

FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 697

(21) PV 71-88.N
(22) Přihlášeno 04. 01. 88

(11)

(13) B1

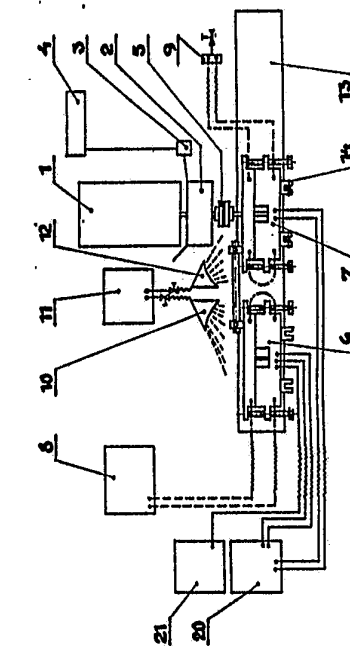
(51) Int. Cl.⁵
G 01 N 7/16

(40) Zveřejněno 14. 08. 90
(45) Vydáno 24. 03. 92

(75) Autor vynálezu GELBIČ JAN, KRALUPY NAD VLTAVOU

(54) Způsob stanovení zpracovatelských
charakteristik polymerních látek
a zařízení pro provádění způsobu

(57) Řešení se týká způsobu stanovení
zpracovatelských charakteristik polymer-
ních látek, zejména potom momentu síly
a vzestupu tepla při hnětení v komorovém
hnětiči a současném stanovení optimální
distribuce sazí v průběhu míchání.
Podstatou zařízení jsou komorové hnětiče
(6, 7) s rozdílnými tvary rotorů, opatřené
dynamometrem (1) a tachometrem (2)
spojenými mechanickým převodem se stupnicí
(3) a registrací momentu síly. Komorové
hnětiče (6, 7) jsou doplněny termostatem
(8), chladicím systémem (9) a vzduchovým
dmýchadlem (11).



Vynález se týká způsobu stanovení a zařízení pro stanovení zpracovatelských charakteristik polymerních látek.

Dosud jsou známé způsoby analýzy části polymerních látek jako například stanovení viskozity na rotačním viskozimetru. Podstatou této zkoušky je stanovení krouticího momentu při vzájemném protáčení rotoru i komory naplněné zkoušeným materiálem, například kaučukem nebo sazovou směsí připravenou z kalandrované fólie. Kotouč zkoušeného materiálu se navlékne na hřídel rotoru a na druhou stranu se přiloží druhý. Rotor se zkušebním tělesem (kotoučem) se vloží do komory přístroje a zařízení se uzavře. Zařízení se vyhřeje a krouticí moment se stanoví po 4 až 15 minutách po spuštění rotoru. Dalším způsobem je stanovení zpracovatelnosti polymerní látky v laboratorním hnětiči. Podstatou této zkoušky je stanovení příkonu motoru dvou profilovaných rotorů v uzavřeném prostoru a teploty, kterou hnětená hmota v závislosti na čase vyvine. Zkoušeným materiálem je opět například kaučuk nebo sazová směs s navázkou vyplývající 70 až 75 % užitečného objemu uzavřeného prostoru. Hodnotí se index zpracovatelnosti polymerní látky stanovený jejím překalendrováním nebo druhé maximem příkonu motoru. Jiný způsob je stanovení zpracovatelských charakteristik polymerních látek v univerzálním hnětacím zařízení. Podstatou zkoušky je stanovení odporu vloženého materiálu vystaveného působení smykového napětí a vývoje tepla po určenou dobu hnětení mezi normalizovanými profilovanými rotory v uzavřeném prostoru. Do vyhřátého prostoru se vkládá takové množství polymerní látky, které po přidání všech přísad má vyplnit 70 až 75 % užitečného objemu uzavřeného prostoru. Moment síly (relativní viskozita) a úroveň teploty hnětené hmoty se odečítá po zvolené době míchání směsi. Optimální doba vmíchání sazí se určuje zkusem, v průběhu míchání se odebírají vzorky a formou zpracování na mikropočítači se vyhodnocuje distribuce částic sazí v kaučuku. Vulkanizační systém se domíchává na laboratorním kalandru v mikroválci.

Nevýhodou těchto způsobů stanovení zpracovatelnosti polymerních látek je pracnost, časová náročnost a nepřesnost měření. Také dochází k velké spotřebě zkoušeného materiálu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob stanovení zpracovatelských charakteristik polymerních látek podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že materiál bez předchozí úpravy se vloží do vyhřátého komorového hnětiče v množství, které zcela vyplní užitečný prostor a hněte se při otáčkách rotorů 30 až 120 min⁻¹ po dobu 2 až 12 minut a po ukončení se odečte moment síly a teplota hnětené polymerní látky.

Tato polymerní látka se vloží do jiného, vychlazeného hnětiče, pokračuje se v hnětení, přidají se sazové přísady a provádí se soustavné měření elektrické vodivosti směsi. Při dosažení poklesu z druhého maxima závislosti elektrické vodivosti se otáčky rotoru sníží na minimum, provádí se chlazení a odečítá se moment síly, teplota směsi a doba optimální distribuce sazí.

Po ochlazení na teplotu směsi v rozsahu 23 až 70 stupňů Celsia se vloží vulkanizační přísady, čímž se plně využije prostor komorového hnětiče, otáčky rotorů se zvýší na hodnotu 30 až 120 min⁻¹, směs se domíchá, zařízení se zastaví a hnětič se otevře. Po uplynutí určené doby se připraví zkušební těleso pro vulkometr a změří se bezpečnost směsi, rychlost a optimální doba vulkanizace za zvolených teplotních podmínek.

Podstata zařízení pro provádění způsobu stanovení zpracovatelských charakteristik polymerních látek spočívá v tom, že dynamometr je spojen s termostatem a mechanickým převodem se stupnicí a registrací momentu síly a pomocí spojky s komorovým hnětičem. Komorový hnětič, složený ze dvou dílů, je pružně spojený s termostatem, s přívodem chladicí vody a k němu jsou nasměrovány hubice, pružně spojené se vzduchovým dmýchadlem. Oba komorové hnětiče jsou uloženy ve vodícím podloží, přizpůsobeném pro pevné propojení v pracovní pozici pomocí kolíků.

Výhody způsobu stanovení zpracovatelských charakteristik podle vynálezu spočívají zejména v tom, že tento způsob poskytuje technické údaje, které nebylo možno v provozní praxi použít pro jejich zdlouhavost a náročnost. Oproti stávající metodě se zkracuje celkový čas předání všech informací desetinásobně a navíc se podle tohoto způsobu získávají další údaje.

Vyššího účinku lze dosáhnout zpřažením dvou komorových hnětičů, což má za následek možnost ochlazování na mimopracovní pozici a práci s kaučukem v jednom z obou hnětičů. Tento způsob úpravy zařízení umožňuje pracovat s rozdílnou konstrukcí profilovaných rotorů.

Pro polymerní materiály se může použít trojúhelníkového tvaru rotorů, který zajišťuje roztírání o stěny komory, a tím i zjištěný údaj momentu síly lépe vyjadřuje relativní viskozitu hnětené hmoty.

Pro míchání základu sazové směsi v laboratorním měřítku se s výhodou použije komorového hnětiče s kapkovitým tvarem rotorů, který ve své podstatě odpovídá velkému komorovému hnětiči instalovanému ve výrobě. Rotory tohoto tvaru pohybující se v uzavřeném prostoru hnětiče, zajišťují mletí a drcení hmoty, která je tlačena k boční stěně hnětiče; hnětení hmoty, která je převalována, ohýbána, postřihována a roztírána proti stěně hnětiče a periodicky uvolňována; přisekávání hmoty, přičemž její část je odtržena od celku a vtažena do hmoty v jiném místě a nakonec překrývání hmoty, jejíž část je tlačena do středu rotorů z obou stran.

Zařízení pro měření zpracovatelských charakteristik polymerních látek je znázorněno na připojených výkresech, kde na obr. 1 je znázorněno celkové uspořádání zkušebního zařízení s tandemem dvou koncových hnětičů a na obr. 2 je znázorněno schematické uspořádání komorového hnětiče v pracovní poloze.

Zkušební zařízení podle obr. 1 sestává z dynamometru 1 s možností volby rozsahu měření, který je spojen s tachometrem 2 a mechanickým převodem 3 potom se stupnicí 4; na které lze odečítat nastavený rozsah měření. Registrace momentu síly je založena na principu snímání odporu zpracovávané hmoty při hnětení. Přes spojku 5 je možnost připojení komorového hnětiče 6 s rotory trojúhelníkového tvaru a komorového hnětiče 7 s rotory kapkovitého tvaru s křídly. Komorový hnětič 6 je pružně spojen s termostatem 8, který udržuje optimální pracovní teplotu uvnitř komorového hnětiče 6. Komorový hnětič 7 je vybaven chladicím systémem 9, který využívá průtok vody oběma polovinami dutin komor s následným ochlazením pracovní teploty. Při použití komorových hnětičů 6, 7 s jedním druhem rotorů termostat 8 obsahuje vodu a jedno pružné propojení potom řídící kohouty.

Komorový hnětič 6 je v mimopracovní pozici ochlazován hubicí 10 pružně spojenou s dvýchadlem 11. Druhou chladicí hubicí 12 je ochlazován komorový hnětič 7 v pracovní pozici (po zamíchání sazí). Komorový hnětič 6, 7 jsou uloženy na vodícím podloží 13, které umožňuje, aby jeden byl v mimopracovní poloze, zatímco druhý je v pracovní. Postavení obou komorových hnětičů 6, 7 v této poloze je zajištěno jejich pevným propojením a pomocí kolíků 14.

Přemístění komorových hnětičů 6, 7 je provedeno mechanicky nebo hydraulicky.

Sestavení obou hydraulických hnětičů 6, 7 podle obr. 2 je provedeno tak, že každý komorový hnětič 6, 7 je dvoudílný. První díl 15 se spojkou 5 obsahuje rotory. Druhý díl 16 obsahuje komory 6 a 7 a nasouvá se. Tento pohyb se uskutečňuje pomocí šroubů 17. Druhý díl 16 má plnicí otvor opatřený závěrem 18 a zabudované čidlo 19 pro snímání teploty a měření elektrické vodivosti. Toto čidlo 19 je spojené s registračním přístrojem 20, 21. Druhý díl 16 má také výstupek se závitem - protikus 23 opěrné destičky 22 upevněné na prvním díle 15, které slouží pro mechanické nebo hydraulické oddálení od prvního dílu 15 pomocí šroubů 17.

Komorové hnětiče 6 a 7 jsou umístěny na vodícím podloží 13, zasunutém ve vodící drážce 24 a mají průtokový chladicí systém 25. Komorový hnětič 6 a 7 může mít, tak jak je uvedeno, různé tvary rotorů. Pokud je jeden s trojúhelníkovým tvarem a druhý kapkový, potom tento tandem plní úkol měření viskozity polymeru a průběh míchání sazí. Jestliže jde o tandem komorových hnětičů se stejnými rotory, potom jeden provádí měřicí činnost, druhý se ochlazuje a čistí.

Konkrétní provedení předmětu vynálezu je uvedeno v následujících příkladech.

Příklad 1

Při použití jednoho komorového hnětiče 6 je pracovní postup následující:

a) Zpracovatelské charakteristiky styrenbutadienového kaučuku.

Do vyhřátého komorového hnětiče 6 s rotory kapkového tvaru, při rozsahu měření 50 Nm a obrátkách rotorů 80 min^{-1} , bylo vloženo 75 g kaučuku například styrenbutadienového odebraného z balíku na konci výrobní linky. Po 30 sekundách byl uzavřen klát zatížením například 3 kg a snímaly se údaje momentu síly (Nm) a vývoje tepla ($^{\circ}\text{C}$) v závislosti na době hnětení. Ve 4. minutě bylo míchání ukončeno. Teplota stoupla na cca 125 stupňů Celsia. Rozsahu viskozity 42 až 54° Mooney odpovídal úzký interval výsledků momentu síly.

b) Zpracovatelské charakteristiky základu sazové směsi styrenbutadienového kaučuku

1. Do ochlazeného hnětiče na teplotu 30 stupňů Celsia za stejných podmínek podle a) bylo vloženo 48,7 g styrenbutadienového kaučuku, 1,5 g zinkové běloby, 0,5 g kyseliny stearové a 24,3 g kanálových sazí. Po 60 sekundách byl uzavřen klát zatížením například 5 kg a snímaly se údaje podle a) a navíc elektrická vodivost (mS). Doba dosažení druhého maxima elektrické vodivosti vymezila průběh míchání.

Po otevření komorového hnětiče pomocí stahovacích šroubů byl tento vyčištěn od sazí a temperován pro další zkoušku kaučuku.

Výsledky optimální doby vmíchání sazí (S) a vývoje tepla (T) posloužily k porovnání jakosti styrenbutadienového kaučuku:

Styrenbutadienový kaučuk	S	T	Hodnocení
vzorek A	2,5	133	projev normální
vzorek B	2,5	140	vyšší vývoj tepla o 6,8 %

2. Za stejných podmínek podle 1. byla vložena směs kaučuků:

Přírodní kaučuk 30 váhových dílů, polyizoprenový kaučuk 10 váhových dílů a polybutadienový kaučuk 10 váhových dílů ve společné navážce 48,7 g.

Výsledky optimální doby vmíchání sazí (S), vývoje tepla v době optimálního vmíchání sazí (T1) a po 8 minutách míchání (T2) posloužily k porovnání schopnosti obalit saze:

Kaučuk	S	T1	T2	Hodnocení
Styrenbutadienový	2,5	133	150	projev normální
Směs podle 2.	7,0	142	145	prodloužená doba optimální distribuce sazí o 4,5 minuty (280 %)

Příklad 2

Při použití dvou komorových hnětičů 6, 7 je postup následující:

a) Zpracovatelské charakteristiky styrenbutadienového kaučuku.

Za stejných podmínek podle příkladu 1 se změnami, že byly použity trojúhelníkové rotory, rozsah měření 20 Nm a navážka 25 g kaučuku styrenbutadienového (pro olejem nastavený styrenbutadienový kaučuk jen 15 Nm).

Výsledný moment síly (relativní viskozity), vývoje tepla a rychlosti plastifikace byly doplněny o index podílu vývoje tepla ($^{\circ}\text{C}$) a momentu síly (Nm).

Výpočet rychlosti plastifikace (v_p):

$$v_p = \frac{A - B}{t} \quad \text{Nm/sek}$$

kde A = nejvyšší moment síly na začátku měření, Nm

B = moment síly po 4 min (240 sek) měření, Nm

t = čas mezi údaji momentu síly, sek

Výpočet indexu relativní viskozity (I_v):

$$I_v = \frac{A - B}{C}$$

kde A = naměřená teplota po 4. minutě měření, $^{\circ}\text{C}$

B = výchozí teplota měření

C = relativní viskozita, Nm

Posloužily k posouzení rozdílu v jakosti dvou vzorků stejné hodnoty viskozity (48 $^{\circ}$ Mooney):

Styrenbutadienový kaučuk	M_s	T	v_p	I_v	Hodnocení
vzorek A	2,2	42	0,06	19,1	projev normální
vzorek B	1,7	50	0,08	29,4	hůře zpracovatelný

	M_s	T	v_p	I_v	Hodnocení
rozdíl A - B, %	-22,7	+19	+33,3	+53,9	rozdíly překročily 10 %, index viskozity určil míru odchylky.

Posloužily k posouzení rozdílu v projevu jakosti dvou druhů kaučuku o stejné viskozitě (48° Mooney)

	M_s	T	v_p	I_v	Hodnocení
Styrenbutadienový kaučuk					
a) základní	2,2	42	0,06	19,1	projev normální
b) olejem nastavený	2,4	30	0,04	12,5	projev normální
rozdíl a - b, %	+9,1	-28,6	-33,3	-34,5	moment síly nepřekročil 10 %, vzorek <u>b</u> vykázal nižší vývoj tepla, méně se plastikoval, míra lepší zpracovatelské jakosti je 34,5 %

b) Zpracovatelské charakteristiky základu sazové směsi styrenbutadienového kaučuku

Za stejných podmínek se změnami, že měření proběhlo ihned po přesunutí komorového hnětiče 7 do pracovní pozice, tedy bez čekání na ochlazení, a čištění po vypuštění směsi nemuselo být tak důkladné, protože další měření bylo opět se saze-
mi.

Příklad 3

Jednou z dalších možností praktického využití předmětu vynálezu je metodika roztřídování polymerních materiálů například kaučuků

a) ve výrobě styrenbutadienového kaučuku.

Roztřídování kaučuku se provede podle relativní viskozity (momentu síly Nm). Při začátku paletování se odebere zkušební vzorek pro měření v upraveném přístroji. První informace je k dispozici po vyrobení druhé palety. Je možnost opatřit údajem o relativní viskozitě každou vyrobenou paletu.

Do doby vyrobení cca 10 palet jsou k dispozici údaje o zpracovatelnosti i průběhu vulkanizace.

b) ve zpracování styrenbutadienového kaučuku.

Umožňuje rozdělení skladu podle hodnot relativní viskozity a omezuje četnost měření vstupní kontrolou.

Vyznačení viskozity na paletě umožňuje zlepšit organizaci práce při přípravě

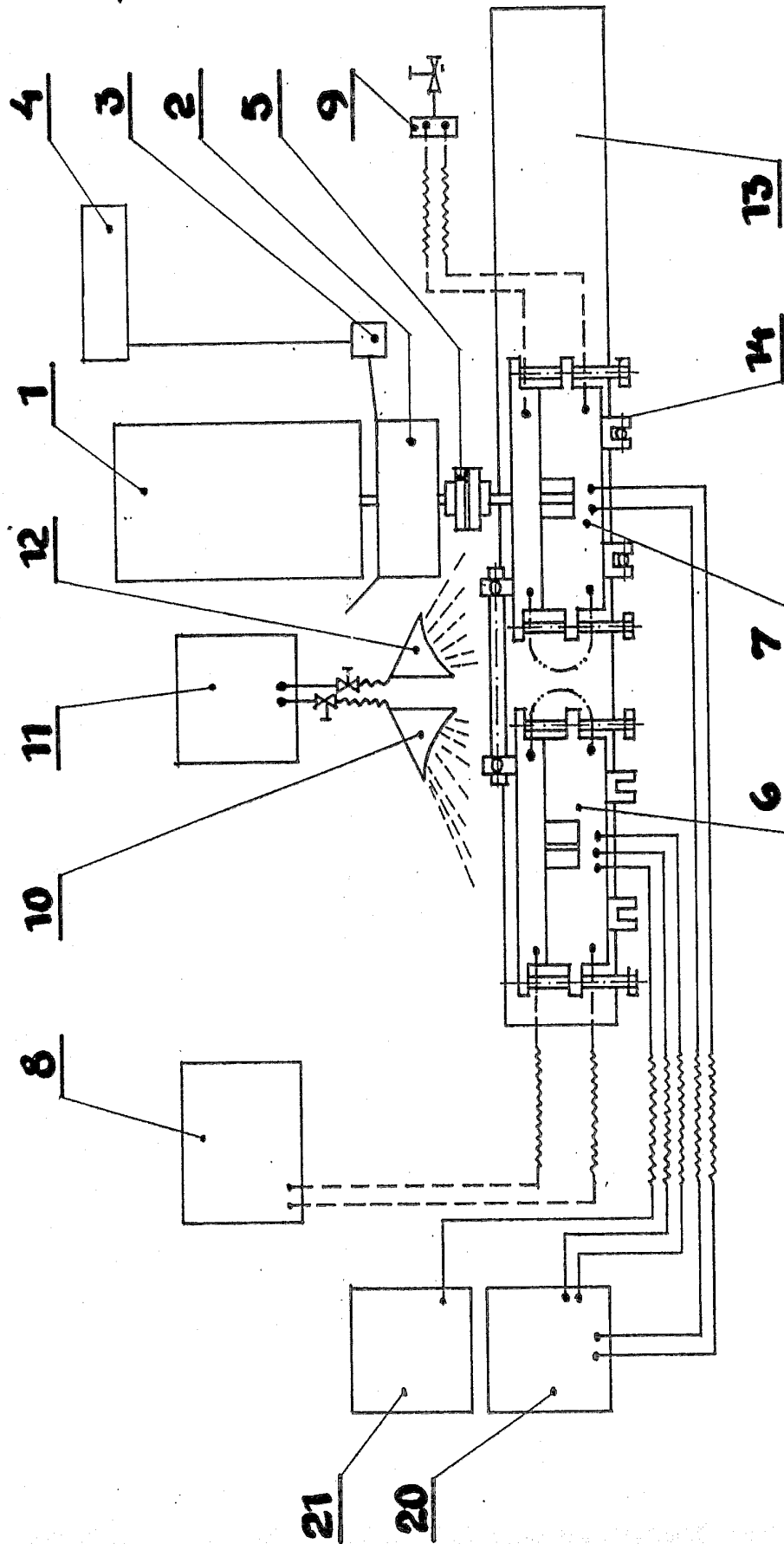
materiálů dvou rozdílných viskozit.

Další výhodou předmětu vynálezu je zařízení popsaného měřicího zařízení do pracovní linky po doplnění malým hydraulickým lisem s etážemi elektrický vytápěnými, vysekávacím rotačním lisem s kruhovými noži a vulkametrem spřaženým s liniovým plošným zapisovačem.

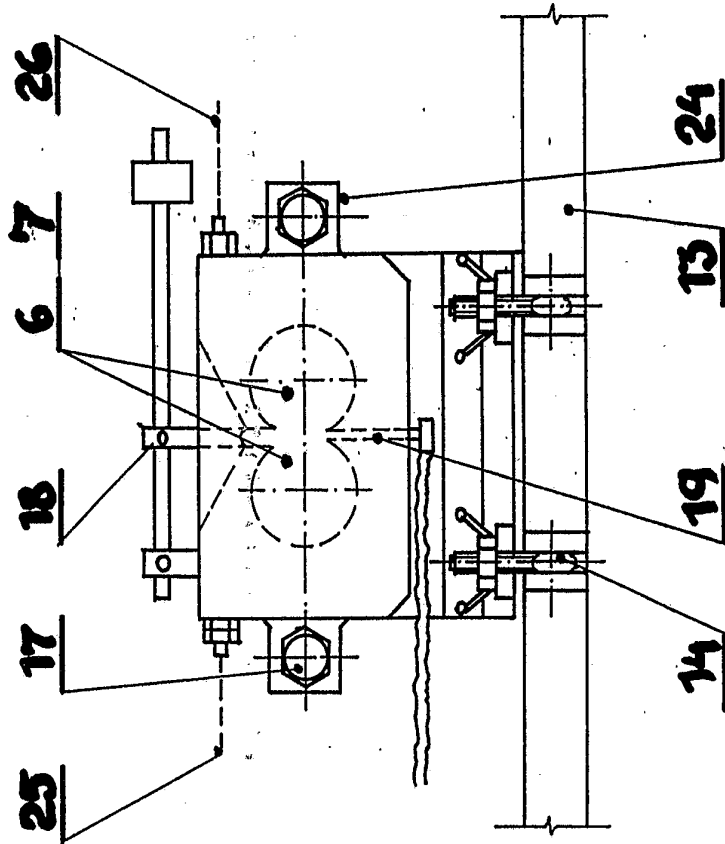
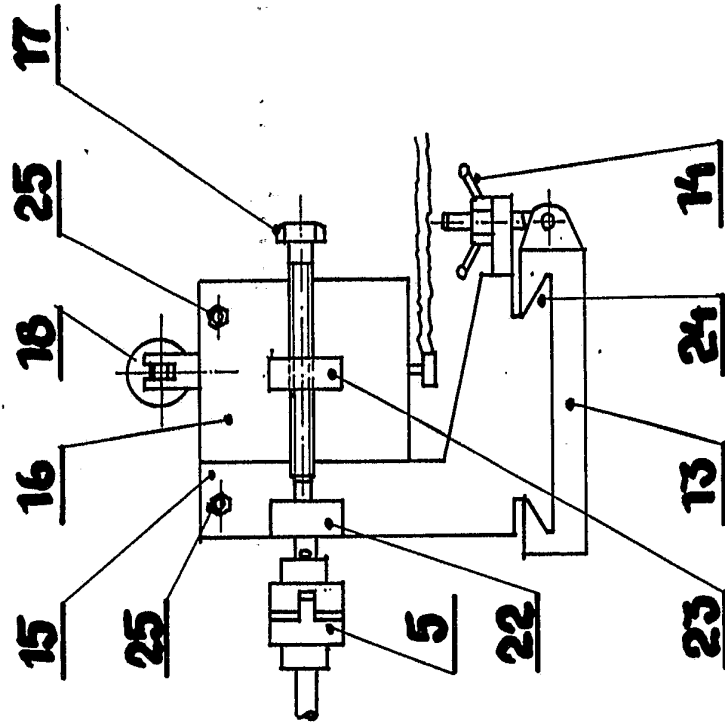
Sestavením pracovní linky lze za velmi krátký čas stanovit viskozitu polymeru a vývoj tepla, viskozitu směsi polymeru se sazemi, vývoj tepla a optimální distribuci sazí, průběh vulkanizace s určením její optimální doby.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob stanovení zpracovatelských charakteristik polymerních látek, při kterém se měří moment síly a vzestup teplot při hnětení dvěma rotory za stanovených podmínek v uzavřeném prostoru vyplněném vzorkem polymerní látky, například kaučukem nebo sazovou směsí, vyznačující se tím, že materiál bez předchozí úpravy se vloží do vyhřátého komorového hnětiče v množství, které zcela vyplní užitečný prostor a hněte se při otáčkách rotorů 30 až 120 min⁻¹ po dobu 2 až 12 min, po ukončení hnětení se odečte moment síly a teplota hnětené polymerní látky.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že po odečtení momentu síly a teploty se polymerní látka vloží do jiného vychlazeného hnětiče, pokračuje se v hnětení, přidají se sazové přísady za současného měření elektrické vodivosti směsi a při dosažení poklesu z druhého maxima závislosti elektrické vodivosti se otáčky rotorů sníží na minimum, provádí se chlazení a odečítá se moment síly, teplota směsi a doba optimální distribuce sazí.
3. Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že po dosažení optimální distribuce sazí a teploty směsi v rozsahu 23 až 70 °C, se vloží vulkanizační přísady, obrátky rotorů se zvýší na 30 až 120 min⁻¹, směs se domíchá a při ukončení se odečte moment síly a teplota hnětené polymerní látky.
4. Zařízení pro provedení způsobu podle bodů 1, 2 a 3, vyznačující se tím, že dynamometr (1), je spojen s tachometrem (2) a mechanickým převodem se stupnicí (3) a registrací momentu síly a pomocí spojky (5) s komorovým hnětičem (6) s trojúhelníkovými rotory a s komorovým hnětičem (7) s kapkovitými rotory, přičemž na komorový hnětič (6) s trojúhelníkovými rotory je připojen termostat (8) a komorový hnětič (7) s kapkovitými rotory je spojen s chladičím systémem (9) a oba komorové hnětiče (6, 7) jsou přizpůsobeny ochlazování vzduchem pomocí dmýchadla (11) a hubic (10, 12).
5. Zařízení podle bodu 4, vyznačující se tím, že oba komorové hnětiče (6, 7) jsou uloženy na vodícím podloží (13) přizpůsobeném pro pevné propojení v pracovní části pomocí kolíků (14).



Obr. 1



Obr. 2