



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۱۶۱۶-۱

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO
11616-1
1st.Edition
2017
Identical with
ISO 13317-1:
2001

تعیین توزیع اندازه ذره به روش ته نشینی
گرانشی مایع
قسمت ۱: اصول و رهنمودهای کلی

**Determination of particle size
distribution by gravitational
liquid sedimentation methods -
Part 1:
General principles and guidelines**

ICS: 19.120

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« تعیین توزیع اندازه ذره به روش ته‌نشینی گرانشی مایع

قسمت ۱: اصول و رهنمودهای کلی »

رئیس:

نصیر تبریزی، محمد حسین
(دکترای شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

استادیار- دانشگاه آزاد اسلامی واحد اردبیل

دبیر:

زارعی، بابک
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

رئیس اداره اندازه‌شناسی، اوزان و مقیاس‌ها- اداره کل استاندارد استان
اردبیل

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

حسینی، طاهره
(کارشناسی فیزیک حالت جامد)

کارشناس اداره کل استاندارد استان اردبیل

حسینی، سونا
(کارشناسی ارشد مکانیک)

کارشناس اداره کل استاندارد استان اردبیل

حشمی، مهناز
(کارشناسی فیزیک)

رئیس گروه کمیت‌ها و کالیبراسیون مرکز اندازه‌شناسی- سازمان ملی
استاندارد ایران

ذکردی، سید مجید
(کارشناسی شیمی محض)

مسئول پژوهنده ارشد- پژوهشگاه صنعت نفت تهران

روحی، غلامحسین
(کارشناسی شیمی)

مسئول آزمایشگاه آموزش و پرورش- استان اردبیل

زاهد، سارا
(کارشناسی ارشد چینه‌شناسی و فسیل‌شناسی)

مسئول کنترل کیفی- کارگاه تولیدی شن و ماسه مجرد استان اردبیل

پارچه باف، ایوب
(دکترای شیمی تجزیه)

استادیار- دانشگاه آزاد اسلامی واحد اردبیل

جعفری، حسین
(کارشناسی برق و الکترونیک)

مدیر عامل- شرکت آرتا سنجش آریا استان اردبیل

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

رئیس اداره استاندارد سازی- اداره کل استاندارد استان اردبیل

شرافتخواه آذری، شهین
(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع غذایی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان تبریز

صابونی، رضا
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

مهندس امور CNG- شرکت نفت منطقه اردبیل

صفوی هیر، سید محسن
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

عضو مستقل

معاضدی، حبیب
(کارشناسی ارشد آموزش زبان انگلیسی)

مدیرکل- استاندارد استان اردبیل

علائی، هاشم
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

مدیر تحقیق و توسعه- شرکت زیورآلات کهن ایرانیان (سهامی خاص)

نجف زاده خویی، علی اصغر
(دکترای مکانیک)

مهندس ارشد CNG- شرکت نفت منطقه اردبیل

محمدی، کریم
(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

رئیس اداره امور مالی- اداره کل استاندارد استان اردبیل

شمس آذر، خدیجه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

کارشناس استاندارد- شرکت گاز استان اردبیل

معز، بهروز
(کارشناسی مهندسی مکانیک)

کارشناس اداره کل استاندارد استان اردبیل

مینایی، مژگان
(کارشناسی مهندسی فناوری اطلاعات)

ویراستار:

رئیس گروه کمیت‌ها و کالیبراسیون مرکز اندازه‌شناسی- سازمان ملی استاندارد ایران

حشمتی، مهناز
(کارشناسی فیزیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات، تعاریف و نمادها
۵	۴ اصول
۵	۴-۱ کلیات
۶	۴-۲ محاسبه اندازه ذره
۶	۴-۳ محاسبه درصد جرم تجمعی
۶	۴-۴ تاثیر ارتفاع ناحیه اندازه‌گیری بر تفکیک‌پذیری ذرات
۷	۵ حدود اندازه ذره، شکل و تخلخل
۷	۵-۱ حد بالایی اندازه
۸	۵-۲ حد پایینی اندازه
۸	۵-۲-۱ نفوذ دمایی (حرکت براونی)
۹	۵-۳ شکل ذره
۹	۵-۴ تخلخل ذره
۹	۶ شرایط آزمون
۹	۶-۱ دما
۱۰	۶-۲ غلظت سوسپانسیون
۱۰	۶-۳ مخزن ته‌نشینی
۱۱	۶-۴ شارش گذرا
۱۱	۷ نمونه‌برداری
۱۱	۸ آماده‌کردن آنالیز ته‌نشینی
۱۱	۸-۱ چگالی مایع و ذرات
۱۱	۸-۲ حذف ذرات بزرگ‌تر
۱۱	۸-۳ انتخاب مایع سوسپانسیون
۱۲	۸-۴ پراکنش نمونه
۱۲	۹ تکرار آزمون‌ها و صحت‌گذاری

صفحه	عنوان
۱۲	۹-۱ تکرار آزمون
۱۲	۹-۲ صحنه‌گذاری
۱۳	۱۰ گزارش نتایج
۱۴	پیوست الف (آگاهی دهنده) تاثیر ارتفاع ناحیه اندازه‌گیری
۱۶	پیوست ب (آگاهی دهنده) درستی قانون استوکس به صورت تابعی از عدد رینولدز
۱۷	پیوست پ (آگاهی دهنده) جابجایی ذره ناشی از حرکت براونی
۱۸	پیوست ت (آگاهی دهنده) تاثیر منافذ باز بر سرعت نهایی ذرات کروی
۲۱	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد « تعیین توزیع اندازه ذره به روش ته‌نشینی گرانشی مایع قسمت ۱: اصول و رهنمودهای کلی » که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در سیدوششمین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۲۴ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 13317-1:2001 Determination of particle size distribution by gravitational liquid sedimentation methods- Part 1: General principles and guidelines

مقدمه

روش‌های آنالیز اندازه ذره با ته‌نشینی گرانشی یکی از روش‌های رایج در تعیین توزیع بسیاری از پودرها می‌باشد. بطور مثال، روش‌های گرانشی در مورد نمونه‌های دارای ابعاد $0.5 \mu\text{m}$ تا $100 \mu\text{m}$ و نیز در مورد شرایط ته‌نشینی دارای عدد رینولدز کمتر از 0.25 کاربرد دارد.

هیچ روش واحدی از آنالیز اندازه را نمی‌توان برای پوشش دادن انواع مختلف مواد تعیین کرد، اما می‌توان روش‌های اجرایی را برای اکثر موارد توصیه کرد. هدف از این استاندارد ملی بدست آوردن وحدت رویه برای تمام روش‌های اجرایی گرانشی انتخاب شده است تا فرآیند اندازه‌ها در آزمایشگاه‌های مختلف تسهیل یابد.

روش‌های ته‌نشینی گرانشی ممکن است با اهداف زیر صورت بگیرند:

- به عنوان بخشی از پروژه تحقیقاتی شامل بررسی توزیع اندازه ذره ماده می‌باشد؛
 - به عنوان بخشی از رویه کنترل برای تولید ماده‌ای که در آن توزیع اندازه ذره حائز اهمیت است باشد؛
 - به عنوان مبنای یک قرارداد برای تامین ماده در چارچوب حدود مشخص شده باشد.
- به واسطه تعاریف و اصول کلی که در این استاندارد آورده شده است تاکید می‌شود که این استاندارد همراه با قسمت‌های دیگر از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۱۱۶۱۶ مطالعه شود.

تعیین توزیع اندازه ذره به روش ته‌نشینی گرانشی مایع

قسمت ۱: اصول و رهنمودهای کلی

هشدار- این استاندارد ممکن است شامل تجهیزات، عملیات و مواد خطرناک باشد. این استاندارد مشکلات ایمنی مربوط به کاربرد آن را بررسی نمی‌کند. برای اینکه این امر در حوزه مسئولیت کاربر این استاندارد است تا اصول ایمنی و بهداشتی مناسبی را برقرار کرده و قبل از هر چیز، کاربرد محدودیت‌های تنظیمی را مشخص کند.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌هایی برای تعیین توزیع اندازه ذره مواد دارای ذرات ریز، بویژه در ابعاد بین $0.5 \mu\text{m}$ تا $100 \mu\text{m}$ ، می‌باشد که از طریق ته‌نشینی گرانشی در داخل یک مایع صورت می‌گیرد. روش‌های توصیف شده در این استاندارد برای تعیین توزیع اندازه ذره در دوغاب‌ها یا مواد دارای ذرات ریز که می‌توانند در مایعات پخش شوند، کاربرد دارد. یک تفاوت چگالی مثبت بین فازهای جدا و پیوسته ضروری به نظر می‌رسد، با این حال می‌توان از روش ته‌نشینی نوری گرانشی برای امولسیون‌هایی که در آنها ریز قطره‌ها چگالی کمتری نسبت به مایع پخش شده در آن دارند، استفاده کرد. ذرات نباید هیچ گونه تغییر فیزیکی یا شیمیایی در حین ته‌نشینی داشته باشند. اقدامات احتیاطی معمول باید در رابطه با مواد خطرناک لحاظ شود و بکارگیری آنالیزورهای ضد انفجاری در هنگام آزمایش مایعات فرار دارای نقطه اشتعال پایین ضروری خواهند بود.

۲ مراجع الزامی^۱

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

1- Normative references

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۶۴۶: روش اندازه‌گیری دانسیته در ۲۰ درجه سانتیگراد در فراورده‌های شیمیایی مایع مورد مصرف در صنعت
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۵-۱۰: رنگدانه‌ها و پرکننده‌ها- روش آزمون عمومی- قسمت ۱۰- اندازه‌گیری چگالی- روش پیکنومتری
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۸۱۹۹: آزمون الک کردن قسمت اول: روش‌های به کار بردن الک‌های آزمون با تور سیمی بافته شده و صفحه فلزی مشبک
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۳۶: نمونه برداری- مواد شیمیایی جامد برای مصارف صنعتی- ذرات پودری تا کلوخه‌ای
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۹۲۲: مواد ذره‌ای- نمونه‌برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص
- ۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۸۲۰۱: ارائه نتایج دانه‌بندی قسمت اول: نمایش ترسیمی
- ۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۱۶۱۶: تعیین توزیع اندازه ذرات به روش ته‌نشینی گرانشی مایع- قسمت دوم- روش پیت ثابت
- ۸-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۱۶۱۵: تعیین توزیع اندازه ذرات به وسیله روش‌های ته‌نشینی گرانشی مایع- قسمت ۳: روش گرانشی پرتو X
- ۹-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰: آماده سازی نمونه- روش‌های پراکنده کردن پودرها در مایعات.

۳ اصطلاحات، تعاریف و نمادها

۱-۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر بکار می‌رود:

۱-۱-۳

سرعت ته‌نشینی نهایی

terminal settling velocity

سرعت یک ذره درون مایع ساکن که ناشی از گرانش بر روی ذره با کشش وارد شده توسط مایع، متعادل می‌شود.

۲-۱-۳ قطر استوکس

Stokes diameter

قطر کروی معادل یک ذره که دارای چگالی و سرعت ته‌نشینی نهایی مشابه با یک ذره واقعی در همان مایع که تحت شرایط شارژ خزشی قرار دارد.

۳-۱-۳

منافذ باز

open pores

حفره‌هایی که به صورت مستقیم یا از طریق سایر حفره‌ها به سطح خارجی ذره وصل شده‌اند.

۴-۱-۳

منافذ بسته

closed pores

حفره‌هایی که توسط مواد جامد اطراف مسدود شده و از سطح خارجی غیر قابل دسترس هستند.

۵-۱-۳

اندازه بزرگ‌تر

oversize

قسمتی از ذرات که از بین چشمه‌های الک مورد نظر عبور نکرده است.

۶-۱-۳

اندازه کوچک‌تر

undersize

قسمتی از ذرات که از بین چشمه‌های الک مورد نظر عبور کرده است.

۷-۱-۳

چگالی موثر ذره

effective particle density

جرم ذره تقسیم بر حجم مایعی که جایجا می‌کند.

چگالی واقعی ذره

true particle density

جرم ذره تقسیم بر حجمی که همه جا به غیر از تمامی منافذ بسته یا باز و شکاف‌های سطحی را اشغال می‌کند.

یادآوری - گاهی اوقات چگالی واقعی ذره با عنوان چگالی مطلق ذره یاد می‌شود.

۲-۳ نمادها

نمادهای زیر برای این استاندارد بکار گرفته می‌شود:

یکای فرعی	یکا	نماد	کمیت
$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	ρ_s	چگالی موثر ذره
$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	ρ_l	چگالی مایع
$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	ρ_p	چگالی واقعی ذره (بدون منفذ)
$\text{mPa} \cdot \text{s}$	$\text{Pa} \cdot \text{s}$	η	گرانروی مایع
—	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$	g	شتاب گرانشی
mm	m	h	فاصله ته‌نشینی
—	s	t	زمان ته‌نشینی
μm	m	X_{St}	قطر استوکس
μm	m	$X_{St,u}$	قطر بالایی استوکس
μm	m	$X_{St,L}$	قطر پایینی استوکس
μm	m	$X_{St,h}$	قطر ذره خارج از ناحیه اندازه‌گیری
μm	m	$X_{St,h\Delta h}$	قطر ذره داخل ناحیه اندازه‌گیری
$\mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	ms^{-1}	v	سرعت ته‌نشینی نهایی
—	بدون بعد	Re	عدد رینولدز
—	$\text{m} \cdot \text{s}$	K_1	پارامتر دسته بندی شده
—	$\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$	K_2	پارامتر دسته بندی شده
—	$\text{m} \cdot \text{s}$	K_{scan}	ثابت اسکن هیپربولیک
—	$\text{J} \cdot \text{k}^{-1}$	k	ثابت بولترمن
—	K	T	دمای مطلق (کلوین)
—	بدون بعد	ε	تخلخل ذره
—	بدون بعد	f	کسر تخلخل باز ذره که با مایع ته‌نشینی پر شده است

یکای فرعی	یکا	نماد	کمیت
—	بدون بعد	f_{diff}	کسر نامعینی از موقعیت ذره در نتیجه نفوذ دمایی
μm	m	Δh_{diff}	میانگین آماری تغییرات موقعیتی در یک جهت برای تعداد زیادی از ذرات ناشی از نفوذ دمایی
μm	m	Δh_{zone}	ضخامت ناحیه اندازه‌گیری
—	بدون بعد	p	نسبت تفکیک‌پذیری
—	بدون بعد	P_{min}	حداقل تفکیک‌پذیری قابل قبول
—	بدون بعد	p_{zone}	تفکیک‌پذیری ناحیه دارای ارتفاع محدود
μm	m	h_{zone} و P_{min}	حداقل فاصله‌تشنشینی برای تفکیک‌پذیری قابل قبول، P_{min}

۴ اصول

۴-۱ کلیات

روش‌های ته‌نشینی گرانشی بر اساس سرعت ته‌نشینی ذرات داخل مایع تحت میدان گرانشی می‌باشد. در مقادیر پایین عدد رینولدز ارتباط بین سرعت ته‌نشینی و اندازه ذره به معادله (۱) استوکس تبدیل می‌شود. اگر میزان دقت در تعیین مقدار قطر استوکس از ۳٪ بیشتر نشود، نایستی عدد رینولدز از ۰٫۲۵ تجاوز کند. آنالیزهای ته‌نشینی استوکس به قابلیت کاربرد قانون استوکس بستگی دارد. این قانون، ارتباط بین اندازه ذره و تغییر ارتفاع ذره را (در داخل سیال معلق) به صورت تابعی از زمان که در آن ذره پس از رسیدن به سرعت نهایی خود، سقوط کرده است، مشخص می‌کند.

$$h_{fall} = \frac{(\rho_s - \rho_1) g x^2 s t^3}{18 \eta} \quad (1)$$

یادآوری می‌گردد که h_{fall} با سقوط ذره به قسمت‌های پایین‌تر مخزن ته‌نشینی، افزایش می‌یابد. در این معادله می‌توان قطر استوکس ذره را از فاصله‌ای که در مدت زمان t سقوط کرده، محاسبه کرد.

$$x_{st} = \sqrt{\frac{18 \eta h_{fall}}{(\rho_s - \rho_1) g t}} \quad (2)$$

روش‌های ته‌نشینی را می‌توان در یکی از دو گروه افزایشی یا تجمعی طبقه‌بندی کرد. روش‌های افزایشی برای تعیین غلظت جامدات (یا چگالی تعلیق) یک لایه نازک در ارتفاع و زمان مشخص بکار گرفته می‌شوند. از روش‌های تجمعی برای تعیین سرعت ته‌نشینی جامدات معلق استفاده می‌شود. در هر دو روش، این احتمال وجود دارد که پودر به عنوان یک لایه نازک بر روی ستون مایع (روش خط شروع) یا به عنوان پراکندگی یکسان در آغاز آنالیز (روش همگن) ارائه شود روش تجمعی در این استاندارد ملی ارائه نشده است. روش خط

شروع در مورد ته‌نشینی گریز از مرکز کاربرد بیشتری داشته و بخشی از استاندارد ISO13318-2 می‌باشد.

۲-۴ محاسبه اندازه ذره

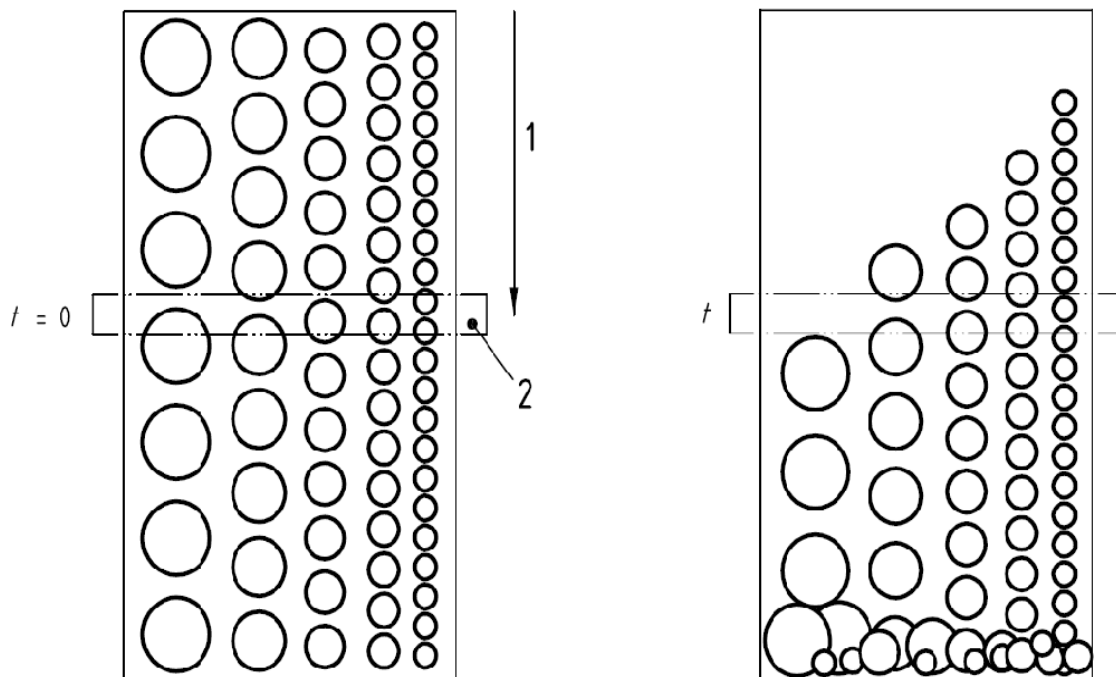
قطرهای استوکس طبق معادله شماره (۲) محاسبه می‌شود.

۳-۴ محاسبه درصد جرم تجمعی

نسبت درصد جرم تجمعی، طبق شیب غلظت ذره در روش پیت گرانشی و در روش اشعه ایکس گرانشی باید به ترتیب طبق استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۱۶۱۶ و استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۱۶۱۵ تعیین گردد.

۴-۴ تاثیر ارتفاع ناحیه اندازه‌گیری بر تفکیک پذیری ذرات

اطلاعات مربوط به تاثیر ارتفاع ناحیه اندازه‌گیری بر تفکیک‌پذیری ذرات در پیوست الف ارائه شده است.



راهنما:

زمان	t
ارتفاع ته‌نشینی	۱
ناحیه اندازه‌گیری	۲

شکل ۱ - ته‌نشینی همگن، افزایشی و گرانشی

۵ حدود اندازه ذره، شکل و تخلخل

۱-۵ حد بالایی اندازه

معادله استوکس پیش بینی می کند، سرعت ته نشینی نهایی که ذره در یک میدان گرانشی به آن می رسد به صورت زیر است

$$v = \frac{x_{st}^2}{k_1} \quad (3)$$

که در آن

$$K_1 = \frac{18\eta}{(\rho_s - \rho_1)g} \quad (4)$$

برای حل معادله قطر استوکس ذره بیان می شود

$$x_{st} = \sqrt{k_1 v} \quad (5)$$

از آنجا که سرعت ته نشینی نهایی، ثابت بوده و سریعاً بدست می آید، $h_{fall} = v \cdot t_{fall}$ ، قطر ذره را می توان از طریق فاصله سقوط ذره در یک زمان مشخص محاسبه کرد.

$$x_{st} = \sqrt{\frac{k_1 h_{fall}}{t_{fall}}} \quad (6)$$

حد بالایی اندازه توسط بزرگترین ذره دارای سرعت ته نشینی نهایی تعریف می شود که شرط $Re < 0.25$ را برآورده می سازد. عدد رینولدز، عبارت است از نیروی اینرسی به نیروی گرانشی در روی ذره ته نشینی، و توسط معادله زیر تعریف می شود.

$$Re = \frac{\rho_1 v x_{st}}{\eta} \quad (7)$$

معادله استوکس فقط تحت شارژ خزشی (آرام) معتبر و صحیح است، به همین دلیل عدد رینولدز کمتر از ۰/۱ است. (به پیوست ب مراجعه شود). با افزایش اعداد رینولدز خطای پیش بینی های معادله استوکس بیشتر می شود. عدم دقت x_{st} از v حدود ۳٪ در عدد رینولدز ۰/۲۵ تعیین می شود. علاوه بر این، قانون استوکس برآورد خوبی از اندازه ذره و بر اساس سرعت ته نشینی ارائه نمی دهد. با جایگذاری ۰/۲۵ برای Re در معادله (۷)، و بدست آوردن v و جایگذاری در معادله (۵) حد بالایی اندازه توصیه شده برای روش ته نشینی گرانشی به دست می آید.

$$x_{st,u} = \sqrt{\frac{0.25 k_1 \eta}{\rho_1}} \quad (8)$$

مثال - اندازه گیری ته نشینی گرانشی در 293.15 K ، با استفاده از کره های کوارتز جامد در $(\rho_s = 2650 \text{ kg.m}^{-3})$
 ۱- پریانول انجام می شود $(\eta = 2.256 \text{ mpa.s})$ و $(\rho_1 = 804 \text{ kg.m}^{-3})$ با استفاده از معادله (۴)، $K_1 = 2.24 \times 10^{-6} \text{ m.s}$ ، و معادله (۸)، حداکثر اندازه ذره که در آن قانون استوکس ممکن است بکار گرفته شود (با خطایی کمتر از ۳٪) در $x_{st,u} = 116 \text{ }\mu\text{m}$ ، $v = 6.03 \text{ mm.s}^{-1}$ می باشد.

۵-۲ حد پایینی اندازه

حد پایینی اندازه که در آن روش‌های تهنشینی گرانشی بکار گرفته می‌شوند، توسط تغییرات دمایی، انباشتگی ذرات در طول فرآیند تهنشینی و نفوذ یا حرکت براونی ذرات بسیار کوچک کنترل می‌شوند که در نهایت این امر منجر به ایجاد جریان‌های چرخشی در سوسپانسیون می‌شود.

یادآوری می‌گردد که ذرات باردار در الکترولیت‌های ضعیف به همراه خود دارای یک لایه دوگانه الکتریکی هستند. زمانی که این ذرات تهنشین می‌شود، لایه دوگانه واپیچیده شده و در نتیجه یک میدان الکتریکی با حرکت مخالف ایجاد می‌شود. با استفاده از مایعات غیر یونی می‌توان تاثیرات الکترو گرانو را کاهش داد.

اطلاعات مربوط به درستی قانون استوکس به صورت تابعی از عدد رینولدز در پیوست ب آورده شده است.

۵-۲-۱ نفوذ دمایی (حرکت براونی)

برخوردهای تصادفی مولکول‌های تشکیل دهنده یک مایع با یک ذره منجر به اختلافاتی در فشار بر روی ذره از یک قسمت به سطح دیگر می‌شود که در نهایت ذره جابجا می‌شود، (حرکت براونی). میانگین تغییرات آماری یک ذره با قطر x در راستای هر جهتی از حرکت بدون سایر نیروها (مثل گرانش زمین) به صورت معادله زیر بیان می‌شود.

$$\Delta h = \sqrt{\frac{k_2 t_{fall}}{x_{st}^2}} \quad (9)$$

که در آن

$$K_2 = \frac{2 k T}{3 \pi \eta} \quad (10)$$

یادآوری می‌گردد این مورد در واقع همان میانگین آماری تغییرات در یک جهت برای تعداد زیادی از ذرات است که برخی از آنها مسیر طولانی‌تری را از نقطه شروع و برخی دیگر نیز مسیر کوتاه‌تری را نسبت به میانگین طی خواهند کرد. اگر گرانش و نفوذ دمایی در نظر گرفته شود یک ذره کروی که فاصله‌ای h_{fall} رو به پایین در زمان t_{fall} طی می‌کند می‌تواند این گونه باشد:

الف- ذره‌ای که حرکت دمایی عمودی آن به صفر رسیده و قطر آن بدرستی از طریق معادله (۶) محاسبه می‌شود؛

ب- ذره‌ای که حرکت دمایی عمودی آن فاصله عمودی طی شده را افزایش داده و قطر آن کمتر از مقدار محاسبه شده توسط معادله (۶) می‌باشد؛

ت- ذره‌ای که حرکت دمایی عمودی آن فاصله عمودی طی شده را کاهش داده و قطر آن بیشتر از مقدار محاسبه شده توسط معادله (۶) می‌باشد.

نسبت فاصله‌های طی شده ناشی از حرکت دمایی و ته‌نشینی توسط معادله (۶) و (۹) محاسبه می‌شود:

$$f_{diff} = \frac{\Delta h_{diff}}{h_{fall}} = K_1 \left[\frac{K_2}{x_{st}^2 t_{fall}} \right]^{1/2} \quad (11)$$

آنالیز ته‌نشینی استوکس در حد پایینی اندازه، معمولا به عنوان اندازه‌ای در نظر گرفته می‌شود که در آن $f_{diff} = 0.1$ است. با استفاده از این مقدار و حل معادله (۱۱) پارامتر x به صورت زیر بیان می‌شود.

$$x_{St,L} = \sqrt{\frac{100 K_1^2 K_2}{t_{fall}}} \quad (12)$$

مثال- با استفاده از مواد و دمای ارائه شده مشابه در بند ۵-۱، ته‌نشینی گرانشی در طول مدت زمان $t_{fall} = 1800$ s (۳۰ دقیقه) رخ می‌دهد. با توجه به معادله (۱۰) $K_2 = 3.781 \times 10^{-19} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ و معادله (۱۲) می‌توان گفت که کوچکترین اندازه ذره که در آن گستره دمایی کمتر از ۱۰٪ فاصله ته‌نشینی است، مقدار $x_{St,L} = 0.64 \text{ } \mu\text{m}$ می‌باشد.

۳-۵ شکل ذره

در عدد رینولدز پایین، جهت‌گیری ذره‌های غیر کروی تصادفی می‌باشد، لذا یک ذره منفرد محدوده پایینی از سرعت ته‌نشینی را خواهد داشت. با افزایش عدد رینولدز، ذره‌ها تمایل به هم تراز شدن داشته، در نتیجه بیشترین کشش حاصل می‌شود. بنابراین در کم‌ترین مقدار سرعت ممکن با جهت‌گیری تصادفی ته‌نشین خواهند شد، لذا یک ذره مشخص ممکن است با توجه به جهت‌گیری آن، دارای سرعت بالا یا پایینی باشد.

۴-۵ تخلخل ذره

توصیه می‌شود که چگالی موثر ذره در هر جایی که ممکن است، تعیین شود. به عبارت دیگر چگالی ذره باید در مایع سوسپانسیون تعیین شود، چگالی ذره در سوسپانسیون به علاوه پراکندگی آن تعیین می‌شود به طوری که در سنجش اندازه ذره، مورد استفاده قرار خواهد گرفت. این امر وجود هر گونه منافذ بسته و باز را تا حدی که مایع انتخاب شده به درون منافذ باز نفوذ کند، جبران خواهد کرد. برای ذره‌هایی که بدون منفذ بوده و دارای ترکیب شناخته شده‌ای هستند، می‌توان مقدار چگالی را از کتابچه راهنما یا به صورت تجربی بدست آورد. اطلاعات مربوط به تاثیر منافذ باز بر سرعت نهایی ذره‌های کروی در پیوست ت ارائه شده است.

۶ شرایط آزمون

۱-۶ دما

دمای آنالیز می‌تواند چگالی مایع، گرانش آن و در حد کمتری میزان چگالی جامدات را در معادله استوکس تحت تاثیر قرار دهد. حفظ دمای نمونه در حدود کم و در حین آنالیز ضروری می‌باشد. توصیه می‌شود دمای

مخزن ته‌نشینی بین $\pm 1 K$ ثابت بماند برای اینکه گرانروی برخی مایعات، نسبت به دما تغییر می‌کند. اگر دما بیش از $\pm 1 K$ تغییر کند توصیه می‌شود که دمای موجود در آغاز و پایان آنالیز یادداشت شده و سپس مقدار میانگین آن برای محاسبه گرانروی، استفاده شود. برای به حداقل رساندن جریان‌های همرفتی، بهتر است که آهنگ تغییر دما در کمتر از $0.05 K.min^{-1}$ حفظ شود.

دمای سوسپانسیون ممکن است کنترل شود یا در مورد سوسپانسیون آشفته تا زمان بدست آوردن یک تعادل دمایی به صورت راکد رها شود. الزامات کنترل دمایی با ریزتر شدن^۱ پودر، افزایش می‌یابد. حد پایینی اندازه، تا حدودی به علت زمان‌های طولانی‌تر برای ته‌نشینی ذرات ریز و الزامات حفظ شرایط پایدار در ته‌نشینی سوسپانسیون مورد نیاز است.

مخزن ته‌نشینی بایستی دارای سیستم پوشیده باشد تا احتمال تبخیر لایه بالایی مایع ته‌نشینی را به حداقل برساند که این امر می‌تواند جریان‌های همرفتی را افزایش دهد.

۲-۶ غلظت سوسپانسیون

معادله استوکس در مورد ته‌نشینی یک ذره منفرد کاربرد دارد که در مایع با مقدار نامحدود با سرعت بسیار پایینی ته‌نشین می‌شود. این الزامات هرگز در یک آنالیز ته‌نشینی در شرایطی که ذرات از یکدیگر و نیز دیوارهای مخزن با فواصل محدود جدا شده‌اند، برآورده نمی‌شود. این امر باعث تاثیر متقابل ذرات بر روی هم‌دیگر و نیز سطوح هم‌جوار می‌شود. برای مثال اگر قرار باشد که حداکثر غلظت توصیه شده 0.2% افزایش یابد، آنالیزها بایستی در دو یا چند غلظت و به منظور تعیین صرفنظر کردن از تاثیرات غلظت انجام شود. فاصله‌های بین دو مخزن بایستی حداقل $5 mm$ باشد تا اثرات دیوار تا حد قابل قبولی کاهش یابد.

۳-۶ مخزن ته‌نشینی

مخزن باید برای جلوگیری از جریان همرفتی، عمودی بوده و برای جلوگیری از هر گونه آشفته‌گی در ته‌نشینی ذره فاقد حرکت و لرزش باشد. شرایط بی‌ثبات به دیواره‌های مخزن ته‌نشینی یا اجزای بین دیوارها (مثل همزن) نسبت داده شده‌اند. حتی در مورد اجزای عمودی هم یک ناپایداری ذاتی وجود دارد، زیرا شارژ بازگشتی مایع توسط ذرات ته‌نشینی جابجا شده، به سطوح نسبتاً عمودی تمایل دارد. مخزن باید به صورت عمودی باشد در غیر این صورت، شارژ همرفتی ایجاد شده و از دیوارها سرریز خواهند شد، یعنی دیوارهایی که از ذرات در حال ته‌نشینی محافظت شده‌اند. این جریان‌ها در توزیع اندازه تخمین زده شده، ایجاد خطا می‌کنند.

۴-۶ شارش گذرا

زمان لازم برای رسیدن یک ذره به سرعت پایدار (نهایی) خود بسیار ناچیز است ولی بایستی از زمان‌های بسیار کوتاه ته‌نشینی اجتناب کرد. قبل از اینکه ذرات به سرعت نهایی خود برسند، نوسانات سرعت موضعی وجود دارد که ناشی از توقف ناگهانی تلاطم (در همزنی) اولیه هستند. تلاطم‌ها و شارژهای گذرا باید آرام شوند.

۷ نمونه‌برداری

نمونه‌برداری کنترل شده یک شرط ضروری برای بدست آوردن نتایج نمونه شاهد برای آزمون‌های ته‌نشینی می‌باشد. این نمونه‌ها باید طبق استاندارد ملی ایران شماره ۹۱۳۶ انتخاب شوند. نمونه انتخاب شده باید بر اساس آخرین نسخه استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۹۲۲ آماده سازی نمونه - تقسیم نمونه باشد.

۸ آماده سازی آنالیز ته‌نشینی

۱-۸ چگالی مایع و ذرات

چگالی مایع در اندازه‌گیری دما باید طبق ISO ۷۵۸۰ و چگالی ذرات باید طبق استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۵-۱۰ تعیین شود.

۲-۸ حذف ذرات بزرگ‌تر

همان طوری که در بند ۵-۱ نشان داده شده است، در رابطه با یک مایع معین نبایستی اندازه بزرگترین ذره نمونه آنالیز فراتر از یک مقدار مشخص باشد. توزیع اندازه با کسر بزرگ‌تر را می‌توان از طریق تکرار آنالیز با استفاده از یک مایع با گرانروی بالاتر بدست آورد. چنان که بزرگترین ذره موجود در نمونه کوچکتر از مقداری است که توسط عدد رینولدز مشخص شده است.

ذرات بزرگ‌تر را می‌توان با استفاده از الک کردن خشک یا مرطوب جدا کرد (به استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۹۹-۱ مراجعه شود). الک کردن مرطوب بایستی با مایع ته‌نشینی انجام شود. درصد میزان ته مانده روی یک الک یا الک‌ها را ثبت کنید. داده‌های بدست آمده از آنالیز الک که بر روی قسمت مجزایی از نمونه آزمایشگاهی صورت گرفته، بایستی با داده‌های ته‌نشینی ترکیب شوند.

۳-۸ انتخاب مایع سوسپانسیون

بسیاری از پودرها ممکن است همیشه نتوانند یک توزیع خوب در مایع سوسپانسیون را به تنهایی داشته باشند. امکان دارد یک عامل پراکنده کننده مناسب برای جلوگیری از تشکیل توده‌ها یا انباشتگی در طول ته‌نشینی، ضروری باشد. این امکان نیز وجود دارد که این عامل در مایع سوسپانسیون گنجانده شده یا

مستقیماً به پودر افزوده شود. مایع سوسپانسیون باید واکنش‌پذیری ناچیزی با نمونه داشته و باید شرایط زیر را دارا باشد:

الف- چگالی مایع باید به اندازه کافی با چگالی پودر مورد آزمون تفاوت داشته باشد تا استفاده از این روش مجاز باشد؛

ب- مایع باید گرانروی کافی جهت اتمام آنالیز در یک مدت زمان آزمون قابل قبول را داشته باشد. این مورد برای ذرات ریزتر نبایستی بیش از حد، طولانی و برای ذرات درشت نباید بسیار کوتاه باشد؛

پ- مایع نباید ذرات را متورم یا چروکیده کند. در صورت بروز این حالت، بایستی اطمینان حاصل شود که اثر آن از ۵٪ قطر تجاوز نکند؛

ت- مایع نباید باعث شود تا نمونه حل شود. در صورت بروز این حالت، حل شدن آن نباید بیشتر از ۵ گرم پودر در یک کیلوگرم از مایع باشد.

۴-۸ پراکنش نمونه

اگر ذرات به آسانی در مایع مرطوب نشود یا اگر در شرایط ساکن، توده تشکیل دهند، بایستی یک عامل پراکنش به سیستم اضافه شود. برای شناسایی و بکارگیری یک عامل پراکنش مناسب به استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰ مراجعه شود.

۹ تکرار آزمون‌ها و صحه‌گذاری

۱-۹ تکرار آزمون‌ها

آزمون‌ها را با نمونه‌های آنالیز گرفته شده از همان نمونه آزمایشگاهی مشابه انجام دهید. نتایج آنالیزهای تکراری بایستی با نسبت‌های جرمی در قطر استوکس مشابه، کمتر از ۲٪ تفاوت داشته باشند. این رقم با مواد مرجع تایید شده در بند ۹-۲ متناسب باشد. برای سایر انواع نمونه‌ها با پراکندگی نسبتاً کمتر، رواداری وسیعی نیاز است.

۲-۹ صحه‌گذاری

بررسی هر دو روش اجرایی کاربر و عملکرد دستگاه در بازه‌های زمانی برای صحه‌گذاری نتایج آزمون ضروری است. دفعات تکرار بررسی‌ها برای هر آزمایشگاه باید تعیین شود. صحه‌گذاری اولیه را می‌توان با هر نوع مواد مرجع گواهی شده انجام داد. روش اجرایی اندازه‌گیری کلی زمانی بررسی می‌شود که ماده مرجع آنالیز شده عبارت است از، نمونه‌برداری، پراکندگی نمونه، اندازه‌گیری و محاسبات بعدی. روش اجرایی صحه‌گذاری زمانی مطابق با استانداردها خواهد بود که میانگین بدست آمده از ۳ اندازه‌گیری مستقل x_{10} ، x_{50} و x_{90} در گستره گواهی شده مقادیر ماده مرجع قرار بگیرند.

توصیه می‌شود که صحنه‌گذاری در صورت امکان با استفاده از مواد مرجع گواهی شده از سوی دفتر ذیربط یا US موسسه ملی علوم و فناوری (NIST) انجام شود. سوابق صحنه‌گذاری باید نگهداری شوند.

۱۰ گزارش نتایج

داده‌ها باید در قالب شکل یا شکل و جدول ارائه شوند. نتایج معمولاً به عنوان قطر استوکس برحسب پراکندگی تجمعی، توسط نزدیک‌ترین جرم گزارش شده به 0.1% بیان شوند. موقع ترسیم داده‌ها باید قطر برروی محور عمودی و درصد جرم تجمعی برروی محور عرضی قرار بگیرد. نتایج ارائه شده بایستی با استاندارد ملی ایران شماره ۱-۸۲۰۱ مطابقت داشته باشد.

گزارش آزمون بایستی شامل موارد زیر باشد:

- ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛
- نام موسسه آزمون کننده؛
- تاریخ آزمون؛
- شناسه گزارش منحصر بفرد؛
- مشخصات کاربر؛
- نوع دستگاه مورد استفاده؛
- مشخصات نمونه آزمون؛
- چگالی و جرم پودر، در صورت استفاده؛
- دما، چگالی، گرانیوی و حجم مایع سوسپانسیون، در صورت استفاده؛
- عامل پراکنش و غلظت آن؛
- روش پراکنش سوسپانسیون، شامل زمان پراکنش؛
- روش تهیه نمونه مورد آزمون (خشک کردن، شکستن و خرد کردن توده‌ها) اگر وجود داشته باشد؛
- سایر عملیاتی که در این استاندارد تعیین نشده و ممکن است بر نتایج موثر باشند.

پیوست الف (آگاهی دهنده)

تاثیر ارتفاع ناحیه اندازه گیری

ماده آشکار ساز در یک آنالیزور ته نشینی، غلظت ذره را در یک برش افقی نازک از یک ستون ذرات در حال ته نشینی، اندازه گیری می کند. این نوع اندازه گیری غلظت ذره نمی تواند ذرات بزرگ و کوچک را از هم تشخیص دهد. لذا هر چقدر که روزه اندازه گیری ضخیم تر باشد، به همان مقدار تفکیک پذیری پایین تر خواهد بود. تفکیک پذیری با محدودیت ناحیه ارتفاع (p_{zone}) را می توان به عنوان نسبت قطر ذرات در هنگام خروج از انتهای ناحیه اندازه گیری ($X_{st,h}$) با اختلاف بین قطر آن و قطر ذرات در هنگام ورود به قسمت بالایی ناحیه اندازه گیری ($X_{st,h-\Delta h}$) تعریف کرد.

$$p_{zone} = \frac{x_{st,h}}{x_{st,h} - x_{st,h-\Delta h}} \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن

h - ارتفاع تا انتهای ناحیه اندازه گیری (است؛

$-\Delta h$ - ضخامت ناحیه اندازه گیری است [۱ و ۲].

با جایگذاری X_{st} از معادله (۶) و توجه به زمان اندازه گیری غلظت، در قسمت بالا و پایین برش یکسان داریم:

$$p_{zone} = \frac{\sqrt{h}}{\sqrt{h} - \sqrt{h - \Delta h_{zone}}} \quad (\text{الف-۲})$$

آهنگ تفکیک پذیری قابل قبول برای آنالیز استوکسی معمولاً ۱۴ در نظر گرفته می شود [۲]. از معادله (الف - ۲) می توان برای تعیین فاصله تا انتهای ناحیه اندازه گیری، به عنوان تابعی از ضخامت برش اندازه گیری و تفکیک پذیری استفاده کرد.

$$h_{zone,p} = \frac{\Delta h_{zone} p^2}{2p - 1} \quad (\text{الف-۳})$$

حداقل فاصله برای تفکیک پذیری قابل قبول ($p_{min} = ۱۴$) در روش ته نشینی گرانشی برابر با $h_{zone,pmin} = ۷,۲۶ \Delta h_{zone}$ است. این معادله زمانی معتبر و صحیح می باشد که در آن از یک موقعیت ثابت برای ناحیه اندازه گیری استفاده شود یا ناحیه مورد نظر را رو به سمت بالا و با آهنگ کاهش سرعت (یک "اسکن هیپربولیک") اسکن کند تا اینکه موقعیت ناحیه اسکنر با زمان تغییر پیدا کند:

$$h_{zone} = \frac{k_{scan}}{t} \quad (\text{الف-۴})$$

زمانی که در آن آشکارساز از $h_{zone,pmin}$ عبور می کند، همان محدودیت زمان اسکن است که در آن تفکیک پذیری قابل قبول است. بنابراین:

$$t_{\text{limit}} = \frac{k_{\text{scan}}}{k_{\text{zon,pmin}}} = \frac{k_{\text{scan}}}{7.26 \Delta h_{\text{zone}}} \quad (\text{الف-۵})$$

جایگذاری t_{fall} در معادله (۱۲) منجر به محدوده پایین تر اندازه می شود که در آن اندازه گیری گرانشی برای دستگاهایی که از روش اسکن هیپربولیک استفاده می کنند، قابل قبول است:

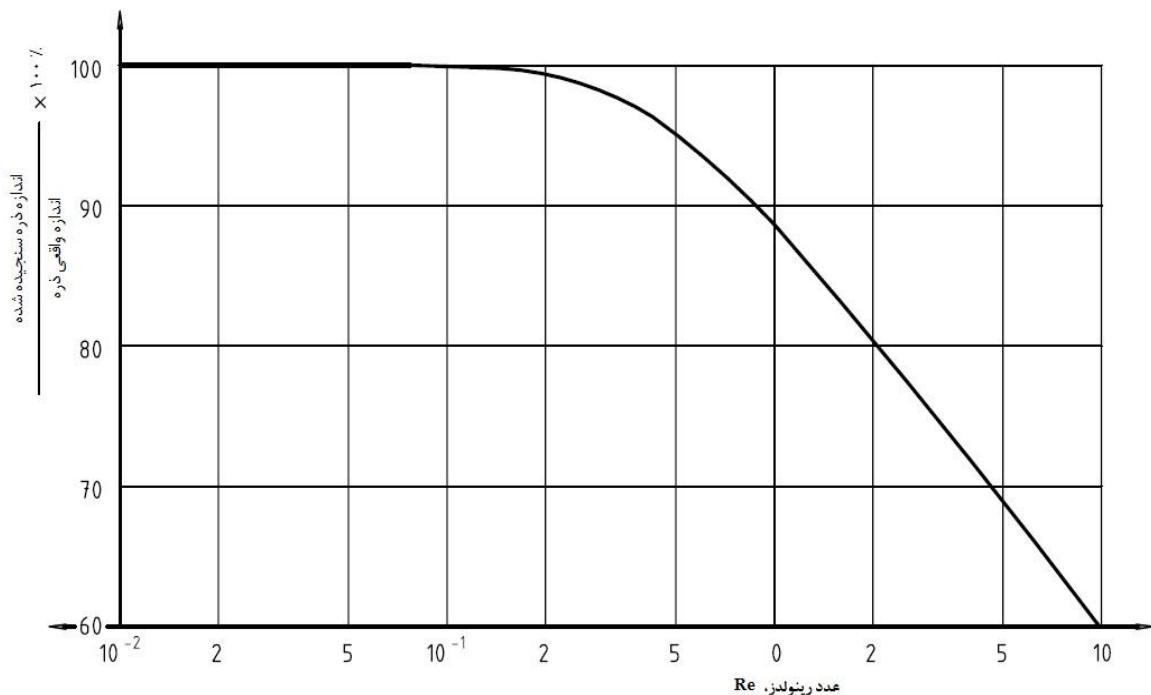
$$X_{\text{St,L,Pmin}} = \sqrt{\frac{726 k_1^2 k_2 \Delta h_{\text{zone}}}{k_{\text{scan}}}} \quad (\text{الف-۶})$$

مثال - یک فرآیند ته نشینی گرانشی در دمای 293.15 K و با استفاده از کره های کوارتز جامد ($\rho_s = 2650 \text{ kg.m}^{-3}$) در پروپانول ($\rho_l = 804 \text{ kg.m}^{-3}$ و $\eta = 2.256 \text{ mpa.s}$) صورت گرفته است. ناحیه اندازه گیری ارتفاع $\Delta h_{\text{zone}} = 100 \mu\text{m}$ رو به سمت بالا و با یک آهنگ کاهش سرعت و نیز عدد ثابت اسکن هیپربولیک $K_{\text{scan}} = 2 \text{ m.s}$ اسکن شده است. با در نظر گرفتن معادله (الف - ۳) و (الف - ۵)، ارتفاعی که در آن تفکیک پذیری به پایین تر از ۱۴ کاهش می یابد، در حدود $h_{\text{zone,pmin}} = 726 \mu\text{m}$ می باشد و مدت زمانی که آشکارساز به این نقطه می رسد در حدود $t_{\text{limit}} = 2755 \text{ s}$ (۴۹/۳ دقیقه) است. با در نظر گرفتن معادله (الف - ۶)، حداقل اندازه ذره که در آن تفکیک پذیری و گستره دمایی قابل قبول است، در حدود $X_{\text{St,L,Pmin}} = 0.58 \mu\text{m}$ می باشد.

پیوست ب
(آگاهی دهنده)

درستی قانون استوکس به صورت تابعی از عدد رینولدز

همان طوری که در شکل ب-۱ نشان داده شده است، با فرض اعمال قانون استوکس اندازه محاسبه شده ذره به اندازه ذره سنجیده شده با گستره‌ای از اعداد رینولدز، نسبت داده شده است. در یک عدد رینولدز پایین، ذرات در جهت‌های تصادفی ته‌نشین می‌شوند. در عدد رینولدز بالاتر، تمایل فزاینده‌ای برای جهت‌گیری ذرات وجود دارد تا حداکثر مقاومت را در برابر حرکت از خود نشان دهند. قانون استوکس با افزایش عدد رینولدز مقدار ضریب کشش کمتر نشان می‌دهد. در نتیجه، اندازه محاسبه شده نسبت به اندازه محاسبه شده به کمک قانون استوکس بزرگتر خواهد بود. ضروری است که در یک عدد رینولدز بالاتر، تصحیحات قطر اعمال شوند در غیر این صورت قطر محاسبه شده با چگالی گرانی سیال اختلاف خواهد داشت. روش‌های گرانشی برای نمونه‌هایی توصیه می‌شوند که شرایط ته‌نشینی برای عدد رینولدز کمتر از ۰٫۲۵ برای بزرگترین اندازه ذره در آزمون، کاربرد داشته باشد.

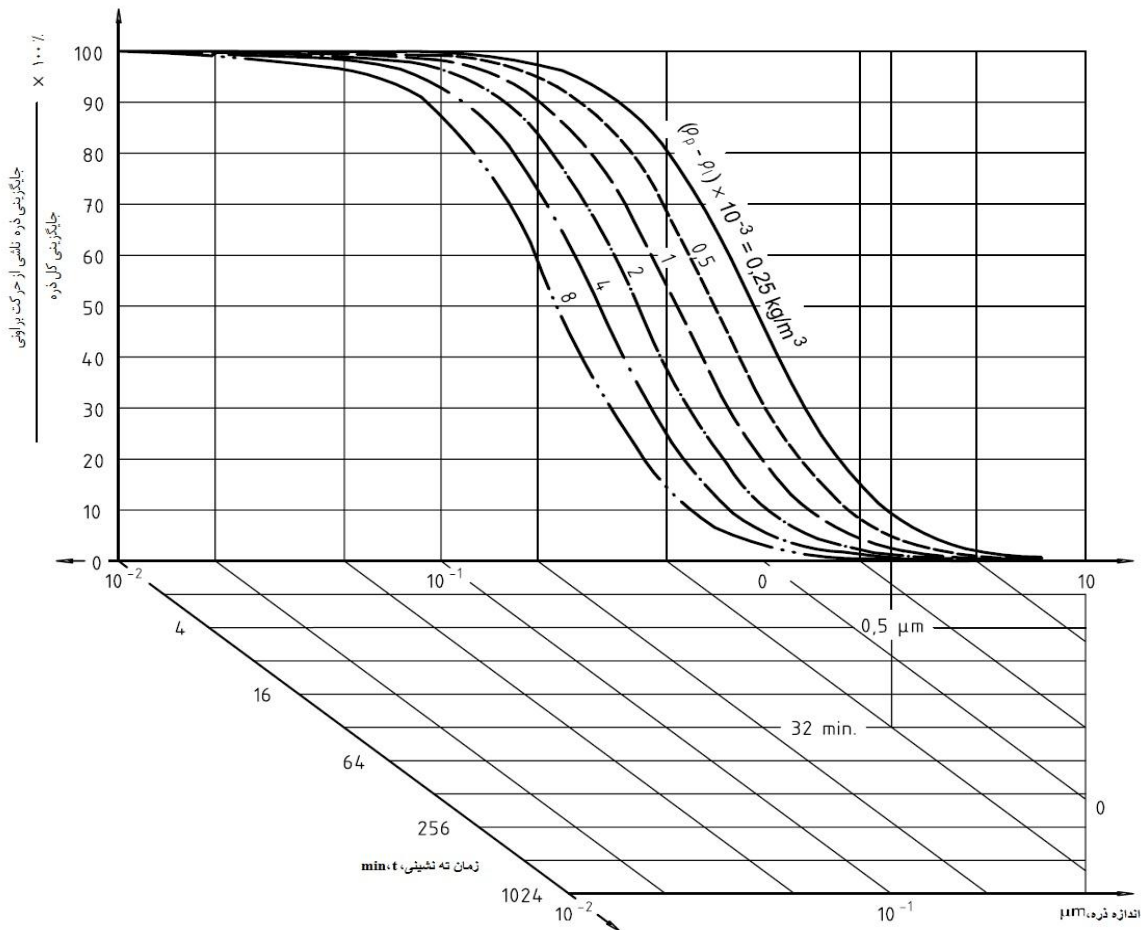


شکل ب-۱- درستی قانون استوکس به صورت تابعی از عدد رینولدز

پیوست پ
(آگاهی دهنده)

جابجایی ذره ناشی از حرکت براونی

شکل پ-۱ اندازه ذره را (بر روی محور X) بر حسب جابجایی حرکت براونی نسبت به جابجایی کلی ذره (بر روی محور Y) نشان می‌دهد. این امر برای محدوده‌ای از اختلاف‌های چگالی ذرات مایع ارائه شده که یک دقیقه پس از شروع رسوب است و خطاهای احتمالی ناشی از حرکت براونی را برای یک ذره مشخص و در یک زمان تعیین شده رسوب، تخمین زده می‌شود. محل تقاطع عمودی از این نقطه نمودار اختلاف چگالی مناسب شرایط را برای خطای احتمالی ناشی از حرکت براونی ممکن می‌سازد تا بر روی محور Y محاسبه شود [۱].



شکل پ-۱ - جابجایی ذره ناشی از حرکت براونی

پیوست ت
(آگاهی دهنده)

تأثیر منافذ باز بر سرعت نهایی ذرات کروی

ذرات ممکن است شامل منافذ باشند. این منافذ ممکن است باز باشند یعنی حفره‌ها به سطح بیرونی ذره متصل باشند یا ممکن است بسته باشند که در آن‌ها، منافذ به حفره‌های سطوح بیرونی متصل نیستند. یا ممکن است که ترکیبی از دو حالت فوق باشند. در صورتی که منافذ باز باشند، امکان ارزیابی خطای اندازه‌گیری ناشی از وجود این منافذ، مقدور خواهد بود.

زمانی که یک ذره کروی با قطر x ، چگالی واقعی ρ_p ، و منافذ ε ، که با مایع دارای چگالی ρ_1 ، با کسر f و ته‌نشینی‌های مایع دارای چگالی ρ_1 پر می‌شود، سرعت پایانی آن v ، به صورت زیر تعیین می‌شود.

حجم ذره طبق فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$\left(\frac{\pi}{6}\right) x^3 \quad \text{(ت-۱)}$$

حجم ذره به این شرط محاسبه می‌شود که حجم ذره مربوط به «حجم کلی ذره» در دسترس باشد، یعنی شامل حجم مربوط به منافذ باز باشد.

جرم ذره طبق فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$\left(\frac{\pi}{6}\right) x^3 [(1-\varepsilon)\rho_p + \rho_1 \varepsilon f] \quad \text{(ت-۲)}$$

جرم ذره با این شرط محاسبه می‌شود که «جرم موثر» ذره در دسترس باشد، یعنی آن حجم از مایع در داخل منافذ ذره باشند تا در طول ته‌نشینی به طور کلی حرکت کنند.

نیروی گرانشی موثر بر ذره طبق فرمول زیر محاسبه می‌شود

$$\left(\frac{\pi}{6}\right) x^3 \{ [(1-\varepsilon)\rho_p + \rho_1 \varepsilon f] - \rho_1 \} g \quad \text{(ت-۳)}$$

همچنین نیروی کششی وارد بر ذره طبق فرمول زیر محاسبه می‌شود

$$3 \pi \eta x v \quad \text{(ت-۴)}$$

لذا سرعت پایانی طبق فرمول زیر محاسبه می‌شود

$$v = \left(\frac{x^2 \{ [(1-\varepsilon)\rho_p + \rho_1 \varepsilon f] - \rho_1 \} g}{18 \eta} \right) \quad \text{(ت-۵)}$$

با این وجود، در یک اندازه‌گیری، این سرعت به ذره‌ای با چگالی ρ_p نسبت داده می‌شود که فاقد منافذ است. قطر اندازه‌گیری شده، x ، که امکان پر شدن منافذ باز با سیال را نمی‌دهد، به صورت زیر بیان می‌شود

$$v = \frac{\dot{x}^2 (\rho_p - \rho_l) \varepsilon}{18 \eta} \quad \text{(ت-۶)}$$

نسبت قطر ذره اندازه‌گیری شده \dot{x} به قطر واقعی ذره x ، به شرح زیر بیان می‌شود

$$\frac{\dot{x}}{x} = \sqrt{\frac{((1-\varepsilon)\rho_p + \rho_l \varepsilon f) - \rho_l}{\rho_p - \rho_l}} \quad \text{(ت-۷)}$$

زمانی که منافذ ذره توسط مایع ته‌نشینی به صورت کامل پر شود («مرطوب» در شکل ت-۱) را بطه اندازه نسبی ذره به صورت زیر خواهد بود:

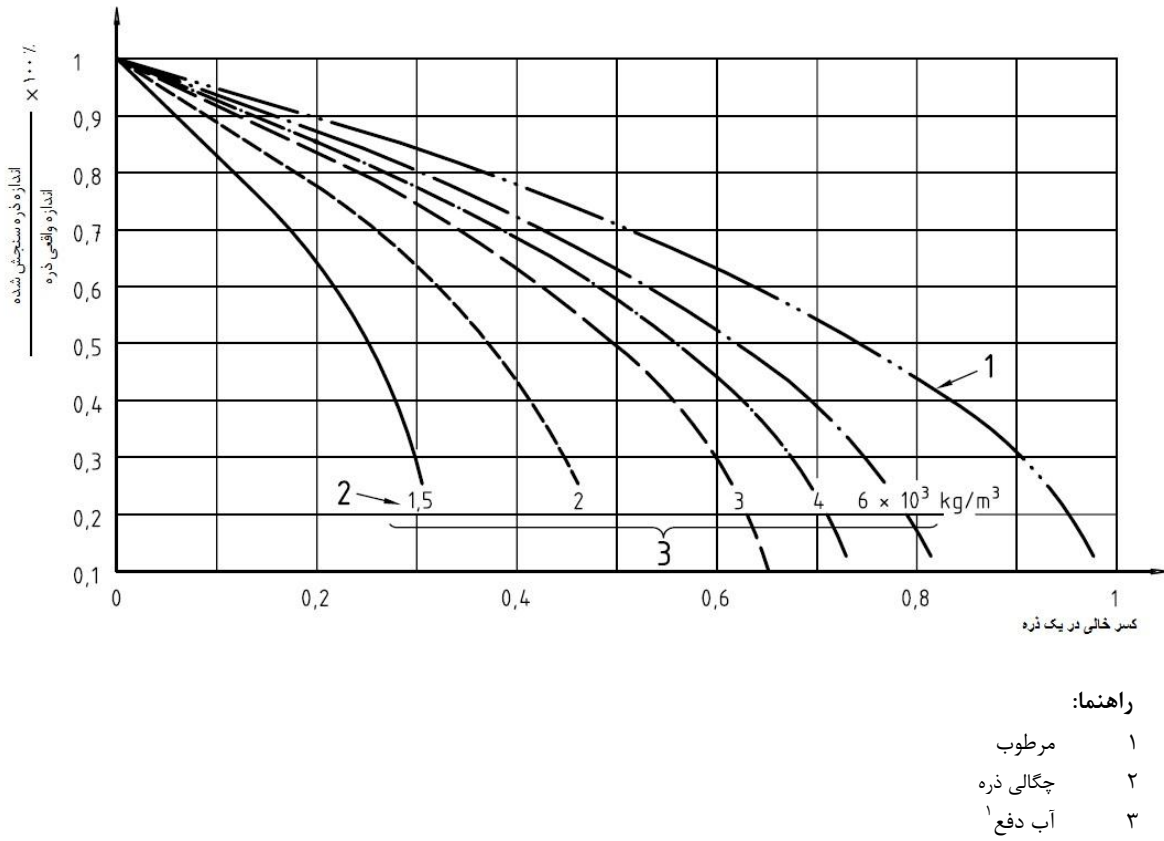
$$\frac{\dot{x}}{x} = \sqrt{1 - \varepsilon} \quad \text{(ت-۸)}$$

زمانی که هیچ مایعی وارد منافذ باز نشود («دفع» در شکل ت-۱) رابطه نسبی اندازه ذره به صورت زیر خواهد بود

$$\frac{\dot{x}}{x} = \sqrt{1 - \frac{\rho_p \varepsilon}{\rho_p - \rho_l}} \quad \text{(ت-۹)}$$

تاثیر کسر منافذ ذره بر قطر اندازه‌گیری شده ذره پر شده با آب به عنوان مایع ته‌نشین شده ($\rho_l = 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$) در شکل ت-۱ و برای گستره‌ای از چگالی‌های ذره نشان داده شده است.

یادآوری می‌شود که چگالی ذره ρ_p در این نمودار در صورت عدم وجود منافذ ذره، همان چگالی واقعی خواهد بود. منحنی‌های شکل ت-۱ تنها برای عدم پر شدن کامل $f=0$ (دفع) و برای پر کردن کامل منافذ باز $f=1$ (مرطوب) در نظر گرفته شده است. در شرایطی که f دارای مقداری بین صفر و یک است، منحنی‌های میانی (در رابطه با پر کردن نسبی منافذ) به منحنی‌هایی بین «مرطوب» و «دفع» در یک چگالی ذره مشخص مربوط هستند.



شکل ت-۱- تاثیر منافذ باز بر سرعت نهایی ذرات کروی

کتاب نامه

- [1] ALLEN, T. (1997). *Particle Size Measurement*, Fifth edition, Chapman and Hall.
- [2] HEYWOOD, H. (1947). *Symposium on Particle Size Analysis*, Trans. Inst. Chem. Engrs. **25**, pp. 14-24.