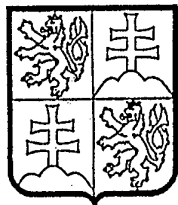


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

PATENTOVÝ SPIS 276 275

(21) Číslo přihlášky : 5280-89.C

(22) Přihlášeno : 13 09 89

(30) Prioritní data :

(13) Druh dokumentu : B6

(51) Int. Cl.⁵ :

G 01 N 11/00

(40) Zveřejněno : 16 07 91

(47) Uděleno : 20 03 92

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 13 05 92

(73) Majitel patentu : SYNPO s.p., PARDUBICE

(72) Původce vynálezu : LOHR JIŘÍ ing., PARDUBICE,
MEJZR IVO ing., NECHANICE,
POKORNÝ PAVEL ing., DOLNÍ ROVEŇ

(54) Název vynálezu : Způsob zjišťování tokových vlastností plastů

(57) Anotace :

Způsob vychází z měření průběhu lisování vzorku plastu mezi dvěma planparalelními plochami působením konstantní tlakové síly. Nejprve se stanoví závislost vzdálenosti obou těchto ploch na době působení tlakové síly a vyjádří se funkcí $h = f(t)$, která se převede na funkci $h^{-4} = f'(t)$. V jejím inflexním bodě se určí směrnice podle vzorce $K = d(h^{-4})/dt$, z níž se potom vypočítá hodnota viskozity měřeného plastu ze vzorce $\eta = A \cdot K^{-1}$. Po uplynutí stanovené doby měření se z konečné vzdálenosti planparalelních ploch vypočítá hodnota mezního tečného napětí podle vzorce $\tau_0 = B \cdot h_0^{2,5}$.

Vynález se týká způsobu zjišťování tokových vlastností viskoelastických materiálů, zejména teplem tvrditelných plastů a kompozic na jejich základě.

Pro tato měření se používají plastometry paralelních desek, které pracují na obecně známém principu. Byla popsána řada plastometrů, které se liší svou velikostí, konstrukčním řešením a způsobem hodnocení naměřených dat (pat. USA č. 3 500 677, 3 706 221, 3 864 961, ASTM Bull., Febr. 1955, str.40). Pracovní prostor těchto plastometrů se zahřívá teplým vzduchem, kterým se dosahuje poměrně pomalého vyhřátí vzorku na teplotu měření, což u teplem tvrditelných materiálů způsobuje nežádoucí vzrůst viskozity ještě před zahájením vlastního měření. Proto se tyto plastometry nehodí k měření tokových vlastností teplem tvrditelných materiálů. Plastometr podle čs. autorského osvědčení č. 265 185 má v tomto směru výhodnější konstrukci, která umožňuje rychlý ohřev vzorku na teplotu měření kontaktním ohřevem přímo v prostoru mezi paralelními deskami. Společnou nevýhodou měření na těchto plastometrech je zdlouhavé vyhodnocování naměřených hodnot, což se týká zejména výpočtu viskozity vzorku. Podkladem pro tento výpočet bývá závislost změny tloušťky vzorku na době jeho deformace, kterou je nutno podle použité teorie toku složitým způsobem upravovat, což je pracné a bývá zdrojem chyb. Při vyhodnocování průběhu deformace teplem tvrditelných materiálů nelze vyloučit chyby vznikající nežádoucím růstem viskozity vzorku během jeho temperace na teplotu měření. Rychlost a jednoduchost měření na těchto plastometrech je tak v nesouladu se zdlouhavostí a nepřesností vyhodnocovacími výsledky měření. Tyto skutečnosti jsou jednou z příčin poměrně malého uplatnění těchto plastometrů v praxi.

Předložený vynález tyto nedostatky z větší části odstraňuje. Jeho předmětem je způsob zjišťování tokových vlastností plastů z průběhu lisování jejich vzorku mezi dvěma planoparalelními deskami působením předem nastavené konstantní tlakové síly. Podstata vynálezu spočívá v tom, že nejprve se stanoví závislost vzdálenosti h planoparalelních ploch na době t působení tlakové síly a vyjádří se funkcí $h = f(t)$, která se převede na funkci $h^{-4} = f'(t)$. V jejím inflexním bodě se potom určí směrnice podle vzorce $K = d(h^{-4})/dt$, z níž se vypočítá hodnota viskozity měřeného materiálu podle vzorce $\eta = A \cdot K^{-1}$. Po uplynutí stanovené doby měření se ze vzdálenosti planoparalelních ploch, udávající konečnou tloušťku vzorku h_0 , vypočítá hodnota mezního tečného napětí měřeného materiálu podle vzorce $\tau_0 = B \cdot h_0^{2,5}$. Ve vzorcích použité veličiny A a B jsou konstanty závislé na zvolených podmínkách měření.

Výhody tohoto způsobu vyniknou zejména při měření teplem tvrditelných materiálů. Zatímco vzorky termoplastických materiálů je možno vyhřát na teplotu měření kontaktním ohřevem mezi deskami tohoto plastometru ještě před zahájením vlastního měření, u teplem tvrditelných materiálů by tento postup vedl k nekontrolovatelnému vzrůstu viskozity a chybným výsledkům měření. Pro zjištění tokových vlastností teplem tvrditelných materiálů v původním dodaném stavu je proto nutno zahájit měření ihned po vložení vzorku do plastometru vyhřátého na teplotu měření. Bylo však zjištěno, že i v tomto případě se vzorek zahřeje na teplotu měření, což se uskuteční při jeho deformaci v tenké vrstvě taveniny mezi měřicími deskami plastometru, tj. během vlastního měření. Deformační křivka vzorku, tj. závislost jeho tloušťky na době měření, se potom skládá ze tří úseků: počáteční úsek vyjadřuje deformaci vzorku při jeho zahřívání, střední úsek se vyznačuje isothermním tokem taveniny při teplotě měření a závěrečný úsek představuje isothermní tok, který se zpomaluje a po dosažení mezního tečného napětí ustává. Pro výpočet viskozity teplem tvrditelných materiálů je směrodatný střední úsek výše uvedené závislosti. Měřením řady různých materiálů jsme zjistili, že tento úsek je charakterizován lineární závislostí funkce $h^{-4} = f'(t)$, a to zpravidla v rozmezí 40 až 80 %

celkové deformace vzorku. Z průběhu funkce $h^{-4} = f'(t)$ lze vypočítat hodnoty směrnice v inflexním bodě $K = d(h^{-4})/dt$, která je přímo úměrná viskozitě vzorku při teplotě měření. Pro výpočet mezního tečného napětí se využije závěrečného úseku deformační křivky, kdy se tok materiálu zastavuje. Při jediném měření je tedy možno získat dvě charakteristické tokové vlastnosti materiálu: viskozitu a mezní tečné napětí.

Při měření tokových vlastností lze tedy postupovat tak, že se do plastometru vyhrátého na teplotu měření vloží vzorek a měření se ihned zahájí vložением zatěžovací síly. Během měření se snímá časová závislost tloušťky vzorku jako funkce $h = f(t)$, která se transformuje na funkci $h^{-4} = f'(t)$. Na grafickém záznamu této funkce je patrný lineární úsek, který odpovídá isothermnímu toku vzorku. V měření se potom pokračuje dále až do ukončení toku vzorku. Viskozita vzorku se vypočítá z hodnoty směrnice přímky v inflexním bodě, mezní tečné napětí se vypočte z konečné tloušťky vzorku. Vlastní výpočet lze provést na základě teorie toku vzorku mezi dvěma paralelními deskami jak uvedeno v G.I. Dienes, H.I. Klemm, J. Appl. Phys. 17, 1946, str. 458. Při použití vhodné výpočetní techniky se celý postup zjednoduší a urychlí. K měření se s výhodou použije plastometr, který je opatřen snímačem vzdálenosti obou měřicích desek. Analogový signál snímače se po převedení na digitální zavádí do mikropočítače, do jehož paměti se během měření ukládají dvojice hodnot vzdálenosti desek h a doby měření t jako funkce $h = f(t)$. Mikropočítač tuto funkci převede na funkci $h^{-4} = f'(t)$ a vypočítá hodnotu směrnice této funkce $K = d(h^{-4})/dt$, z níž potom vypočítá viskozitu podle vzorce $\eta = A \cdot K^{-1}$ a z konečné výšky vzorku h_0 vypočte mezní tečné napětí podle vzorce $\tau_0 = B \cdot h_0^{2,5}$, přičemž A a B jsou konstanty závislé na podmínkách měření: $A = 8\,377,6 \cdot F \cdot \rho^2 \cdot m^{-2}$, $B = 0,1121 \cdot \rho^{1,5} \cdot m^{-1,5}$, kde F je lisovací síla, ρ hustota vzorku, m hmotnost vzorku.

Při měření se postupuje tak, že se nejprve nastaví potřebná zatěžovací síla a měřicí desky se vytemperují na teplotu měření. Vzorek materiálu se upraví do tvaru předlisku, například táplety a na přípravné desce se vloží mezi dvě separační fólie. Podle zvoleného programu se pomocí klávesnice mikropočítače zadají data potřebná pro výpočet a měření, tj. zejména zatěžovací síla F , hmotnost vzorku m , hustota vzorku ρ a celková doba měření. Vzorek spolu s fóliemi se pomocí vkládacího zařízení vsune do plastometru a měření se zahájí spuštěním vrchní měřicí desky. V oboru zadaného rozsahu deformace vzorku a během stanovené doby měření výpočetní jednotka snímá a do paměti mikropočítače ukládá dvojice hodnot tloušťka vzorku h a doba deformace t , na základě nichž provede všechny výše uvedené výpočty. Ihned po skončení měření jsou k dispozici jeho výsledky, a to jak písemně ve formě protokolu, tak i graficky na monitoru a souřadnicovém zapisovači. Po skončení měření se vzorek, například výlisek vyjme a plastometr je připraven k dalšímu měření. Výsledky měření jsou velmi dobře reprodukovatelné, protože měření probíhá za dobře definovaných a snadno realizovatelných podmínek. Teplotu měřicích desek lze snadno regulovat i kontrolovat. Vzhledem k velké hmotnosti měřicích desek se jejich teplota vložением vzorku prakticky nezmění. Zatěžovací síla zůstává konstantní po celou dobu měření. Vzhledem k použití separačních fólií zcela odpadá čištění pracovního prostoru plastometru. Obsluha zařízení se omezuje jen na zadání podmínek měření a na přípravu, vložení a vyjmutí vzorku měřeného materiálu.

Tento způsob měření je vhodný k charakterizaci tokových vlastností různých viskoelastických materiálů, jako jsou například přírodní i syntetické makromolekulární látky a z nich připravené kompozice. Osvědčuje se zejména při měření teplem tvrditelných plastů, jako jsou například fenolické, močovinové, melaminové, epoxidové, polyesterové aj. pryskyřice a kompozice na jejich základě, jako například lisovací hmoty, lamináty,

prepregy, tmely a podobně. Vzhledem k rychlosti měření a jednoduchosti obsluhy je vhodný i k provozní kontrole jakosti výše uvedených materiálů.

P ř í k l a d

Měření tokových vlastností vzorku fenolické lisovací hmoty plastometru doplněném o výpočetní jednotku s monitorem, tiskárnou a zapisovačem.

Plastometr se vyhřeje na teplotu 120 °C a zatěžovací síla se nastaví na hodnotu $F = 1\,000\text{ N}$. Vzorek lisovací hmoty se připraví ve formě tablety o průměru 20 mm a hmotnosti 1,6 g a z obou stran se opatří separačními hliníkovými fóliemi tloušťky 0,1 mm. Zadájí se podmínky měření, tj. síla $F = 1\,000\text{ N}$, hmotnost $m = 1,6\text{ g}$, hustota $\rho = 1,85\text{ g.cm}^{-3}$, celková doba měření 5 minut. Vzorek se pomocí vkládacího zařízení zasune do plastometru a pákovým zařízením se spustí vrchní měřicí deska, čímž je zahájeno měření. Na monitoru a zapisovači se postupně objevují dílčí výsledky měření, tj. zápis funkcí $h = f(t)$ a $h^{-4} = f'(t)$ a zákres přímky procházející inflexním bodem, což slouží k vizuální kontrole postupu měření. Po stanovené době měření 5 minut se zaznamená konečná tloušťka vzorku h_0 a zadané hodnoty spolu s výsledky měření se vytisknou ve formě protokolu, kde je uvedena konečná tloušťka vzorku $h_0 = 0,515\text{ mm}$, směrnice přímky $K = 0,0808\text{ mm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$, viskozita $\eta = 7,20 \cdot 10^7\text{ mPa.s}$ a mezní tečné napětí $\tau_0 = 16,1\text{ kPa}$. (Tokové vlastnosti se vypočítají podle vztahů $\eta = 8\,377,1 \cdot F \cdot \rho^2 \cdot K^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$,

$$\tau_0 = 0,1121 \cdot F \cdot \rho^{1,5} \cdot h_0^{2,5} \cdot m^{-1,5}).$$

P A T E N T O V É N Á R O K Y

Způsob zjišťování tokových vlastností plastů z průběhu lisování jejich vzorku mezi dvěma planparalelními plochami působením předem nastavené konstantní tlakové síly, vyznačující se tím, že nejprve se stanoví závislost vzdálenosti h planparalelních ploch na době t působení tlakové síly a vyjádří se funkcí

$$h = f(t),$$

která se převede na funkci

$$h^{-4} = f'(t),$$

v jejímž inflexním bodě se určí směrnice podle vzorce

$$K = d(h^{-4})/dt,$$

z níž se vypočítá hodnota viskozity měřeného materiálu podle vzorce

$$\eta = A \cdot K^{-1}$$

a po uplynutí stanovené doby měření se ze vzdálenosti planparalelních ploch, udávající

cích konečnou tloušťku vzorku h_0 , vypočítá hodnota mezního tečného napětí měřeného materiálu podle vzorce

$$\tau_0 = B \cdot h_0^{2,5},$$

přičemž ve vzorcích použité veličiny A a B jsou konstanty závislé na zvolených podmínkách měření.