



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

233 915

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 07 07 83
(21) (PV 5149-83)

(51) Int. Cl.³ G 01 N 17/00

(40) Zveřejněno 13 08 84
(45) Vydáno 01 03 87

(75)

Autor vynálezu SARNECKI ANTONÍN ing., BZENEC,
ODSTRČIL JAROSLAV ing., GOTTWALDOV

(54) Způsob zjišťování změn vlastností polymerních materiálů povětrnostním stárnutím a zařízení k jeho provádění

Vynález se týká způsobu zjišťování změn fyzikálně mechanických a/nebo fyzikálně chemických vlastností polymerních materiálů přirozeným nebo simulovaným povětrnostním stárnutím při zatížení. Podstata tohoto způsobu spočívá v tom, že se každá ze skupin vzorků zkoušeného materiálu zatíží před započítáním expozice časově konstantním zatížením, které je pro jednotlivé skupiny odstupňováno od 0,01 po 0,4-0,9 hodnoty meze pevnosti daného materiálu. V průběhu expozice se potom v časových intervalech dle ČSN 64 0771 odebírají vzorky jednotlivých skupin a stanovují se u nich stárnutím ovlivněné hodnoty sledované fyzikálně mechanické vlastnosti, především meze pevnosti v tahu, poměrného prodloužení a meze kluzu a/nebo fyzikálně chemické vlastnosti, především koncentrace karbonylu a zbytkové koncentrace stabilizátoru. Z těchto hodnot se potom sestavují časové průběhy příslušné vlastnosti pro různé hodnoty zatížení a případně se vyhodnocuje závislost rychlosti poklesu hodnot sledované vlastnosti v průběhu stárnutí na zatížení.

Vynález se týká způsobu zjišťování změn fyzikálně mechanických a/nebo fyzikálně chemických vlastností polymerních materiálů přirozeným nebo simulovaným povětrnostním stárnutím při zatížení a dále zařízení k provádění tohoto způsobu.

Povětrnostním stárnutím se rozumí souhrn nevratných změn vlastností materiálu vyvolaných působením povětrnostních vlivů. Těmito vlivy lze rozumět jednak přirozené atmosférické vlivy a jednak též vlivy simulované, tzn. záměrně uměle vyvolávané. Podstatou zkoušek povětrnostního stárnutí je vystavení vzorků, resp. zkušebních těles, zkoušeného materiálu působení přirozených nebo simulovaných povětrnostních vlivů. V předepsaných časových intervalech se potom vzorky odebírají a stanovují se u nich hodnoty vlastností, které byly předem zvoleny pro sledování průběhu stárnutí s ohledem na předpokládané technické aplikace daného materiálu. Výsledkem zkoušky je potom časový průběh těchto zvolených charakteristických vlastností.

Dosud používané metody zkoušek povětrnostního stárnutí polymerních materiálů, např. zkušební metoda podle ČSN 64 0771, se ve většině případů omezují pouze na sledování změn jejich vlastností vyvolaných prostým působením povětrnostních vlivů, bez působení vnějšího mechanického namáhání. Pokud jsou vzorky při stávajících zkouškách zatěžovány, používá se k tomu závaží o hmotnosti řádově v jednotkách kilogramů, které má v těchto případech význam prakticky pouze z hlediska fixace zkoušeného vzorku.

Určitou výjimkou v tomto směru je způsob sledování krípu u plastem nánosovaných textilií, používaných např. jako materiál pro výrobu nafukovacích hal. Zde se u několika sad zkušebních těles z nichž každá je zatížena určitým časově konstantním zatížením, průběžně sleduje poměrné prodloužení. Zatížení jednotlivých

sad je u dlouhodobé zkoušky odstupňováno od 2,5 do ca 35 % meze pevnosti. Vzhledem k charakteru zkoušky a nakonec i konstrukci zařízení, na němž je provozována, se zde ale nesleduje celý komplex povětrnostních vlivů - je např. vyloučeno působení srážek a omezen i vliv slunečního záření (zkušební zařízení je zastřešeno). Proto nelze tuto metodu považovat v pravém slova smyslu (např. ve smyslu definice uvedené v ČSN 64 0771) za povětrnostní stárnutí.

Z výše uvedených skutečností je tedy zřejmé, že doposud používané metody povětrnostního stárnutí nepostihují kombinovaný vliv trvalého vnějšího mechanického zatížení a povětrnostních vlivů na životnost zkoušených polymerů, při čemž je známo, že právě kombinace těchto dvou faktorů může způsobit velmi podstatné zkrácení životnosti v exploataci. U polymerních materiálů vyvolává trvale působící zatížení navíc kríp, který může být rovněž v některých aplikacích limitujícím faktorem. Ani tuto vlastnost však při stávajících metodách zkoušek nelze zcela spolehlivě - se současným zahrnutím vlivů trvalého zatížení a povětrnostního stárnutí - vyhodnotit. Zkoušky povětrnostního stárnutí nepostihují totiž, jak již bylo řečeno, vliv dlouhodobého zatížení řádově srovnatelného s mezí pevnosti, resp. mezí kluzu, zkoušeného materiálu a naopak speciální kríповé zkoušky nezahrnují všechny faktory povětrnostního stárnutí.

Konstrukce dosud nejvíce používaného zkušebního zařízení vyplývá z požadavků stávajících zkušebních metod povětrnostního stárnutí. Zařízení se skládá ze stojanu s expoziční plochou skloněnou pod úhlem (v našich podmínkách 45°) na jih. Na této ploše je pevně uchycena svorka, která fixuje horní konec zkušebního tělesa. Jeho spodní konec je pak fixován ve volné svěrce, zajištěné proti rotaci a zatížené prostřednictvím provazu vedeného přes kluzák zatěžovacím závažím. Zřejmou nevýhodou tohoto konstrukčního uspořádání zkušebního zařízení, která koresponduje s obecnou nevýhodou stávající zkušební metody povětrnostního stárnutí, je možnost použití pouze omezené hmotnosti zatěžovacího závaží. Další nevýhodou je potom to, že změny koeficientu tření mezi kluzákem a provazem, způsobené dlouhodobými povětrnostními

mi vlivy, prakticky znemožňují přesně definovat zatížení působící na vzorek.

Výše uvedené nedostatky stávajících zkušebních metod odstraňuje způsob zjišťování změn fyzikálně mechanických a/nebo fyzikálně chemických vlastností polymerních materiálů přirozeným nebo simulovaným povětrnostním stárnutím při zatížení podle vynálezu. Podstata tohoto způsobu spočívá v tom, že se každá ze skupin vzorků zkoušeného materiálu zatíží před započítáním expozice časově konstantním zatížením, které je pro jednotlivé skupiny odstupňováno od 0,01 po 0,4-0,9 hodnoty meze pevnosti daného materiálu. V průběhu expozice se potom v časových intervalech dle ČSN 64 0771 odebírají vzorky jednotlivých skupin a stanovují se u nich stárnutím ovlivněné hodnoty sledované fyzikálně mechanické vlastnosti, především meze pevnosti v tahu, poměrného prodloužení a meze kluzu a/nebo fyzikálně chemické vlastnosti, především koncentrace karbonylu a zbytkové koncentrace stabilizátoru. Z těchto hodnot se potom sestavují časové průběhy příslušné vlastnosti pro různé hodnoty zatížení a případně se vyhodnocuje závislost rychlosti poklesu hodnot sledované vlastnosti v průběhu stárnutí na zatížení.

Hlavní výhodou způsobu podle vynálezu je ve srovnání s dosud známými zkušebními metodami to, že sleduje při povětrnostním stárnutí také vliv vnějšího mechanického zatížení, řádově srovnatelného s mezí pevnosti zkoušeného materiálu. Tím se podstatně rozšiřují možnosti aplikace získaných výsledků v průmyslové praxi. Z křivek charakterizujících časové průběhy sledovaných vlastností pro různá zatížení lze např. velmi dobře vycházet při navrhování dlouhodobě zatížených konstrukcí, vystavených působení povětrnostních vlivů. Z těchto křivek lze totiž pro předpokládaný časový úsek používání a předpokládanou velikost zatížení určit pro konkrétní časový okamžik hodnotu některé z těchto vlastností. Obdobně lze rovněž ze svazku křivek časových průběhů určit, jaké maximální zatížení je možno připustit, aby po určité době používání daná vlastnost (např. pevnost) nepoklesla pod stanovenou mez. Možný je rovněž postup opačný, při kterém se stanoví pro předpokládané zatížení a

určitou mezní hodnotu některé z vlastností (nejčastěji pevnosti) životnost konstrukce. Budou-li k dispozici srovnatelná měření pro několik polymerních materiálů, lze získané křivky použít také k výběru vhodného materiálu pro dané zatížení, životnost a mezní hodnotu některé z charakteristických vlastností.

Ze závislosti rychlosti poklesu hodnot sledované vlastnosti v průběhu stárnutí na velikosti zatížení lze navíc určit, zda je daný materiál při povětrnostním stárnutí citlivý na zatížení a případně též přesně charakterizovat určenou závislost, např. zjistit, zda tato závislost vykazuje nějaké minimum (charakterizující oblast nejvhodnějších zatížení v praxi), zda konverguje k určité hodnotě mezního zatížení, atd.

Podstata zařízení k provádění způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že toto zařízení sestává z jednotlivých polí, přičemž každé z nich je tvořeno vždy dvěma vertikálními nosnými sloupy, ve kterých je pomocí čepů uchycen horní nosník, nesoucí horní upínací čelisti pro uchycení vzorků, a dolní nosník, který je opatřen otvory pro průchod táhel, spojených jedním koncem s dolními upínacími čelistmi a druhým koncem se zatěžovacími závažími. Dolní nosník je dále vybaven koncovými spínači, umístěnými u otvorů pro průchod táhel a zapojenými do obvodu centrálního signalizačního systému, a na obou koncích opatřen výsuvnými čepy. Nosné sloupy sousedících vnitřních polí jsou sdruženy a tvoří tak jeden konstrukční celek společný pro obě tato pole, který je stejně jako každý z vnějších nosných sloupů okrajových polí vybaven zdvihadním mechanismem.

Výhodou zařízení podle vynálezu je ve srovnání s doposud známými typy zařízení především to, že umožňuje při zkoušce povětrnostního stárnutí zatěžovat vzorky testovaného materiálu přesně definovaným zatížením, srovnatelným s mezí pevnosti tohoto materiálu. Jiná podstatná výhoda pak vyplývá z vybavení zkušebního zařízení zdvihadními mechanismy, čímž je umožněna výměna vzorků v upínacích čelistech bez nutnosti odebrání závaží z táhel a tudíž značně omezena fyzická námaha při obsluze zařízení.

K bližšímu objasnění podstaty způsobu podle vynálezu slouží následující praktický příklad zkoušky přirozeného povětrnostního stárnutí při zatížení, provedené na polyamidu plněném skleněnými vlákny (typu Silamid 30 SV 13); grafické vyhodnocení výsledků zkoušky je patrné z přiložených výkresů, kde představuje:

obr. 1 - časové průběhy pevnosti materiálu pro různé hodnoty zatížení,

obr. 2 - závislost strmosti poklesu křivky časového průběhu pevnosti na velikosti zatížení.

Postup zkoušky byl následující:

u zkoušeného materiálu byla stanovena mez pevnosti, která měla hodnotu 79 MPa. Pro zkušební tělesa o rozměrech dle ČSN 64 0605 odpovídá tato hodnota síle při přetržení 3 160 N, resp. hmotnosti zatěžovacího závaží 322,1 kg. Na základě toho byla pak určena pro zkoušku přirozeného povětrnostního stárnutí škála zatížení 0, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120 a 140 kg, tedy až po cca 43 % meze pevnosti testovaného materiálu. V průběhu vlastního povětrnostního stárnutí byly odebrány vzorky po 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 a 100 dnech expozice (v celé škále testovacích zatížení) a byly u nich stanoveny hodnoty pevnosti. Výsledky zkoušky jsou přehledně shrnuty v tabulce.

Dále byly získané časové průběhy pevnosti materiálu pro různé velikosti zatížení vyhodnoceny proložením naměřených hodnot exponenciální funkční závislosti pevnosti na čase ve tvaru

$$Y = A \cdot e^{-kt} \quad \text{pro } t \in \langle 0; t_p \rangle,$$

(kde A je pevnost v tahu v čase $t = 0$,

k je strmost poklesu křivky časového průběhu pevnosti,

t_p je čas, kdy dojde k porušení materiálu při daném zatížení)

metodou nejmenších čtverců. Regresí získané exponenciální závislosti jsou (pro vybraná zatížení 0, 40, 60, 100, 120 a 140 kg) graficky znázorněny na obr. 1. Regresí byly zároveň stanoveny hodnoty strmostí poklesu křivek časového průběhu pevnosti k . Nalezené hodnoty jsou pro různé velikosti zatížení rovněž uvedeny v tabulce. Ze získaných hodnot byla vyhodnocena polynomic-
kou regresí - proložením polynomu šestého stupně ve tvaru

$$k = a + bX + cX^2 + dX^3 + eX^4 + fX^5 + gX^6,$$

kde a, b, c, d, e, f, g jsou kořeny polynomu,

k je strmost poklesu křivky časového průběhu pevnosti,

X je příslušná hodnota zatížení při zkoušce.

Závislost strmosti poklesu křivky časového průběhu pevnosti na velikosti zatížení, nalezená polynomic-
kou regresí, je graficky znázorněna na obr. 2 a odpovídá polynomu

$$k = -0,005\,483 - 0,000\,020\,86 \cdot X + 9,522\,58 \cdot 10^{-7} \cdot X^2 + \\ + 5,441 \cdot 10^{-8} \cdot X^3 - 2,556\,5 \cdot 10^{-9} \cdot X^4 + 3,220\,5 \cdot 10^{-11} \cdot X^5 - \\ - 1,287\,2 \cdot 10^{-13} \cdot X^6$$

Z nalezených výsledků je zřejmé, že při zatížení nad 100 kg, což odpovídá napětí 27,0 MPa, dochází k prudkému poklesu hodnot pevnosti v tahu a k přetržení zkušebního vzorku již po 80 dnech expozice. Současně je zřejmé, že při hodnotách zatížení v rozmezí 20-40 kg je pokles pevnosti v tahu v průběhu poměrnostního stárnutí nejnižší.

Ze závislostí na obr. 1 a obr. 2 zřejmě vyplývá, že Silamid 30 SV 13 je při povětrnostním stárnutí citlivý na zatížení a u dlouhodobějších aplikací není vhodné jej zatěžovat nad hodnotu napětí 27,0 MPa. Dále se ukazuje, že při výrobě zkušebních těles bylo v materiálu zakotveno napětí cca 7,22 MPa, jež bylo zatížením při zkoušce eliminováno (viz příznivější časový průběh pevnosti u vzorku zatíženého 40 kg než u vzorku nezatíženého -
- patrně z křivek na obr. 1). Tuto skutečnost lze v praxi s výhodou využít např. ke konstrukcím využívajícím metodu tzv. předpjatého nosníku.

Tabulka

Doba expozice [dny]	Zatížení [kg]									
	0	10	20	40	60	80	100	120	140	
0	79.00	79.00	79.00	79.00	79.00	79.00	79.00	79.00	79.00	79.00
10	74.83	74.54	75.04	75.03	74.57	74.47	74.29	69.14	43.46	
20	70.89	70.34	71.28	71.26	70.38	70.19	69.87	60.51	23.91	
30	67.15	66.37	67.71	67.68	66.44	66.17	65.71	52.96	-	
40	63.60	62.63	64.32	64.28	62.71	62.37	61.80	46.35	-	
50	60.25	59.10	61.09	61.06	59.19	58.80	58.12	40.57	-	
60	57.07	55.76	58.03	57.99	55.86	55.42	54.66	35.50	-	
70	54.06	52.62	55.13	55.08	52.73	52.24	51.41	31.07	-	
80	51.21	49.65	52.36	52.31	49.78	49.25	48.34	27.19	-	
90	48.51	46.85	49.74	49.68	46.98	46.22	45.47	-	-	
100	45.95	44.21	47.24	47.19	44.35	43.76	42.76	-	-	
Strmost poklesu křivky ča- sového prů- běhu pevnosti k.10-3 [l/den]	5.42	5.81	5.14	5.15	5.77	5.91	6.14	13.33	59.76	

Příklad konstrukčního uspořádání zařízení podle vynálezu je patrný z přiložených výkresů, kde obr. 3 představuje celkový pohled na 1 pole zkušebního zařízení se znázorněním části navazujícího sousedního pole.

Každé z polí tohoto zkušebního zařízení je tvořeno dvěma vertikálními nosnými sloupy 11, ve kterých je přestavitelně, pomocí čepů 10, uchycen horní nosník 4 a dolní nosník 7. Horní nosník nese horní upínací čelisti 2 pro uchycení vzorků 1, dolní nosník 7 je opatřen otvory pro průchod táhel 5, která jsou jedním koncem spojena s dolními upínacími čelistmi 3 a druhým koncem se zatěžovacími závažími 6. Dolní nosník 7 je dále na obou koncích vybaven výsuvnými čepy 8. Nosné sloupy 11 sousedících vnitřních polí jsou vždy sdruženy tak, že tvoří jeden konstrukční celek, společný pro obě tato pole. Každý z těchto konstrukčních celků je potom, stejně jako každý z vnějších sloupů okrajových polí, vybaven zdvihadacím mechanismem 12. Dolní nosník 7 je pak ještě v blízkosti otvorů pro průchod táhel 5 vybaven koncovými spínači 9, které jsou zapojeny do obvodu centrálního signalizačního systému.

Při odběru nebo výměně vzorků 1 se spustí háky obou zdvihadacích mechanismů 12 příslušného pole do oblasti polohy dolního nosníku 7. Potom se vysunou oba výsuvné čepy 8 dolního nosníku 7 a zavěsí se na háky zdvihadacích mechanismů 12. Uvedením těchto zdvihadacích mechanismů 12 do chodu se postupně zvedne dolní nosník 7 tak, až dojde k odlehčení vzorků 1, a zajistí se v této poloze čepy 10. Pak může probíhat odběr nebo výměna vzorků 1 manipulací s příslušnými horními upínacími čelistmi 2 a dolními upínacími čelistmi 3.

Po upnutí nových vzorků 1 se odlehčí pohybem zdvihadacích mechanismů 12 čepy 10 a jejich vyjmutím se uvolní dolní nosník 7. Potom se Dolní nosník 7 spustí do příslušné polohy a zajistí se čepy 10. Tím dojde k uvolnění výsuvných čepů 8, které se zasunou do původní polohy.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

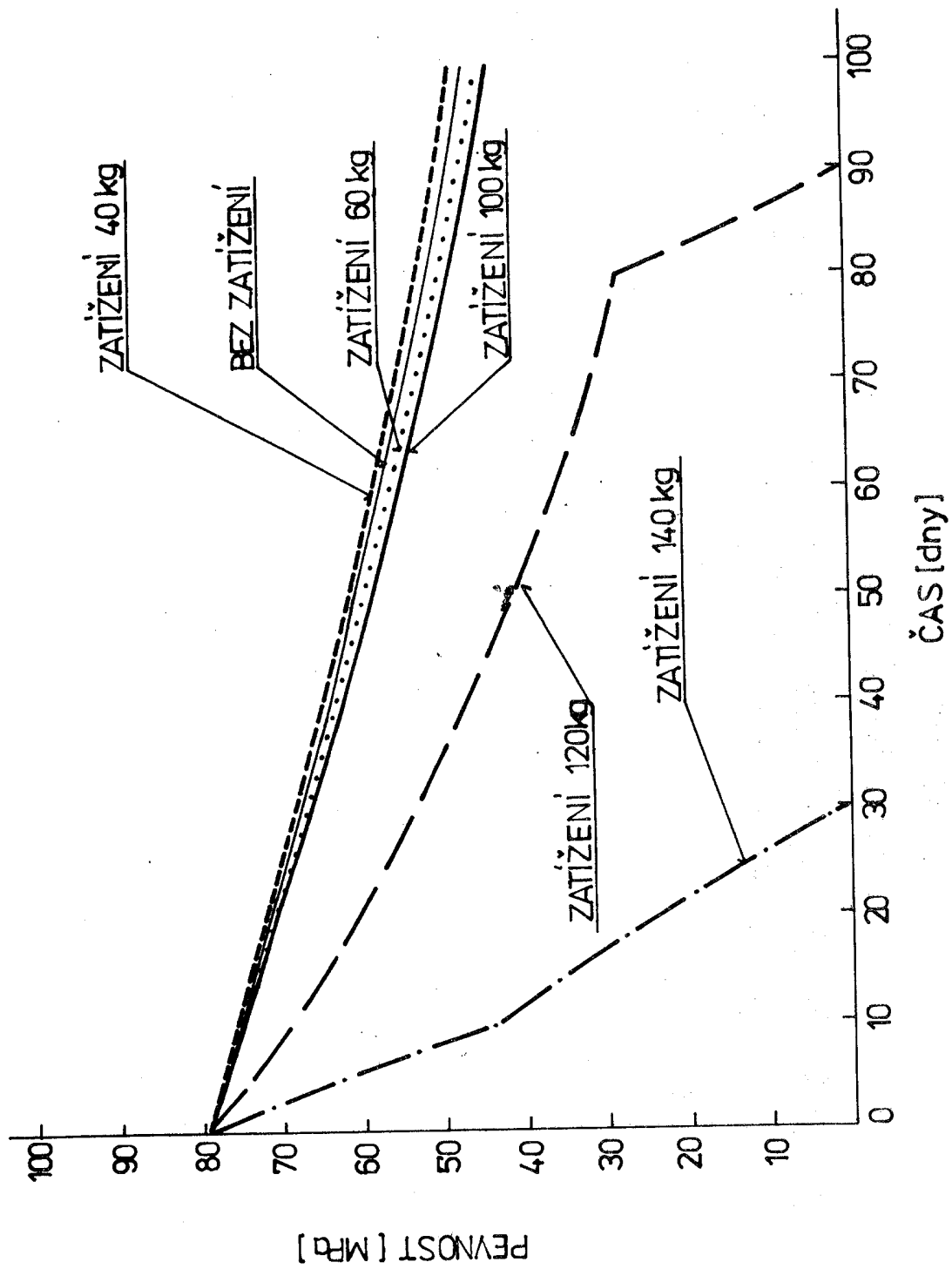
1. Způsob zjišťování změn

233 915

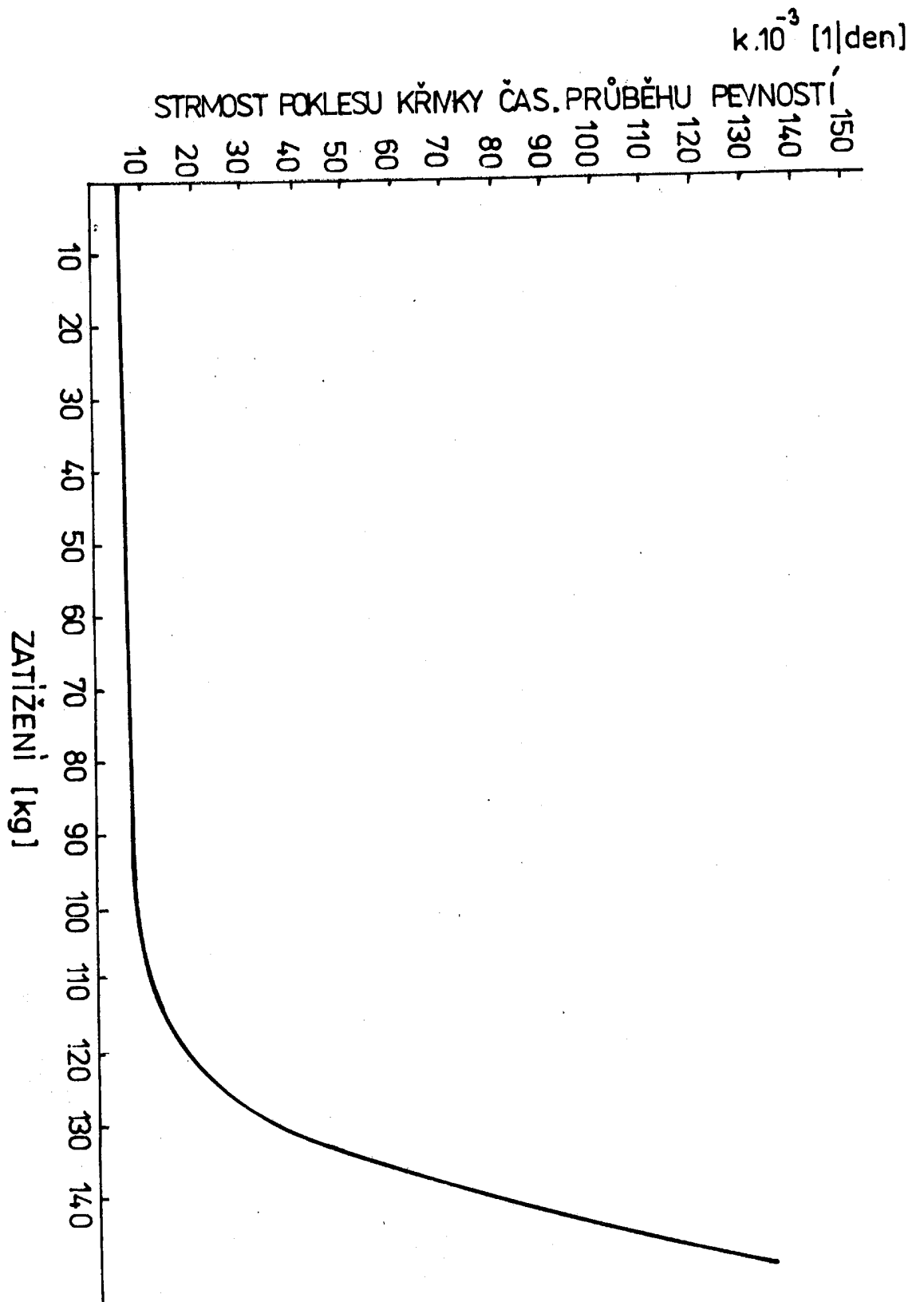
vlastností polymerních materiálů
povětrnostním stárnutím při zatížení, vyznačený tím, že se každá ze skupin vzorků zkoušeného materiálu před započatím expozice zatíží časově konstantním zatížením, které je pro jednotlivé skupiny odstupňováno od 0,01 po 0,4-0,9 hodnoty meze pevnosti daného materiálu, načež se pak v průběhu expozice odebírají v časových intervalech dle ČSN 64 0771 vzorky jednotlivých skupin, stanovují se u nich stárnutím ovlivněné hodnoty sledované fyzikálně mechanické vlastnosti, především meze pevnosti v tahu, poměrného prodloužení a meze kluzu, a/nebo fyzikálně chemické vlastnosti, především koncentrace karbonylu a zbytkové koncentrace stabilizátoru, z těchto hodnot se sestavují časové průběhy příslušné vlastnosti pro hodnoty zatížení a hodnocuje^{se} závislost rychlosti poklesu hodnot sledované vlastnosti v průběhu stárnutí na zatížení.

2. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačené tím, že sestává z jednotlivých polí, přičemž každé z nich je tvořeno vždy dvěma vertikálními nosnými sloupy (11), ve kterých je pomocí čepů (10) uchycen horní nosník (4), nesoucí horní upínací čelisti (2) pro uchycení vzorků (1), a dolní nosník (7), který je opatřen otvory pro průchod táhel (5), spojených jedním koncem s dolními upínacími čelistmi (3) a druhým koncem se zatěžovacími závažími (6), vybaven koncovými spínači (9), umístěnými u otvorů pro průchod táhel (5) a zapojenými do obvodu centrálního signalizačního systému, a na obou koncích opatřen výsuvnými čepy (8), a nosné sloupy (11) sousedících vnitřních polí jsou sdruženy a tvoří tak jeden konstrukční celek společný pro obě tato pole, který je jako každý z větších nosných sloupů okrajových polí vybaven zdvihadním mechanismem.

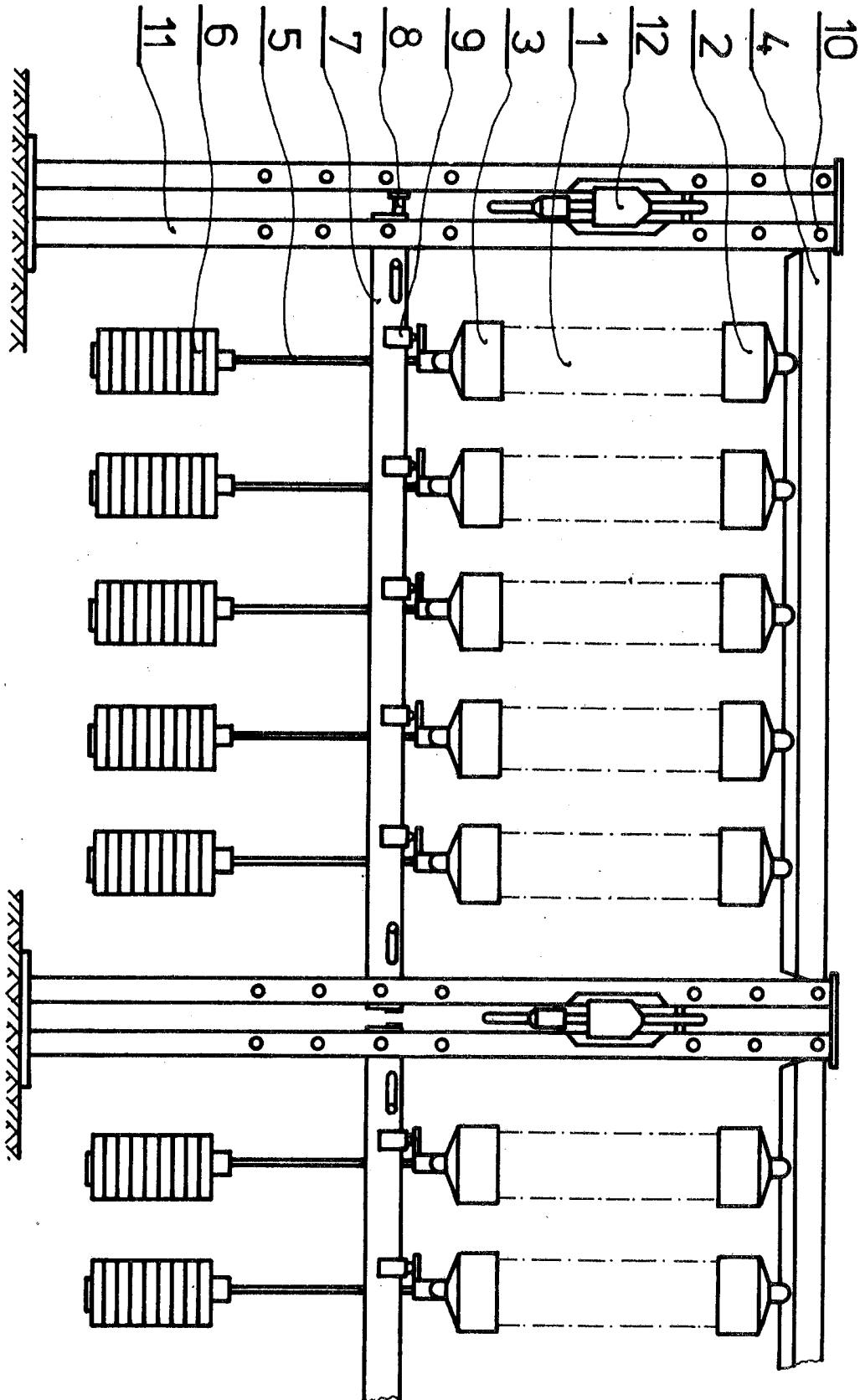
3 výkresy



obr.1



obr. 2



obr. 3