

TWORZYWA SZTUCZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Polipropylen Metody badań	6360-02
		Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań polipropylenu (Malenu P).

1.2. Rodzaje i zakres stosowania metod — wg tabl. 1.

2. METODY BADAŃ

2.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych należy wykonać wzrokowo.

2.2. Oznaczanie wskaźnika szybkości płynięcia wykonać wg PN-73/C-89069, warunki oznaczania: tablica, $n=12$, z uwzględnieniem następujących zmian:

— p. 2.5.1, wiersz 4 — bezpośrednio przed wprowadzeniem próbki należy cylinder przedmuchać azotem,

— p. 2.5.2, wiersz 11 ÷ 14 — do obliczeń należy brać masę tylko pierwszej wytłoczki odciętej po 6 min od załadowania próbki. Po ostygnięciu odcinek tworzywa należy zważyć z dokładnością do $\pm 0,001$ g i wyliczyć średnią masę z co najmniej dwóch odcinków otrzymanych z dwóch niezależnych pomiarów.

2.3. Oznaczanie długości przepływu spiralnego

2.3.1. Zasada metody. Długość przepływu spiralnego wyznacza się w ściśle określonych warunkach formowania wtryskowego, stosując odpowiednią formę spiralną.

2.3.2. Aparatura i przyrządy

- a) Wtryskarka o następujących parametrach
- średnica ślimaka 32 mm,
 - objętość wtrysku 84 cm³,
 - siła domykania formy około 0,5 MN.

Własności	Metoda	Zakres stosowania	Metody badań wg
Wymagania ogólne	wizualna	—	2.1
Wskaźnik szybkości płynięcia	wytłaczania	0,15 ÷ 25 g/10 min	2.2
Długość przepływu spiralnego	formowania wtryskowego	Malen P wtryskowy	2.3
Zawartość składników lotnych	wagowa	powyżej 0,005%	2.4
Granica plastyczności przy rozciąganiu	wytrzymałościowa	—	2.5
Temperatura kruchości	termomechaniczna	Malen P Kopolimer	2.6
Udarność z karbem	wytrzymałościowa	Malen P wtryskowy i do wytłaczania	2.7
Temperatura mięknięcia	termomechaniczna	—	2.8
Wskaźnik izotaktyczności	ekstrakcyjna	80 ÷ 100%	2.9

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA
 dnia 10 listopada 1977 r. jako norma obowiązująca
 od dnia 1 lipca 1978 r. (Dz. Norm. i Miar nr 3/1978 poz. 18)

b) Forma: spirala Archimedesowa o zwojach przeciwnych do ruchu wskazówek zegara, przekroju półkolistym, promieniu 2,4 mm z wlewem normalnym bezpośrednim. Kanał wlewowy stożkowy o długości kanału 38 mm, średnicy maksymalnej 5,75 mm i średnicy minimalnej 2,45 mm.

c) Forma pomocnicza: spirala Archimedesowa o zwojach przeciwnych do ruchu wskazówek zegara, przekroju półkolistym, promieniu 2,4 mm, z podziałką o działce elementarnej co 0,2 cm.

d) Termometr termoelektryczny o zakresie $250 \div 270^\circ\text{C}$ z działką elementarną co 2°C .

2.3.3. Parametry formowania

a) Temperatura polimeru w ustniku wtryskarki $260 \pm 5^\circ\text{C}$.

b) Cykl formowania:

- czas zasilania 5 s,
- czas wtrysku 5 s,
- czas chłodzenia 10 s,
- czas pośredni 5 s.

c) Temperatura wody chłodzącej formę $50 \pm 2^\circ\text{C}$.

d) Obroty ślimaka około 80 obr/min.

e) Ciśnienie wtrysku 98,0 MPa.

f) Ciśnienie dociskowe wtrysku 78,4 MPa.

g) Przesuw dozujący próbkę 40 mm.

Parametry wtrysku zostały ustalone przy użyciu wtryskarki firmy Toshiba Machine Co, Ltd Japonia model IS50A.

2.3.4. Wykonanie oznaczania. Wykonać z polimeru 60 sztuk spiral zgodnie z instrukcją obsługi wtryskarki, zachowując parametry formowania wg 2.3.3. Po zakończeniu formowania zmierzyć temperaturę polimeru wyciśniętego z ustnika wtryskarki przed formą. Pomiar temperatury wykonać kilkakrotnie, zanurzając termoelement w środek stopionego polimeru. Temperaturę polimeru obliczyć jako średnią arytmetyczną wyników 5 pomiarów, po odrzuceniu wyników najniższych.

Odrzucić pierwszych 50 spiral, 10 pozostałych spiral odstawić na 10 min w temperaturze pokojowej, a następnie odczytać długość każdej spirali z dokładnością do 0,1 cm za pomocą formy pomocniczej.

2.3.5. Obliczanie wyników. Jeżeli temperatura polimeru jest różna od 260°C , należy uwzględnić poprawkę k sprowadzającą pomiar do temperatury 260°C :

a) polimer o dużej płynności (długość przepływu spiralnego większa niż 65 cm)
 $k=0,4 \text{ cm}/1^\circ\text{C}$;

b) polimer średniej płynności (długość przepływu spiralnego 50—60 cm)
 $k=0,3 \text{ cm}/1^\circ\text{C}$;

c) polimer o niskiej płynności (długość przepływu spiralnego mniejsza niż 50 cm)
 $k=0,2 \text{ cm}/1^\circ\text{C}$.

Jeżeli temperatura polimeru jest wyższa od 260°C , wartość poprawki należy odjąć, jeżeli jest niższa od 260°C — dodać.

2.3.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników 10 pomiarów sprowadzonych do temperatury 260°C .

2.4. Oznaczanie zawartości składników lotnych

2.4.1. Aparatura i przyrządy

a) Suszarka próżniowa utrzymująca temperaturę $190 \pm 5^\circ\text{C}$ i ciśnienie do 13 hPa przy stałym dopływie azotu.

b) Tygiel platynowy lub kwarcowy wysoki, pojemności 100 cm³.

c) Szczypce długości około 250 mm.

2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do tygla platynowego, wyprażonego do stałej masy w piecu elektrycznym w temperaturze $750 \pm 25^\circ\text{C}$ lub w suszarce próżniowej w temperaturze $190 \pm 5^\circ\text{C}$ i zważonego z dokładnością do 0,0001 g, odważyć 2 g próbki z tą samą dokładnością.

Tygiel z zawartością suszyć w suszarce próżniowej, w atmosferze azotu przez 1 h w temperaturze $190 \pm 5^\circ\text{C}$ przy ciśnieniu do 13 hPa.

Zawartość składników lotnych (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

m_1 — masa wysuszonej pozostałości, g,

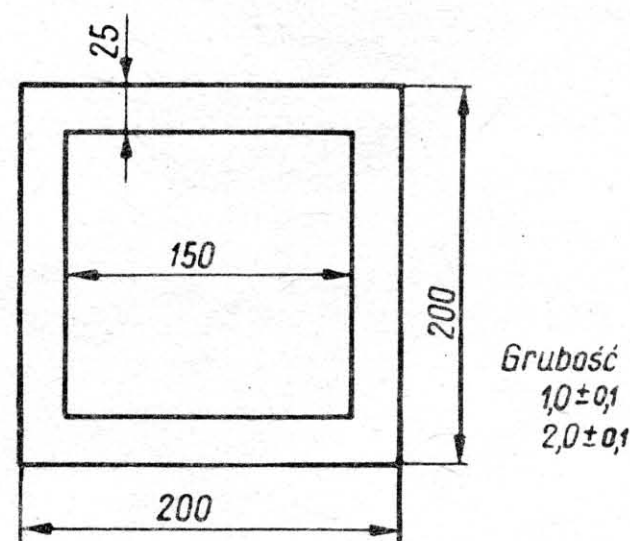
m — odważka badanej próbki, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 20% wyniku mniejszego.

2.5. Oznaczanie granicy plastyczności przy rozciąganiu

2.5.1. Przygotowanie próbek

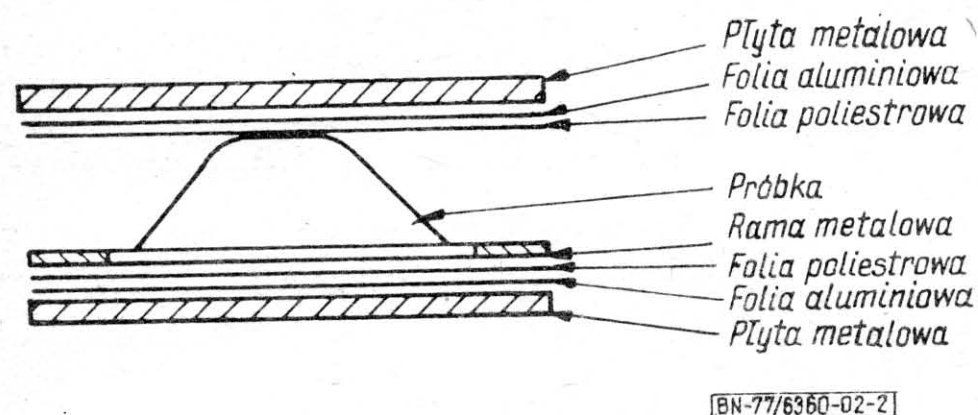
2.5.1.1. Prasowanie. Płytki do badań przygotowuje się metodą prasowania wg PN-62/C-89011 z następującymi uzupełnieniami:



BN-77/6360-02-1

Rys. 1

a) Forma składa się z 2 płyt o wymiarach $200 \times 200 \times 2$ mm oraz z ramki metalowej wg rys. 1. Jako przekładki stosuje się folię aluminiową o grubości 0,3 mm i folię poliestrową Estrofol o grubości 0,01 mm. Schemat zestawu do prasowania podano na rys. 2.



Rys. 2

b) W celu przygotowania płytki o wymiarach $150 \times 150 \times 1$ mm należy wziąć 23 g polimeru granulowanego, a w celu przygotowania płytki o wymiarach $150 \times 150 \times 2$ mm — 46 g.

c) Cykl prasowniczy składa się z następujących etapów:

— ogrzewanie wstępne na prasie gorącej o temperaturze $200 \pm 3^\circ\text{C}$ przy zamkniętych płytach, bez docisku — 6 min;

— odgazowanie próbki przez 3 ÷ 5-krotne przyłożenie ciśnienia do 1,0 MPa i zwalnianie docisku;

— stopniowe zwiększanie ciśnienia do 2,9 ÷ 3,9 MPa i ogrzewanie przy tym ciśnieniu przez 10 min;

— chłodzenie płyty na prasie zimnej (temperatura wody chłodzącej $27 \pm 3^\circ\text{C}$) przez 5 min pod ciśnieniem 14,7 MPa; płytę przenosi się z prasy gorącej na zimną za pomocą szczypiec tak, aby nie dopuścić do przesunięcia się warstw względem siebie; dopuszcza się chłodzenie płyty na prasie gorącej z zachowaniem podanych parametrów chłodzenia.

d) Tolerancja grubości płytek prasowanych powinna wynosić $\pm 0,1$ mm.

2.5.1.2. Klimatyzacja. Przed przystąpieniem do badań, płytki klimatyzuje się zgodnie z PN-79/C-89000 przez 48 ÷ 72 h w temperaturze $23 \pm 1^\circ\text{C}$, przy wilgotności otoczenia.

2.5.2. Wykonanie oznaczania należy wykonać wg PN-68/C-89034, stosując próbkę typu 1 i prędkość C.

2.6. Oznaczanie temperatury kruchości

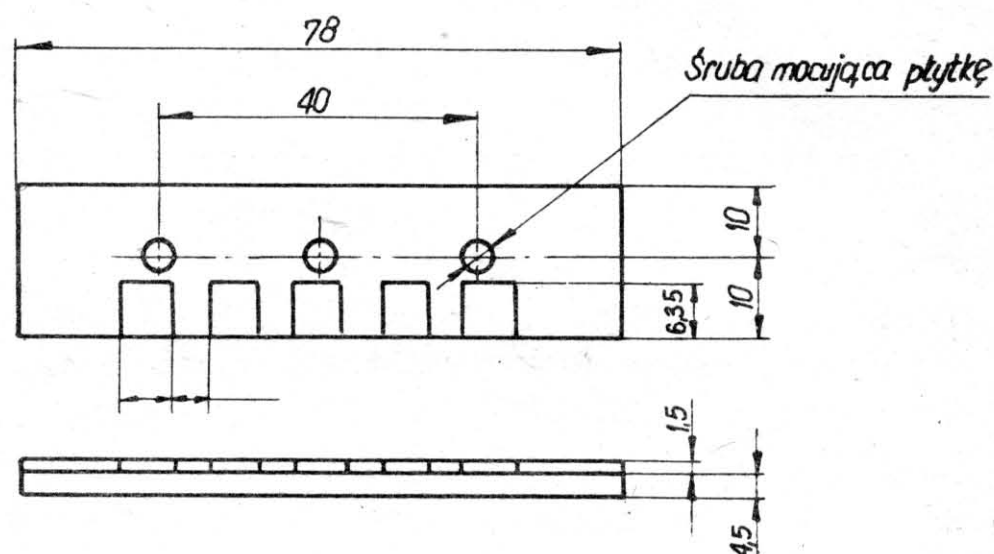
2.6.1. Zasada metody polega na wyznaczeniu temperatury, w której 50% kształtek ulegnie złamaniu pod wpływem uderzenia w określonych warunkach.

2.6.2. Aparatura i przyrządy

a) Aparat firmy Tester Sangyo Co Ltd do ba-

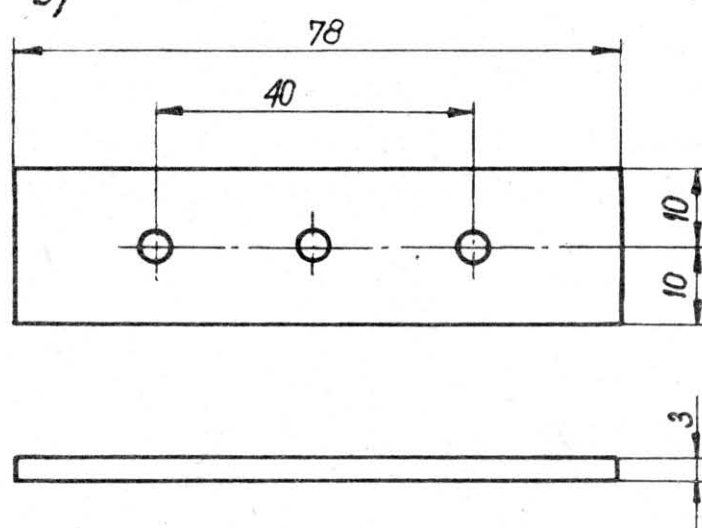
dania temperatury kruchości o prędkości uderzeniowej młota 230 ± 20 cm/s, promieniu ostrza młota 1,6 mm, wyposażony w uchwyt do próbek wg rys. 3.

a)



Płytki dociskające A

b)

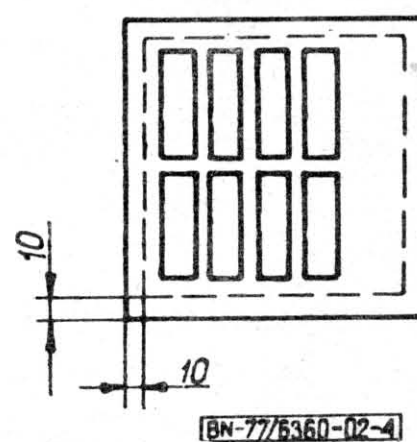


Płytki dociskające B

BN-77/6360-02-3

Rys. 3

b) Wycinarka kształtek z matrycą wg rys. 4.



Rys. 4

c) Termometr o zakresie od -70 do $+60^\circ\text{C}$ z działką elementarną co $0,5^\circ\text{C}$.

d) Stoper.

2.6.3. Odczynniki

a) Aceton techniczny lub denaturat.

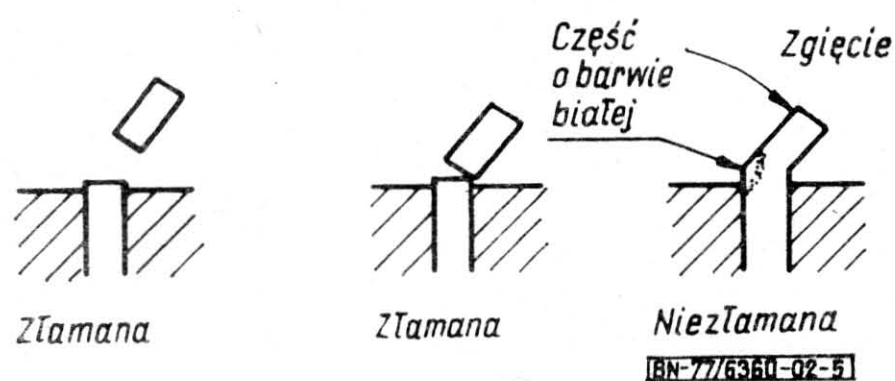
b) Stały dwutlenek węgla (suchy lód).

2.6.4. Przygotowanie próbek. Płytki do prób o grubości około 2 mm przygotować wg 2.5.1. Za pomocą wycinarki wyciąć z płyty, w odległości

co najmniej 10 mm od brzegu, kształtki o wymiarach $38 \pm 2 \times 6 \pm 0,2$ mm.

2.6.5. Wykonanie oznaczania. W uchwycie aparatu zamocować 5 kształtek. Kształtki powinny być mocno i pewnie osadzone, przy czym siła dociskająca kształtki powinna być stała.

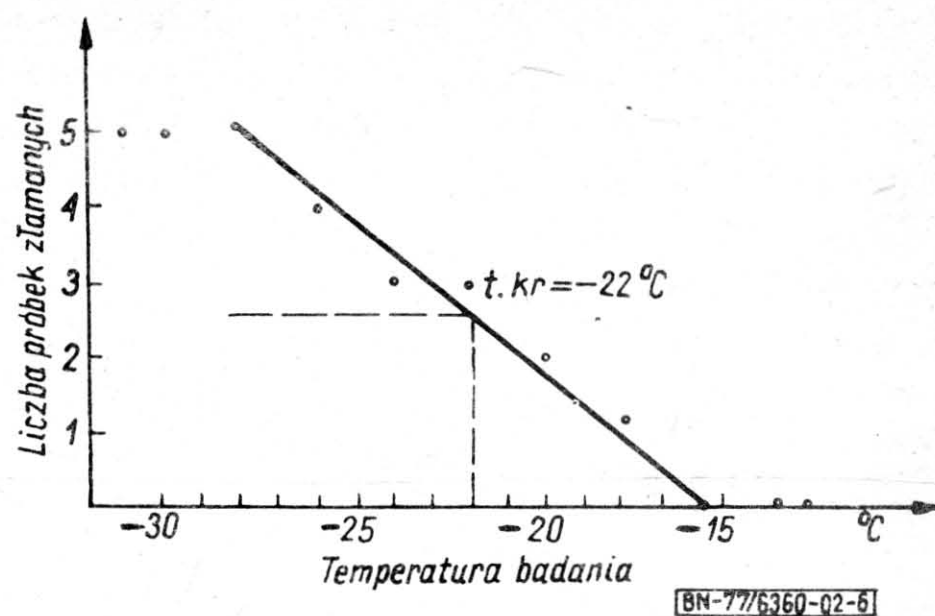
Łaźnię aparatu napęlnić acetonem dodając odpowiednią ilość sproszkowanego suchego lodu. Poziom acetonu w łaźni uregulować tak, aby przy każdej określonej temperaturze pomiaru był on stały (10 ÷ 20 mm od górnej krawędzi łaźni). Po ustaleniu się żądanej temperatury kąpieli, zamocować w aparacie uchwyt z kształtkami i zanurzyć w kąpieli kształtki wraz z uchwytem na $3,0 \pm 0,2$ min, po czym uruchomić młot udarowy. Następnie wyjąć kształtki, sprawdzić każdą z osobna i zarejestrować ilość kształtek złamanych. Jeżeli kształtka nie uległa całkowitemu złamaniu, należy ją wygiąć palcami o kąt 90° w tym samym kierunku, w którym ugięła się pod wpływem uderzenia. Jeżeli kształtka po zgięciu powraca do położenia pierwotnego, należy uznać, że nie uległa złamaniu. Na rys. 5 podano sposób określania, które próbki uległy lub nie uległy złamaniu.



Rys. 5

Badania należy przeprowadzić w 7 różnych temperaturach, zmieniając temperaturę co $2 \div 5^\circ\text{C}$. Zaleca się rozpoczynać badanie od przewidywanej temperatury, w której wszystkie kształtki ulegną złamaniu, a następnie stopniowo podwyższać temperaturę badania.

Na podstawie otrzymanych wyników sporządzić wykres zależności ilości złamanych kształtek od temperatury. Na rys. 6 podano przykładowe wyznaczenie temperatury kruchości.



Rys. 6

Temperaturę kruchości należy odczytać z wykresu jako temperaturę, w której 50% badanych kształtek ulegnie złamaniu.

2.7. Oznaczanie udarności z karbem wg Izoda

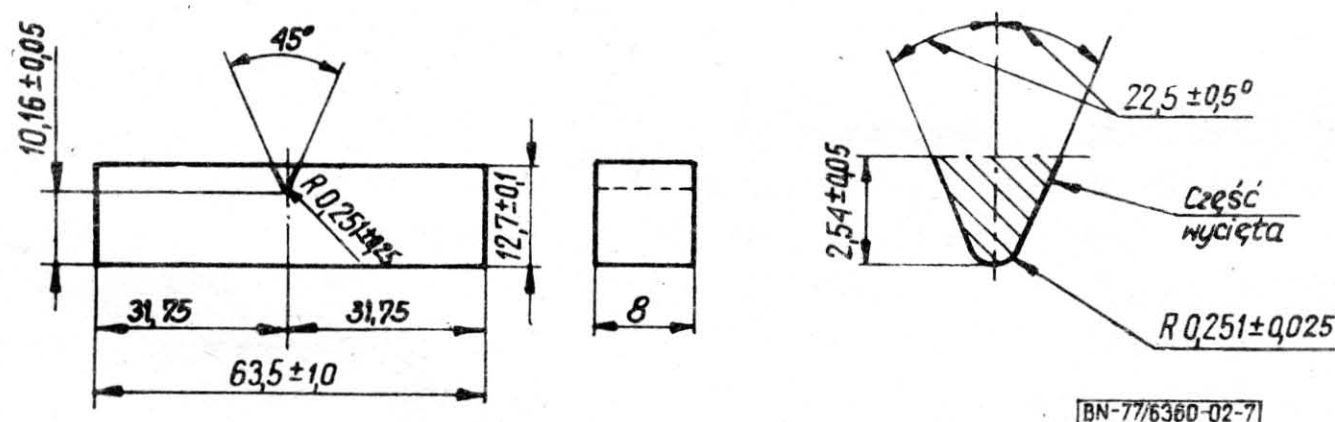
2.7.1. Zasada metody. Odpowiednio przygotowane kształtki z polimeru, z wyciętym karbem poddaje się uderzeniu wahadła udarowego na udarnościomierzu. Udarność określa się jako iloraz pracy potrzebnej do złamania kształtki do przekroju poprzecznego tej kształtki w miejscu złamania.

2.7.2. Aparatura i przyrządy

- Udarnościomierz Izoda o energii wahadła udarnościowego 4,1 J.
- Wycinarka karbów.
- Grubościomierz z dokładnością do 0,01 mm.
- Suwmiarka z dokładnością do 0,05 mm.
- Taśma klejąca.
- Wycinarka kształtek z matrycą.

2.7.3. Przygotowanie próbek. Płytki o grubości około 2 mm przygotować wg 2.5.1. Z płytek, w odległości 10 mm od brzegu, wyciąć kształtki o wymiarach $12,7 \pm 0,1 \times 63,5 \pm 1,0$ mm.

Zmierzyć grubość każdej kształtki w trzech miejscach wokół środka kształtki i zapisać grubość najmniejszą. Następnie złączyć 4 kształtki za pomocą taśmy klejącej, otrzymując w ten sposób próbkę o grubości około 8 mm. Tak przygotowaną próbkę zamocować w wycinarce karbów i wyciąć karb. Kształt i wymiary próbki i karbu podano na rys. 7.



Rys. 7

Zrzynki powstałe po wycięciu karbu usunąć żyłką. W opisany sposób przygotować 5 próbek z karbem.

2.7.4. Wykonanie oznaczania. Unieruchomić wahadło uderowe zaczepem i nastawić wskazówkę na zero. Zwolnić wahadło i zapisać kąt, który wskazuje wskazówka. Czynność tę powtórzyć trzykrotnie i obliczyć średnią wartość kąta α .

Próbkę przygotowaną wg 2.7.3 zamocować ciasno w środku udarnościomierza, tak aby powierzchnia z karbem znajdowała się dokładnie naprzeciw wahadła uderowego. Unieruchomić wahadło uderowe zaczepem i nastawić wskazówkę na zero.

Zwolnić wahadło w celu uderzenia próbki i zapisać kąt ($\beta_{n=1 \div 5}$), który wskazuje wskazówka.

Udarność z karbem (X_2) wg Izoda w kJ/m^2 obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{W \cdot R (\sin Q - \sin \varphi)}{d \cdot l} = 245,78 \frac{\sin Q - \sin \varphi}{d} \quad (2)$$

w którym:

W — wielkość stała dla danego udarnościomierza (ciężar wahadła w przypadku 4,1 J, $W = 15,155 \text{ N}$),

R — wielkość stała dla danego wahadła (odległość między osiami podporu do środka wahadła w przypadku 4,1 J, $R = 16,4775 \text{ cm}$),

d — grubość próbki ($d = d_1 + d_2 + d_3 + d_4$), cm ,

l — stała ustalona na aparacie do wycinania karbów (szerokość próbki do karbu, $l = 1,016 \text{ cm}$),

$Q = \alpha - 90^\circ$,

α — kąt, który osiąga wahadło nie napotykając na drodze próbki, stopień,

$\varphi = \beta - 90^\circ$,

β — kąt, który osiąga wahadło po złamaniu próbki, stopień,

$$\frac{W \cdot R}{l} = 245,78 \frac{\text{N} \cdot \text{cm}}{\text{cm}}.$$

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników 5 pomiarów.

2.8. Oznaczanie temperatury mięknięcia według Vicata

2.8.1. Przygotowanie próbek. Kształtki o grubości około 2 mm przygotować wg 2.5.1. Następnie złączyć po 2 kształtki za pomocą taśmy klejącej, otrzymując w ten sposób próbki do badań.

2.8.2. Wykonanie oznaczania. Badanie wykonać wg PN-69/C-89024, uwzględniając metodę A, wariant I na próbkach złożonych z dwóch wyciętych z płytki o grubości 2 mm.

2.9. Oznaczanie wskaźnika izotaktyczności

2.9.1. Zasada metody. Wstępnie przygotowana próbka polimeru poddawana jest ekstrakcji gorącym n -heptanem. Polimer ataktyczny przechodzi do roztworu n -heptanowego. Wskaźnik izotaktyczności określa się jako procentową zawartość polimeru izotaktycznego w próbce.

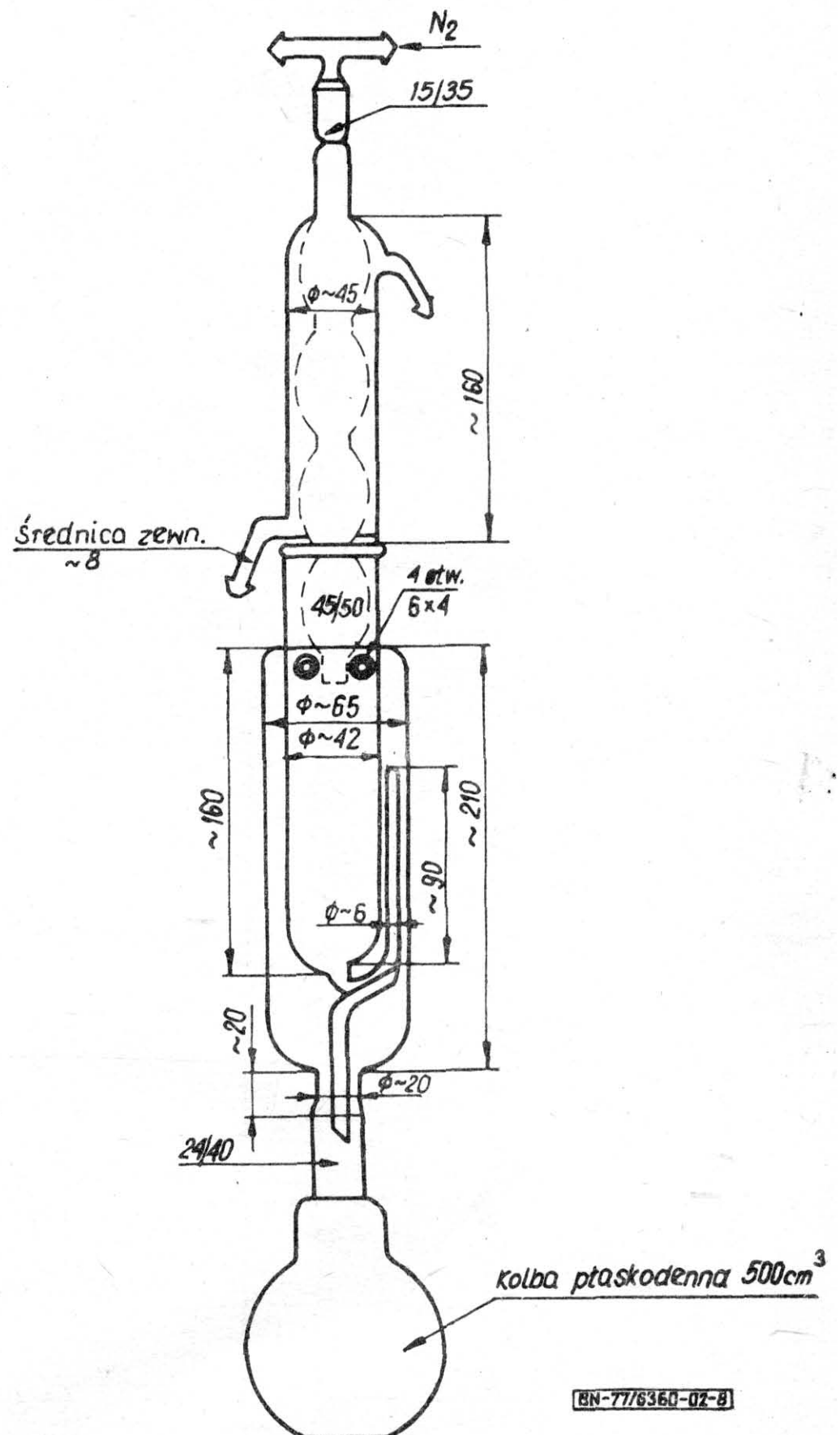
2.9.2. Aparatura i przyrządy

a) Ekstraktor Soxhleta (rys. 8) z

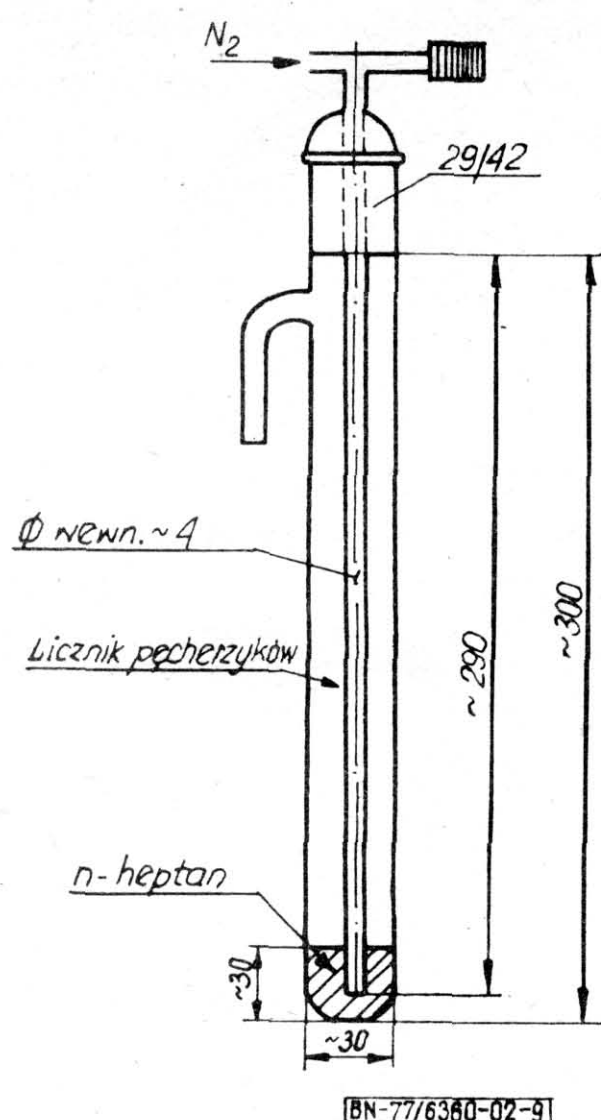
— kolbą płaskodenną pojemności 500 cm^3 ,

— licznikiem pęcherzyków (rys. 9),

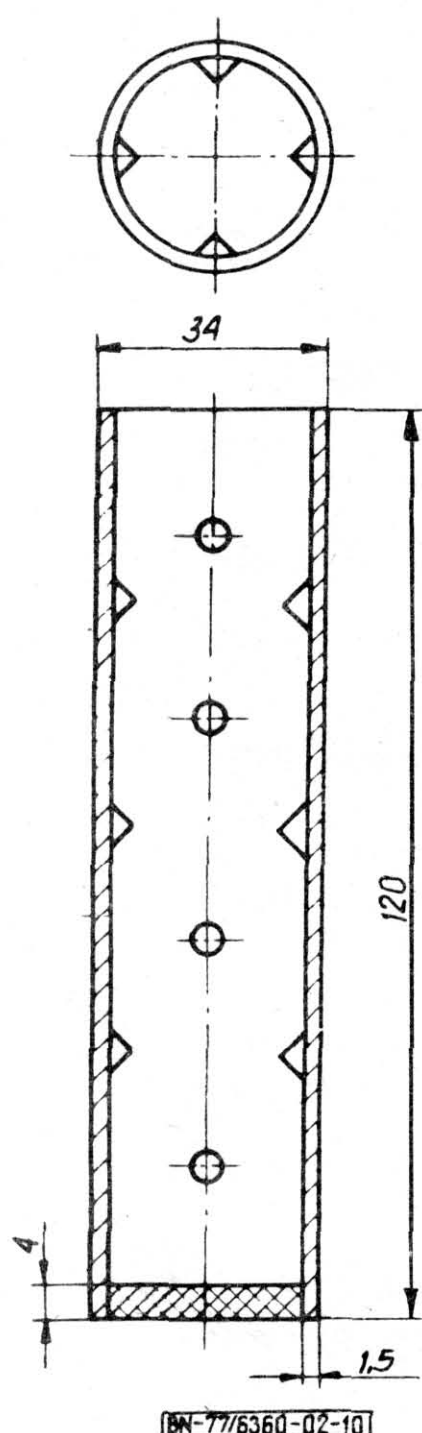
— filtrem szklanym (rys. 10); wielkość otworów w spieku powinna być taka, aby woda destylowana napełniająca cylinder wypłynęła w ciągu $45 \div 90 \text{ s}$.



Rys. 8



Rys. 9



Rys. 10

b) Kruszaraka.

c) Wytrząsarka laboratoryjna.

d) Łaźnia olejowa utrzymująca temperaturę w zakresie $125 \div 135^{\circ}\text{C}$.

e) Termometr o zakresie $50 \div 200^{\circ}\text{C}$, z działką elementarną co 1°C .

f) Probówka długości $165 \div 180$ mm.

g) Sita laboratoryjne o średnicy oczek 0,3 i 0,6 mm.

h) Suszarka próżniowa utrzymująca temperaturę $70 \div 100^{\circ}\text{C}$ i ciśnienie do 66 hPa przy stałym dopływie azotu.

i) Stoper.

2.9.3. Odczynniki

a) *n*-Heptan 99,5-procentowy.

b) Aceton cz.d.a.

c) Stały dwutlenek węgla nie zawierający oleju i stałej pozostałości.

2.9.4. Przygotowanie próbki. Około 100 g polimeru wymieszać w parownicy o średnicy 150 mm z dwukrotnie większą ilością sproszkowanego dwutlenku węgla. Tak przygotowaną próbkę pozostawić na $30 \div 60$ min. Ochłodzoną próbkę skruszyć w kruszarce z sitem o średnicy oczek 1,5 mm. W czasie kruszenia należy dodawać stałego dwutlenku węgla. Rozdrobnioną próbkę przesiać przez sita 0,6 i 0,3 mm.

Przesiewanie prowadzić w ciągu 15 min, dodając do próbki stałego dwutlenku węgla jako czynnika antystatycznego. Uzyskany na sicie 0,3 przesiew przenieść do parownicy i suszyć w suszarce próżniowej, w atmosferze azotu przez 30 min w temperaturze $70 \pm 2^{\circ}\text{C}$ i ciśnieniu 66 hPa.

Następnie odważyć do probówki około 6 g próbki i ogrzewać ją we wrzącej wodzie przez 1 h uważając, aby do probówki nie dostała się wilgoć, po czym ochłodzić próbkę w ciągu 1 h w temperaturze pokojowej.

2.9.5. Wykonanie oznaczania. Do filtra szklanego zważonego z dokładnością do 0,0002 g wysypać 5,0 g próbki przygotowanej wg 2.9.4 i ponownie zważyć z tą samą dokładnością.

Filtr umieścić w ekstraktorze Soxhleta. Do kolby destylacyjnej wlać 200 cm³ *n*-heptanu i umieścić załazek wrzenia. Wyregulować temperaturę łaźni na $125 \div 135^{\circ}\text{C}$. Kolbę wstawić do łaźni, zanurzając ją do $\frac{2}{3}$ wysokości.

Zmontować zestaw Soxhleta, osłaniając tkaniną azbestową zewnętrzną część ekstraktora w celu zaizolowania. Przepływ azotu uregulować na 50 ± 10 pęcherzyków na minutę. Początek ekstrakcji czyli moment, w którym pierwsza kropla

kondensatu spadnie z chłodnicy do kolby, powinien nastąpić 6 ÷ 10 min od chwili zanurzenia kolby w łaźni.

Ekstrakcję należy prowadzić przez 2 h z taką szybkością, aby każdorazowy przelew rozpuszczalnika z ekstraktora do kolby nastąpił po 4 ÷ 6 min.

Po zakończeniu ekstrakcji wyjąć filtr za pomocą pincety i schłodzić w temperaturze pokojowej. Zawartość filtru przemyć 3-krotnie acetonem. Cylinder przedmuchać azotem, zawartość suszyć w suszarce próżniowej w atmosferze azotu przez 1 h, w temperaturze $100 \pm 5^\circ\text{C}$ i ciśnieniu 66 hPa.

Cylinder ochłodzić w eksykatorze w ciągu 1 h po czym zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Wskaźnik izotaktyczności (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

m — masa próbki, g,

m_1 — masa próbki po ekstrakcji, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,3 wartości bezwzględnej.

2.10. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 (metoda Z).

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Mazowieckie Zakłady Rafineryjne i Petrochemiczne w Płocku.

2. Normy związane

PN-79/C-89000 Tworzywa sztuczne. Znormalizowane warunki otoczenia dla klimatyzacji i badania

PN-80/C-89011 Tworzywa sztuczne. Wytyczne wykonania kształtek do badań z tłoczyw termoplastycznych przez prasowanie

PN-69/C-89024 Tworzywa sztuczne. Oznaczanie temperatury mięknięcia tworzyw termoplastycznych według Vicata

PN-68/C-89034 Tworzywa sztuczne. Oznaczanie cech wytrzymałościowych przy statycznym rozciąganiu

PN-80/C-89069 Tworzywa sztuczne. Oznaczanie wskaźnika szybkości płynięcia tworzyw termoplastycznych

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

3. Normy zagraniczne

Japonia JIS K 6758/1968 Testing methods for polypropylene

4. Autorzy projektu normy — mgr inż. Anna Piątkowska, inż. Krystyna Derecka, mgr inż. Teresa Wojnar — Mazowieckie Zakłady Rafineryjne i Petrochemiczne, Płock.

5. Wydanie 2 — stan aktualny: lipiec 1980 — uaktualniono normy związane oraz uwzględniono zmianę: zmiana 1 — Biuletyn PKNMiJ nr 4/80.