



Утверждаю

Проректор по НР и И ТУСУР

А.Г. Лощилов

« 30 » 10 2020 г.

МП

Методика измерения вязкости растворов (чернил)

Разработал

Туев В.И.

« 30 » 10 2020 г.

Томск 2020

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ВЯЗКОСТИ

1 Меры предосторожности

1. Во избежание разлива жидкости снимайте емкость для слива с прибора перед тем, как переворачивать его.
2. После установки полной пипетки на прибор ни в коем случае не пытайтесь ввести ее содержимое вручную, так как это может привести к необратимой поломке датчика.
3. Образцы не должны содержать частиц размером более 5% от толщины канала датчика (см. Меню System Information, в котором приведена толщина канала).
4. Для зарядки прибора используйте только зарядное устройство, входящее в комплект поставки.
5. В приборе Rheosense microVISC можно использовать только пипетки, поставляемые с прибором (заявленная точность измерения гарантируется только в случае использования новой пипетки для каждого измерения).
6. Старайтесь не проливать жидкость на поршень или на место установки датчика.
7. После анализа жидкостей, из которых при испарении может выделяться осадок, всегда сразу проводите очистку датчика подходящим чистящим средством.
8. Для очистки избытка образца с кончика пипетки перед ее установкой в прибор, используйте только безворсовые салфетки (доступны через Rheosense).
9. Для очистки входа датчика (чипа) используйте только безворсовые свабы (доступны через Rheosense).
10. Всегда закрывайте вход датчика резиновой пробкой в те моменты, когда датчик не используется, а пипетка снята с прибора.
11. На случай возникновения необходимости транспортировки прибора сохраняйте его оригинальную упаковку.

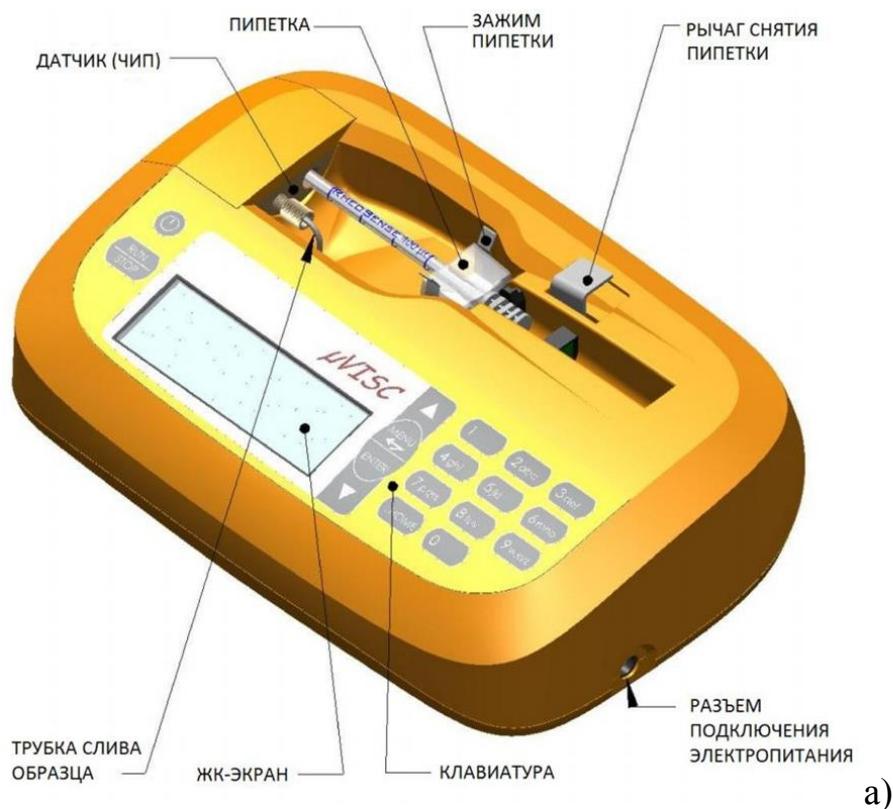
12. Не пытайтесь вскрыть датчик (чип). Данные действия повлияют на его калибровку, приведут к аннулированию гарантии и могут привести к его необратимому повреждению.

13. Сервисные операции должны выполняться квалифицированным персоналом компании Rheosense.

Сервис необходим при ненадлежащей работе вискозиметра, его повреждениях, включая, но, не ограничиваясь, разливы жидкости внутри прибора, попадание под дождь, конденсацию влаги внутри прибора, а также падение прибора с достаточной высоты.

2 Конструкция прибора

На рисунке 1.1 представлен общий вид прибора: а) датчик (чип), пипетка, зажим пипетки, рычаг снятия пипетки, трубка слива образца, ЖК-экран, клавиатура и разъем подключения питания; б) толкатель, желоб толкателя, ёмкость для слива, крышка отсека датчика, кнопка режима ожидания, вход usb и выключатель электропитания.



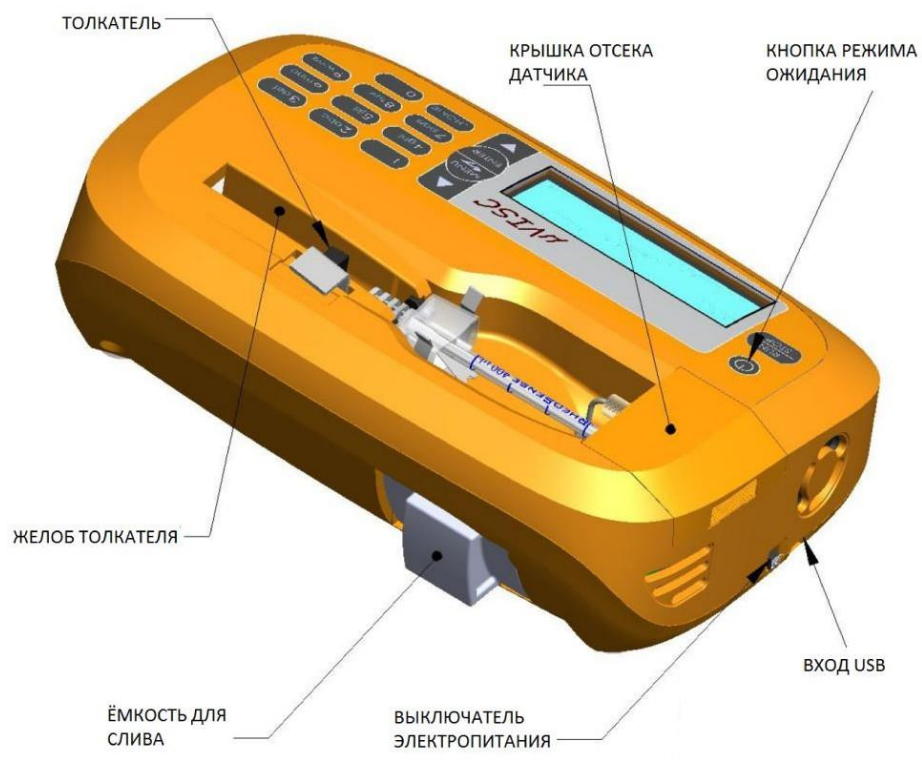
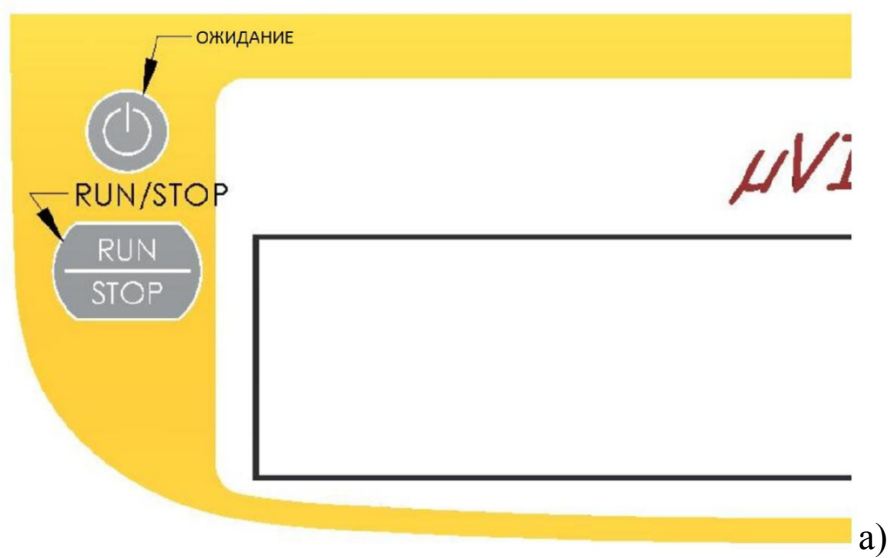


Рисунок 1.1 – Общий вид прибора





б)

Рисунок 1.2 – Клавиатура прибора

На рисунке 1.2 обозначения кнопок клавиатуры приведены следующим образом:

а) **Ожидание:** Переводит прибор в спящий режим и выводит из него, при условии, что включено электропитание прибора.

RUN/STOP: Запуск измерения с экрана готовности (Ready) или экрана результатов (Results), а также остановка измерения в любой момент его проведения.

Данная кнопка также останавливает толкатель при его возвращении на исходную позицию, за исключением его движения после включения электропитания прибора.

б) **MENU/Return:** Выбор меню или переход на предыдущее.

Стрелки навигации: обеспечивают просмотр многострочных данных и навигацию по функциям меню.

Кнопки ввода данных: используются для ввода численных значений параметров или буквенно-цифровых меток данных.

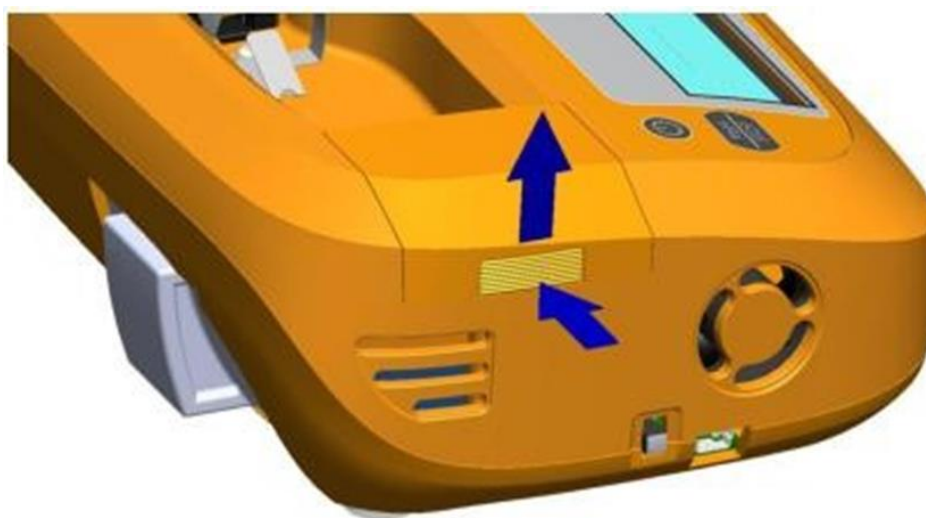
Кнопка ENTER: подтверждает введенные значения.

Кнопка HOME: отправляет толкатель на исходную позицию с экранов готовности (Ready) или результатов (Results), позволяя снять или вставить

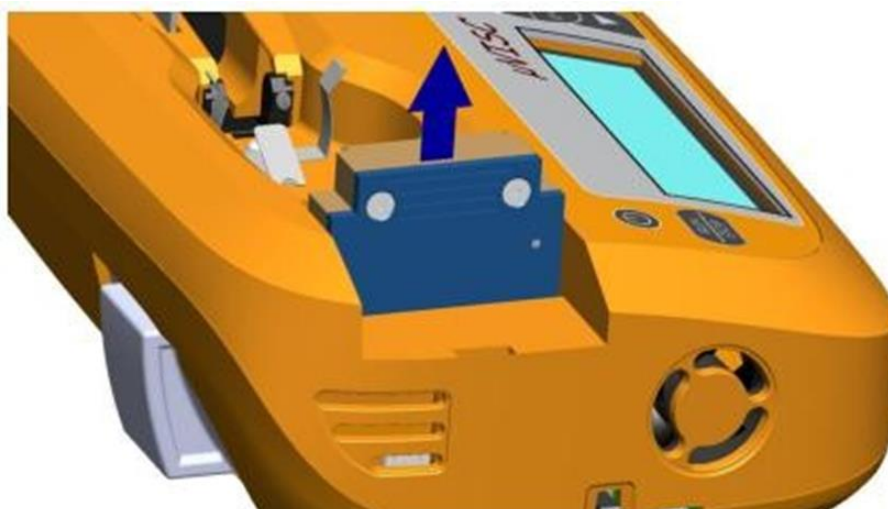
пипетку.

Снятие или замена датчика (чипа) и снятие емкости для слива можно увидеть на рисунке 1.3 следующим образом:

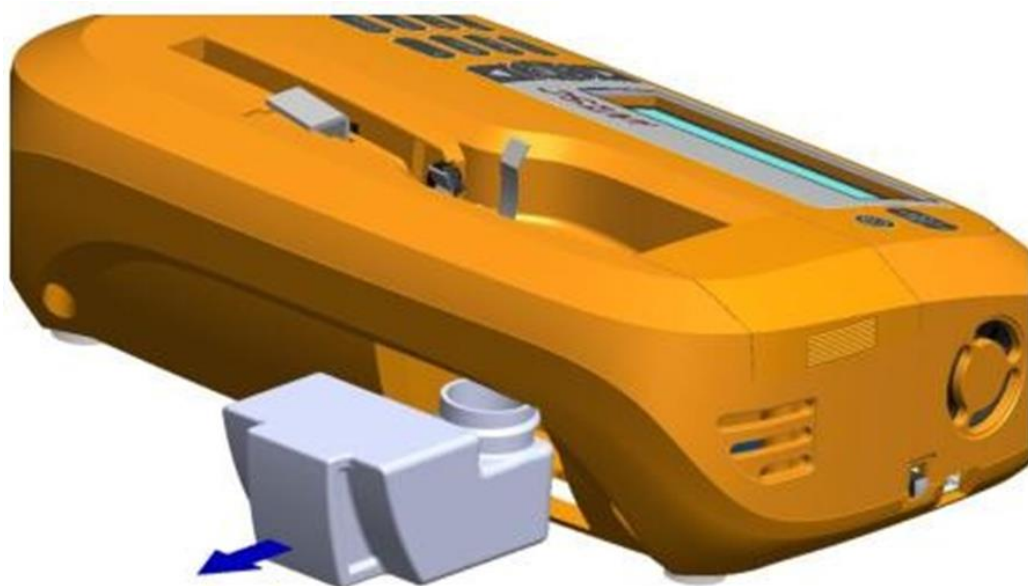
- а) Нажмите и потяните вверх крышку датчика как показано.
- б) Возьмите датчик за верхнюю часть и выньте его.
- в) Возьмите датчик за верхнюю часть и выньте его.
- г) Возьмите контейнер за выступающую часть и потяните на себя. Старайтесь при этом не пролить его содержимое.



а)



б)



в)

Рисунок 1.3 – Снятие или замена датчика и емкости для слива

3 Быстрый запуск

Для быстрого старта необходимо (см. рис. 1.4):

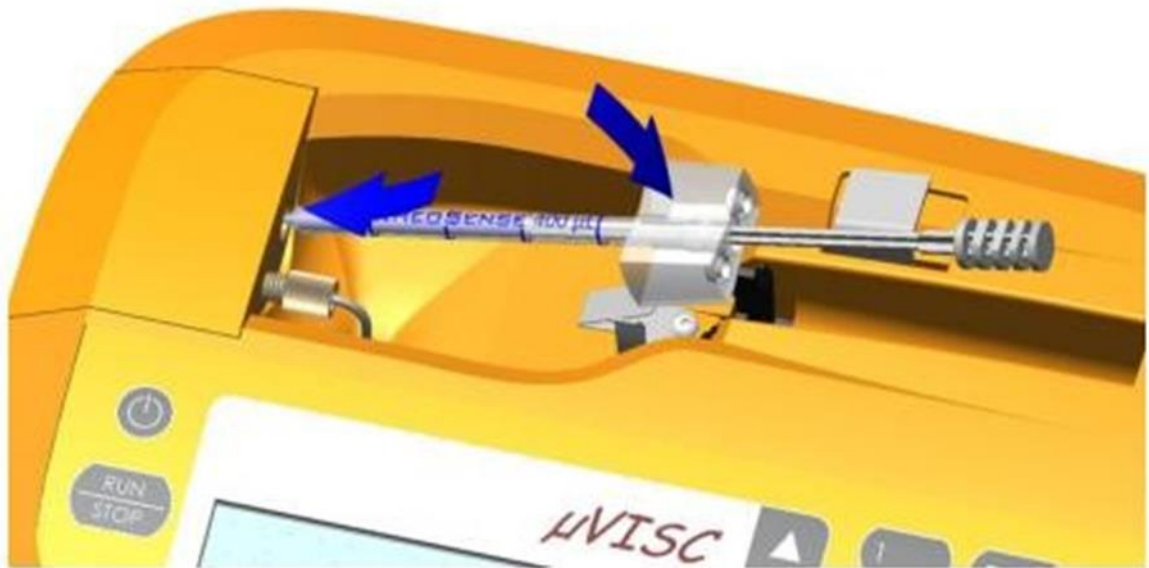
1. Включите прибор, нажав на выключатель, расположенный на боковой панели прибора (рис 1.4 а).



а)



б)



в)



г)

Рисунок 1.4 – Быстрый запуск прибора

2. Поместите образец в пипетку, погрузив ее кончик в образец. Одной рукой держите пипетку за прямоугольную часть, а другой не спеша вытягивайте поршень пипетки (рис. 1.4 б).

3. Установите пипетку в прибор так, чтобы ее кончик совместился с входом датчика. Плотнo прижмите прямоугольную часть пипетки, чтобы раздался щелчок как показано на рис. 1.4 в.

4. Нажмите кнопку RUN/STOP на клавиатуре, чтобы начать измерение (рис.1.4 г).

4 Установка пипетки

4.1 Общие соображения:

- При обращении с пипеткой всегда держите ее за прямоугольную часть. Это минимизирует передачу тепла образцу. Не держите заполненную пипетку за поршень, поскольку это может привести к разливу образца или всасыванию пузырька воздуха.

- После заполнения пипетки с помощью безворсовой салфетки удалите избыток образца с внешней поверхности пипетки. Это предохранит образец и, следовательно, датчик от попадания частиц и ворса.

- Не переполняйте пипетку, так как она может просто не поместиться в прибор microVISC.

4.2 Минимизация образования пузырей

Одноразовые пипетки вискозиметра microVISC обладают конструкцией с минимальным мертвым объемом, однако маленькие пузырьки (объемом около 1-1.5 мкл) всегда попадают в сухую пипетку при отборе образца. Попадание пузырька в датчик может привести к неверным значениям. Перед установкой пипетки вискозиметр необходимо убедиться в отсутствии пузырьков. Для удаления небольших пузырьков можно использовать одну из двух следующих методик А и Б.

А. Данная методика может применяться для образцов с любыми значениями вязкости.

1. Погрузите кончик пипетки в образец и отберите небольшое количество жидкости в пипетку. Отберите столько жидкости, сколько нужно для начала формирования пузырька.

2. Полностью слейте жидкость из пипетки в слив.

3. Опять вставьте кончик пипетки в образец и медленно отберите нужный объем.

Б. Данная методика работает только с низковязкими образцами.

1. Вставьте кончик пипетки в образец и отберите необходимое количество жидкости в пипетку.

2. Удерживайте кончиком вверх. Постучите по боковой части пипетки так, чтобы пузырек всплыл к кончику.

3. Немного надавите на поршень, чтобы пузырек вышел из кончика пипетки.

5 Режимы работы

5.1 Общие данные

В вискозиметре microVISC предусмотрены три режима работы: Автоматический (Auto), Расширенный (Advanced) и Очистка (Cleaning). В Автоматическом режиме измерение проводится путем нажатия “одной кнопки” и система устанавливает большинство параметров самостоятельно. Для ньютоновских жидкостей (жидкости, вязкость которых не меняется при изменении скорости сдвига) автоматический режим позволяет получить точные и воспроизводимые значения. В расширенном режиме пользователь может задавать все параметры измерения самостоятельно. Данный режим имеет определенные преимущества при необходимости установки конкретной скорости сдвига или скорости потока, или, если для каждого эксперимента необходим, определенный объем жидкости. Режим Очистки позволяет оптимизировать промывку датчика с определенной скоростью потока растворителя.

С экрана готовности Ready на рисунке 1.5 можно перемещаться между тремя режимами с помощью стрелок навигации (вниз и вверх). На любом из экранов можно нажать кнопку RUN/STOP, чтобы запустить измерение в текущем режиме. Экран главного меню Main Menu также доступен с любого из этих экранов путем нажатия кнопки MENU.

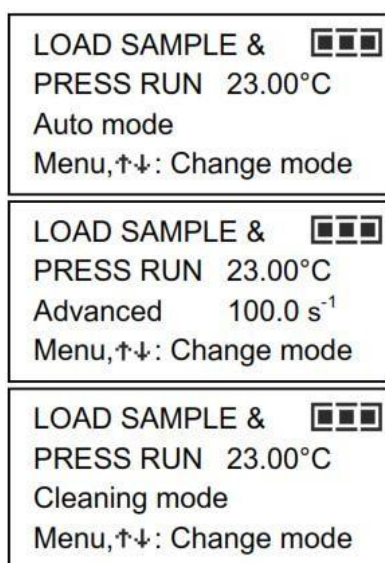


Рисунок 1.5 – Экран готовности Ready

5.2 Автоматический режим (Auto)

На рисунке 1.6 приведены изображения, которые появляются на экране вискозиметра microVISC во время проведения автоматического измерения.

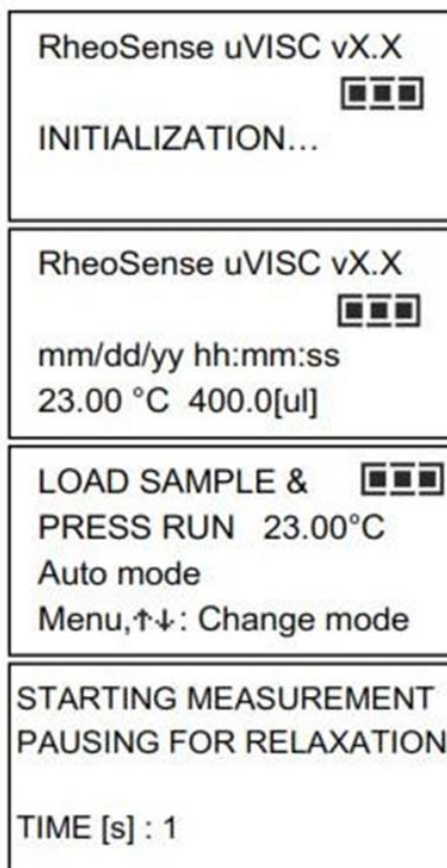


Рисунок 1.6 – Изображения экрана во время проведения автоматического измерения

1. Прибор инициализируется во время первого включения. После завершения инициализации появляется второй экран.
2. После появления третьего экрана можно приготовить пипетку с образцом и поместить ее в прибор.
3. Четвертый экран появляется после нажатия кнопки RUN/STOP.
4. Во время появления пятого экрана толкатель начинает перемещаться к поршню (рисунок 1.8).

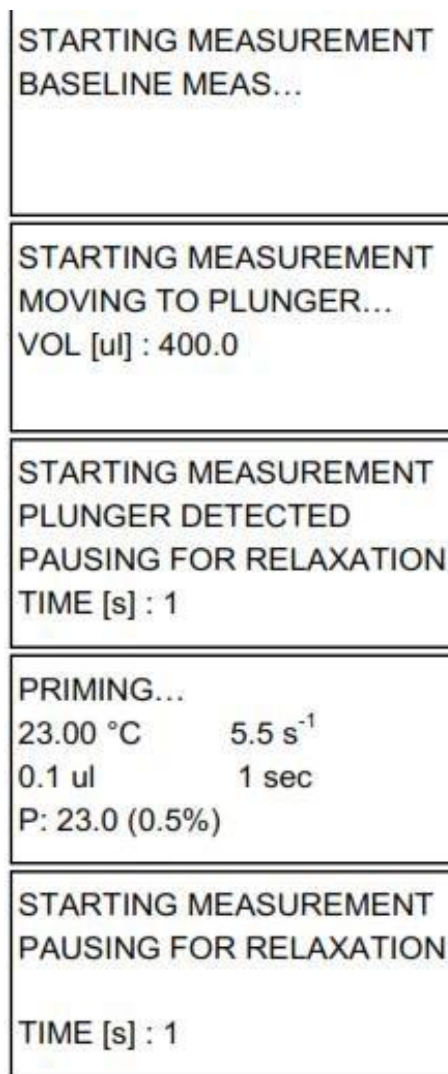


Рисунок 1.8 – Изображения экрана во время проведения автоматического измерения

5. шестой экран появляется в момент начала заполнения датчика жидким образцом.

Начинается измерение вязкости, за прогрессом которого можно следить на экране (рисунок 1.9).

- Датчик снимается с прибора на час или дольше после использования для анализа образцов, содержащих нелетучие компоненты и летучий растворитель, например, образцов чернил.
- Текущий образец не смешивается с предыдущим (например, измерение водных растворов после калибровки по масляным стандартам).
- Существует неуверенность по поводу необходимости очистки! Очистка проводится легко и просто, и она защищает прибор от возможных повреждений.

Для очистки канала датчика необходимо заполнить пипетку растворителем, который смешивается с используемым образцом (если смешать растворитель и образец, то не будет образовываться мутный неомогенный раствор). Установите пипетку в microVISC.

С экрана готовности Ready с помощью стрелок Вверх и Вниз перейдите к экрану готовности Ready режима очистки (Cleaning). Нажмите кнопку RUN/STOP, чтобы начать процедуру очистки. В ходе данной процедуры прибор прокачает через канал чипа все содержимое пипетки со скоростью 100 мкл/мин. Таким образом, для полной пипетки цикл очистки будет длиться около четырех минут. В конце цикла очистки появятся три стандартных экрана результатов Results. В зависимости от используемого датчика процентное значение от шкалы (SCALE) может быть очень низким. Это происходит, поскольку наиболее эффективная очистка достигается при достаточно низкой скорости прокачки через микрофлюидный канал, что и ведет к низким значениям давления в процентах от шкалы. Из-за менее точного определения давления полученная в ходе очистки вязкость моющей жидкости может быть не совсем точной.

Если после очистки не планируется проводить измерения, то оставьте пустую пипетку в вискозиметре microVISC. При снятии датчика и помещении его на хранение плотно закройте входное отверстие канала резиновой пробкой

7 Рекомендации для достижения лучших результатов

- Учитывайте возможную разницу температуры образцов и вискозиметра *microVISC*. Если прибор и образцы хранились в разных местах перед измерением, то оставьте их вместе с включенным прибором на 20 или более минут перед проведением измерения. В некоторых случаях разница 1 °C по температуре может привести к ошибке свыше 5%.

- При измерении нескольких образцов с различной вязкостью начинайте с образцов с более низкой вязкостью, постепенно переходя к более вязким образцам. При этом каждый образец будет требовать меньше объема на промывку, что приведет к экономии времени и образцов.

- Если повторные измерения на одном образце показывают постепенное увеличение или снижение вязкости, то, скорее всего, промывочный объем недостаточен. Повторяйте измерения до стабилизации показаний, а затем запишите пропущенный объем для будущих измерений.

- Для снижения объема образцов при измерении образцов с разницей по вязкости более 50% можно запускать цикл очистки между каждым измерением. Это позволит сильно сократить объем, необходимый для промывки.

- Для критических измерений используйте необходимо пользоваться новой пипеткой.

8 Калибровка и обслуживание

Вискозиметр *microVISC* калибруется по прослеживаемым стандартам NIST. Калибровка прибора действительна в течение года с даты заказа. Каждый датчик приходит с собственным сертификатом, действительным в течение 6 месяцев с даты калибровки. Для повторной калибровки, пожалуйста, обратитесь в компанию Rheosense по электронной почте: service@rheosense.com.

Рекомендуется следующая карта регулярного обслуживания:

- Ежедневно: Протрите избыток образца со входа в датчик с помощью безворсовых салфеток, смоченных в чистящем средстве. Погрузите безворсовый сваб в чистящее средство и протрите внутреннюю поверхность стенок

входа датчика. Используйте чистящее средство, совместимое с последними измеренными образцами. На стр. 53 приведен список рекомендованных чистящих средств. Проведите 1-2 цикла очистки с подходящим растворителем, при окончании работы на текущий день (при измерении вязкости чернил лучше провести 2-3 цикла). Выключите сетевой выключатель и оставьте пустую пипетку из-под растворителя в приборе *microVISC* до следующего использования. При снятии датчика обязательно плотно закройте его вход резиновой пробкой.

- Ежемесячно: Протрите сливное отверстие рядом с выходной трубкой датчика с помощью безворсовой салфетки, смоченной в подходящем растворителе.

- По мере необходимости: Слейте вещество из сливной емкости. Зарядите аккумуляторы с помощью адаптера, входящего в комплект поставки. Протрите клавиатуру и корпус мягкой тряпочкой, смоченной в водном растворе мягкого чистящего средства.

В таблице 1 собраны классы химических веществ, совместимых с вискозиметром *microVISC* для измерения или очистки. Смачиваемые поверхности прокачивания жидкости выполнены из полипропилена, высокоплотного полиэтилена, ПЭЭК, *PerlastTM*, боросиликатного стекла, кремния и золота. При использовании растворителей необходимо всегда работать в хорошо проветриваемой зоне или под тягой. Информация о химических веществах, не упомянутых в данной таблице, может быть получена при обращении в компанию *Rheosense*.

Таблица 1 – Классы химических веществ, совместимых с вискозиметром *microVISC* для измерения или очистки

Чистящее средство Aquet (1%) и вода	Фенолы (избегайте контакта с передней панелью)
Алифатические спирты	Амиды
Бензолы (ароматика)	Сложные эфиры
Простые эфиры	Углеводороды
Хлорированные углеводороды	Кетоны