

<b>FIZYKOCHEMIA POLIMERÓW - ĆWICZENIE NR 6</b>			
Temat ćwiczenia: <b>OZNACZANIE PODSTAWOWYCH WŁAŚCIWOŚCI REOLOGICZNYCH I PRZETWÓRCZYCH TWORZYW SZTUCZNYCH</b>			
Wydział:	TECHNOLOGIA CHEMICZNA	Stopień: II	Sem.: I
Specjalność:	Technologia polimerów		

## 1. Cel ćwiczenia:

**teoretyczny** – zapoznanie się z podstawowymi pojęciami reologii i ich zastosowaniem w przetwórstwie tworzyw sztucznych

**praktyczny** – wyznaczenie MFR oraz zależności lepkości i naprężenia ścinającego od szybkości ścinania dla przykładowych tworzyw sztucznych

## 2. Zagadnienia teoretyczne:

właściwości przetwórcze (oznaczanie masowego (MFR) oraz objętościowego (MVR) wskaźnika szybkości płynięcia); podstawowe pojęcia reologii (odkształcanie, ścinanie proste, ciała reologicznie doskonałe, modele mechaniczne); płyny nienewtonowskie (płyny reostabilne, płyny reologicznie niestabilne, płyny lepkosprężyste, ogólne zasady pomiaru właściwości reologicznych płynów nienewtonowskich); reometry kapilarne – ogólne wiadomości o podstawach teoretycznych oraz budowie; reometry rotacyjne – podstawy teoretyczne, układ stożek – płytka, płytka - płytka

## 3. Literatura:

1. T. Broniewski „*Metody badań i ocena własności tworzyw sztucznych*”, WNT, Warszawa 2000
2. Z. Kembłowski „*Reometria płynów nienewtonowskich*”, WNT, Warszawa 1973
3. W. Szlezyngier „*Podstawy reologii polimerów*” PRz, Rzeszów 1994
4. J. Ferguson, Z. Kembłowski „*Reologia stosowana płynów*”, Wyd. Marcus, Łódź 1995
5. K. Wilczyński „*Reologia w przetwórstwie tworzyw sztucznych*”, WNT, Warszawa 2001

## 4. Spis odczynników:

- a) polietylen małej gęstości (PE-LD) FG NX 23D022 oraz jego kompozyty zawierające węgiel wapnia.

## 5. Wykonanie ćwiczenia:

**a) wyznaczenie wskaźnika szybkości płynięcia:**

- wybrać odpowiednią metodę pomiarową: metoda A – wyznaczenie MFR

**Metoda A:**

- ustalić czas uplastyczniana tworzywa w cylindrze plastometru (MELT TIME): **240 s**,
- wprowadzić czas odcinania jednej próbki (CUT TIME), tak by długość wytłoczonej próbki była min 1 cm: **60 s**,
- wprowadzić ilość odcinanych próbek (OF CUTS): **5**,
- wybór obciążenia: 2,16 kg,
- wybór temperatury: 190° C (PE), 230° C (PP).

**Obliczenia**

Obliczenia dla metody A prowadzone są następująco:

$$MFR = \frac{M \cdot 600}{T} \quad [\text{g}/10\text{min}] \quad (1)$$

gdzie:

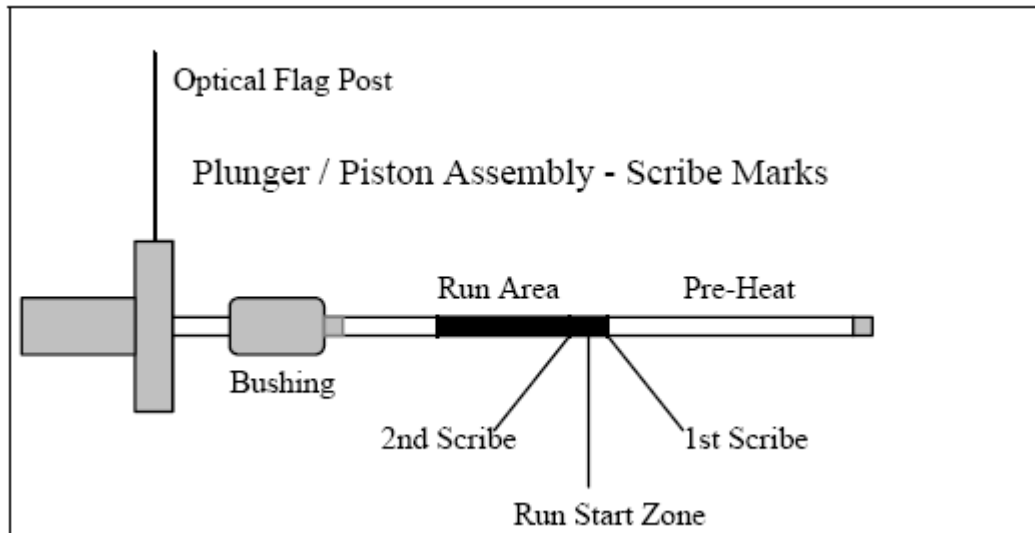
$M$  - masa próbki, g;  $T$  - czas odcięcia, s.

**Załadowanie komory topienia**

Wyjmij tłok i połóż go na bawełnianej szmatce. Sprawdź czy dysza jest na dnie komory. Napełnij miarkę odmierzoną ilością substancji (ok. 5g). Dodaj około 2/3 miarki do komory używając brązowego lejka. Ładowanie powinno odbywać się w dwóch etapach, pierwszy ok. 60% materiału. Ubij ubijakiem używając siły ok. 10kG. Ubijak może być włożony poprzez lejek. Jeśli nie można przepchnąć materiału przez lejek odsuń go (bez podnoszenia) na bok, ubij materiał bezpośrednio w komorze i ponów próbę. Pozostający materiał powinien zostać wypchnięty.

**Przebieg (RUN)**

Umieść tłok w komorze, tulejka prowadząca musi mieć możliwość swobodnego przemieszczania się - naciśnij **RUN** (wymóg normy). Naciśnięcie **RUN** uruchamia wewnętrzny program. Program ten nadzoruje poszczególne odcinki czasu. Odczekaj ustalony czas topienia.



Gdy czas topienia upłynie, a tłok obniży się do poziomu oznaczonej wcięciami na tłoku strefy pomiarowej odetnij wytłoczoną substancję równocześnie naciskając **PW/RUN**. Pomiar może się rozpocząć gdy nacięcie na tłoku zrówna się z górną krawędzią tulei prowadzącej. Musi się zakończyć nim ostatnie nacięcie na tłoku minie górną krawędź tulei prowadzącej.

#### Odcinanie

Gdy dolne nacięcie na tłoku dochodzi do górnej krawędzi tulei prowadzącej odciąć wytłoczoną substancję równolegle naciskając **PW/RUN**. Używaj do tego załączonego noża, opierając go o dolną część dyszy. Po naciśnięciu **PW/RUN** Odliczający wstecz licznik czasu ukaże się z lewej strony wyświetlacza. 10 sekund przed końcem odliczania urządzenie wyda sygnał ostrzegawczy. Gdy maszyna zasygnalizuje koniec odliczania szybko odetnij próbkę przy dolnej krawędzi dyszy i naciśnij **PW/RUN** dla następnej próbki.

#### Ważenie próbek

Zważ próbki i wprowadź wyniki w gramach używając klawiatury i zatwierdź wciskając **PW/YES**. Używaj wagi o dokładności 0,001g. Współczynnik płynięcia zostanie natychmiast obliczony i wyświetlony. Zalecana masa odcinanej próbki to około 1 gram. Dobierz czas odcięcia tak, by masa próbki była co najmniej 0,5g. Jeśli plastometr współpracuje z drukarką wyniki zostaną wydrukowane po naciśnięciu **PW/END**. Po dokonaniu pomiarów wielokrotnych zostanie obliczona i wydrukowana średnia z pomiarów, odchyłka standardowa i współczynnik wariacji.

#### Czyszczenie urządzenia

Naciśnij obciążnik by wytłoczyć resztki materiału z komory topienia. Wyjmij tłok obracając go zgodnie z ruchem wskazówek zegara by przerwać uszczelnienie wytworzone przez stopioną substancję następnie wyciągnij w górę. *Uwaga: jeśli zbyt szybko wyciągniesz tłok*

możesz „wysrać” dyszę wraz z nim. Wytrzymaj tłok bawełnianą szmatką. Wyjmij dyszę przeznaczonym do tego prętem i wyczyść odpowiednimi akcesoriami czyszczącymi. Połóż na wylocie dyszy dwie szmatki i prętem przeznaczonym do czyszczenia wciśnij je w dół. Ruszaj szmatkami kilka razy w górę i w dół, następnie zmień szmatki i powtórz. Ostatnie szmatki powinny pozostać praktycznie czyste. Gdy to osiągniesz umieść dyszę i tłok w komorze, co pozwoli na wyrównanie temperatury przed następnym testem. Dla materiałów termicznie stabilnych (lepkość zmienia się mniej niż 5% przez pół godziny) zalecamy pomiędzy badaniem próbek tego samego materiału czyszczenie tylko komory. Dla materiałów degradujących się szybciej zalecamy czyszczenie zarówno komory jak i dyszy. Aby wyczyścić dyszę wyjmij ją przeznaczonym do tego prętem wypychając ją od dołu ku górze. Wytrzymaj ją bawełnianą szmatką i przeczyść otwór załączonym wiertłem. Usuń zgromadzony na nawoju materiał i powtarzaj czynności, aż wiertło będzie przechodzić przez otwór swobodnie. Oczyść jeśli trzeba dolną i górną powierzchnię dyszy. Dla tworzyw szybko krystalizujących zalecamy wstępne przeczyszczenie otworu dyszy wiertłem gdy jeszcze jest ciepła i znajduje się w komorze. Znacznie ułatwi to czyszczenie. Gdy dysza jest na zewnątrz włóż ochronne okulary i zajrzyj z góry do komory czy jest całkowicie czysta. Ścianki czystej komory dają lustrzany odbłask. Jeśli nie jest czysta przetrzyj jeszcze kilka razy przy pomocy bawełnianych szmatek.

#### **Wskazówki dla użytkowników:**

**Wskazówka 1.** Wpuść dyszę do komory i nasłuchuj czy wyda podwójny dźwięk uderzenia o dno komory. Jeśli komora jest brudna dysza zawiesi się i nie usłyszysz dźwięku uderzenia.

**Wskazówka 2.** Jeśli używasz dyszy do PCV upewnij się, że wydobyłeś resztki materiału ze stożkowego zakończenia otworu dyszy (w dyszy standardowej zakończenia otworu są płaskie).

Dysza poza komorą stygnie szybko. Im dłużej jest poza komorą tym dłużej należy czekać na ustabilizowanie się temperatur. Minimalizując czas gdy dysza jest poza komorą możesz zwiększyć ilość testów, które możesz wykonać. Jeśli temperatura na wyświetlaczu pokazuje odbiega od temperatury SETPOINT 0,2° C można zacząć następny test. Ładowanie próbki spowoduje zachwianie temperatury, nawet gdy temperatura jest wcześniej ustalona. Czas topnienia pozwoli jednak próbce osiągnąć odpowiednia temperaturę przed pobraniem pierwszego odczytu.

#### **Zawsze pozostawiaj komorę czystą**

Jeśli urządzenie ma pozostać nieużywane przez dłuższy czas powinieneś zabezpieczyć komorę lekkim olejem maszynowym przed rdzewieniem. przed dokonaniem testu olej musi zostać usunięty.

**b. wyznaczanie przebiegów krzywych płynięcia oraz krzywych lepkości w pomiarach prowadzonych przy zastosowaniu reometru obrotowego, w układzie stożek – płytka**

**Pomiary przy użyciu reometru obrotowego należy przeprowadzić zgodnie z wytycznymi prowadzącego**

## **6. Opracowanie wyników:**

- a. opisać przebieg wykonanego ćwiczenia i podać wyniki pomiarów wyznaczanych wielkości,
- b. wyznaczyć wykres zależności MFR w funkcji zawartości napełniacza w kompozycie,
- c. wyznaczyć przebiegi krzywych płynięcia i krzywych lepkości analizowanych materiałów polimerowych.

## **7. Zasady bezpieczeństwa:**

- I. Wszystkie przewidziane w ćwiczeniu badania i pomiary wykonywać zgodnie z poleceniami prowadzącego.
- II. Przystąpienie do wykonywania ćwiczenia wymaga zapoznania się z kartami charakterystyki substancji (patrz załączniki).
- III. **Zachować szczególną ostrożność podczas pracy z plastometrem oraz reometrem (gorące elementy!)**

## **8. Załączniki:**

- a) karta charakterystyki polietylen Malen E FG NX 23D022