питание.
C) Выполните автоматическую установку на нуль
D) На дисплее DV2T появится экран Configure Viscosity Test (Настройка испытания для вязкости). На этом экране выберите шпindel и скорость. Подтвердите, что для Data Collection (Сбор данных) установлено Single Point (Одна точка) и для End Condition (Конечное условие) установлено Time (Время) 00:00:00.

E) Опустите шпindel в образец и присоедините его соединительной гайкой.

F) Нажмите кнопку Run (Выполнить). Появится экран Running Viscosity Test (Выполнение испытания для вязкости).

G) Как только все будет готово к записи результата измерений, нажмите кнопку Stop Test (Остановка испытания). Будет открыт экран Results Table (Таблица результатов).

H) Запишите крутящий момент (%) и вязкость.

I) Для выполнения другого испытания нажмите кнопку Configure Test (Настройка испытания). Чтобы вернуться к начальному экрану, нажмите значок "Дом".

3.2 Подготовка к выполнению измерений

А) Вискозиметр DV2T следует включить, установить ровно и автоматически установить на нуль. Уровень регулируется с помощью двух ножек в нижней части основания и контролируется по пузырьковому уровню, расположенному спереди головной части. Отрегулируйте ножки так, чтобы пузырек находился в центре визира. Установите уровень до автоматической установки на нуль и проверяйте его перед каждым измерением.

Установка уровня очень важна для правильной работы DV2T.

В) Образец. Жидкость (образец), для которой будут выполняться измерения, должна находиться в емкости. Стандартные шпиндели, входящие в комплект поставки DV2T LV (1-4), предназначены для использования с широким стаканом Гриффина емкостью 600 мл (или эквивалентным контейнером диаметром 8,25 см). Множество других шпиндельных систем поставляются Brookfield с конкретными емкостями для образцов, например Small Sample Adapter (адаптер для малых проб).

Для выбранного шпинделя рекомендуется использовать соответствующую емкость. Для удобства можно использовать другую емкость, однако это может повлиять на измеренную вязкость. DV2T калибруется с учетом указанной емкости. Другие емкости будут давать воспроизводимые результаты, однако они не будут "истинными". LV (1-4) необходимо использовать с присоединенной защитной рамкой. Измерения, выполненные без защитной рамки, будут воспроизводимыми, но результат не будет "истинным".

3.3 Выбор шпинделя/скорости

С помощью DV2T можно измерять вязкость в чрезвычайно широком диапазоне. Например, с помощью вискозиметра DV2TLV можно выполнять измерения для жидкостей в диапазоне 1-6000000 сПз. Этот диапазон обеспечивается благодаря использованию нескольких шпинделей со множеством скоростей. Подробные сведения см в таблице 1.

Таблица 1. Шпиндели LV сПз (мПа*с)

| Шпиндель | Диапазон* |
|----------|-----------|
| LV-1 | 15-20Т |
| LV-2 | 50-100Т |
| LV-3 | 200-400Т |
| LV-4 | 1Т-2М |
| LV-2С | 2Т-4М |
| LV-3С | 50-100Т |
| LV-5 | 200-400Т |

Т = 1 тысяча, М = 1 миллион* На основе стандартных скоростей LV 0,3 – 60 об/мин Примечание: шпиндели LV1 – LV4 поставляются с приборами LV. LV-5 – это дополнительный шпиндель, разработанный для увеличения диапазона измерений в области высоких значений. LV-2С и LV-3С– это дополнительные «цилиндрические» шпиндели для расчета скоростей сдвига Шпиндели LV выполнены из нержавеющей стали 302.

Шпиндель и скорость для неизвестной жидкости обычно выбираются методом проб и ошибок. **Результатом соответствующего выбора будет выполнение измерений в диапазоне 10-100 шкалы крутящего момента прибора в %.** В процессе применения метода проб и ошибок полезно использовать два общих правила.

- 1) Диапазон вязкости обратно пропорционален размеру шпинделя.
- 2) Диапазон вязкости обратно пропорционален скорости вращения.

Другими словами: чтобы выполнить измерение высокой вязкости, выбирайте маленький шпиндель и/или низкую скорость. Если выбранный шпиндель/скорость дают в результате показание выше 100%, уменьшите скорость или выберите меньший шпиндель.

В результате экспериментирования можно обнаружить, что некоторые комбинации шпиндель/скорость будут давать удовлетворительные результаты в диапазоне 10-100%. В таком случае можно выбирать любой из шпинделей.

Если необходимо сравнить данные вязкости, используйте одинаковый метод испытания, а именно: одинаковые прибор, шпиндель, скорость, емкость, температуру и время испытания.

Шпиндели присоединяются к вискозиметру путем прикручивания их к соединительной гайке на нижнем штифте. Обратите внимание, что шпиндели имеют левостороннюю резьбу. Нижний штифт следует закрепить и слегка приподнять одной рукой, привинчивая шпиндель влево. Поверхность гайки

шпинделя и соответствующая поверхность на нижнем штифте должны быть гладкими и чистыми, чтобы при вращении не допустить отклонения шпинделя от круговой траектории. Шпиндели можно идентифицировать по номеру, указанному на боковой поверхности соединительной гайки шпинделя.

3.4 Несколько точек данных

Большая часть измерений вязкости и предела текучести выполняется на уровне контроля качества и часто включает одну точку данных. Испытание проводится с использованием одного шпинделя при одной скорости. Эта точка данных является удобной контрольной точкой для принятия решения о годности на производстве. DV2T можно использовать для выполнения измерений с использованием одной точки. Для многих жидкостей характерно изменение вязкости и предела текучести при изменении приложенной силы. Такое поведение неньютоновского течения обычно свойственно краскам, покрытиям и пищевым продуктам: например, уменьшение вязкости с увеличением скорости сдвига или увеличение предела текучести с увеличением скорости вращения. Это поведение невозможно обнаружить и оценить, если используется измерение с одной точкой.

Неньютоновское течение анализируется посредством сбора данных вязкости в диапазоне скоростей сдвига и создания графика зависимости вязкости от скорости сдвига (реограммы). Эти сведения позволяют более полно охарактеризовать жидкость и могут помочь при разработке рецептуры и производстве продукта. С помощью DV2T можно производить сбор нескольких точек данных для всестороннего анализа поведения течения при помощи программ испытаний, созданных с использованием ПО PG Flash.

3.5 Выбор сбора данных

Вискозиметр DV2T предоставляет несколько опций для сбора данных. Настройка Data Collection (Сбор данных) отображается на экране Configure Viscosity Test (Настройка испытания для вязкости) сразу под отображением температуры. По умолчанию установлена настройка Single Point (Одна точка) (см. рисунок 13). Если нажать синюю стрелку в этом поле, появится экран Data Collection (см. рисунок 14).



Рисунок 13



Рисунок 14

Single Point: сбор только одной точки данных, если удовлетворено конечное условие.

Single Point Averaging: определение величины времени, за которое следует усреднять измеренные данные.

Сбор одной точки данных, если удовлетворено конечное условие. Эта точка данных является усредненным значением. Если время усреднения короче общего времени шага, среднее значение будет определено за указанное время в конце испытания.

Multi Point: сбор нескольких точек данных на основе времени. Интервал данных указывается в час:мин:с. Если в качестве конечного условия указано время, общее число точек будет рассчитываться и отображаться на экране сбора данных. Если конечное условие не основано на времени, возможно, что этот шаг будет завершён до сбора точки данных. Если требуется получить точку данных при завершении шага независимо от интервала времени, можно установить флажок на экране Data Interval (Интервал данных).

Multi Point Averaging: определение величины времени, за которое следует усреднять измеренные данные. Сбор нескольких точек данных на основе времени, пока не будет удовлетворено конечное условие. Каждая точка данных является усредненным значением. Если продолжительность усреднения короче интервала данных для шага, среднее значение будет определено за указанное время в конце интервала данных. Общее число точек, подлежащих сбору, будет отображаться, если в качестве конечного условия задано время. Если конечное условие не основано на времени, возможно, что этот шаг будет завершён до сбора точки данных. Если требуется получить точку данных при завершении шага независимо от интервала времени, можно установить флажок на экране Data Interval (Интервал данных).

No Data: конечное условие удовлетворено, но данные не собраны.

3.6 Конечное условие

Завершение испытания определяется конечным условием. Каждый раз при входе на экран настройки испытания для вязкости в качестве конечного условия будет устанавливаться последнее использованное значение. Параметр или значения конечного условия можно изменить, нажав кнопку End Condition (Конечное условие).

На экране End Condition отображаются выбранный в данный момент параметр и значения конечного условия. Конечное условие можно изменить, нажав на синюю стрелку вниз в поле параметра. Доступны шесть конечных условий: Time (Время), # of Points (Число точек), # of Revolutions (Число оборотов), Torque (Крутящий момент), Viscosity (Вязкость), Temperature (Температура) (см. рисунок 15).

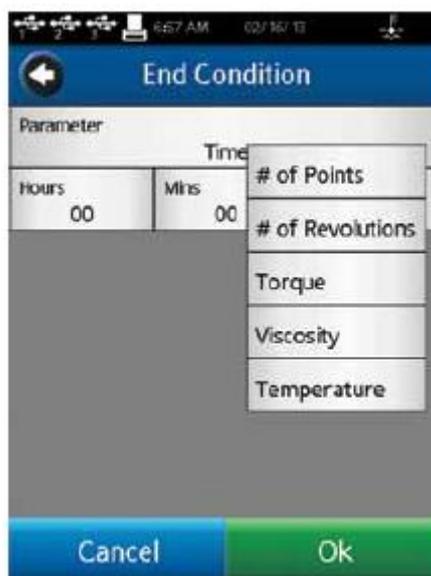


Рисунок 15

Time: испытание будет завершаться, когда истечет указанное время. Время вводится в следующих единицах: Hours (ч), Minutes (мин), Seconds (с).

Часы: 0-99

Минуты: 0-59

Секунды: 0-59

Можно выбрать нулевое значение часов, минут и секунд. При выборе такого конечного условия DV2T будет работать с выбранной скоростью, пока оператор не выберет Stop Test (Остановка испытания). Данные будут собираться согласно настройке Data Collection

of Points: испытание будет завершаться, когда собрано указанное число точек данных. Данные собираются согласно настройке Data Collection. Диапазон точек данных: 1 – 9 999.

of Revolutions: испытание будет завершаться, когда достигнуто указанное число оборотов шпинделя. Данные собираются согласно настройке Data Collection. Диапазон числа оборотов: 1 – 9 999.

Torque: испытание будет завершаться при измерении указанного значения крутящего момента. Данные собираются согласно настройке Data Collection. Диапазон значений измеренного крутящего момента: -10.0 – 100.0.

Viscosity: испытание будет завершаться при измерении указанного значения вязкости. Данные собираются согласно настройке Data Collection. Диапазон измеряемой вязкости: 0 – 6 000 000 сПз.

Temperature: испытание будет завершаться при измерении указанного значения температуры в пределах заданного допустимого отклонения. Tolerance (Допустимое отклонение) определяет, насколько близко измеренная температура должна находиться к указанному значению температуры, чтобы считалось, что цель достигнута. Температура измеряется с помощью подключенного датчика температуры Brookfield (DVP-94Y, CPA-44ZPY cup, SC4-XXRPY chamber). Данные собираются согласно настройке Data Collection.

Температура: -100 – 300 С

Допуск: 0,0 – 9,9 С

3.7 Выполнение испытания

Испытание для вязкости начинается нажатием кнопки Run (Выполнить) на экране Configure Viscosity Test (Настройка испытания для вязкости). После нажатия кнопки Run появится экран Running Viscosity Test (Выполнение испытания для вязкости) (см. рисунок 16).



Рисунок 16

На экране Running Viscosity Test предоставляется информация о текущих измерениях, в числе которых: Torque (Крутящий момент), Viscosity (Вязкость),

Shear Stress (Напряжение сдвига), Shear Rate (Скорость сдвига), Temperature (Температура) и Speed (Скорость).

Крутящий момент представляет собой отклонение датчика крутящего момента вискозиметра. Он описывается как процентное значение (%) и имеет диапазон 0-100%. DV2T будет предоставлять результаты измерений в пределах установленной погрешности при условии, что показание крутящего момента находится в диапазоне от 10 до 100%. Если показание крутящего момента опускается ниже 10%, надписи в полях данных будут мигать, указывая состояние ошибки. Собирать данные в диапазоне крутящего момента ниже 10% не рекомендуется, однако ограничений для сбора данных нет.

Вязкость рассчитывается по измеренному крутящему моменту с учетом выбранного шпинделя и скорости вращения. Единицы измерения вязкости определяются в разделе Global Settings (Глобальные настройки) меню настроек . Если показание крутящего момента опускается ниже 10%, надписи в полях данных будут мигать, указывая состояние ошибки.

Напряжение сдвига рассчитывается по измеренному крутящему моменту с учетом выбранного шпинделя. Единицы измерения напряжения сдвига определяются в разделе Global Settings меню настроек . Если показание крутящего момента опускается ниже 10%, надписи в полях данных будут мигать, указывая состояние ошибки.

Скорость сдвига рассчитывается по выбранной скорости с учетом выбранного шпинделя.

Температура вводится с подключенного датчика температуры Brookfield. DV2T поставляется с датчиком DVP-94Y, который можно вставить в испытываемый образец или водяную баню. Единицы измерения температуры определяются в разделе Global Settings меню настроек .

Скорость выбирается на экране Configure Viscosity Test.

Строка индикатора тенденций находится в нижней части экрана Running Viscosity Test. Строка

индикатора тенденций отображает направление и величину изменения измеряемого параметра. Эта строка может представлять либо измеренную вязкость, либо измеренный крутящий момент. Чтобы изменить отображаемый параметр, нажмите на поле данных. На рисунке 17 в строке индикатора тенденций отображен крутящий момент. Он представлен синим кружком рядом со значением крутящего момента в поле данных. Если в качестве пределов QC выбран крутящий момент или вязкость, эти пределы будут указаны в строке индикатора тенденций

На экране Running Viscosity Test доступны две командные клавиши: View Test (Просмотр испытания) и Stop Test (Остановка испытания).

Stop Test:

немедленная остановка текущего испытания. Для пользователя будет выведено окно подтверждения. Испытание продолжится, если в поле подтверждения будет выбрано значение Yes (Да). Если во время испытания были собраны какие-либо данные, будет выведен экран Results (Результаты). Если данные не были собраны, снова будет открыт экран Configure Viscosity Test (Настройка испытания для вязкости).

View Test:

изменение представления с измерения на параметры испытания, включающие следующие: Spindle (Шпиндель), Speed (Скорость), Temperature (Температура), End Condition (Конечное условие), Data Collection (Сбор данных), QC Limits (Пределы QC), Instructions (Инструкции) и Density (Плотность).

На экране View Test имеется отображение в реальном времени крутящего момента и параметр времени, который отражает общее истекшее время испытания (см. рисунок 18).

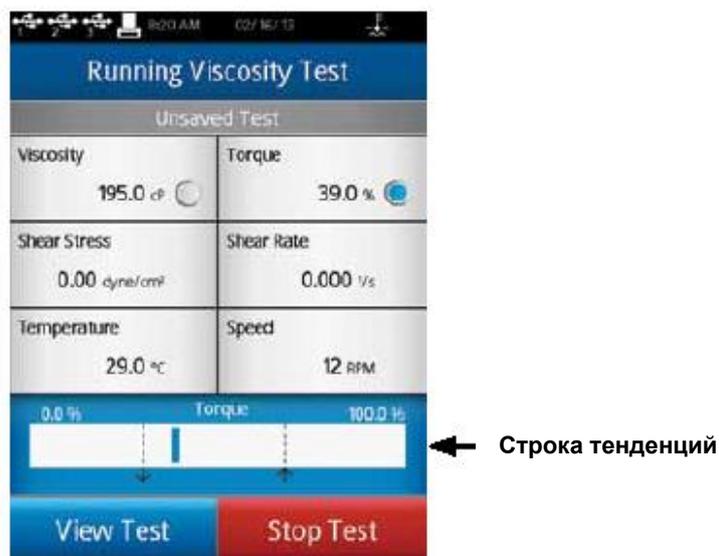


Рисунок 17



Рисунок 18

3.8 Результаты

Для просмотра данных измерений используется экран Results (Результаты). Этот экран выводится при завершении испытания или загрузке данных с помощью выбора пункта View Results (Просмотр результатов) в начальном меню.

В DV2T используется широкий формат данных. Файлы данных включают полный набор результатов измерений и рассчитанных значений вместе с протоколом испытания. Все элементы испытания можно просмотреть на экране Results.

4. ПРОГРАММА RHEOCALC T 1.0.6

4.1 О программе Rheocalc T

Программа Rheocalc обеспечивает автоматическое управление и сбор данных с использованием компьютера. Rheocalc может анализировать данные, накладывать несколько графиков друг на друга, распечатывать табличные данные, рассчитывать математические модели и выполнять другие экономящие время операции. Можно графически отобразить и сохранить до пяти сравниваемых наборов данных.

Программа Rheocalc T разработана для использования с вискозиметром DV2T и операционной системой Windows XP или более новой.

Характеристики программы:

- Простая пошаговая структура для создания испытаний
- Функции цикла для выполнения повторяющихся задач
- Измерения кинематической вязкости
- Отображение на графике пределов контроля качества
- Математические модели: Бингам, Кассон, Кассон NCA/CMA, модель степенной зависимости, паста ИРС, модель Гершеля-Балкли
- Усреднение собранных данных, по шагу или по всему испытанию
- Экспорт результатов в Excel или в доступные только для чтения форматы PDF
- Смещения температуры, для коррекции показаний программы для соответствия калиброванному стандарту

Минимальные системные требования

| | |
|-----------------------|---|
| Операционная система: | Windows XP или более новая, 32-битная или 64-битная |
| Скорость процессора: | 2 ГГц |
| Оперативная память: | 1 Гбайт |
| Разрешение экрана: | 1280x800 |
| Обмен информацией: | Порт USB |

4.2 Как создать испытание

Настройка шагов испытания

А. В области параметров шага [1] укажите шпиндель, который будет использоваться для выполнения испытания.

В. Настройте один или более шагов: для каждого шага вы должны выбрать скорость, температуру (при использовании контроллера температуры), как именно вы хотите собирать данные (точка каждые 10 с, или одна точка в

конце шага, и т.д.), и какое условие будет вызывать шаг к завершению (прошла 1 минута, или температура достигла 25°C, и т.д.).

С. Другие настройки в области параметров шага являются опциональными. Значения плотности являются опциональными, но необходимыми при определении кинематической вязкости (сСт или мм²/с).

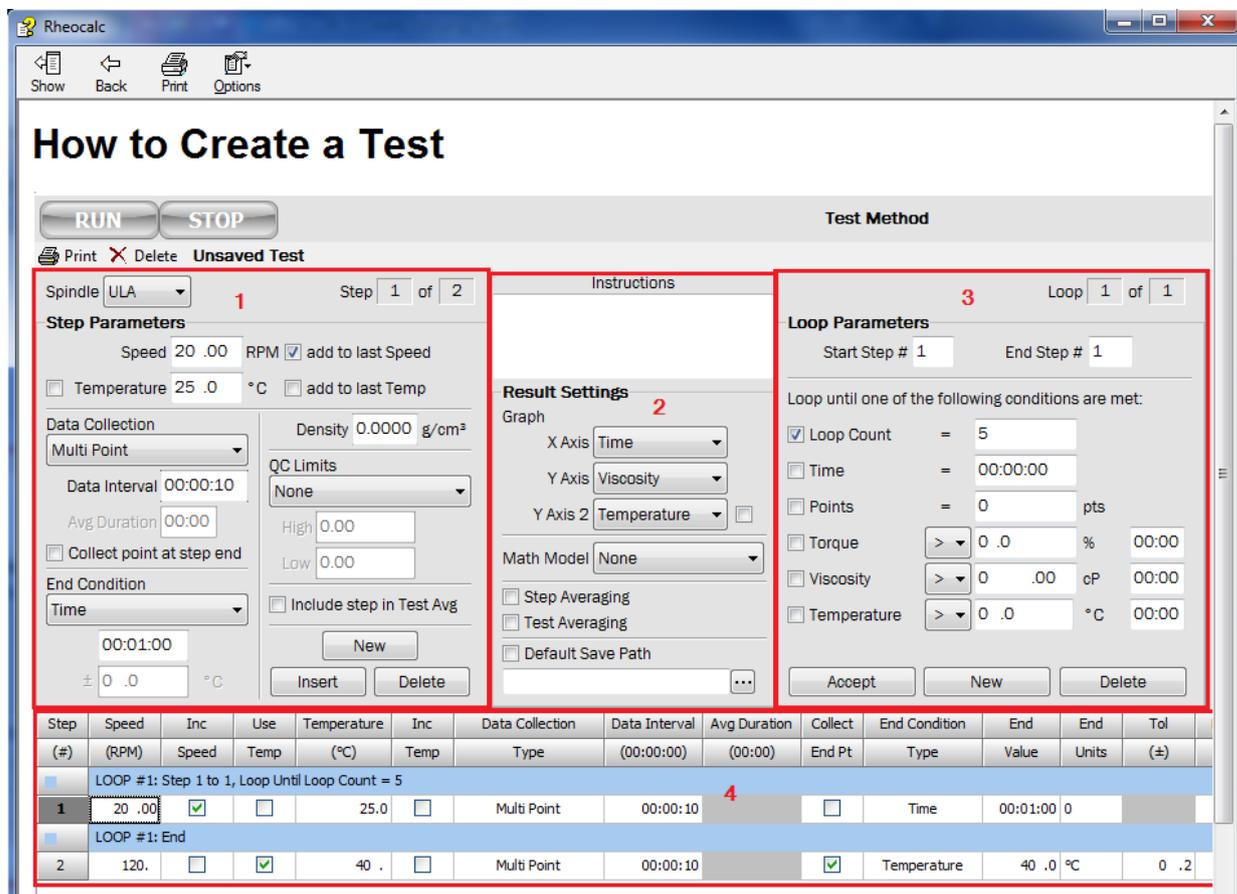


Рисунок 19

Д. Шаги могут быть добавлены при щелчке по опциям New (новый) или Insert (вставить). Все шаги перечислены в области таблицы шагов [4]. Следует учесть, что новый шаг будет иметь все те же самые параметры, что и шаг, расположенный выше него. Таким образом, следует вводить только параметры, изменяющиеся от шага к шагу.

Конфигурирование настроек результатов (опционально)

А. В области настроек результатов [2] можно установить опции результатов, например, какие графики будут отображаться во время испытания и какая математическая модель будет использована для анализа данных в конце испытания.

В. В области инструкций вы также можете ввести напоминания для сотрудников о действиях, которые следует предпринять перед выполнением испытания, например 'Выдержка образца в SOX в течении 24 часов'.

Создание циклов (дополнительно)

А. В области параметров циклов [3] можно настроить циклы. В цикле будут повторяться все шаги, указанные от начального до конечного шага, до достижения выбранных условий цикла.

В. Некоторые ситуации, в которых циклы весьма полезны:

1. Линейные изменения скорости или температуры (путем установки "счетчика цикла" в [3] и "добавить к последней скорости" или "добавить к последней температуре" в [1])

2. Один или более шагов потребуется выполнять неизвестное число раз до достижения нужного результата (подъем температуры на 5°C, ожидание 5 мин, снова подъем температуры, до тех пор, пока вязкость не упадет ниже определенного значения).

3. По эксплуатационным причинам вы не хотите, чтобы шаг выполнялся после определенной точки. Например, шаг выполняется до достижения определенного крутящего момента, но, если этот крутящий момент никогда не достигается, вы не хотите, чтобы испытание продолжалось более часа.

С. Для настройки цикла:

1. Введите начальные и конечные шаги (Start и End). Если будет повторен только один шаг, используйте этот # шага как для Start, так и для End.

2. Проверьте все условия, за которыми должен наблюдать цикл, и установите соответствующие параметры. Следует учитывать, что выход из цикла будет выполнен при достижении одного из выбранных условий.

3. Для условий цикла могут быть использованы следующие операторы:

a. (=) Равно: используется со счетчиком цикла, временем и параметрами точек. При равенстве параметра указанному значению будет выполнен выход из цикла.

b. (>) Больше чем: используется с параметрами крутящего момента, вязкости и температуры. Как только параметр станет больше указанного значения, будет выполнен выход из цикла. Если при входе в цикл параметр уже и так больше указанного значения, будет выполнен немедленный выход из цикла, без выполнения любых шагов внутри цикла.

c. (<) Меньше чем: используется с параметрами крутящего момента, вязкости и температуры. Как только параметр станет меньше указанного значения, будет выполнен выход из цикла. Если при входе в цикл параметр уже и так меньше указанного значения, будет выполнен немедленный выход из цикла, без выполнения любых шагов внутри цикла.

d. (\pm) Стабильное показание: используется с параметрами крутящего момента, вязкости и температуры. Цикл будет выполняться, пока показания параметра варьируются не более чем на определенное значение за определенное время. Например, если условие цикла для крутящего момента установлено с оператором \pm , значением 2% и временем 05:00, то цикл будет выполняться до тех пор, пока показания крутящего момента будут варьироваться не более чем на $\pm 2\%$ за 5 минутный период. При использовании этого оператора пользователю не нужно знать, какое фактическое значение показания будет стабилизироваться.

4. После завершения настройки цикла щелкните Ассерт (принять) для создания цикла. В таблице шагов [4] вы увидите синие линии, показывающие, где начинается и где заканчивается цикл, и каковы условия цикла.

4.3 Как сохранять и загружать файлы

How to Save and Load Files

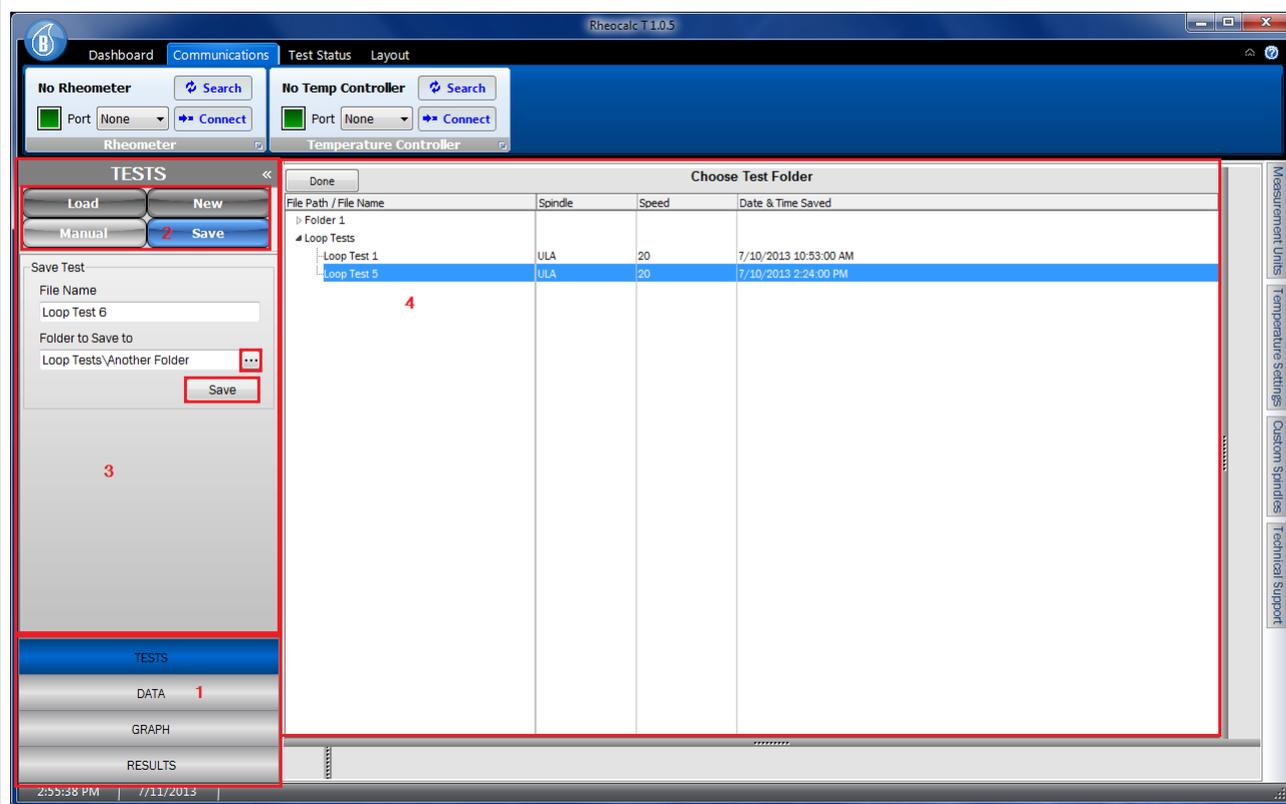


Рисунок 20

Перемещение на правильную панель действия

A. Щелкните по кнопке навигации 'TESTS' [1] для перехода в раздел Tests (для файлов испытаний), или по кнопке навигации "DATA" [1] для перехода в раздел Data (для файлов данных).

В. В верхней части раздела расположены несколько кнопок задач [2]. Выберите кнопку задачи Load для загрузки файла, или кнопку задачи Save для сохранения файла.

С. Щелчок по кнопке задачи выведет правильную панель действия [3], в которой имеются редактируемые поля для ввода имени файла и пути к каталогу.

Указание пути к каталогу и имени файла

А. Щелчок по кнопке со знаком многоточия (...) приведет к выводу списка существующих файлов и каталогов в области списка файлов [4]. Обратите внимание: если вы находитесь в разделе Test, то будут показаны только файлы испытаний. Если вы находитесь в разделе Data, то будут показаны только файлы данных.

В. В каталогах имеются расположенные рядом с ними символы раскрытия (или треугольники, или значки "плюс"). Щелчок по символу раскрытия приводит к раскрыванию каталога с показом всех файлов и подкаталогов внутри него.

С. Файлы имеют дополнительную информацию, указанную рядом с ними (такую как дату и время сохранения), это помогает пользователю идентифицировать файл.

Д. Щелчок по каталогу в области списка файлов [4] обновит поле редактирования "Folder to Save to" (операции сохранения).

Е. Щелчок по файлу в области списка файлов [4] обновит поле редактирования "File name" (операции сохранения), или внесет в поле редактирования "File to Load" путь и имя файла (операции загрузки).

Ф. Имена в полях редактирования могут быть дополнительно изменены вручную.

Г. Для операций сохранения к существующим каталогам могут быть добавлены новые каталоги, для этого в поле редактирования после существующего имени каталога следует ввести знак '\' и имя нового каталога.

Сохранение / загрузка файла

А. После того как были указаны нужный путь к каталогу и имя файла, на панели действий [3] щелкните по кнопкам "Save" (сохранить) или "Load" (загрузить) для завершения операций.

В. Только что сохраненный или загруженный файл должен появиться в области главного экрана [4], а список файлов должен закрыться.

С. Для операций загрузки двойной щелчок по нужному имени файла в списке файлов [4] также завершит операцию загрузки.

4.3 Как просматривать различные элементы в области главного экрана

Изменение текущего экрана

А. Из вкладки Layout на панели заголовка перейдите в область текущего экрана [2]. Эти раскрывающиеся списки показывают, какие элементы будут отображены в области главного экрана [1].

В. Могут быть отображены следующие элементы: Test Panel Data Graph (график данных панели испытания), Data Table (таблица данных), Results Graph (график результатов), Results Table (таблица результатов) или None (нет).

С. Эти элементы могут быть отображены в одном из четырех угловых местоположений в области главного экрана [1]: вверху слева, вверху справа, внизу слева или внизу справа.

Д. Для выбора, какой элемент следует отображать и где, используйте раскрывающиеся списки текущего экрана.

Е. Когда вы завершите изменение настроек текущего экрана, щелкните Ассерт [4] (принять) для принятия изменений.

How to View Different Items in the Main Display Area

The screenshot shows the Rheocalc T 1.0.5 software interface. The 'Layout' tab is active, showing configuration for the 'Current Display' and 'Automatic Actions'. The 'Current Display' panel has 'Data Graph' selected for the top-left position and 'Data Table' for the bottom-left position. The 'Automatic Actions' panel has 'Test Panel' selected for the top-left position. The main display area shows a 'Data Graph' with 'Viscosity (cP)' on the y-axis (ranging from 3500 to 6000) and 'Time (s)' on the x-axis (ranging from 0 to 220). The graph shows a red line representing viscosity over time, with a peak around 100 seconds. Below the graph is a 'Data Table' with the following data:

| Loop (#) | Step (#) | Pt (#) | Time (s) | Viscosity (cP) | Speed (RPM) | Torque (%) | Sh Stress (dyn/cm ²) | Sh Rate (1/s) | Temperature (°F) | Bath (°F) |
|----------|----------|--------|------------|----------------|-------------|------------|----------------------------------|---------------|------------------|-----------|
| 0 | 1 | 1 | 00:00:01.4 | 3345.16 | 4.56 | 6.1 | 51.85 | 1.550 | 76.7 | 77.0 |
| 0 | 1 | 2 | 00:00:02.8 | 4614.29 | 6.18 | 11.4 | 96.90 | 2.100 | 76.6 | 77.0 |
| 0 | 1 | 3 | 00:00:04.2 | 5196.23 | 7.79 | 16.2 | 137.70 | 2.650 | 76.7 | 77.0 |
| 0 | 1 | 4 | 00:00:05.5 | 5631.25 | 9.41 | 21.2 | 180.20 | 3.200 | 76.6 | 77.0 |
| 0 | 1 | 5 | 00:00:06.9 | 5780.00 | 11.03 | 25.5 | 216.80 | 3.750 | 76.6 | 77.0 |
| 0 | 1 | 6 | 00:00:08.3 | 5910.47 | 12.65 | 29.9 | 254.10 | 4.300 | 76.7 | 77.0 |
| 0 | 1 | 7 | 00:00:09.6 | 5888.66 | 14.26 | 33.6 | 285.60 | 4.850 | 76.7 | 77.0 |

Рисунок 21

Изменение экрана для автоматических действий

А. В области автоматических действий [3] можно изменить, что именно следует отображать, когда происходит каждое из перечисленных ниже действий: создается новое испытание, испытание загружается, испытание сохраняется, испытание запускается, запускается ручное испытание, данные загружаются, данные сохраняются, отображается испытание, которое было использовано для сбора загруженных данных, данные анализируются с использованием математической модели, или данные анализируются с использованием последующего усреднения.

В. Для выбора элементов, для которых следует изменить отображение, используйте раскрывающийся список действий.

С. Используйте раскрывающиеся списки элемента отображения для выбора, какие элементы следует отображать и в каком местоположении.

Д. После завершения настроек отображения автоматического действия щелкните Ассерпт [4] (принять) для принятия изменений.

Общие настройки отображения

А. Кнопка Cancel [4] на вкладке Layout отменяет любые изменения и возвращает раскрывающиеся списки для текущего экрана и всех автоматических действий.

В. Кнопка "Return to Default" [4] возвращает текущий экран и все автоматические действия к заводским настройкам, и применяет эти изменения.

С. Наряду с сохранением любых изменений экрана, щелчок по кнопке Ассерпт [4] показывает элементы текущего экрана равномерно размещенными для заполнения области главного экрана [1]. Таким образом, кнопка Ассерпт также может использоваться для изменения размеров отображаемых на текущий момент элементов, например, после изменения размеров окна программы.

Д. Размер элементов также может быть скорректирован при щелчке и перетаскивании серых меток на краях элементов. Следует учесть, однако, что при загрузке новых элементов все они вернуться к одинаковому размеру.

Е. Размер области главного экрана [1] может быть увеличен путем минимизации панели заголовка в верхней части окна программы, и панели действий внизу на левой стороне. В обоих случаях это осуществляется при щелчке по маленькой стрелке в верхнем правом углу каждой области. Следует учесть, что для раскрытия этой области и доступа к элементам управления в этих областях вам следует снова щелкнуть по этой стрелке.

5 ЦИРКУЛЯЦИОННЫЙ ТЕРМОСТАТ BROOKFIELD СО СТАНДАРТНЫМ ЦИФРОВЫМ КОНТРОЛЛЕРОМ ТЕМПЕРАТУРЫ

5.1 Общие сведения

| Тип модели | Емкость резервуара | Диапазон температур | |
|--|--------------------|---------------------|-----------------|
| | | °C | °F |
| ТС-550SD Циркуляционный термостат с нагревом/охлаждением | 7 литров | от -20° до 170°C | от -4° до 338°F |

| | | |
|----------------------|--------------------------------------|---------------------------------|
| Условия эксплуатации | Только для использования в помещении | |
| | Максимальная высота: | 2000 м |
| | Условия эксплуатации: | от 5° до 35°C (от 41 до 95°F) ° |
| | Относительная влажность: | 80%, без конденсации |
| | Категория установки: | II |
| | Степень загрязнения: | 2 |
| | Защита от проникновения: | IP 31 |
| | Класс климата: | SN |
| | Класс программного обеспечения: | B |
| Выходная форма волны | Синусоидальная | |

5.2 Средства управления и компоненты

Стандартный цифровой контроллер



Рисунок 22



Рисунок 23

Охлаждающие/нагревательные бани

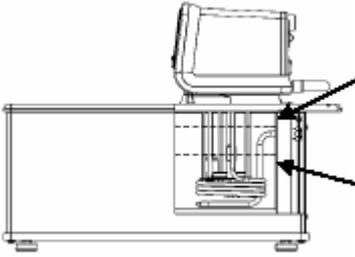
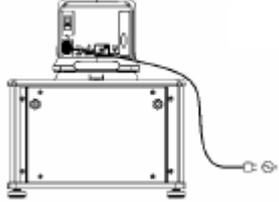
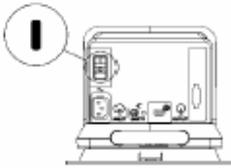
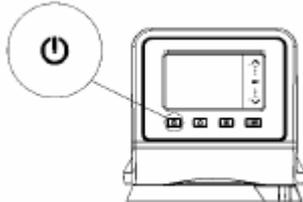
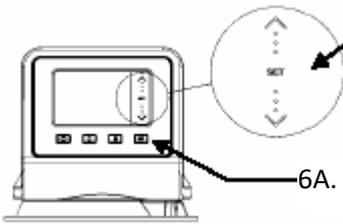


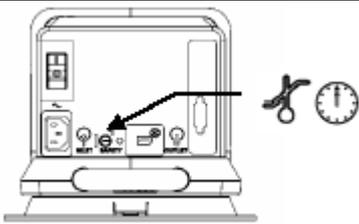
Рисунок 24



Рисунок 25

5.3 Быстрое начало работы

| | | |
|---|---|--|
| 1 | Заполните резервуар жидкостью |  <p>Максимум: 1 дюйм/ 2.54 см ниже нижней поверхности верхней крышки</p> <p>Минимум: 4.5 дюйм/ 11.5 см ниже верхней крышки</p> |
| 2 | Подключите все сетевые кабели и кабели управления |  <p>Сетевой кабель ИЕС от контроллера температуры к силовому модулю охлаждения</p> <p>Модели с охлаждением/н агревом</p> |
| 3 | Установите сетевой переключатель/прерыватель цепи в положении ON (вкл). |  <p>Только для моделей с нагревом</p> |
| 4 | Включите контроллер |  <p>Модели с охлаждением/ нагревом</p> |
| 5 | Введите заданную точку температуры |  <p>6В. Прикоснитесь и удерживайте или сдвигайте палец вверх/вниз по полосе</p> <p>6А. Нажмите SET (установить)</p> |

| | | |
|---|--|--|
| 6 | <p>Установите защитный термостат</p> <p>(Подробности см. в разделах Установка и запуск, Настройка контроллера, Заданная безопасная температура.)</p> |  |
|---|--|--|

5.4 Установка и запуск

Циркуляционный термостат Brookfield со стандартным цифровым контроллером температуры является простым в настройке и установке устройством. Единственными инструментами, требуемыми для этого, являются отвертка с плоским шлицом и контейнер для добавления воды или другой подходящей жидкости в резервуар бани.

5.4.1 Общие требования к месту установки

Установите циркуляционное устройство на плоской поверхности, защищенной от сквозняков и прямого солнечного света. Не размещайте устройство в месте, в котором имеются коррозионные пары, чрезмерная влажность, высокая температура или сильная запыленность.

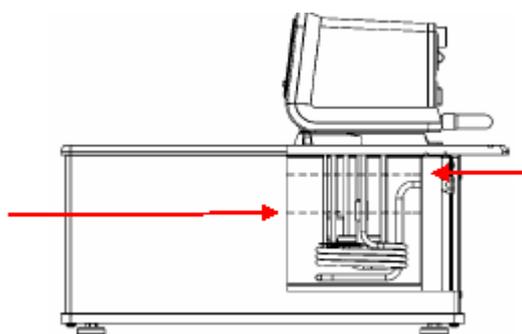
Охлаждаемые/нагреваемые циркуляционные устройства должны располагаться на расстоянии в 10.2 см/4 дюйма или больше от стенок или вертикальных поверхностей, это необходимо для свободной циркуляции воздуха.

Избегайте падений напряжения и используйте правильно заземленные сетевые розетки, подключенные проводом сечением не менее 2 мм², и по мере возможности, расположенные как можно ближе к распределительному электрощиту. Не рекомендуется использовать удлинители; это уменьшит вероятность проблем, связанных с низким напряжением в сети.

5.4.2 Добавление жидкости в резервуар бани

Уровень жидкости в резервуаре должен поддерживаться между 1 дюйм/2.54 см и 4.5 дюйма/11.5 см ниже нижней поверхности верхней крышки бани. После запуска может потребоваться долить жидкость в баню для компенсации убыли жидкости, используемой для внешней циркуляции. Аналогично следует учитывать компенсацию вытеснения жидкости при размещении образцов или других материалов в резервуаре контейнера.

Минимальный уровень жидкости = 4.5 дюймов/ 11.5 см ниже



Максимальный уровень жидкости = 1 дюйм/ 2.54 см ниже нижней

Рисунок 26

5.4.3 Подключения входного и выходного патрубка насоса

Входные и выходные порты насоса являются внутренними 1/2 дюймовыми соединениями NPT, позволяющими использовать снабженные наконечниками шланговые адаптеры или жесткие трубные фитинги. 1/2 дюймовый (13 мм) шланг также может быть подключен к этим соединениям с фиксацией по месту с помощью шланговых зажимов (с внутренним диаметром минимум 7/8 дюйма/22 мм).

Если входы и выходы насоса не используются для внешней циркуляции, то должна быть оставлена на месте поставляемая с устройством байпасная трубка, с целью оптимизации перемешивания жидкости внутри резервуара.

Фитинги нейлоновых снабженных наконечниками шланговых адаптеров, поставляемые вместе с устройством, предназначены для работы в диапазоне температур от -40° до 93°C. Для работы при температурах выше 93°C рекомендуется использовать фитинги из фторопласта, латуни или нержавеющей стали.

1/2 дюймовый наружный адаптер из нержавеющей стали NPT на M16 поставляется со всеми моделями на 50 Гц.

Входной патрубок для жидкости



Выходной патрубок для жидкости

Рисунок 27

5.5 Нормальная работа

5.5.1 Клавиши и средства управления

| | | |
|---------------------|--|---|
| Питание |  | Включает контроллер температуры циркуляционного устройства. |
| Исходное положение |  | Возвращает ЖК-экран к главному рабочему дисплею (из любого экрана). |
| Меню |  | Предоставляет доступ к подменю настройки контроллера температуры. Пункты этого подменю используются для конфигурирования общих рабочих параметров контроллера (единиц измерения температуры, скорости работы насоса, верхнего и нижнего пределов температуры и т.д. (см. раздел <i>Подменю настройки</i>). |
| SET |  | Используется вместе с сенсорной прокруткой для изменения температуры точки установки. |
| Сенсорная прокрутка |  | <ul style="list-style-type: none">Используется для ввода точки установки температуры и других рабочих параметров. Сдвигайте палец вверх или вниз по полосе сенсорной прокрутки или прикасайтесь к верхней или нижней секции для внесения небольших изменений; нажимайте и удерживайте для внесения больших изменений. |

5.5.2 Включение циркуляционного термостата

Нажмите на кнопку .

Когда циркуляционное устройство начнет работать, будут отображены фактическая и установленная температуры, и символ циркуляции также будет светиться.

Если фактическая температура бани ниже установленной температуры, то символ нагрева будет светиться.

Модели с охлаждением/нагревом: если фактическая температура бани выше, чем установленная температура, символ охлаждения будет светиться. Это нормально, если одновременно светятся символы нагрева и охлаждения при достижении или поддержании температуры точки установки.

5.5.3 Главный рабочий дисплей (исходное положение)

Это – главный рабочий дисплей циркуляционного устройства. Вы можете возвратиться к этому экрану в любое время, нажав клавишу .



Рисунок 28

5.5.4 Подменю настройки

Нажатие на клавишу  предоставляет доступ к подменю настройки контроллера температуры. Полоса сенсорной прокрутки используется для изменения текущей настройки или значения в подменю.

| Подменю | Выбор/диапазон | Заводская настройка |
|------------------------------------|-------------------------------------|---------------------|
| Шкала температур | °C или °F | °C |
| Скорость работы насоса | Низкая или высокая | Высокая |
| Калибровка | от -3.0°C до +3.0°C | 0.0°C |
| Нижний предел | от -52° до +20°C/от -65° до +65°F | -52°C |
| Верхний предел | от +25° до +175°C/от +80° до +350°F | 175°C |
| Подключения управления охлаждением | от 1° до 150°C/от 34° до 302°F | 45°C |

Для принятия значения в подменю нажмите   , или дайте экрану вернуться в главный рабочий дисплей (примерно 10 с).

5.5.5 Настройка точки установки температуры

Это температура, которая будет поддерживаться для жидкости в циркуляционной бане. Она может быть установлена с точностью в одну десятую градуса в диапазоне от -50.0° до +170.0°C/от -58.0° до +338°F. Заводской настройкой является +20.0°C/+68.0°F.



Для внесения больших изменений прикоснитесь и удерживайте стрелку вверх/вниз

Сдвигайте палец вверх или вниз по полосе сенсорной прокрутки или прикасайтесь к верхней или нижней стрелке для внесения небольших изменений

Рисунок 29

Для изменения: Нажмите **SET**. Стрелка возле слова “SET” начнет мигать. Для внесения изменений на один градус или более прикасайтесь к стрелкам вверх/вниз до тех пор, пока не начнет отображаться нужное значение установки температуры. Для внесения изменений менее чем на градус (например, 0.50°C), нажмите во второй раз **SET**. Десятичная точка начнет мигать. Прикасайтесь к стрелкам вверх/вниз до отображения нужного значения.

Для принятия: Нажмите **⏏**, **🏠**, **SET** или дайте дисплею вернуться на главный рабочий дисплей (примерно 10 с).

5.5.6 Выбор единиц измерения температуры

Подменю единиц измерения температуры (°C/°F) позволяет выбрать единицы измерения температуры, с которыми будут отображаться фактическая температура бани и температура точки установки. Заводской установкой является °C.



Прикоснитесь к стрелке вверх для градусов С

Прикоснитесь к стрелке вниз для градусов F

Рисунок 30

Для доступа: Нажимайте на клавишу **⏏**, пока на дисплее не появится °C/°F.

Для изменения: Для выбора °F прикоснитесь к нижней части полосы прокрутки; для выбора °C прикоснитесь к верхней части полосы прокрутки.

Для принятия: Нажмите    или дайте дисплею вернуться на главный рабочий дисплей (примерно 10 с).

5.5.7 Выбор скорости насоса

Это подменю позволяет выбрать скорость работы насоса циркуляционного устройства. Можно выбрать Low (LO – низкую) и High (HI – высокую); заводской настройкой является High (HI).

Для доступа: Нажимайте на клавишу  до появления на дисплее PUMP.

Для изменения: Для выбора высокой скорости насоса прикоснитесь к верхней стрелке; для выбора низкой скорости насоса прикоснитесь к нижней стрелке.

Для принятия: Нажмите    или дайте дисплею вернуться на главный рабочий дисплей (примерно 10 с).



Прикоснитесь к верхней стрелке для выбора High

Прикоснитесь к нижней стрелке для выбора Low

Рисунок 31

5.6 Техническая информация Жидкости резервуара

В зависимости от решаемых вами задач, в циркуляционном устройстве могут использоваться различные жидкости. Независимо от типа выбранной жидкости для бани, она должна быть химически совместима с резервуаром и материалами вашего циркуляционного устройства. Она также должна быть подходящей для нужного диапазона температур.

Для оптимальной стабильности температуры вязкость жидкости должна быть 50 сантистокс (сСт) или меньше при самой низкой рабочей температуре. Это позволяет достигать хорошей циркуляции жидкости и минимизирует нагрев насоса.

Для температур в диапазоне от 10°C до 90°C рекомендуется использовать дистиллированную воду. Для температур ниже 10°C должна использоваться

смесь воды и этиленгликоля стандартной лабораторной чистоты. Не используйте деионизованную воду.

На следующей диаграмме даны рекомендации по выбору жидкости бани, подходящей для ваших задач. Для оптимальной стабильности температуры и низкого испарения следите за тем, чтобы жидкость использовалась в своем обычном температурном диапазоне.

| Описание жидкостей | Вязкость (сСт) @ 25°C | Удельная теплоемкость | | | Обычный диапазон температур | Экстремальный диапазон температур |
|---|-----------------------|------------------------|------------|----------|-----------------------------|-----------------------------------|
| | | @ Температура жидкости | BTU/фунт°F | кДж/кг°С | | |
| Дистиллированная вода | 1 | 50°C | 1,00 | 4.18 | от 10° до 90°C | От 2° до 100°C |
| TC-Fluid 3 | 50 | 100°C | 0.41 | 1.71 | от 50° до 150°C | от 5° до 270°C* |
| TC-Fluid 4 | 125 | 150°C | 0.40 | 1.67 | от 100° до 200°C | от 80° до 232°C* |
| TC-Fluid 5 | 3 | -30°C | 0.62 | 2.59 | от -50°C до 100°C | от -62° до 118°C |
| TC-Fluid 2 (при смешивании 50/50 с дист. водой H2O) | 20 | -20°C | 0.78 | 3.26 | от -25°C до 100°C | от -30° до 115°C |



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ: НЕ ИСПОЛЬЗУЙТЕ СЛЕДУЮЩИЕ ЖИДКОСТИ:

- Автомобильный антифриз с добавками**
- Жесткую водопроводную воду**
- Деионизованную воду с удельным сопротивлением > 1 МОм
- Любые горючие жидкости
- Концентрированные кислоты или щелочи
- Растворы с галидами: хлориды, фториды, бромиды, йодиды или соединения серы
- Отбеливатель (гипохлорит натрия)
- Растворы с хроматами или хромовыми солями
- Глицерин
- Жидкости Syltherm

** При температурах выше 40°C добавки или минеральные отложения могут оседать на нагревателе. Если позволить отложениям накапливаться, нагреватель может перегреться и перегореть. Повышенные температуры и высокие концентрации добавок могут привести к ускоренному накоплению отложений.

Задания к лабораторной работе и порядок действий при их выполнении после включения и настройки вискозиметра

Задание 1. Измерение вязкости жидкости (касторовое масло) с помощью прибора Brookfield DV2T в зависимости от скорости сдвига.

1) Получить у преподавателя исследуемую жидкость и залить её в широкий стакан Гриффина емкостью 600 мл в таком количестве, чтобы шпindel был погружен по отметку.

2.) Шпindel выбираем в таблице 1 и присоединяем к вискозиметру путем прикручивания к соединительной гайке на нижнем штифте.

3.) На приборе выбираем скорость вращения шпинделя и время измерений

4.) Начинаем измерение

5.) Для разных скоростей вращения измеряем вязкость и записываем в таблицу 2.

6.) Построить график зависимости вязкости жидкости от изменения скорости вращения.

7) Сделать выводы

Таблица 2. Сводная таблица

| № | Скорость вращения шпинделя | Вязкость, сПз | T, C |
|---|----------------------------|---------------|------|
| 1 | 20 | | |
| 1 | 40 | | |
| 2 | 60 | | |
| 3 | 80 | | |
| 4 | 100 | | |
| 5 | 120 | | |
| 6 | 140 | | |
| 7 | 160 | | |
| 8 | 180 | | |
| 9 | 200 | | |

Задание 2. Измерение вязкости жидкости (касторовое масло) с помощью программы Rheocalc T в зависимости от скорости сдвига.

Повторить предыдущее задание, задав конкретные условия эксперимента в программе Rheocalc T (см п.4).

Задание 3 Измерение вязкости жидкости (дистиллированная вода) с помощью программы Rheocalc на адаптере для маленьких образцов SSA (см п.2.5) в зависимости от скорости сдвига.

Задание 4 Измерение вязкости жидкости (дистиллированная вода) с помощью программы Rheocalc на адаптере для маленьких образцов SSA с использованием циркуляционного термостата с нагревом/охлаждением TC-550SD (см п.2.5,4,5) в зависимости от температуры.

Контрольные вопросы

1. Какое свойство жидкости называется вязкостью?
2. В чём причина возникновения вязкости?
3. Что служит мерой вязкости?
4. Каков физический смысл коэффициента вязкости?
5. В каких единицах измеряется динамическая и кинематическая вязкости?
6. От каких факторов зависит вязкость жидкости?
7. Как вязкость зависит от температуры и скорости?

Библиографический список

1. Старостин В.В. Материалы и методы нанотехнологий [Текст]: учебное пособие. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. -431 с.
2. Технология материалов микро- и нанoeлектроники [Электронный ресурс]: монография / Л.В. Кожитов [и др.], 2012. – 862 с.
3. <http://www.brookfieldengineering.com/support/documentation/astms-article-reprints.asp#foods> – электронный ресурс.

Лабораторная работа №3

Получение магнитных жидкостей на основе керосина в качестве дисперсионной среды

Цель работы: синтез магнитных наночастиц Fe_3O_4 и стабилизация полученных наночастиц с помощью поверхностно-активного вещества на основе керосина в качестве дисперсионной среды.

Приборы и принадлежности: Электронные весы 1 кл. точности, колбонагреватель, мешалка, две колбы (с круглым или плоским дном); химический стакан, фильтровальная бумага и воронка, кольцевой магнит, фарфоровый стакан на 150–200 мл, термopара, индикаторная бумага фирмы «Лаксема», настольная центрифуга (на 4000 об/мин).

Растворы: Соли двух- и трёхвалентного железа (хлорные или серноокислые). Аммиачная вода 25%-ной концентрации (нашатырный спирт). Олеиновая кислота в качестве ПАВ. Дистиллированная вода, керосин.

Подготовка к выполнению лабораторной работы: ознакомиться с правилами техники безопасности при работе с химическими реактивами; освоить правила и технику безопасной работы с мешалкой (см. инструкцию!).

ВВЕДЕНИЕ

Ферромагнитные жидкости представляют собой коллоидные системы, состоящие из ферромагнитных или ферримагнитных частиц нанометровых размеров, находящихся во взвешенном состоянии в несущей жидкости, в качестве которой обычно выступает органический растворитель или вода. Для обеспечения устойчивости такой жидкости ферромагнитные частицы связываются с поверхностно-активным веществом (ПАВ), образующим защитную оболочку вокруг частиц и препятствующем их слипанию из-за Ван-дер-Ваальсовых или магнитных сил.

Несмотря на название, ферромагнитные жидкости не проявляют ферромагнитных свойств, поскольку не сохраняют остаточной намагниченности после исчезновения внешнего магнитного поля. На самом деле ферромагнитные жидкости являются парамагнетиками и их часто называют «суперпарамагнетиками» из-за высокой магнитной восприимчивости.

Ферромагнитные жидкости состоят из частиц нанометровых размеров (обычный размер 10 нм или меньше) магнетита, гематита или другого материала, содержащего железо, взвешенных в несущей жидкости. Они достаточно малы, чтобы тепловое движение распределило их равномерно по несущей жидкости, чтобы они давали вклад в реакцию жидкости в целом на магнитное поле. Аналогичным образом ионы в водных растворах

парамагнитных солей (например, водный раствор сульфата меди (II) или хлорида марганца (II)) придают раствору парамагнитные свойства.

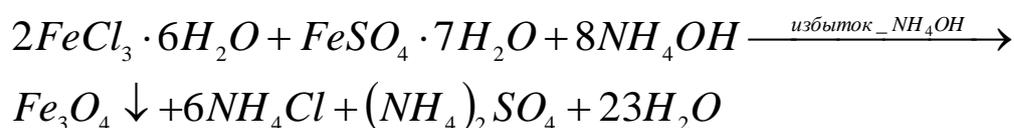
Ферромагнитные жидкости - это коллоидные растворы — вещества, обладающие свойствами более чем одного состояния материи. В данном случае - это два состояния - твердый металл и жидкость, в которой он содержится[2]. Эта способность изменять состояние под воздействием магнитного поля позволяет использовать ферромагнитные жидкости в качестве уплотнителей, смазки, а также может открыть другие применения в будущих наноэлектромеханических системах.

Ферромагнитные жидкости устойчивы: их твердые частицы не слипаются и не выделяются в отдельную фазу даже в очень сильном магнитном поле. Тем не менее, ПАВ в составе жидкости имеют свойство распадаться со временем (примерно несколько лет), и в конце концов частицы слипнутся, выделятся из жидкости и перестанут влиять на реакцию жидкости на магнитное поле. Также ферромагнитные жидкости теряют свои магнитные свойства при своей температуре Кюри, которая для них зависит от конкретного материала ферромагнитных частиц, ПАВ и несущей жидкости.\

ПОЛУЧЕНИЕ МАГНИТНЫХ ЖИДКОСТЕЙ МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОЙ КОНДЕНСАЦИИ

Процесс получения магнитной жидкости состоит из двух основных стадий: получения магнитных частиц коллоидных размеров и стабилизации их в жидкой основе. Основная особенность этого процесса состоит в том, что обе стадии совмещены во времени: чтобы предотвратить слипание частиц под действием сил притяжения, образование адсорбционных слоев на поверхности магнитных частиц должно происходить в момент появления последних. Малые частицы можно получить, измельчая более крупные или выращивая их из молекул раствора.

В основе метода лежит химическая конденсация высокодисперсного магнетита:



Использование гидроксида аммония позволяет проводить реакцию соосаждения при температуре 25 – 40 °С. И

Исходная лабораторная технологическая схема по производству магнитных жидкостей на основе керосина, отражающая указанные выше этапы, представлена на рисунке 1.

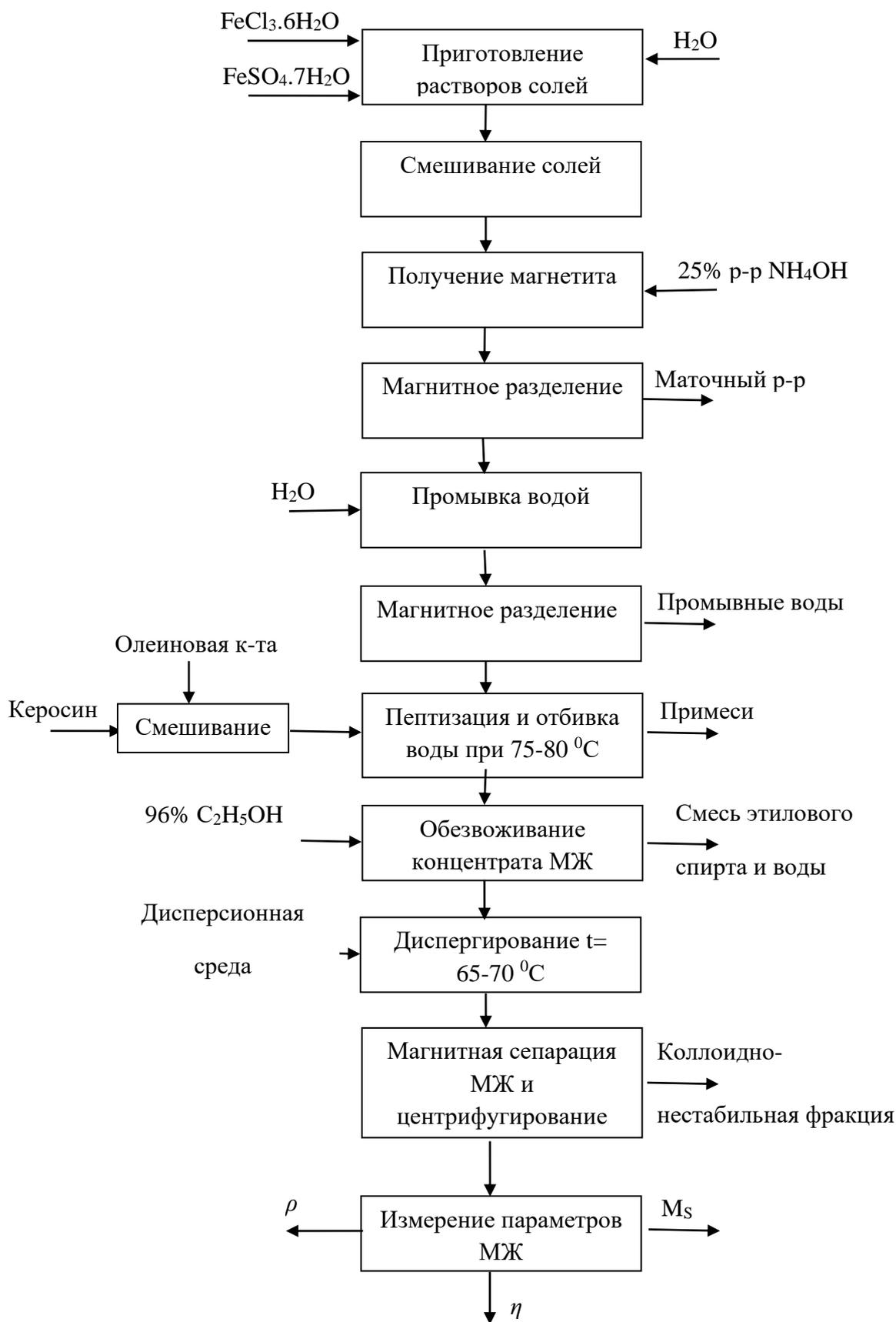


Рис. 1 - Исходная лабораторная технологическая схема по производству магнитных жидкостей

Магнитные жидкости могут подвергаться воздействию центробежных и магнитных сил, превышающих гравитационные силы в $10^3 \dots 10^4$ раз. В результате этого воздействия магнитные жидкости быстро расслаиваются. Поэтому необходимым и важнейшим этапом изготовления магнитных жидкостей является удаление коллоидно-нестабильной фракции дисперсной фазы из технических магнитных жидкостей.

Центрифугирование приводит к разрушению межчастичных связей, удаляя крупные агрегаты, образованные в процессе изготовления исходного магнитного коллоида.

При магнитной сепарации крупные агрегаты притягивают к себе более мелкие частицы за счет магнитного взаимодействия. Сформированные таким образом крупномасштабные структуры, оседая в градиентном магнитном поле, образуют пастообразный осадок. Отличием осадка от концентрата МЖ, полученного на стадии пептизации, является отсутствие у первого остаточной намагниченности, что свидетельствует об антиферромагнитной упаковке частиц вокруг агрегата.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

ВНИМАНИЕ ! Перед началом работы надеть перчатки.

1. В отдельном стакане растворить в 400 мл дистиллированной воды 54 г трехвалентной соли железа.

2. В другом химическом стакане в 400 мл дистиллированной воды растворить 30 г двухвалентной соли железа.

3. Растворы солей смешать при комнатной температуре при несильном помешивании.

4. Полученный раствор отфильтровать на воронке в другую колбу через фильтровальную бумагу для отделения механических примесей.

5. Приготовить раствор аммиака. Для этого 200 г 25%-ного NH_4OH растворить в 200 мл дистиллированной воды.

Внимание! Работу необходимо проводить под тягой или на открытом воздухе.

ВНИМАНИЕ! Раствор аммиака является едким, избегайте попадания на кожу!

6. Очень осторожно, тонкой струёй влить раствор солей в колбу с аммиаком, и интенсивно перемешивать. Коричневато-оранжевый раствор мгновенно превратится в суспензию чёрного цвета.

7. Выпадает осадок, в котором 23 г магнетита.

8. В полученный раствор залить дистиллированную воду. Хорошенько её взболтать и поставить на магнит. Операцию повторять до тех пор, пока pH раствора не достигнет 7.5–8.5 (нежно-зелёная окраска индикаторной бумаги фирмы «Лаксма» при смачивании её промывным раствором).

9. После того, как последней промывной раствор на две трети слит, поставить колбу в колбонагреватель и нагреть раствор до 90⁰С.

10. Приготовление раствора ПАВ: взять олеиновой кислоты 20 % по массе от массы магнетита.

11. Полученный 10%-ый раствор олеиновой кислоты в керосине налить в колбу с магнетитом.

12. Смесь нагревать в течение часа при 80-90⁰С

10. Хранить магнитную жидкость желательнее в светонепроницаемой таре в прохладном месте.

ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА ПО ПРОДЕЛАННОЙ РАБОТЕ

Отчет должен быть представлен руководителю в письменном виде и содержать следующие разделы:

1. Введение (цель работы и ее обоснование, оборудование);

2. Литературный обзор (краткая теоретическая часть об особенностях наночастиц и способах их получения; классификация методов синтеза наночастиц, описание их преимуществ и недостатков);

3. Экспериментальная часть (подробное описание эксперимента и методов исследования);

4. Результаты и их обсуждение (результаты должны быть представлены в виде записей в рабочем журнале о структурных изменениях, соответствующих каждой стадии синтеза, схемы и уравнения реакции синтеза магнитной жидкости). В обсуждении необходимо сравнить применявшиеся методы синтеза наночастиц, указать на их особенности, достоинства и недостатки;

5. Выводы (в нескольких пунктах должны быть кратко сформулированы итоги проведенной работы).

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Какие соединения и в каком соотношении используются для синтеза магнитных наночастиц на основе керосина?

2. Как можно увеличить устойчивость магнитной жидкости к седиментации?

3. При синтезе в каких условиях образуются более мелкие магнитные наночастицы?

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Гусев А. И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии [Текст] / А. И. Гусев. - 2-е изд., испр. - М. : Физматлит, 2009. - 416 с. - ISBN 978-5-9221-0582-8

2. Елисеев А.А., Лукашин А.В. Функциональные наноматериалы/ Под ред. Ю.Д. Третьякова. – М.: Физматлит, 2010. – 456 с.

3. Старостин В.В. Материалы и методы нанотехнологии: учебное пособие. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2008. – 431 с.

4. Пул Ч., Оуэнс Ф., Нанотехнологии (4-е изд.), М., Техносфера. 2009 г. - 336 с.