



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

231340

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

G 01 N 19/00

/22/ Přihlášeno 09 12 82
/21/ /PV 8933-82/

(40) Zveřejněno 15 03 84

(45) Vydáno 15 05 86

(75)

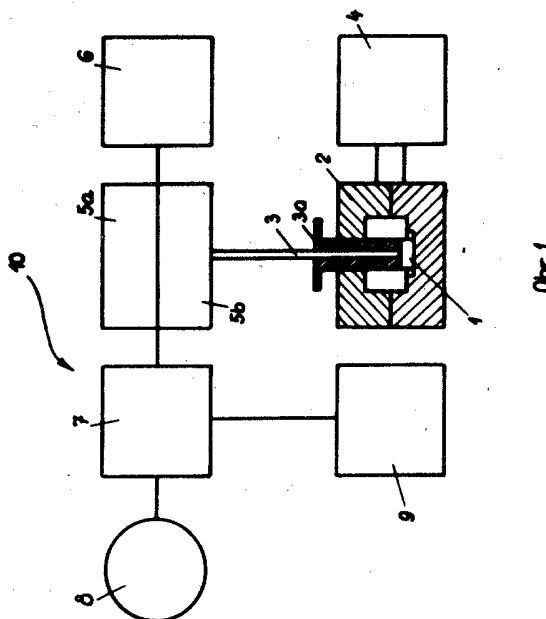
Autor vynálezu

NAVRÁTIL ZDENĚK ing. CSc., STOKLASA KAREL ing. CSc., GOTTWALDOV,
TOMIS FRANTIŠEK doc. ing. CSc., OTROKOVICE

(54) způsob komplexního testování mechanických a/nebo tepelných vlastností polymerů nebo polymerních systémů a zařízení k provádění tohoto způsobu

Podstatou způsobu testování podle vynálezu je to, že se za podmínek programované síly nebo za podmínek programované deformace při současně programované teplotě vyšetřuje bodovým nebo plošným zatěžováním mikrovzorku a následným snímáním, popř. i vyhodnocováním, příslušné odezvy materiálu mikrovzorku závislost mezi silou a deformací ve vztahu k teplotě. Jedinou podmínkou při tom je, aby testovaný mikrovzorek měl alespoň dvě rovnoběžné rovinné plochy. Jeho další tvar může pak již být libovolný.

Zařízení k provádění způsobu podle vynálezu sestává z dělené temperovací komůrky, která má v jedné své části upravenou dutinu pro uložení mikrovzorku a je opatřena prvkem nebo prvky pro případnou fixaci polohy mikrovzorku. Do komůrky zasahuje testovací hrot, spřažený se systémem řídicích a vyhodnocovacích prvků.



Vynález se týká způsobu komplexního testování mechanických a/nebo tepelných vlastností polymerů nebo polymerních systémů, závislých na čase a teplotě, a dále zařízení k provádění tohoto způsobu.

Měření mechanických a tepelných vlastností polymerů umožňuje kontrolu jejich kvality a studium jejich struktury, popř. i změn, které v ní vznikají v důsledku zatížení, což má pak velký význam především z hlediska předvídání chování těchto materiálů v podmínkách konkrétních aplikací.

K měření a zkoušení mechanických vlastností polymerů je v současné době vyvinuta a běžně se v praxi využívá celá řada různých zkušebních metod a zařízení. Jedná se především o trhací zkoušky a stroje k jejich provádění, různé metody a přístroje pro měření ohybových a krípkových vlastností, metody a zařízení pro měření torzních vlastností, způsoby stanovení dynamických vlastností, především pak dynamického modulu pružnosti, atd. Pro výše uvedené zkušební metody a zařízení k jejich provádění je vesměs typické to, že je možné pracovat pouze v poměrně úzkém rozmezí pracovních teplot, že se používají relativně velká zkušební tělesa, jejichž příprava je někdy značně náročná, a že dosahovaná přesnost výsledků většinou již nedostačuje moderním požadavkům, diktovaným hledisky výzkumu struktury polymerních systémů.

Obecně lze říci, že hlavní nedostatky všech výše uvedených zkušebních metod vyplývají z nutnosti upínání zkušebních těles. Používané způsoby upínání totiž jednak značně omezují teplotní interval zkoušek a jednak bývají zdrojem dosti podstatného zkreslení výsledků.

Dalším zdrojem nedostatků stávajících zkušebních metod a zařízení je pak to, že teplotní závislosti příslušných mechanických vlastností lze sledovat zpravidla jen nespojitě, a to až po ustálení požadované teploty, vždy na novém zkušebním tělese. Tím se stává vyšetřování teplotních závislostí značně časově náročným a výsledky jsou navíc zatíženy chybou vyplývající z variability podmínek přípravy jednotlivých zkušebních těles.

Určitou výjimkou v tomto směru jsou přístroje, které pracují s vratnými deformacemi zkušebního tělesa a jsou vybaveny řídicím obvodem pro programovou regulaci teploty. Přesto, jsou-li použita zkušební tělesa relativně větších rozměrů, vzniknou i zde potíže při dosahování jejich rovnoměrného ohřevu v dynamických podmínkách. Většina polymerů je totiž špatným vodičem tepla, což je příčinou trvalého velkého teplotního spádu v průřezu zkušebního tělesa.

Nedostatky spojené s nerovnoměrností ohřevu zkušebního tělesa se projevují také u většiny stávajících metod a zařízení ke zkoušení tepelných vlastností polymerů a polymerních systémů, ať již se jedná o stanovení teploty tání, teploty toku, teploty zesklnění, apod.

Většinu nedostatků výše uvedených zkušebních metod odstraňuje způsob komplexního testování mechanických a/nebo tepelných vlastností polymerů nebo polymerních systémů podle vynálezu.

Podstata tohoto způsobu spočívá v tom, že se bodovým nebo plošným zatěžováním mikrovzorku za podmínek programované síly nebo za podmínek programované deformace při současně programované teplotě a snímáním, popř. i vyhodnocováním, příslušné odezvy materiálu mikrovzorku vyšetřuje závislost mezi silou a deformací ve vztahu k teplotě. Jedinou podmínkou při tom je, aby testovaný mikrovzorek měl alespoň dvě rovnoběžné rovinné plochy. Jeho další tvar může pak již být libovolný.

Programovaná síla nebo deformace má v závislosti na čase konstantní nebo periodicky proměnný průběh, především pak průběh sinusový, trojúhelníkový nebo obdélníkový. Teplotní program je s výhodou kombinací konstantního a lineárního průběhu teploty v čase. Testovaný mikrovzorek může být v průběhu měření umístěn v inertním nebo agresivním prostředí. Pod pojmem agresivní prostředí se zde rozumí např. prostředí média botnající vzorek, což pak umož-

ňuje stanovení průběhu botnění a změření botnacích tlaků, nebo prostředí média, způsobující degradaci materiálu mikrovzorku, což má význam zejména z hlediska sledování degradačního procesu.

Způsob podle vynálezu dává možnost preferovat některé méně obvyklé druhy namáhání. Jedná se především o smykové namáhání mikrovzorku při programované síle, které se v aplikačních stávajících zkušebních metod neprovádělo vůbec, a dále pak o poměrně velmi řídké používané způsoby namáhání na tlak, ohyb nebo smyk při programované deformaci.

Podstatou zařízení k provádění způsobu podle vynálezu je to, že sestává z dělené temperovací komůrky s dutinou pro uložení mikrovzorku, upravenou v jedné z jejích částí, a z testovacího hrotu, zasahujícího do komůrky, který je spřažen se systémem řídicích a vyhodnocovacích prvků. Komůrka je navíc dále opatřena prvkem nebo prvky pro případnou fixaci polohy mikrovzorku.

Hlavní výhodou způsobu a zařízení podle vynálezu je to, že umožňují komplexně vyšetřovat vlastnosti polymerů nebo polymerních systémů, pro které bylo až doposud zapotřebí několika samostatných zkušebních metod, resp. zařízení k jejich provádění. Způsobem podle vynálezu lze na jednom zařízení stanovit např. teplotu tání T_m , teplotu toku T_f , teplotu zesklenní T_g , případně i teploty fázových přechodů vyšších řádů, dále pak krípkové vlastnosti jako funkce frekvence a teploty, koeficient teplotní roztažnosti, komplexní modul pružnosti, koeficient konzistence a charakteristické parametry relaxačních procesů jako funkce frekvence, času a teploty. Za podmínek programované deformace lze navíc celý soubor vlastností stanovit na jediném zkušebním tělese v širokém rozmezí teplot, frekvence zatížení i času.

Velká variabilnost způsobu testování podle vynálezu je dána především použitím mikrovzorků. Vzhledem k tomu, že mikrovzorky používané při tomto způsobu testování mají tloušťku řádově v desetinách mm a maximální rozměry rovinných ploch povrchu řádově v jednotkách mm, odpadají totiž veškeré obtíže spojené s nerovnoměrností ohřevu, projevující se, jak již bylo uvedeno, u zkušebních těles větších rozměrů.

Mikrovzorky se pak navíc při způsobu testování podle vynálezu neupínají některým z klasických způsobů, což by vzhledem k jejich rozměrům ani nebylo prakticky možné, ale pouze fixují, např. přitlačováním, proti posunutí v průběhu zkoušky. Při fixaci nezáleží na rozdíl od klasického upínání na počáteční přesné poloze, v níž je vzorek zafixován. Odstraněním klasických způsobů upínání pak logicky odpadají dříve popsané nedostatky jimi zapříčiněné.

K bližšímu objasnění podstaty vynálezu slouží následující praktické příklady způsobu a zařízení podle vynálezu. Příkladné uspořádání zařízení je znázorněno na přiložených výkresech, kde představuje:

obr. 1 celkové schéma zařízení,
obr. 2 detaily funkčních částí zařízení v uspořádáních pro různé druhy namáhání mikrovzorku.

Podstatou způsobu komplexního testování mechanických a/nebo tepelných vlastností polymerních materiálů podle vynálezu blíže objasňují následující dva praktické příklady.

P ř í k l a d 1

Do komůrky testovacího zařízení v uspořádání podle obr. 2a, předem vyhřáté na 80 °C, se vloží vzorek polypropylénu ve tvaru terčíku o průměru 4 mm a tloušťce 0,5 mm a zaplaví se kapkou silikonového oleje. Po uzavření komůrky se započne na testovací hrot působit v čase konstantní silou 0,2 N a spustí se programovaný nárůst teploty s konstantní rychlostí 3 K/min. Na zapisovači se pak zaznamenává rychlost změny polohy testovacího hrotu a na

okraji záznamu se značkuje teplota, vždy po 2 K. Takto získaný záznam představuje průběh rozpadu fyzikální struktury polypropylénu účinkem tepla, přičemž plocha pod křivkou odpovídá objemu, resp. počáteční tloušťce testovaného vzorku a její část při dané teplotě vymezuje podíl již rozpadlých struktur. Proces odpovídá poměrům, které nastávají v běžných zpracovatelských zařízeních při přechodu polymerů z tuhé do tekuté fáze.

P ř í k l a d 2

Do komůrky testovacího zařízení v uspořádání podle obr. 2a nebo 2e, předem vyhřáté na 140 °C, se vloží vzorek kaučukové směsi ve tvaru terčíku o průměru 4 mm a tloušťce 0,5 mm. Po uzavření komůrky a nastavení režimu periodické deformace o amplitudě 0,02 mm se testovací hrot uvede do styku se vzorkem tak, aby pronikl asi 0,1 mm pod povrch vzorku. Potom se spustí kmitavý pohyb testovacího hrotu, s výhodou lze použít kmitů obdélníkového průběhu, a zároveň se začne pořizovat grafický záznam průběhu deformační síly odpovídající celému kmitu. Záznam charakterizuje změnu síťové hustoty v čase při dané teplotě. Tato odpovídá průběhu vulkanizačního procesu bez zkreslení, způsobovaného u běžných typů vulkametru značně delší dobou potřebnou pro ohřev zkušebního tělesa.

Příklady konstrukčního uspořádání zařízení k provádění způsobu podle vynálezu jsou znázorněny na obr. 1 a obr. 2.

Jak je zřejmé z obr. 1, je základní součástí zařízení dělená temperovací komůrka 2. Ve spodní části této komůrky je vytvořena dutina pro uložení mikrovzorku 1, která má válcový tvar s osazením na větší průměr v oblasti dělicí roviny komůrky. Větší průměr válcové dutiny, omezující maximální rozměr rovinných ploch mikrovzorku 1 má v konkrétním uspořádání podle příkladu velikost 8 mm. Do komůrky 2 zasahuje testovací hrot 3, spřažený se systémem řídících a vyhodnocovacích prvků 10.

Další součástí zařízení je prstenec 3a pro případnou fixaci polohy mikrovzorku 1, volně posuvný po tělese testovacího hrotu 3 proti horní ploše mikrovzorku 1. Obě části komůrky 2 jsou opatřeny elektrickými topnými tělesy a odporovými teploměry, z nichž vždy jeden slouží jako čidlo regulátoru 4 teploty. Tento regulátor 4 teploty je vybaven programátorem, umožňujícím regulaci teploty podle předem stanoveného programu.

Komůrka 2 může být vybavena systémem kanálků pro regulovaný průtok chladicího média. Celá komůrka 2 je konstruována tak, aby při programových změnách teploty byl rozdíl mezi požadovanou a skutečnou teplotou minimální. Dále je komůrka 2 opatřena vstupy pro přívod média, vytvářejícího v průběhu testování inertní nebo agresivní prostředí mikrovzorku 1.

Struktura systému řídících a vyhodnocovacích prvků 10 je následující:

Testovací hrot 3 je přímo spojen se snímačem 5a polohy a s ústrojím 5b pro vyvození direktivní síly. Toto uspořádání umožňuje jak testování za podmínek programované síly, tak i testování za podmínek programované deformace. V prvním případě vyvolává programově řízená síla, direktivně působící na mikrovzorek 1, deformaci, která je snímána snímačem 5a polohy a registrována indikátorem 8 a/nebo zapisovačem 9.

Při zapojení derivačního členu 7 lze přímo sledovat též rychlost vyvolané deformace. Ve druhém případě vyvolává poloha testovacího hrotu 3, nastavená podle předem stanoveného programu, okamžitou silovou odezvu materiálu mikrovzorku 1, která se snímá snímačem ústrojí 5b pro vyvození direktivní síly a registruje indikátorem 8 a/nebo zapisovačem 9. Časový průběh direktivní síly nebo polohy testovacího hrotu 3 je určován generátorem 6 funkcí, který může zajišťovat různě programovaný časový průběh veličin - např. konstantní, lineární, sinusový, trojúhelníkový, obdélníkový apod.

Detaily funkčních částí zařízení v uspořádáních pro různé druhy namáhání mikrovzorku 1

jsou patrný z obr. 2. Při namáhání tlakem může být mikrovzorek 1 uložen buď volně /obr. 2a/, nebo může být fixován pomocí prstence 3a /obr. 2b/. Velikost přitlačné síly prstence 3a lze nastavit.

Při namáhání ohybem může být mikrovzorek fixován buď analogicky jako v předchozím případě - přímo prstencem 3a /obr. 2c/, nebo prostřednictvím pomocného fixačního prvku - kroužku 3b /obr. 2d/. Tento kroužek 3b, který se vkládá mezi spodní plochu prstence 3a a horní plochu povrchu mikrovzorku 1, má s výhodou vnější průměr shodný s vnějším průměrem prstence 3a a vnitřní průměr shodný s malým průměrem válcové dutiny komůrky 2.

Při smykovém namáhání se do válcové dutiny komůrky 2 vkládá prstencová vložka 3d, jejíž vnější průměr odpovídá malému průměru dutiny a vnitřní průměr leží mezi vnitřním průměrem prstence 3a a průměrem pracovní části testovacího hrotu 3. Mikrovzorek 1 se v tomto případě buď vkládá do otvoru prstencové vložky 3d /obr. 2f/, nebo se ukládá na její horní plochu /obr. 2g/. Při testování látek s vysokým podílem viskózní deformace se funkční plocha testovacího hrotu 3, která je v předchozích uspořádáních řádově 1 mm^2 , zvětšuje nástavcem 3c /obr. 2e/ na řádově desítky mm^2 .

Funkce zařízení byla již částečně popsána v příkladech praktického provedení způsobu podle vynálezu. Jak je zřejmé již z těchto dvou příkladů, je způsob testování a tedy i zařízení k jeho provádění ve svých různých praktických provedeních značně variabilní. Tato skutečnost se pak pochopitelně odráží i v odlišnostech při popisu funkce jeho jednotlivých variant. Proto je možno funkci zařízení specifikovat pouze v obecných rysech - tak, aby byla platná pro všechny tyto konstrukční varianty.

Obecně je možno říci, že první fází je uložení a případná fixace mikrovzorku 1. Vlastní praktické provedení tohoto kroku jednoznačně vyplývá z konkrétního uspořádání funkční části zařízení - viz různé varianty obr. 2. Po uložení a případné fixaci mikrovzorku 1 a uzavření komůrky potom následuje nastavení příslušného režimu programované síly nebo programované deformace a případně též režimu programované teploty. Příslušný časový průběh direktivní síly nebo polohy testovacího hrotu 3 je zajišťován generátorem 6 funkcí, programové změny teploty pak programátorem regulátoru 4 teploty. Současně se započítám programovaného zatěžování mikrovzorku 1 se uvádějí do chodu snímací a vyhodnocovací prvky zařízení, které potom snímají a registrují, např. prostřednictvím zapisovače 9, odezvy testovaného materiálu v průběhu celého trvání zkoušky.

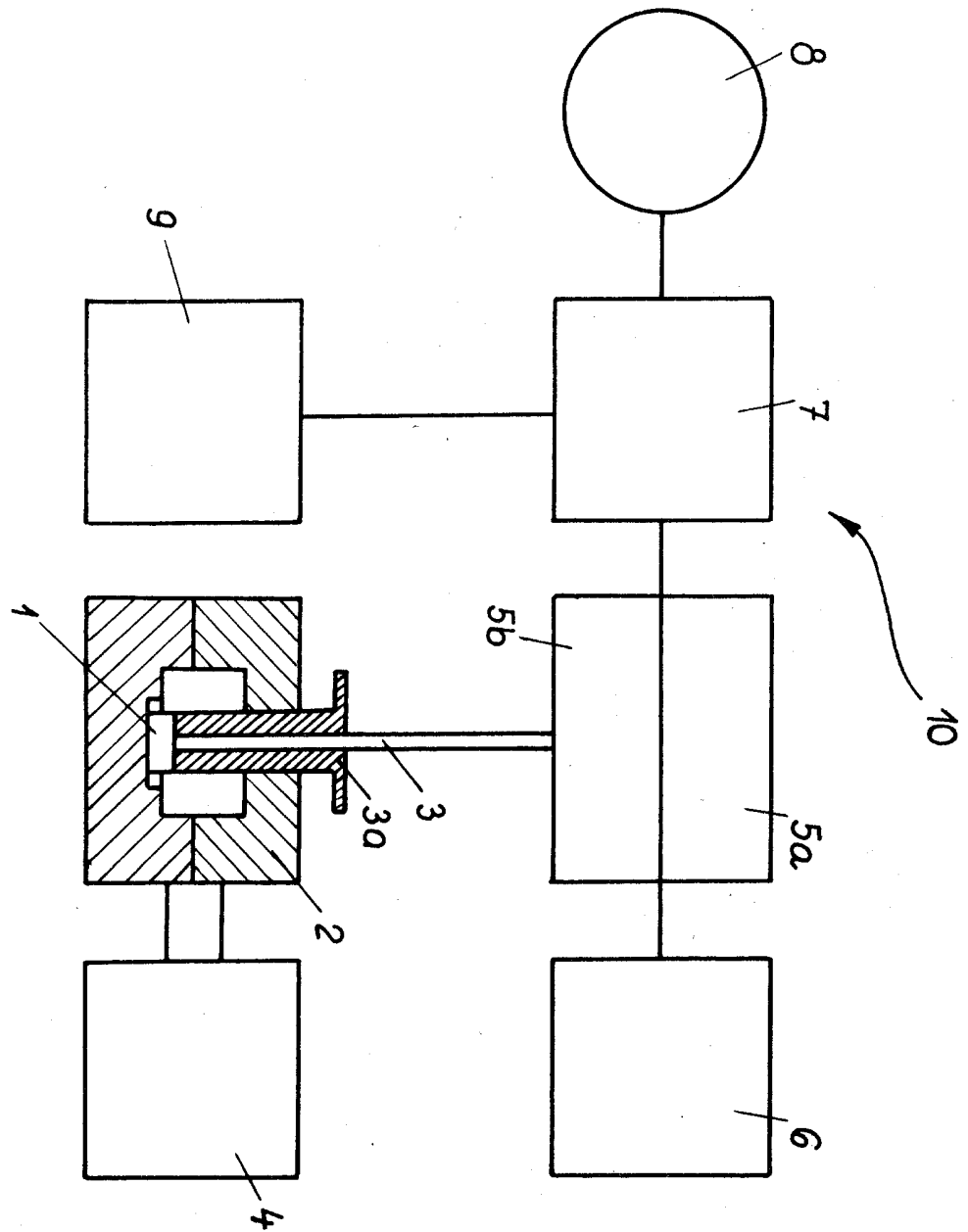
P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob komplexního testování mechanických a/nebo tepelných vlastností polymerů nebo polymerních systémů, závislých na čase a teplotě, vyšetřováním závislosti mezi silou a deformací ve vztahu k teplotě, vyznačený tím, že toto vyšetřování se provádí buď za podmínek programované síly, nebo za podmínek programované deformace při současně programované teplotě bodovým nebo plošným zatěžováním mikrovzorku, který má alespoň dvě rovnoběžné rovinné plochy, přičemž jeho další tvar může být libovolný, a následným snímáním, popř. i vyhodnocováním příslušné odezvy materiálu mikrovzorku.

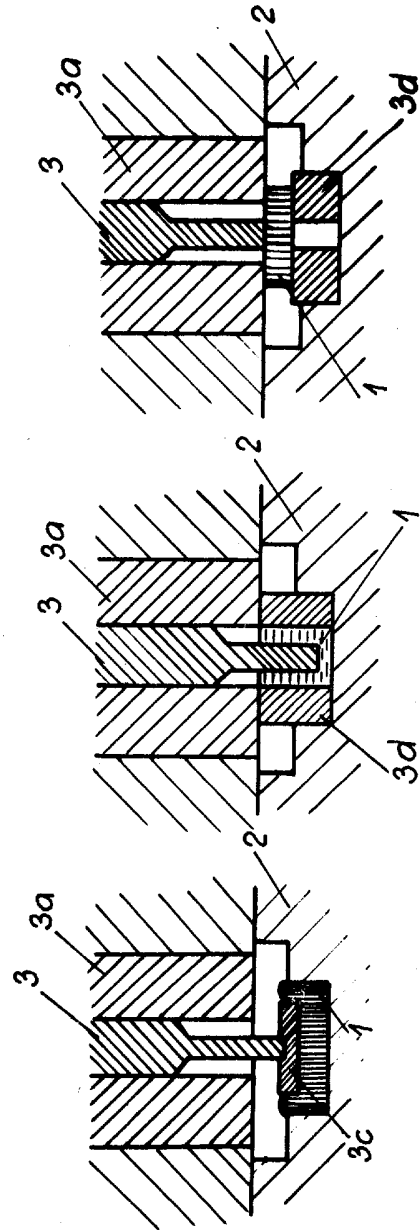
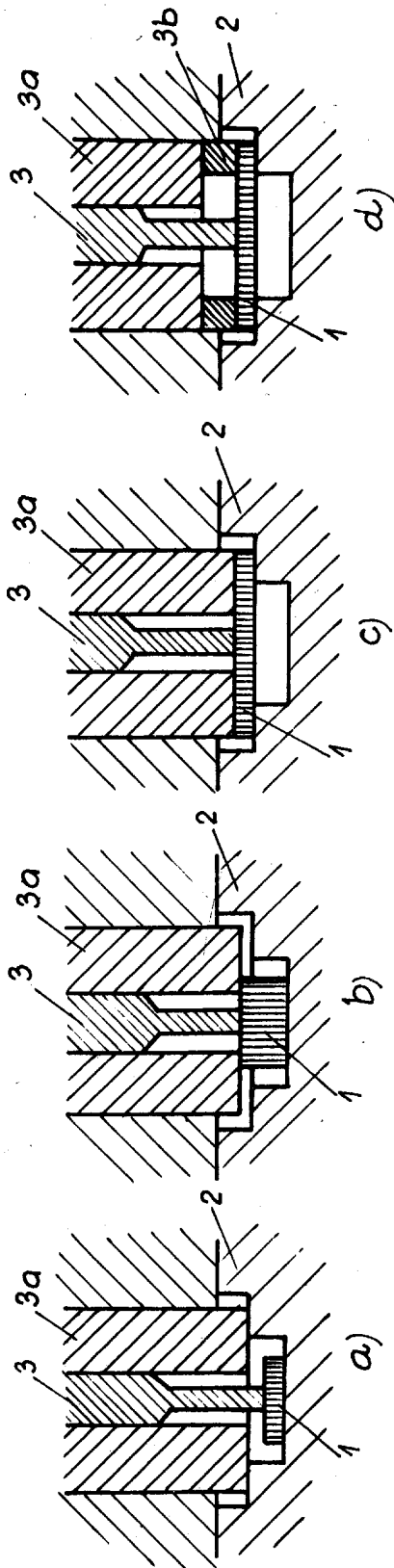
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že programovaná síla nebo deformace má v závislosti na čase konstantní, lineární nebo periodicky proměnný, zejména pak sinusový, trojúhelníkový nebo obdélníkový průběh nebo průběh kombinovaný z lineárního a některého z periodických.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že teplotní program je kombinací konstantního a lineárního průběhu teploty v čase.

4. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že mikrovzorek je v průběhu měření umístěn v inertoním nebo agresivním prostředí.
5. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že mikrovzorek se při programované síle namáhá na smyk.
6. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že mikrovzorek se při programované deformaci namáhá na tlak, ohyb nebo smyk.
7. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačené tím, že sestává z dělené temperovací komůrky /2/, která má v jedné své části upravenou dutinu pro uložení mikrovzorku /1/ a je opatřena prvkem nebo prvky pro případnou fixaci polohy mikrovzorku /1/, a z testovacího hrotu /3/, zasahujícího do komůrky /2/, který je spřažen se systémem řídicích a vyhodnocovacích prvků /10/.
8. Zařízení podle bodu 7, vyznačené tím, že systém řídicích a vyhodnocovacích prvků /10/ je tvořen snímačem /5a/ polohy testovacího hrotu /3/, ústrojím /5b/ pro vyvození direktivní síly s dalším snímačem indikujícím jednak velikost vyvozené direktivní síly a jednak při řízené deformaci velikost silové odezvy mikrovzorku, generátorem /6/ funkcí, určujícím časový průběh direktivní síly nebo polohy testovacího hrotu /3/ podle předem stanoveného programu, indikátorem /8/ a/nebo zapisovačem /9/ pro registraci snímaných hodnot a případně též derivačním členem /7/ pro přímé sledování rychlosti deformace mikrovzorku /1/.
9. Zařízení podle bodu 7, vyznačené tím, že komůrka /2/ je vybavena temperačním systémem, který je připojen k řídicímu obvodu pro programovou regulaci teploty.
10. Zařízení podle bodu 7, vyznačené tím, že komůrka /2/ je opatřena vstupy pro přívod média vytvářejícího inertoní nebo agresivní prostředí mikrovzorku /1/ v průběhu testování.
11. Zařízení podle bodu 7, vyznačené tím, že prvkem pro případnou fixaci polohy mikrovzorku /1/ je prstenec /3a/ s případně měnitelnou hmotností, volně posuvný po tělese testovacího hrotu /3/ proti horní ploše povrchu mikrovzorku /1/.
12. Zařízení podle bodu 7, vyznačené tím, že dutina pro uložení mikrovzorku /1/, upravená ve spodní části komůrky /2/ je válcového tvaru s osazením na větší průměr v oblasti dělicí roviny komůrky /2/.
13. Zařízení podle bodu 7 a bodů 11 a 12, vyznačené tím, že mezi spodní plochou prstence /3a/ a horní plochou povrchu mikrovzorku /1/ je vložen jako pomocný fixační prvek kroužek /3b/, jehož vnější průměr odpovídá například vnějšímu průměru prstence /3a/ a vnitřní průměr je shodný s malým průměrem válcové dutiny komůrky /2/.
14. Zařízení podle bodu 7 a bodů 11 a 12, vyznačené tím, že v dutině komůrky /2/ je umístěna prstencová vložka /3d/, jejíž vnější průměr odpovídá malému průměru válcové dutiny a vnitřní průměr leží mezi vnitřním průměrem prstence /3a/ a průměrem pracovní části testovacího hrotu /3/, přičemž mikrovzorek /1/ je pak uložen buď v otvoru prstencové vložky /3d/ nebo na horní ploše této vložky.
15. Zařízení podle bodu 7, vyznačené tím, že testovací hrot /3/ je opatřen nástavcem /3c/ pro zvětšení jeho funkční plochy při testování látek s vysokým podílem viskózní deformace.



Obr. 1



g)

f)

Obr. 2

e)