

Adaptacija viskoelastičnega relaksometra

Adaptation of Viscoelastic Relaxometer

A. Kralj¹, I. Emri, Center za eksperimentalno mehaniko, Ljubljana
N.W. Tschoegl, California Institute of Technology, Pasadena, California

Prejem rokopisa - received: 1995-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-01-22

Mehanske lastnosti polimernih in kompozitnih materialov na njihovi osnovi so zelo odvisne od temperature in tlaka. V prispevku je predstavljena merilna naprava, ki omogoča spremljanje hkratnega vpliva obeh veličin na strižni relaksacijski modul. Predstavljeni so tudi rezultati preliminarnih meritev na vzorcih iz naravne gume.

Ključne besede: polimeri, relaksacija, relaksometer

Mechanical properties of polymers and polymer based composites are significantly influenced by temperature and pressure. This paper presents an apparatus for simultaneous measurements of shear relaxation modulus under combined influence of pressure and temperature. The results on preliminary measurements on the specimens from natural rubber are also presented.

Key words: polymers, relaxation, relaxometer

1 Uvod

Mehanske in druge fizikalne lastnosti materialov na osnovi polimerov se lahko znatno spremenijo s časom, in to lahko resno vpliva na njihove mehanske lastnosti. Časovna odvisnost polimernega materiala je pod močnim vplivom njegove temperature in tlačne obremenitvene zgodovine, ki ji je bil izpostavljen med postopkom izdelave npr. brizganjem, ekstrudiranjem, ipd., še posebej pa ob koncu. To je še posebej značilno za termoplastične smole.

Temperaturno odvisno vedenje polimerov je danes relativno dobro raziskano, malo pa je znanega o vplivu tlaka. Znano je¹⁻⁷, da je v principu učinek naraščajočega tlaka ekvivalenten učinku padajoče temperature. Na **sliki 1** je shematično prikazan vpliv tlaka in temperature na strižni modul polimernega materiala. Povišanje atmosferskega tlaka ima na material podoben učinek kot znižanje temperature.

Pred leti so ta pojav podrobno raziskovali Fillers in Tschoegl³ ter Moonan in Tschoegl⁵. Njihovo delo je bilo omejeno na elastomerne materiale. Danes tako ni na voljo skoraj nobenih podatkov o vedenju neelastomernih materialov pod vplivom hidrostatičnega tlaka. Znano pa je vendarle, da hitre spremembe tlaka, podobno kot hitre spremembe temperature, zapustijo majhne "zaostale" spremembe volumna, ki jih spremljajo precejšnje spremembe mehanskih in drugih fizikalnih lastnosti materiala (Kovacs⁴, Struik⁶, Sullivan⁷). Ta pojav, ki je znan pod imenom fizikalno staranje, je pri uporabi polimernih materialov v konstrukcijske namene izjemnega pomena.

Nepravilno izbrani tehnološki postopek (recimo preveč hitra sprememba temperature ali tlaka) lahko pozneje med eksploatacijo povzroči nezaželeno krivljenje izdelka, razpoke in celo njegovo porušitev.

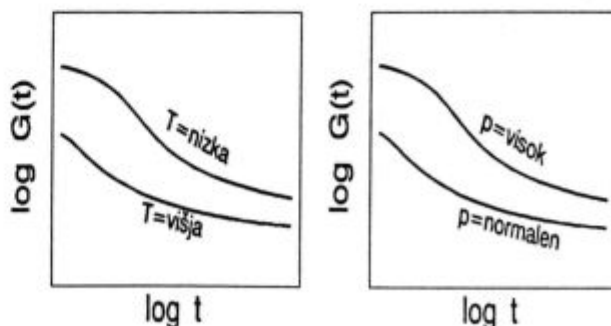
Zanimivo je, da pride do teh pojavov tudi, če izdelek ni mehansko obremenjen.

V prispevku je predstavljena merilna naprava za analizo hkratnega vpliva temperature in tlaka na mehanske lastnosti konstrukcijskih polimerov, ki ga bomo v nadaljevanju imenovali *relaksometer*. Ta nam bo omogočal tudi simulacijo temperaturno-tlačnih razmer, ki se pojavijo v fazi predelave polimernih materialov in s tem njihovo optimizacijo. Projekt predstavlja nadaljevanje raziskav, ki jih je eden izmed avtorjev (N. W. Tschoegl¹) izvajal na elastomernih materialih.

2 Relaksometer

Pri razvoju relaksometra nam je za osnovo rabila naprava, ki jo je pred leti razvil eden izmed avtorjev prispevka¹. Naprava je sestavljena iz treh komponent: a) visokotlačne posode s sistemom za ustvarjanje tlaka, b) izotermalne komore in c) mehanizma za merjenje strižnega modula relaksacije $G(t)$.

$G(t)$ se izkaže kot najprimernejša materialna funkcija za analizo vpliva tlaka in temperature na mehanske lastnosti polimernih materialov. Izračunamo jo namreč iz



Slika 1: Vpliv temperature in tlaka na strižni modul $G(t)$ polimernega materiala

Figure 1: Temperature and pressure influence on the shear relaxation modulus $G(t)$ of a polymeric material

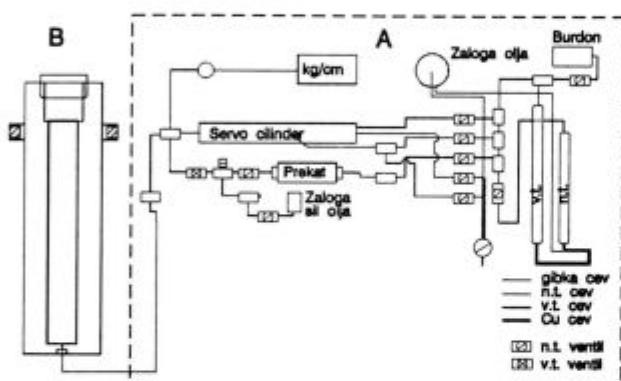
¹ Aleš KRALJ, dipl.inž.stroj.
Center za eksperimentalno mehaniko
1000 Ljubljana, Cesta na Brdo 49

odziva materiala na koračno spremembo strižne obremenitve, ki v območju majhnih (teoretično infinitezimalnih) obremenitev ne povzroči spremembe volumna, ki bi v nasprotnem primeru lahko interferirala s spremembo volumna, ki jo povzročita tlak in temperatura.

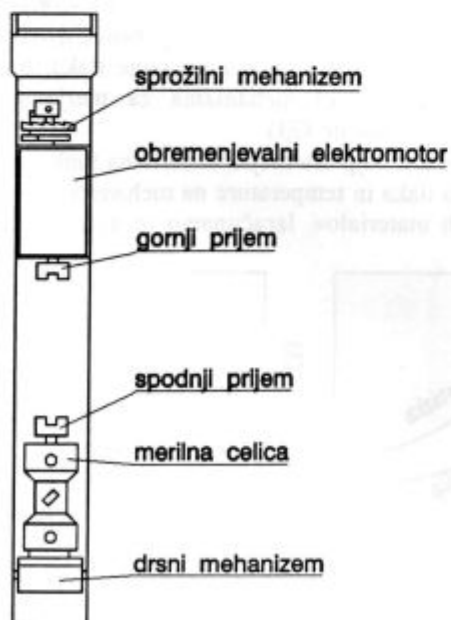
2.1 Sistem za ustvarjanje tlaka

Sistem za ustvarjanje tlaka je shematično prikazan na **sliki 2**.

Sestavljajo ga visokotlačna posoda **B** in sistem za ustvarjanje tlaka **A**. Podrobni opis obeh delov je predstavljen v posebnem poročilu⁸. Visokotlačna posoda je dimenzionirana do 1000 MPa. Za ustvarjanje tlaka je uporabljeno silikonsko olje, katerega viskoznost se pri teh pritiskih bistveno ne spremeni. Zelo pomembno je tudi, da olje pri teh tlakih ne penetrira v preizkušaneec.



Slika 2: Visokotlačna posoda - B s sistemom za ustvarjanje tlaka - A
Figure 2: Pressure chamber B, with the system for pressurization A



Slika 3: Naprava za merjenje strižnega modula relaksacije $G(t)$
Figure 3: Apparatus for measuring shear relaxation modulus $G(t)$

2.2 Naprava za merjenje strižnega modula relaksacije $G(t)$

Preizkušaneec je vstavljen v posebno napravo, ki omogoča njegovo koračno obremenitev v obliki deformacije in spremljanje spreminjanja torzijskega momenta. Naprava, ki je shematično prikazana na **sliki 3**, je med meritvijo skupaj s preizkušancem nameščena v visokotlačni posodi. Obremenitev preizkušaneca izvedemo s sprožilnim mehanizmom in enosmernim elektromotorjem. Sprožilni mehanizem je vrsta poševnih zob, v katere se zatakne zatič in tako po izklopu obremenitvenega elektromotorja zagotovi trajni zasuk vzorca. Na zobeh je mogoče mehansko omejiti zasuk na poljubnega od petih možnih kotov med 2 in 15°.

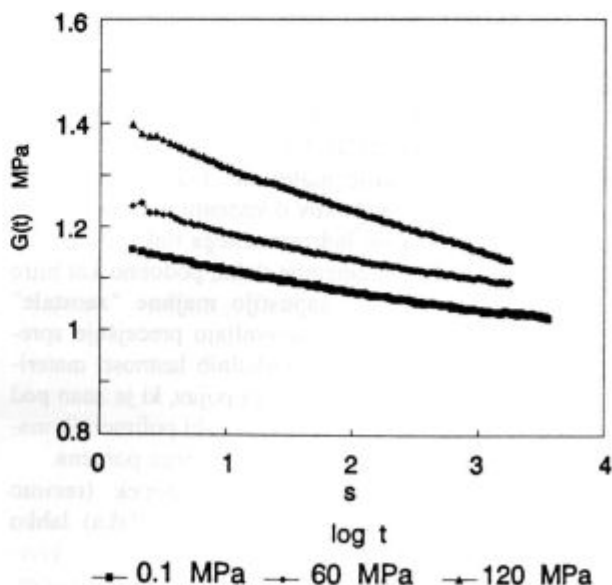
Spreminjanje torzijskega momenta v odvisnosti od časa zaznava merilna celica, ki je na spodnjem delu naprave. Razbremenitev preizkušaneca lahko izvedemo s pomočjo odbojnega magnetnega polja, ki dvigne permanentni magnet pritrjen na zatič in ga tako izvleče iz zoba. Tako lahko z vzvratnim delovanjem motorja postavimo zasuk vzorca v izhodišče. To nam omogoča, da napravo resetiramo brez odpiranja tlačne posode.

2.3 Izotermalna komora

Tretji del merilne naprave predstavlja termostatisirana kopel, v katero je potopljena celotna tlačna posoda. Izotermalna komora je zaenkrat v razvoju. Komora bo zagotavljala konstantno temperaturo v območju od -40 do +120°C z natančnostjo 0,01°C.

3 Preliminarne meritve

Merilno napravo smo preizkusili z meritvijo na vzorcu iz naravne gume pri sobni temperaturi (24°C).



Slika 4: Preliminarna meritve $G(t)$ vzorca iz naravne gume izmer: ϕ 10,4 x 58 mm
Figure 4: Preliminary measurement of $G(t)$ on a natural rubber sample with dimensions: ϕ 10.4 x 58 mm

Na **sliki 4** so prikazani rezultati meritev pod tlaki (od spodaj navzgor): $p=p_{atm}$, $p=60$ MPa in $p=120$ MPa. Vsaka izmerjena vrednost predstavlja povprečje 100 odčitkov znotraj desetinke sekunde (frekvenca odčitavanja je bila torej 1kHz). Prikazani rezultati jasno prikazujejo analogijo med vplivom tlaka in temperature na mehansko vedenje polimernih materialov. Višji tlaki imajo podoben učinek kot znižanje temperature, t.j., strižni modul materiala se poveča. Vse tri krivulje, prikazane na **sliki 4** prikazujejo v bistvu različne odseke sumarne relaksacijske krivulje.

4 Diskusija in sklep

Merilna naprava zaenkrat omogoča meritve do 200 MPa. Pri višjih tlakih se je pojavil problem tesnjenja na zamenljivem tesnilu, skozi katerega so iz visokotlačne posode speljani električni kabli, ki povezujejo merilnik torzijskega momenta z ojačevalnikom in računalnikom. Za doseganje višjih tlakov bo ta del potrebno rekonstruirati. Manjši problemi so se pojavili tudi pri vpenjanju vzorcev, kar je bilo uspešno rešeno z novo konstrukcijo vpenjal.

V naslednji fazi bo naprava dopolnjena z izotermalno komoro, kar bo omogočilo študij hkratnega vpliva temperature in povišanega tlaka. Poleg osnovnih raziskav na področju matematičnega modeliranja napetostno-deformacijskih zvez v nelinearnem področju so take meritve potrebne tudi za optimizacijo tehnoloških postopkov brizganja in ekstruzije.

5 Literatura

- ¹N. W. Tschoegl, The Effect of Pressure on Mechanical Properties of Polymers - *Final Report - Part 1*, 1984
- ²J. D. Ferry, *Viscoelastic properties of polymers*, New York, John Wiley, 1980
- ³R. W. Fillers & N. W. Tschoegl, The effect of pressure on the mechanical properties of polymers, *Trans. Soc. Rheol.*, 1977, 21, 51-100
- ⁴A. J. Kovacs, Transition vitreuse dans les polymeres amorphes. Etude phenomenologique. *Adv. Polymer Science*, 1964, 3, 394-507
- ⁵W. K. Moonan & N. W. Tschoegl, The effect of pressure on the mechanical properties of polymers. *Macromolecules*, 1983, 16, 55
- ⁶L. C. E. Struik, *Physical aging in amorphous polymers and other materials*, Elsevier Amsterdam, 1978
- ⁷J. L. Sullivan, Creep and physical aging of composites, *Comp. Sci. Tech.*, 1990, 39, 207-232
- ⁸A. Kralj, Zbiranje podatkov iz relaksometra, Center za eksperimentalno mehaniko, TR-8-95, Ljubljana, 1995