

3 اصل

زمان‌های جریان حلال و محلول رزین در حلال با غلظت 0,005 g/ml در دمای 25 °C به روش‌های متداول اندازه‌گیری می‌شوند. عدد ویسکوزیته از این اندازه‌گیری‌ها و غلظت معلوم محلول محاسبه می‌شود. تصحیحات مربوط به اختلاف چگالی نسبی و انرژی جنبشی در این روش ناچیز هستند و اعمال نمی‌شوند.

5 تجهیزات

- 5.1 آسیاب، برای کاهش اندازه دانه نمونه به حدود 0,5 mm.
- 5.2 بالن حجمی با ظرفیت 100 ml، مجهز به درپوش شیشه‌ای سمباده‌ای.
- 5.3 بالن مخروطی با ظرفیت 150 ml، مجهز به درپوش شیشه‌ای سمباده‌ای.
- 5.4 بورت، مدرج با تقسیمات 0,1 ml.
- 5.5 حمام بخار یا وسیله دیگری برای گرم کردن محتویات بالن تا 90 تا 100 °C.
- 5.6 حمام روغن، قابل کنترل در دمای 135 تا 140 °C، یا وسیله دیگری برای گرم کردن محتویات بالن تا این محدوده دمایی.
- 5.7 همزن مغناطیسی یا تجهیزات دیگری برای هم‌زدن مداوم محتویات بالن درپوش‌دار.
- 5.8 حمام ترموستاتیک، قابل نگهداری در دمای 25 ± 0,05 °C.
- 5.9 ویسکومتر اوبهلود با سطح معلق، اندازه شماره 1C، 1B، یا 2، مطابق با ISO 3105.
- می‌توان از سایر انواع ویسکومترهای فهرست‌شده در ISO 3105 استفاده کرد، مشروط بر اینکه نتایج آن‌ها معادل نتایج ویسکومترهای اوبهلود مشخص‌شده در بالا باشد. با این حال، در موارد اختلاف، باید از ویسکومترهای اوبهلود استفاده شود.
- 5.10 الک فولاد زنگ‌نزن، با اندازه اسمی دهانه 63 تا 90 μm، یا قیف صافی شیشه‌ای زینترشده با قطر منافذ 40 تا 100 μm.
- 5.11 ترازوی تحلیلی، با دقت 0,1 mg.
- 5.12 کرنومتر، با دقت 0,1 s.
- 5.13 خشک‌کن خلأ، قابل نگهداری در حدود 130 °C تحت خلأ.
- 6 حلال و محلول
- 6.1 انتخاب حلال

6.1.1 مقدار عدد ویسکوزیته پلی استر اشباع به حلال مورد استفاده بستگی دارد. در این بخش از ISO 1628، شش حلال مختلف شرح داده شده اند: فنول/1,2-دی کلروبنزن (4.1)، فنول/1,1,2,2-تتراکلرواتان (4.2)، o-کلروفنول (4.3)، m-کرزول (4.4)، اسید دی کلرواستیک (4.5) و فنول/2,4,6-تری کلروفنول (4.6).

زمان های جریان حلال ها باید حداقل یک بار در هر روزی که استفاده می شوند تعیین شوند (به 7.2 مراجعه کنید). اگر زمان جریان یک حلال بیش از 1 % با مقدار اولیه آن در زمان آماده سازی اختلاف داشته باشد، حلال باید دور ریخته شده و حلال تازه آماده شود. حلال یا حلال های مورد استفاده برای یک پلی استر اشباع خاص در ادامه مشخص شده اند.

6.1.2 برای PET، از فنول/1,2-دی کلروبنزن (50/50)، فنول/1,1,2,2-تتراکلرواتان (50/50 یا 60/40)، o-کلروفنول یا اسید دی کلرواستیک به عنوان حلال استفاده کنید.

یادداشت - معادلات تبدیل متقابل عدد ویسکوزیته تعیین شده در این چهار حلال در پیوست A، بند فرعی A.3.1 ارائه شده اند.

6.1.3 برای PBT و کوپلی استرهای متناظر، از فنول/1,1,2,2-تتراکلرواتان (50/50 یا 60/40)، o-کلروفنول، m-کرزول، فنول/1,2-دی کلروبنزن (50/50) یا اسید دی کلرواستیک به عنوان حلال استفاده کنید.

یادداشت - معادلات تبدیل متقابل عدد ویسکوزیته تعیین شده در این چهار حلال در پیوست A، بند فرعی A.3.2 ارائه شده اند.

6.1.4 برای PCT، از فنول/1,1,2,2-تتراکلرواتان (60/40) به عنوان حلال استفاده کنید.

6.1.5 برای PEN آمورف، از فنول/1,1,2,2-تتراکلرواتان (60/40) به عنوان حلال و برای PEN بلوری، از فنول/2,4,6-تری کلروفنول (60/40) استفاده کنید.

6.1.6 برای هموپلیمرها و کوپلیمرهای TP دیگر، m-کرزول حلال توصیه شده است.

6.2 تعیین مواد معدنی یا سایر افزودنی ها در نمونه

مقدار هر یک از مواد معدنی یا سایر افزودنی ها که بیش از 0,5 % (m/m) باشد، باید هنگام آماده سازی محلول آزمون (6.4) در نظر گرفته شود.

6.2.1 تعیین مقدار مواد معدنی

اگر نمونه حاوی مواد معدنی، مانند پرکننده ها یا الیاف شیشه، است، مقدار آن ها را مطابق با ISO 3451-2 تعیین کنید.

6.2.2 تعیین مقدار سایر افزودنی ها

اگر نمونه حاوی افزودنی های دیگری، مانند پلی آلکن ها یا مواد کندسوزکننده، است، مقدار آن ها را به روش مناسب تعیین کنید. روش یا روش های

استفاده شده را گزارش کنید.

یادداشت - هنگامی که یک پلی استر ترکیبی متشکل از اجزای متعدد، مانند مواد کندسوزکننده، پرکننده ها، آنتی اکسیدان ها و اصلاح کننده های ضربه، است، تجزیه و تحلیل مقدار پلی استر اختصاصی تر خواهد بود. این کار را می توان با هیدرولیز پلی استر و سپس تجزیه و تحلیل مونومر یا مونومرها انجام داد.

6.3 نمونه

نمونه باید نماینده ماده مورد آزمون باشد. نمونه را به مدت 3 h در دمای 120 °C تحت خلأ، پیش خشک کنید تا از کاهش VN بر اثر هیدرولیز با آب باقیمانده جلوگیری شود.

6.4 آماده سازی محلول

یکی از روش های زیر را به کار ببرید:

6.4.1 روش A

یک بخش آزمون m1 را با دقت 0,2 mg وزن کنید؛ مقدار آن باید در محدوده زیر باشد:

$$\frac{0,5}{1 - [(i + o) / 100]} \pm 0,01 \text{ grams}$$

where

i is the content of inorganic materials, expressed as a percentage by mass, in the sample, determined in accordance with 6.2.1

o is the content of other additives, expressed as a percentage by mass, in the sample, determined in accordance with 6.2.2.

تصحیحات مربوط به *i* و *o* فقط در صورتی باید اعمال شوند که مقدار هر کدام از 0,5 % (m/m) بیشتر باشد.

بخش آزمون را به بالن حجمی (5.2) منتقل کنید، 60 ml حلال اضافه کرده، درپوش بالن را بگذارید و آن را همراه با هم زدن گاه به گاه روی حمام بخار (5.5) گرم کنید تا پلیمر کاملاً حل شود. در حمام بخار، تخریب پلیمر رخ نمی دهد. با این حال، اگر به دلایل دیگر انتظار طولانی نامطلوب باشد، می توان با

هم‌زدن مداوم بالن، برای مثال با استفاده از همزن مغناطیسی (5.7)، فرایند انحلال را تسریع کرد. نمونه‌های پلی(اتیلن ترفتالات) بسیار بلوری، مانند تراشه‌های قالب‌گیری پس‌تراکم‌یافته که ممکن است بلورینگی حدود 65 % داشته باشند، حتی با هم‌زدن مداوم نیز روی حمام بخار حل نمی‌شوند. برای حل کردن چنین نمونه‌هایی، ماده را در آسیاب (5.1) خرد کرده و با هم‌زدن مداوم، در دمای 135 تا 140 °C (5.6) حل کنید. در دمای 135 تا 140 °C، مقداری تخریب پلیمر رخ می‌دهد؛ بنابراین از زمان‌های گرمایش بیش از 30 min خودداری کنید. پس از انحلال، بالن و محتویات آن را تا دمای 25 °C + 2 °C سرد کنید، حجم را با حلالی که در همین دما نگه داشته شده است به 100 ml برسانید و به‌خوبی مخلوط کنید. اگر هنگام انحلال از همزن مغناطیسی استفاده شده است، ابتدا آن را از محلول خارج کرده و با حلال جبرانی بشوید و اطمینان حاصل کنید که تمام شست‌وشوها وارد بالن شوند. غلظت پلیمر در محلول، برحسب گرم بر میلی‌لیتر، که برای محاسبه عدد ویسکوزیته (بند 8) استفاده می‌شود، از فرمول زیر به دست می‌آید

$$0,01 \left(1 - \frac{i+o}{100}\right) m_1$$

که در آن i و o همان معنای ذکرشده در 6.4.1 را دارند.

تصحیحات مربوط به i و o فقط در صورتی باید اعمال شوند که مقدار هرکدام از 0,5 % (m/m) بیشتر باشد. حلال افزوده‌شده باید دمای 25 °C + 2 °C داشته باشد. درپوش بالن را بگذارید. پلیمر را با گرم کردن بالن روی حمام بخار یا، در صورت نیاز، در حمام روغن، مطابق روش‌ها و با رعایت احتیاط‌های ذکرشده در 6.4.1 حل کنید. پس از انحلال، بالن را تا دمای اتاق سرد کنید.

7 روش اجرا

7.1 عملیات مقدماتی

با فنول/1,2-دی‌کلروبنزن، فنول/1,1,2,2-تتراکلرواتان، 0-کلروفنول و فنول/2,4,6-تری‌کلروفنول به‌عنوان حلال، از ویسکومتر شماره 1C استفاده کنید. با m-کرزول، از ویسکومتر شماره 2 استفاده کنید. با اسید دی‌کلرواستیک، از ویسکومتر شماره 1B استفاده کنید.

محلول آزمون را از میان توری یا صافی شیشه‌ای زینترشده (5.10) به داخل ویسکومتر صاف کنید. حجم محلول باید به گونه‌ای باشد که پس از تخلیه، سطح آن بین نشانه‌های پرکردن قرار گیرد. این عملیات پرکردن را دور از حمام ترموستاتیک (5.8) انجام دهید تا در صورت ریختن تصادفی، از آلوده شدن حمام جلوگیری شود. ویسکومتر را در حمام ترموستاتیک نصب کنید و اطمینان حاصل کنید که لوله عمودی است و نشانه مدرج بالایی حداقل 30 mm پایین‌تر از سطح مایع حمام قرار دارد. حداقل 15 min زمان دهید تا ویسکومتر پرشده به دمای حمام، یعنی (25 ± 0,05 °C)، برسد.

7.2 اندازه‌گیری زمان جریان

زمان جریان محلول را چندین بار، بدون تخلیه و پرکردن مجدد، تعیین کنید تا دو زمان جریان متوالی با دقت 0,25 % با یکدیگر مطابقت داشته باشند. میانگین این دو زمان جریان را به عنوان زمان جریان محلول آزمون در نظر بگیرید. میانگین زمان جریان خلال را در همان ویسکومتر و به همان روش محلول آزمون تعیین کنید. اندازه‌گیری این زمان برای هر سری تعیین‌ها یکبار کافی است. با این حال، زمان را حداقل یکبار در هر روزی که خلال استفاده می‌شود اندازه‌گیری کنید. اگر دو تعیین متوالی میانگین زمان جریان بیش از 0,4 s اختلاف داشته باشند، ویسکومتر را تمیز کنید.

8 بیان نتایج

عدد ویسکوزیته را که برحسب میلی‌لیتر بر گرم بیان می‌شود، از فرمول زیر محاسبه کنید

$$\frac{t - t_0}{t_0 c}$$

where

t is the flow time, in seconds, of the test solution;

t_0 is the flow time, in seconds, of the solvent;

c is the concentration of the polymer in the test solution, in grams per millilitre.

هنگامی که برای آماده سازی محلول آزمون از روش A استفاده شده است، c را مطابق 6.4.1 محاسبه کنید. هنگامی که از روش B استفاده شده است، c برابر با 0,005 g/ml است.

برای هر نمونه پلیمر، حداقل دو تعیین عدد ویسکوزیته را انجام دهید و هر بار از محلول تازه استفاده کنید تا دو مقدار متوالی بیش از 3 % با یکدیگر اختلاف نداشته باشند. میانگین این دو مقدار را پس از گرد کردن به نزدیک ترین عدد صحیح، به عنوان عدد ویسکوزیته نمونه گزارش کنید.

ویسکوزیته ذاتی (با استفاده از MFI)

ویسکوزیته ذاتی η (به اختصار IV) که شاخص اشتاودینگر نیز نامیده می شود، خواص ساختاری و رئولوژیکی محلول های بسیار غلیظ و مذاب های پلیمری را برحسب cm^3/g توصیف می کند. از این مقدار برای مشخصه یابی وزن مولکولی متوسط پلیمرهای مبتنی بر PET و PA استفاده می شود.

تعیین ویسکوزیته ذاتی (IV) با استفاده از یک رابطه همبستگی، توسط تمام MFI های AHP امکان پذیر است. این همبستگی از مجموعه داده های شامل شاخص های مذاب اندازه گیری شده و ویسکوزیته ذاتی (IV) اندازه گیری شده، که نماینده طیف محصولات است، تعیین می شود. پس از ایجاد این رابطه، شاخص مذاب از آن برای محاسبه مستقیم ویسکوزیته ذاتی (IV) از MFR/MVR اندازه گیری شده استفاده می کند. هر دو مقدار به عنوان نتیجه نمایش داده و ذخیره می شوند.

این روش امکان تعیین سریع و آسان ویسکوزیته ذاتی همراه با MFR/MVR را در یک آزمون و بدون استفاده از حلال ها فراهم می کند.

تعیین ویسکوزیته ذاتی (IV)

برای مشخصه یابی وزن مولکولی متوسط پلاستیک های مبتنی بر پلی استر (PET) و پلی آمید (PA)، اغلب از ویسکوزیته محلولی که ویسکوزیته ذاتی نیز نامیده می شود، استفاده می شود. تعیین این مقدار بسیار زمان بر است و حلال های مورد استفاده ممکن است هنگام کار با آن ها خطرناک باشند و دفع آن ها نیز دشوار باشد. در بسیاری از موارد، این مقدار تعیین شده با دامنه خطای گسترده ای در نتایج همراه است. تجهیزات اندازه گیری خودکار برای تعیین

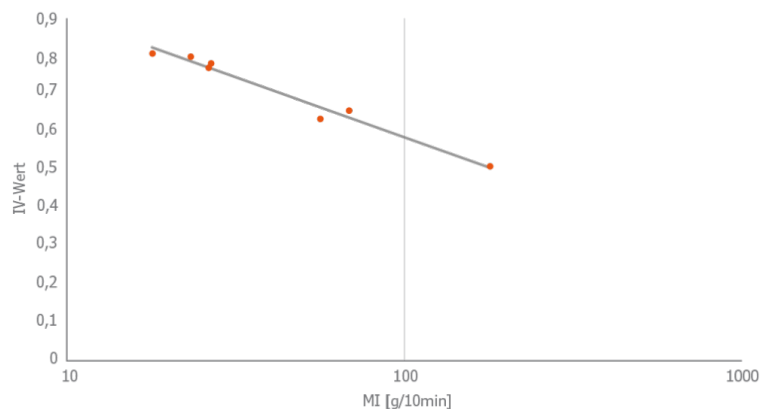
ویسکوزیته ذاتی نیز ممکن است بسیار پیچیده باشند.

در مقابل این روش، شاخص مذاب یا ویسکوزیته مذاب که با دستگاه‌های شاخص مذاب، موسوم به پلاستومتر، تعیین می‌شود، به روشی آسان و سریع قابل اندازه‌گیری است.

محاسبه ویسکوزیته ذاتی

تعیین ویسکوزیته ذاتی از طریق یک رابطه همبستگی انجام می‌شود. این رابطه با استفاده از یک مجموعه داده نماینده و تعیین شده در یک مرحله، از یک گروه محصول و شامل مقادیر شاخص مذاب یا ویسکوزیته مذاب اندازه‌گیری شده و ویسکوزیته‌های ذاتی (IV) اندازه‌گیری شده، تعریف می‌شود. این مجموعه داده باید حداقل برای 3 جفت متغیر از مقادیر IV و شاخص مذاب یا ویسکوزیته‌های مذاب تعیین شود. با افزایش تعداد جفت‌های متغیر، می‌توان به دقت بالاتری برای مقدار IV از طریق رابطه همبستگی دست یافت. پس از تعیین این تابع، می‌توان از آن برای مواد دیگری با مقدار پرکننده مشابه نیز استفاده کرد.

نمودار زیر، به عنوان نمونه‌ای برای PET، همبستگی بسیار خوبی را بین شاخص مذاب و مقدار IV و همچنین بین ویسکوزیته مذاب و مقدار IV نشان می‌دهد:



برای رابطه همبستگی بین ویسکوزیته ذاتی و شاخص مذاب یا ویسکوزیته مذاب، ترکیب‌های زیر معتبر هستند که در نهایت وابستگی‌های دمایی شاخص مذاب یا ویسکوزیته‌های مذاب را توصیف می‌کنند.

ویسکوزیته ذاتی IV_{Rheo} از طریق مقدار متوسط MFR یا MVR به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$IV_{Rheo} = e^{\frac{2.30259}{5} \left(\log \left(\frac{1}{MI} \right) - \frac{2953}{TK} + 1.9508 \right)}$$

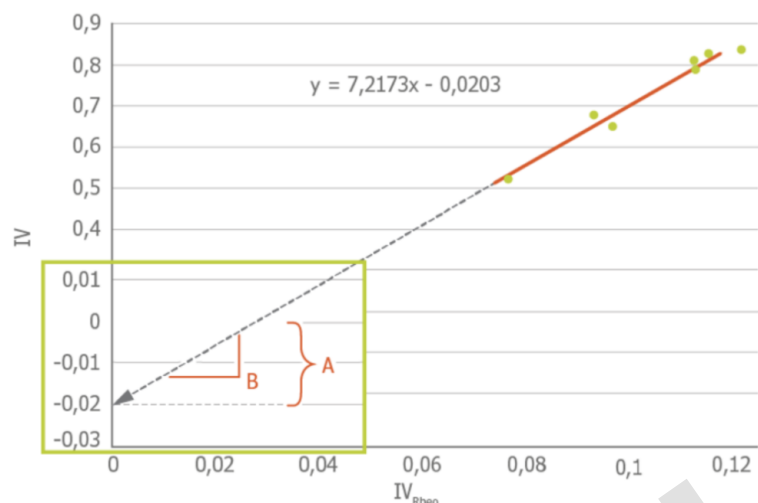
همچنین با ویسکوزیته مذاب η محاسبه شده یا اندازه‌گیری شده قابل مقایسه است (در مورد ویسکوزیته مذاب، بهتر است از ویسکوزیته برشی صفر η_0 استفاده شود؛ برای تعیین ویسکوزیته برشی صفر می‌توان از مدل‌هایی مانند Yasuda یا Carreau-Winter استفاده کرد).

$$IV_{Rheo} = e^{\frac{2.30259}{5} \left(\log(\eta) - \frac{2953}{TK} + 1.9508 \right)}$$

در اینجا داریم:

TK ؛ دمای آزمون برحسب K° $=$
 A ؛ عرض از مبدأ محور (ثابت) $=$
 B ؛ شیب (ثابت) $=$
 MI ؛ مقدار متوسط MFR یا MVR $=$
 η ؛ ویسکوزیته $=$

حاصل این کار، همبستگی بین ویسکوزیته‌های ذاتی اندازه‌گیری شده و محاسبه شده IV و IV_{Rheo} است. این رابطه همبستگی، یک معادله خطی با دو ثابت A و B است.



$$IV = A + B \cdot IV_{Rheo}$$

برای ادامه محاسبات، ابتدا باید ثابت‌های A و B تعیین شوند. این ثابت‌ها فقط برای یک وزن آزمون یا یک نرخ برش معتبر هستند، مشروط بر اینکه روش اندازه‌گیری ویسکوزیته ذاتی همیشه به یک شکل انجام شده باشد. پس از تعیین ثابت‌ها، این مقادیر در دستگاه یا نرم‌افزار رایانه ذخیره می‌شوند.

محاسبه ویسکوزیته ذاتی پس از اندازه‌گیری انجام می‌شود. ابتدا با IV_{Rheo} استفاده از مقدار متوسط MI اندازه‌گیری شده یا ویسکوزیته مذاب، مطابق معادلات بالا، محاسبه می‌شود. سپس IV بر اساس IV_{Rheo} محاسبه شده و ضرایب معلوم A و B، طبق معادله تعیین می‌شود.

برای هر وزن یا نرخ برش، یک مقدار IV از مقدار متوسط اندازه‌گیری MI یا از ویسکوزیته محاسبه می‌شود. توصیه می‌کنیم ثابت‌ها را برای هر طیف محصول به صورت جداگانه و مجدداً تعیین کنید، زیرا مقدار IV می‌تواند در دامنه وسیعی به روش اندازه‌گیری و حلال مورد استفاده وابسته باشد.

تعیین ثابت‌های A و B

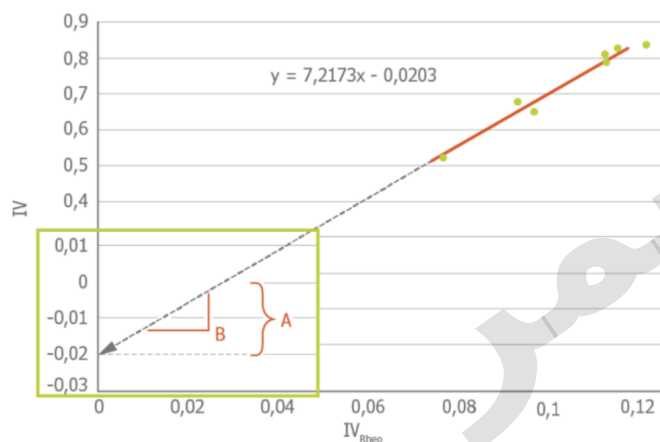
برای تعیین ثابت‌های A و B، حداقل به 3 جفت متغیر شامل شاخص مذاب یا ویسکوزیته مذاب اندازه‌گیری شده و ویسکوزیته IV اندازه‌گیری شده نیاز است. مثال زیر با 7 اندازه‌گیری شاخص مذاب انجام شده است تا دقت تقریب بهبود یابد:

MI	IV (measured)
178,3	0,51
56,059	0,634
68,27	0,656
26,3	0,77
17,94	0,81
23,215	0,8
26,675	0,78

مقدار IV_{Rheo} با استفاده از معادله و از مقدار شاخص مذاب تعیین شده است.
جدول زیر به دست می‌آید:

IV _{Rheo}	IV (measured)
0,074511649	0,51
0,093912972	0,634
0,090283552	0,656
0,109260616	0,77
0,117947945	0,81
0,112021422	0,8
0,108951674	0,78

مقادیر برای تعیین ضرایب A و B به صورت گرافیکی به کار می‌روند. در این حالت، نقاط باید به صورت خطی تقریب زده شوند.



بر اساس موقعیت نقاط اندازه‌گیری و تقریب خطی، ثابت‌های A و B به ترتیب برابرند با $A = -0,0203$ و $B = 7,2173$.



دستگاه آزمون MFI

- مطابق با ISO 1133 و ASTM D1238
- دستگاه آزمون MFR برای تعیین خروجی ماده از سوراخ با قطر 2.095mm در شرایط بار و دمای مشخص
- دما تا 500C
- نمایشگر لمسی 7 اینچی
- خروجی داده USB به فایل EXCEL
- چاپگر حرارتی همراه دستگاه
- شامل وزنه‌های استاندارد 2.16 و 5kg
- میله فشرده‌سازی
- پیستون مطابق استاندارد
- دای با قطر 2.095mm
- ابزار تمیزکاری دای
- میله تمیزکاری سیلندر
- سیلندر پولیش شده
- شامل 2 المنت گرمایشی

- دو حسگر دما
- سینی فولادی
- دستکش ایمنی

آوا هونام پلیمر