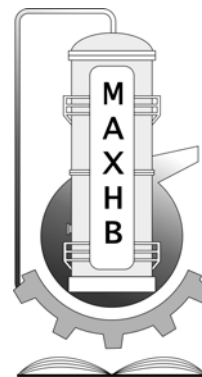


МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»



ДОСЛІДЖЕННЯ РЕОЛОГІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ РОЗПЛАВІВ ПОЛІ- МЕРІВ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

для студентів спеціальності
«Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»

Київ-2008

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»

До 70-річчя інженерно-хімічного факультету
і 80-річчя кафедри машин та апаратів
хімічних і нафтопереробних виробництв

ДОСЛІДЖЕННЯ РЕОЛОГІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ РОЗПЛАВІВ ПОЛІ- МЕРІВ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

для студентів спеціальності
«Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»

Рекомендовано Методичною радою НТУУ «КПІ»

Київ
НТУУ «КПІ»
2008

Дослідження реологічних властивостей розплавів полімерів : метод. вказівки до викон. лабораторної роботи для студентів спеціальності «Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»/ Укл. : М. П. Швед, А. Р. Степанюк, І. О. Мікульонок. – К. : НТУУ «КПІ», 2008. – 16 с.

Навчальне видання

**ДОСЛІДЖЕННЯ РЕОЛОГІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ
РОЗПЛАВІВ ПОЛІМЕРІВ**

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

для студентів спеціальності
«Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»

Укладачі: *Швед Микола Петрович*, канд. техн. наук, доцент
Степанюк Андрій Романович, канд. техн. наук, доцент
Мікульонок Ігор Олегович, канд. техн. наук, доцент

Відповідальний
редактор *Я. М. Корнієнко*, д-р техн. наук, професор

Рецензент *О. Л. Сокольський*, канд. техн. наук, доцент

*За редакцією укладачів
Надруковано з оригінал-макета замовника*

1. МЕТА ТА ЗАВДАННЯ РОБОТИ

Мета роботи: навчитися визначати дослідним шляхом реологічні характеристики термопластичних матеріалів (полімерів, композицій на їхній основі).

Завдання роботи:

1. Побудувати криві течії термопластичного матеріалу за різної температури.
2. Знайти реологічні показники досліджуваного матеріалу в заданому інтервалі швидкостей зсуву і температури.
3. Встановити залежності коефіцієнта консистенції досліджуваного матеріалу від температури.
4. Знайти показник плинності розплаву (ППР) матеріалу.

2. ТЕОРЕТИЧНА ЧАСТИНА

Серед механічних властивостей полімерних систем, які перебувають у рухомому стані, однією з найбільш важливих є їхня в'язкість. Зазвичай в'язкість називають коефіцієнт пропорційності між дотичними напруженнями τ [Па] і градієнтом швидкості $\dot{\gamma}$ [с⁻¹] під час простого зсуву:

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \text{ [Па}\cdot\text{с]}. \quad (1)$$

У літературі, присвяченій в'язкості низькомолекулярних рідин, коефіцієнт μ називають динамічною в'язкістю на відміну від кінематичної в'язкості ν ($\nu = \mu/\rho$, де ρ – густина рідини).

Для багатьох рідин, які називають ньютонівськими, коефіцієнт μ є константою речовини і залежить від температури й тиску, але не від умов деформування. У той же час для полімерних систем співвідношення $\tau/\dot{\gamma}$ може залежати від швидкості та напружень зсуву, а також від попередньої історії системи. У цих випадках залежність $\mu = f(\tau/\dot{\gamma})$ називають ефективною в'язкістю.

В умовах, коли з'являється аномалія в'язкості, режими сталої зсувної течії описують функцією $f(\tau/\dot{\gamma})=0$, графічне зображення якої називають кривою течії. Досить часто дослідні дані подають також у вигляді залежностей $\tau = f(\dot{\gamma})$ або $\mu = f(\tau)$ (рис. 1).

Найбільшого поширення для математичного описання кривої плинності (течії) в інженерній практиці отримало степеневе рівняння:

$$\tau = K \dot{\gamma}^n, \quad (2)$$

де n – показник степеня, який характеризує ступінь неньютонівської поведінки і має назву індексу течії; K – коефіцієнт пропорційності, який називають коефіцієнтом консистенції (у певному діапазоні швидкостей зсуву він може називатися ефективною в'язкістю).

Величина показника степеня n визначається властивостями матеріалу. При інженерних розрахунках у вигляді першого наближення можна вважати також, що n не залежить від температури, якщо інтервал зміни температури не перевищує 30 °С.

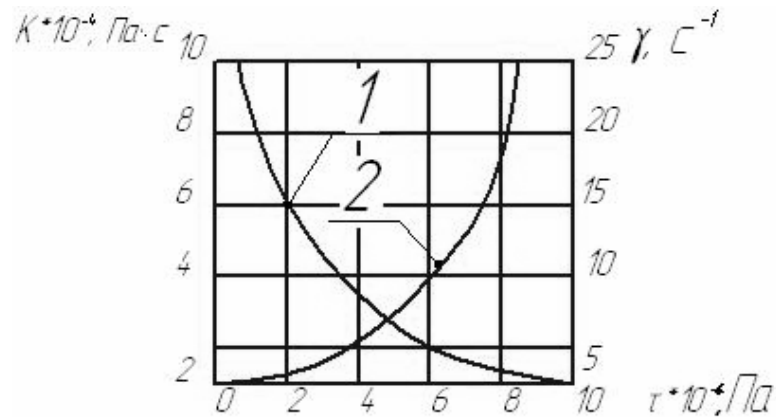


Рис. 1. Залежність ефективної в'язкості (1) та швидкості зсуву (2) від напружень зсуву.

Коли рівняння (2) прологарифмувати, то отримаємо вираз

$$\ln(\tau) = \ln(K) + n \ln(\dot{\gamma}). \quad (3)$$

Це рівняння прямої у логарифмічній системі координат (рис.2):

$$y = a + nx, \quad (4)$$

де n – тангенс кута нахилу прямої до осі абсцис; a – відрізок між точкою перетину прямої з віссю ординат при $x=0$.

Індекс течії тоді знаходять за залежністю

$$n = \operatorname{tg}(a) = \frac{\Delta \ln(\tau)}{\Delta \ln(\dot{\gamma})}. \quad (5)$$

Для отримання значення K потрібно взяти антилогарифм від величини a :

$$K = e^a. \quad (6)$$

Коефіцієнт K можна також знайти, використовуючи дослідні дані, за залежністю

$$K = \frac{\tau}{\dot{\gamma}^n}. \quad (7)$$

За кривою течії може бути кількісно оцінено ступінь відхилення поведінки досліджуваного матеріалу від ньютонівської: тангенс кута нахилу кривої течії до горизонталі в логарифмічній системі координат для ньютонівських рідин дорівнює одиниці, а для неньютонівських – менше (псевдопластичні рідини) або більше (дилатантні рідини) одиниці. Розплави полімерів зазвичай є псевдопластичними рідинами.

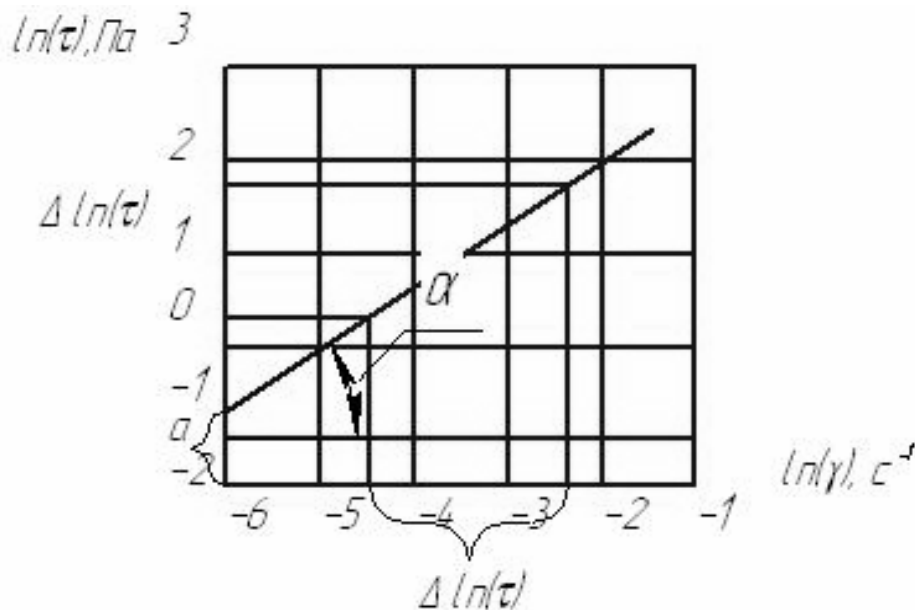


Рис. 2. Крива плинності.

Коефіцієнт консистенції K є функцією температури. Для різних температур взаємозв'язок між коефіцієнтами консистенції може бути поданий у вигляді

$$K e^{-\beta}, \quad (8)$$

де β – температурний коефіцієнт.

Для визначення числового значення β необхідно побудувати криві течії розплаву досліджуваного матеріалу за двох значень температури T_2 і T_1 . Знайшовши значення K_2 і K_1 коефіцієнт β можна визначити, прологарифмувавши рівняння (8):

$$\beta = -\frac{T_1}{(T_2 - T_1)} \ln\left(\frac{K_2}{K_1}\right), \quad (9)$$

де K_2 і K_1 – коефіцієнти відповідно при температурі T_2 і T_1 .

Однією з найважливіших характеристик процесу переробки полімерів

у робочих органах переробних машин є також показник плинності розплавів термопластів (ППР), який для полімерних композицій має вигляд однієї точки на кривій течії. Ця точка характеризується напруженням зсуву, нормованим для кожного матеріалу, і відповідним градієнтом швидкості, величина якого залежить від кількості розплаву, що витікає.

Величина ППР дає можливість зробити висновок про практичне призначення того чи іншого полімеру. Наприклад, якщо ППР лежить у межах 003...012 г/(10 хв.), то такий полімер найбільш придатний для виготовлення труб, 012...022 г/(10 хв.) – для виготовлення плівки, 035...040 г/(10 хв.) – для лиття під тиском і т.ін.

3. ОПИС ДОСЛІДНОГО ОБЛАДНАННЯ

Реологічні властивості розплавів полімерів досліджуються на капілярному віскозиметрі типу ИРТ-3 в діапазоні швидкостей зсуву $\dot{\gamma}=10\dots1000\text{ с}^{-1}$.

Технічна характеристика приладу ИРТ-3:

1. Розміри робочого комплексу деталей, мм
 - діаметр каналу $9,54\pm 0,016$ мм;
 - діаметр поршня $9,48\pm 0,010$ мм;
 - сопло 1 – внутрішній діаметр $d_1=2,035\pm 0,005$ мм; довжина $L_1=8,0\pm 0,025$ мм;
 - сопло 2 – внутрішній діаметр $d_2=1,180\pm 0,015$ мм; довжина $L_2=8,0\pm 0,025$ мм.

2. Набір вантажів: 0,96; 1,62; 3,8; 5,0 і 6,5 кг, а також поршень з тримачем масою 1,2 кг.

3. Межі регулювання робочої температури $100\dots300\text{ }^\circ\text{C}\pm 0,5\text{ }^\circ\text{C}$.

Принцип дії приладу базується на вимірюванні об'ємної продуктивності розплаву крізь каліброване сопло за різних фіксованих значень тиску та температури. Прилад складається з двох блоків: вимірювального пристрою та автоматичного регулятора температури.

Вимірювальний пристрій (рис. 3) призначений для нагрівання і видавлювання матеріалу та для проведення замірів продуктивності. На опорній плиті 1 кріпиться колона 2, у верхній частині якої закріплено кронштейн 3, а в нижній – вимірювальна головка 9. На вільному кінці кронштейна 3 змонтовано видавлювальний пристрій, який складається з гвинта 5 і штурвала 4. При обертанні штурвала гвинт рухається поступально.

Видавлювання матеріалу забезпечується поршнем з тримачем вантажів 8, на якому розташовують вантажі 7 необхідної маси.

Продуктивність видавлюваного крізь сопло матеріалу знаходиться вимірюванням переміщення поршня індикатором годинникового типу 6, а час видавлювання – секундоміром. У вимірювальний комплект також входять

мідні поршні для трамбування матеріалу та очищення каналу, ртутний скляний термометр, рівень для установки приладу у вертикальне положення.

Вимірвальну головку 1 у розрізі показано на рис. 4.

Циліндр 4 з випробувальним каналом розташований у мідному корпусі 12 і утримується в ньому за рахунок конусності. У нижній частині каналу знаходиться змінне вимірвальне каліброване сопло (капіляр) 11, яке утримується затвором 13. За допомогою ексцентрика 10 затвор 13 переміщують, звільняючи сопло. Прогрів каналу до необхідної температури забезпечується електронагрівником 7, а контроль температури – термометром опору 8. Захисний екран 16, шайби 9 і 19 служать для зменшення втрат теплоти. Корпус з нагрівником і захисним екраном закріплений між пластинами 14 і 20 гвинтовими стяжками. Теплова ізоляція забезпечується накладками 1, 6, 15 і скловатою 17, розташованою в корпусі головки 21.

Температура в каналі регулюється автоматичним регулятором температури, змонтованим в окремому корпусі.

4. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ОСНОВНІ ВИМІРЮВАННЯ

1. Підготувати прилад для дослідів. Перевірити вертикальність вимірального каналу, поставивши рівень у циліндр 4 виміральної головки (рис.4). При необхідності гвинтами опорної плити поставити канал вертикально (рис. 3). Встановити за датчиком необхідну температуру. Протерти поверхню вимірального каналу м'якою ганчіркою. Ексцентриком 10 повернути затвор 13 і вставити в канал сопло 11 (рис.4). Перевірити за допомогою дзеркала 10 (рис.3.), чи не перекидає затвор отвір сопла.

2. Увімкнути прилад в мережу і прогріти його протягом 1 год. Температуру контролювати ртутним термометром, обережно ввівши його у вимірвальний канал. Коли покази термометра відрізняються від необхідної температури більше, ніж на $\pm 0,5$ °С, скорегувати температуру за допомогою коректора. Вимірювання починати після того, як задана температура зберігається без змін протягом 15 хв. До гвинта 5 (рис. 3) приєднати індикатор годинникового типу.

3. У вимірвальний канал завантажити досліджуваний матеріал і утрамбувати його, потім вставити поршень і через 2–3 хв. видавити зайвий полімер крізь сопло за допомогою видавлювального пристрою, поки нижня позначка (проточка) на поршні не буде знаходитися вище краю циліндра на 1...2 мм. Матеріал і поршень прогріти у виміральному каналі протягом 10 хв. Під час прогрівання матеріалу під диск тримача вантажів на вимірвальну головку поставити упор. Після прогрівання полімеру вийняти упор.

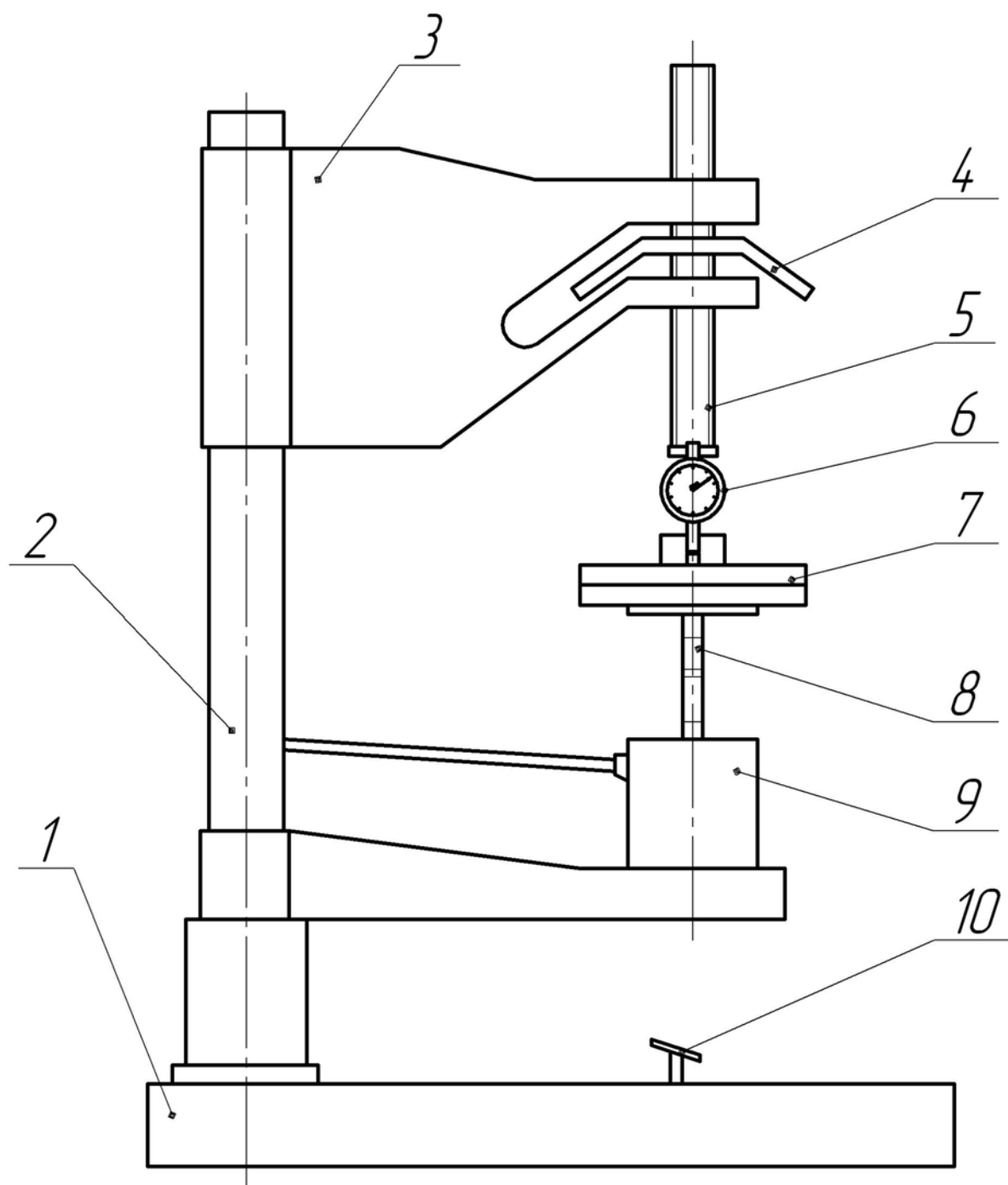


Рис. 3 Схема приладу для вимірювання в'язкості:

- 1 – опорна плита; 2 – стійка; 3 – кронштейн; 4 – штурвал;
 5 – гвинт; 6 – індикатор годинникового типу; 7 – вантаж;
 8 – поршень з тримачем; 9 – вимірювальна головка; 10 – дзеркало.

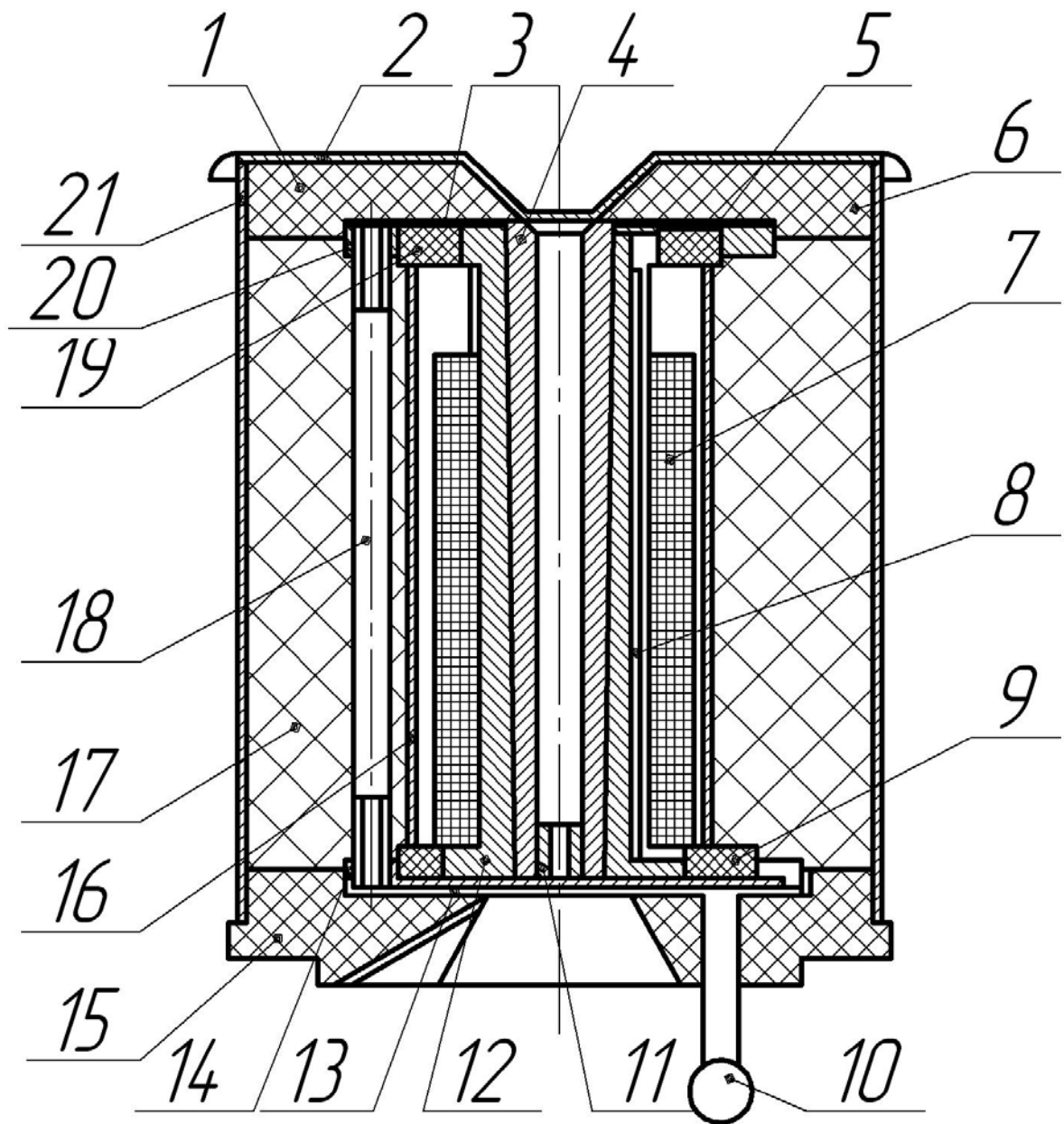


Рис. 4 Вимірювальна головка в розрізі:
 1, 6, 15 – накладки; 2 – кришка; 3– склотканина; 4 – циліндр;
 7 – нагрівник; 8 – термометр опору; 9, 19 – шайби; 10 – ексцентрик;
 11 – калібровані сопла; 12 – корпус вимірювального каналу;
 13 – затвор; 14, 20 – пластини; 6 – захисний екран; 17 – скловата;
 18 – гвинтова стяжка; 21 – корпус головки.

4. Поставити на тримач перший вантаж і підвести кінець вимірювального індикатора до поверхні вантажу. Під дією маси вантажів полімер буде видавлюватися крізь сопло. Тричі заміряти час t опускання поршня на 1 мм. Дослід можна вважати вдалим, коли поршень опускається рівномірно і час опускання поршня не відрізняється більше, ніж на 5 %.

5. Температуру полімеру T , кількість сопел, розміри капіляра (діаметр d і довжину L), масу вантажів M , час опускання t і довжину шляху поршня h занести в табл. 1.

6. Змінити масу вантажу і повторити досліди за пп. 4 і 5. Кількість вантажів і послідовність їх встановлення на тримач необхідно погодити з викладачем або лаборантом. Коли верхня позначка (проточка) на поршні торкнеться краю циліндра, вийняти сопло і залишки полімеру, прочистити вимірювальний канал і поршень, вставити сопло і продовжувати досліди, починаючи з п. 3.

7. Досліди повторити (за пп. 3...6) при тій же температурі, для капіляра того самого діаметра, але подвійної довжини, для чого перед завантаженням матеріалу розмістити у вимірювальному каналі два сопла. Досліди з подвійною довжиною сопла проводять для виключення впливу вхідних, вихідних і стабілізаційних ділянок.

8. Після цього прочистити дослідну установку, змінити температуру і повторити досліди за пп. 1...7.

9. Встановити температуру 190 °С (для поліетиленів), коли температура стабілізується, прогріти установку протягом 15 хв. Поставити сопло діаметром 2,035 мм. Засипати матеріал, встановити на упорі тримач з вантажем загальною масою 2,16 кг для поліетилену високого тиску, або 5,0 кг для поліетилену низького тиску і прогріти протягом 10 хв. Вилучити упор, видавити зайвий полімер (поки друга проточка знизу не доторкнеться циліндра).

10. Зрізати весь полімер, що витік із сопла до початку досліду, та одразу засікти час секундоміром, виходячи з таких даних:

- при індексі плинності в межах 0,2...0,5 час витікання полімеру 240 с;
- при індексі плинності в межах 0,5...1,0 час витікання полімеру 210 с;
- при індексі плинності в межах 1,0...3,5 час витікання полімеру 60 с;
- при індексі плинності в межах 3,6... 10,0 час витікання полімеру 20 с.

Після цього швидко відрізати шматок полімеру, що витік під час досліду, і покласти його на лист паперу, який пронумеровано відповідно до таблиці дослідів.

Провести 10...15 дослідів, після кожного заміру часу зрізуючи увесь полімер, що витік за даний проміжок часу.

Досліди проводити тільки між двома середніми проточками, інакше потрібно повторити завантаження віскозиметра матеріалом (п. 9).

Відрізані шматки полімеру зважити на аналітичних вагах.
Результати занести в табл. 4.

11. Очистити установку від залишків полімеру.

5. ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ

1. Підключення установки до мережі проводить лаборант або викладач.
2. При розвантаженні поршня одночасно знімати не більше одного вантажу.
3. Роботу виконувати строго по інструкції.
4. При виконанні роботи бути уважним – деталі, які знаходилися у вимірювальному циліндрі, мають високу температуру. При очищенні сопла та поршня користуватися м'якою ганчіркою, складеного у 4–6 шарів.

6. ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ

1. Розрахувати тиск P у вимірювальному каналі:

$$P = \frac{Mg}{F}, \quad (10)$$

де M – маса вантажів, кг; $g=9.81$ м/с²; F – площа поршня, м².

2. Знайти об'ємну продуктивність Q розплаву крізь капіляр по залежності:

$$Q = \frac{Fg}{\tau}, \quad (11)$$

3. Величина тиску P при сталій течії в капілярі довжиною L складається з витрат тиску по довжині капіляра P_L і місцевих втрат тиску P_M на вході в капіляр, на виході з капіляра та на стабілізаційних ділянках:

$$P = P_L + P_M. \quad (12)$$

Втрати тиску P_M не залежать від довжини капіляра і для капілярів різної довжини будуть однакові. Втрати тиску по довжині капіляра пропорційні його довжині.

Для виключення місцевих втрат проводять досліди з капілярами однакового діаметра і різної довжини:

для капіляра довжиною $L_1=8$ мм величина P_{L1} матиме значення:

$$P_1 = P_{L1} + P_M, \quad (13)$$

а для капіляра довжиною $L_2=16$ мм:

$$P_2 = P_{L2} + P_M. \quad (14)$$

Тоді зменшення тиску по довжині каналу P_L становитиме

$$P_L = P_2 - P_1. \quad (15)$$

Для знаходження P_L будемо графіки $Q_1 = f(P_1)$ і $Q_2 = f(P_2)$ (рис. 5). Проводимо лінії постійних об'ємних продуктивностей $Q_i = \text{const}$ і знаходимо відповідні значення за залежністю (15).

4. Напруження зсуву знаходять за залежністю

$$\tau_R = \frac{P_L}{4L}, \quad (16)$$

де L – довжина сопла, м; d – діаметр сопла, м.

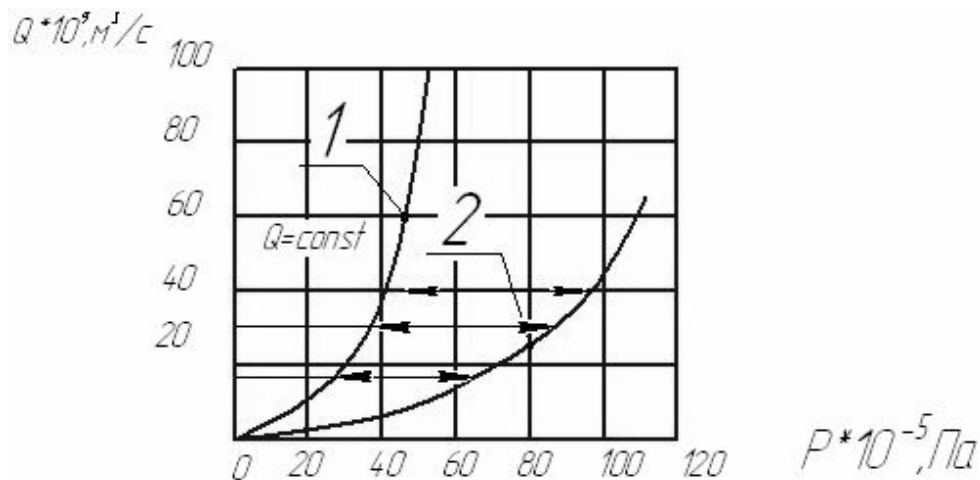


Рис. 5. Обробка результатів вимірів:

1 – крива, побудована для залежності $Q_1 = f(P_1)$ при температурі T_1 ;

2 – крива, побудована для залежності $Q_2 = f(P_2)$ при температурі T_1 .

5. Швидкість зсуву знаходимо з виразу

$$\dot{\gamma}_R = \left(\frac{3n+1}{n} \right) \frac{8Q_i}{\pi d^2}, \quad (17)$$

де Q_i – об'ємна продуктивність полімеру взята, з графіка (рис. 5) для відповідних значень P_{Li} .

Оскільки величина n не відома, то знаходимо спочатку швидкість зсуву для ньютонівської рідини, тобто при $n=1$, за залежністю:

$$\dot{\gamma} = \frac{8Q_i}{\pi d^2}, \quad (18)$$

Після цього знаходимо показник степеня n як тангенс кута нахилу

прямої до осі ординат (5) і перераховуємо значення градієнта швидкості зсуву для розплаву полімеру за залежністю (17). Далі будуюмо на одній сітці координат залежності $\ln(\tau_R)=f(\ln(\gamma))$, $\ln(\tau_R)=f(\ln(\gamma_R))$.

6. Коефіцієнт консистенції K можна знайти, використавши залежність $\ln(\tau_R)=f(\ln(\gamma))$, (приклад на рис. 2), чи визначити за залежністю (6) або (7).

Величини K і n також можна визначити, використавши метод найменших квадратів.

7. Знаходимо температурний коефіцієнт β за залежністю (9).

8. Усі результати заносимо в табл. 2 і 3.

Таблиця 1. Результати вимірів

№ п/п	Температура полімеру T , К	Кількість сопел, n	Маса вантажів, M , кг	Час витікання, t , с	Висота опускання поршня, $h \cdot 10^6$, м	Примітки
1	2	3	4	5	6	7

Таблиця 3. Результати розрахунків

№ п/п	$T_K,$ К	$P_L,$ Па	τ_R	$\ln\tau_R$	$Q,$ $\text{м}^3/\text{с}\cdot 10^6$	$\dot{\gamma},$ с^{-1}	$\ln\dot{\gamma}$	n	$\dot{\gamma},$ с^{-1}	$K,$ $\text{Па}\cdot\text{с}^n$	β
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

9. Записуємо реологічні рівняння у вигляді

$$\tau = K_1 e^{-\beta \frac{T-T_1}{T_1-273}} \dot{\gamma}^n \quad (19)$$

або

$$\tau = K_2 e^{-\beta \frac{T-T_2}{T_2-273}} \dot{\gamma}^n, \quad (20)$$

підставляючи отримані з досліду K, T .

10. Знаходимо ППР за залежністю

$$I = \frac{600G}{t}. \quad (21)$$

Результати заносимо в табл. 4.

Таблиця 4. Результати замірів та розрахунків ПТР

№ п/п	Маса полімеру, що витік, G , г	Час, с	ППР
1	2	3	4

11. Проводимо аналіз отриманих результатів.

7. ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. Проаналізуйте поняття неньютонівська рідина.
2. Обґрунтуйте методику визначення величини K .
3. Обґрунтуйте методику визначення величини n .
4. Проаналізуйте поняття «показник плинності розплаву».
5. Обґрунтуйте необхідність у капілярному віскозиметрі двох капілярів.

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Теплофизические и реологические характеристики полимеров : справочник / под ред. Ю. С. Липатова. — К. : Наук. думка, 1977. — 244 с.
2. Пахаренко В. А. Наполненные термопласты : справочник / В. А. Пахаренко, В. Г. Зверлин, Е. М. Кириенко ; под общ. ред. акад. Ю. С. Липатова. — К. : Техніка, 1986. — 182 с.
3. Виноградов Г. В. Реология полимеров / Г. В. Виноградов, А. Я. Малкин. — М. : Химия, 1977. — 440 с.