



Oznaczanie twardości tworzyw polimerowych

1. Cel ćwiczenia.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie z metodami oznaczania twardości tworzyw polimerowych: termoplastów i materiałów o właściwościach elastoplastycznych. Te metody badań właściwości tworzyw polimerowych mają zastosowanie do celów badawczych i projektowych, w kontroli jakości i odbiorze partii wyrobu zgodnie z warunkami dostawy.

2. Określenie podstawowych zagadnień.

Twardość, własność ciał stałych polegająca na stawianiu oporu odkształceniom plastycznym przy lokalnym oddziaływaniu nacisku na ich powierzchni, wywieranego przez inne, twardsze ciało. Twardość jest cechą umowną, umożliwiającą porównywanie odporności na uszkodzenia powierzchni różnych materiałów. Powszechnie stosuje się kilka metod badania twardości.

Dzięki doświadczalnie stwierdzonym zależnościom pomiędzy twardością a innymi własnościami materiałów (np. wytrzymałością na rozciąganie) oraz na podstawie ustaleń, że próby twardości jedynie w minimalnym stopniu uszkadzają badany materiał, mogą one w wielu przypadkach zastąpić próby znacznie trudniejsze do przeprowadzenia, np. rozciąganie.

3. Metody oznaczania twardości tworzyw polimerowych.

3.1. Metoda wciskania kulki.

3.1.1. Zakres stosowania metody.

Metoda określania twardości przez wciskanie kulki w odniesieniu do tworzyw sztucznych i ebonitu ma zastosowanie do celów badawczych i projektowych, w kontroli jakości i odbiorze partii wyrobu zgodnie z warunkami dostawy.

3.1.2. Opis metody.

Oznaczanie twardości metodą wciskania kulki polega na powolnym wciskaniu kulki w badaną próbkę pod działaniem określonego obciążenia. Po upływie określonego czasu (30s.) ustala się stan równowagi, w którym powiększająca się powierzchnia odcisku równoważy wywierane obciążenie przez wgłębiającą się kulkę. Głębokość odcisku mierzy się pod obciążeniem. W tym stanie stosunek siły obciążającej do powierzchni odcisku w materiale określa jego twardość:

$$H = \frac{F_1}{A}, \left[\frac{N}{mm^2} \right], [MPa]$$

gdzie:

H – twardość metodą wciskania kulki,

F₁ – zastosowane obciążenie, N

A – powierzchnia odcisku, mm²

Ze względu na charakter zachodzących odkształceń podczas pomiaru twardości w tworzywach sztucznych, oznaczanie twardości prowadzi się poprzez pomiar głębokości odcisku h przy trwałym obciążeniu. W metodzie wciskania kulki otrzymuje się powtarzalne wyniki tylko dla określonych głębokości odcisków. Przy małych głębokościach warstwa powierzchniowa tworzywa może wpłynąć na zniekształcenie wyników, natomiast przy dużych odciskach wgłębiająca się kulka rozszerza tylko powstały już odcisk. Wyniki oblicza się ze wzoru:

$$H = \frac{F}{\pi Dh}, \frac{N}{mm^2}$$



gdzie:

D – średnica kulki, mm

H – głębokość odcisku, mm

F – obciążenie, N

3.1.3. Przyrząd.

Przyrząd do pomiaru twardości metodą wciskania kulki składa się z ramy z regulowanym stolikiem pomiarowym podtrzymującym próbkę, wglębniaka (tu: hartowana polerowana kulka o średnicy $5,0\text{mm} \pm 0,05\text{mm}$) z dopasowaną końcówką i urządzenia umożliwiającego zastosowanie obciążenia w sposób płynny. Przyrząd wyposażony jest w urządzenie do pomiaru głębokości odcisku z dokładnością $\pm 0,005$ mm w zakresie 0,4 mm. Odkształcenie ramy pod działaniem maksymalnego obciążenia, mierzone wzdłuż głównej osi siły, nie powinno przekraczać 0,05 mm.

Przyrząd po pomiaru twardości metodą wciskania kulki powinien zapewniać obciążenie wstępne o wartości 9,8 N, oraz obciążenia pomiarowe o następujących wartościach:

49,0 N – 132 N – 358 N – 961 N

Próbka do badań powinna być gładką i płaską płytką o odpowiednich wymiarach, takich aby zredukować do minimum wpływ krawędzi na wyniki pomiaru, np. 50 x 50 mm. Powierzchnie próbki do badań powinny być równoległe. Zalecana minimalna grubość próbki – 4 mm.

3.1.4. Wykonanie pomiaru.

Umieścić próbkę na stoliku pomiarowym i przyłożyć obciążenie wstępne aby punkt styku kulki był oddalony co najmniej 10 mm od krawędzi próbki i ustawić czujnik pomiaru głębokości na zero. Przyłożyć obciążenie pomiarowe (należy tak dobrać obciążenie aby głębokość odcisku mieściła się w zakresie 0,15 – 0,35 mm). Po upływie 30 sekund od zastosowania obciążenia zmierzyć pod obciążeniem głębokość odcisku z dokładnością $\pm 0,005$ mm. Następne pomiary wykonać należy w odległości nie mniejszej niż 10 mm od innych punktów i krawędzi próbki. Oznaczenia wykonywać w taki sposób aby pęcherze lub pęknięcia w badanej próbce nie miały wpływu na wyniki badań. Wykonać 10 oznaczeń na jednej lub wielu próbkach do badań. Wartości twardości większe niż 250 N/mm^2 należy zaokrąglić do wielokrotności 1 N/mm^2 , natomiast wartości mniejsze od 250 N/mm^2 należy zaokrąglić do wielokrotności 10 N/mm^2 .

3.2. Metoda Shore'a.

3.2.1. Zakres stosowania metody.

Metodę oznaczania twardości wg Shore'a stosuje się do badania wszystkich rodzajów gumy oraz tworzyw pełnych jak i mikrokomórkowych stosowanych na spody obuwia, z wyjątkiem gumy porowatej. Do materiałów o twardości poniżej 90 jednostek Shore'a A należy stosować twardościomierz Shore'a typ A, a do materiałów o twardości powyżej 90 jednostek Shore'a A należy stosować twardościomierz Shore'a typ C lub typ D. Wyniki uzyskane przy stosowaniu różnych typów twardościomierzy nie są porównywalne.

3.2.2. Opis metody.

Oznaczanie twardości według metody Shore'a polega na pomiarze oporu jaki stawia badana próbka podczas zagłębiania w niej iglicy o określonym kształcie i wymiarach. Opór ten mierzy się za pomocą sprężyny o znanej charakterystyce i wyraża się w umownych jednostkach twardości Shore'a A, C lub D. Twardość jest odwrotnie proporcjonalna do wielkości zagłębienia iglicy. Umownych jednostek twardości Shore'a nie można porównywać z innymi jednostkami twardości.

3.2.3. Przyrząd.

Przyrząd do oznaczania twardości według metody Shore'a powinien składać się z:



- iglicy z hartowanej stali o polerowanej powierzchni. Dla twardościomierza typu A i C ma zastosowanie zastrzona iglica, natomiast twardościomierz typu D zakończona kulą o promieniu R 0,1 mm
- sprężyny obciążającej iglicę o odpowiedniej charakterystyce.
- Urządzenie dociskające ze stolikiem pomiarowym zapewniającego w czasie pomiaru stały nacisk przyrządu na próbkę równy 10N dla twardościomierza typ A oraz 50N dla twardościomierza typ C i D.
- Podziałki w umownych jednostkach twardości od 0 do 100 tak wyskalowanej aby 0 odpowiadało maksymalnemu zagłębieniu iglicy równemu $2,5 \pm 0,04$ mm, a 100 – zerowemu zagłębieniu
- Stopki oporowej o powierzchni nie mniejszej niż 100 mm².

Dopuszcza się stosowanie twardościomierzy bez urządzenia dociskającego, w przypadku nie niszczącego badania wyrobów gotowych. Uzyskane wówczas wyniki mają charakter orientacyjny.

Próbki do badań powinny mieć kształt krążków lub prostokątnych płytek o grubości nie mniejszej niż 5 mm i pozostałych wymiarach umożliwiających wykonanie pomiarów w trzech punktach odległych od siebie o co najmniej 5 mm oraz co najmniej 13 mm od krawędzi próbki. Dopuszcza się badanie twardości na próbkach złożonych z kilku warstw próbek. Grubość pojedynczej warstwy nie powinna być mniejsza niż 2 mm.

3.2.4. Wykonanie pomiaru.

Badaną próbkę materiału należy umieścić na stoliku pomiarowym. Ruchem płynnym, bez gwałtownych wstrząsów i uderzeń należy docisnąć twardościomierz tak, aby jego stopka oporowa przylegała do próbki. Podczas badania iglica powinna być ustawiona prostopadle do próbki. Na każdej próbce należy wykonać pomiary w trzech miejscach. Odległości pomiędzy poszczególnymi miejscami pomiaru powinna wynosić co najmniej 5 mm, odległość od krawędzi próbki co najmniej 13 mm. Twardość należy odczytać po upływie 3s. Od chwili przyłożenia twardościomierza do próbki. Dla próbek dla których obserwuje się dalsze zagłębianie iglicy, twardość należy odczytać po 15 s i w protokole badania zamieścić odpowiednią uwagę.

Za wynik oznaczania twardości przyjmuje się średnią arytmetyczną wszystkich pomiarów zaokrągloną do całości. Różnica między poszczególnymi wynikami a średnią arytmetyczną wszystkich pomiarów nie może być większa niż ± 2 jednostki Shore'a. W przypadku uzyskania większej różnicy między poszczególnymi wynikami pomiaru w protokole należy podać wynik wszystkich pomiarów.

3.3. Metoda IRHD

Międzynarodowa skala twardości gumy (IRHD) – skala jednostek, w której wartość 0 odpowiada twardości materiału mającego zerowy moduł Younga, a wartość 100 odpowiada twardości materiału o nieskończonym module Younga przy jednoczesnym spełnieniu poniższych warunków: każdej jednostce twardości odpowiada w przybliżeniu proporcjonalna wartość modułu Younga, dla gumy o wysokim stopniu sprężystości skale IRHD i Shore'a są porównywalne – Dotyczy to tylko normalnego zakresu twardości.

3.3.1. Zakres stosowania metody.

Oznaczanie twardości IRHD polega na szybkim pomiarze sztywności gumy, którą definiuje się jako twardość. Badania te zasadniczo różnią się od badań twardości innych materiałów, których twardość oznacza się przez pomiar wartości trwałego odkształcenia lub odporności na ścieranie. Miarą twardości jest wartość zagłębienia w gumowej próbce pod wpływem określonego obciążenia. Skala twardości IRHD, która stosowana jest do oceny większości rodzajów gumy została opracowana na podstawie teoretycznej zależności między zagłębieniem sferycznego wglębnika a modulem Younga idealnie sprężystych izotropowych materiałów.



Wyróżniamy cztery metody oznaczania twardości gumy IRHD: N – badanie normalne, H – badanie wysokich twardości, L – oznaczenie niskich twardości, M – badanie w skali mikro. Powyższe metody oznaczania twardości IRHD stosowane do powierzchni płaskich (twardość standardowa) mogą mieć zastosowanie także do powierzchni zaokrąglonej (twardość pozorna) i wtedy odpowiednio oznacza się je symbolem CN, CH, CL, CM. Zasadnicze różnice między wymienionymi metodami dotyczą średnic stosowanych wgłębników oraz wartości obciążeń pomiarowych.

Metodę N stosuje się do próbek z gumy w zakresie 35 do 85 IRHD o grubości większej niż 4 mm. Dopuszcza się stosowanie w zakresie 30 do 90 IRHD. Metoda H dotyczy zakresu 85 do 100 IRHD dla próbek o grubości minimalnej 4 mm. W metodzie L zakres od 10 – 35 IRHD dla grubości próbek minimum 6 mm. Metoda M jest odwzorowaniem w zmniejszonej skali metody N w celu umożliwienia badania mniejszych próbek w zakresie 35 do 85 IRHD (minimalna grubość próbki powinna być większa od 4 mm) Metody CN, CH, CL i CM analogicznie stosuje się do wyrobów o przekroju kołowym

3.3.2. Opis metody.

Oznaczanie twardości metodą IRHD polega na pomiarze różnicy między wgłębieniem kulki w gumę pod obciążeniem wstępnym (0,30 N), a wgłębieniem pod obciążeniem pomiarowym (5,70 N). Wartość różnicy wgłębień odczytywana jest w stopniach międzynarodowej skali twardości IRHD.

Próbki do badań metodą standardową powinny mieć dwie równoległe płaskie i gładkie powierzchnie. W celu uzyskania odpowiedniej grubości próbki dopuszcza się złożenie dwóch próbek z gumy, ale nie więcej niż dwóch próbek o płaskiej i równoległej powierzchni. Grubości próbek dla metody N i H wynoszą od 8 do 10 mm nieznormalizowana próbka może mieć grubość nie mniejszą jak 4 mm, w metodzie L od 10 do 15 mm a w metodzie M 2 mm. Pozostałe wymiary standardowych i niestandardowych próbek do badań powinny być takie, aby podczas pomiaru minimalna odległość osi wgłębnika od krawędzi wynosiła minimum odpowiednio: dla grubości 4 mm – 7 mm od krawędzi, 6 mm – 8 mm, 8 mm – 9 mm, 10 mm – 10 mm, 15 mm – 11,5 mm, 25 mm – 13 mm.

W metodach „C” próbką do badań powinien być fragment wycięty z wyrobu gotowego lub cały wyrób. Dolna powierzchnia wyciętego fragmentu z wyrobu powinna umożliwiać podczas pomiaru stabilne ustawienie przyrządu na próbce lub próbki na stoliku pomiarowym

3.3.3. Przyrząd.

Twardościomierz KP15012/1 składa się z dwóch części:

- przyrządu podstawowego
- panela elektronicznego

Przyrząd podstawowy składa się z:

1. nakrętki głównej
2. śruby podnośnej
3. stolika przedmiotowego
4. stopki urządzenia dociskowego
5. urządzenia dociskowego
6. wkrętów mocujących urządzenie dociskowe
7. wkrętów mocujących osłonę górną przyrządu podstawowego
8. osłony górnej przyrządu podstawowego
9. dźwigni
10. nóżki
11. wtyku do połączenia z panelem elektronicznym (z gniazdem).

3.3.4. Wykonanie pomiaru.

Umieścić na stoliku przedmiotowym badaną próbkę. Sprawdzić czy dźwignia zajmuje położenie „od siebie” do oporu i ewentualnie ustawić ją na tej pozycji. Za pomocą nakrętki podnieść stół



przedmiotowy z próbką do góry, do zetknięcia się próbki ze stopką urządzenia dociskowego. Następnie przy dalszym podnoszeniu stolika obserwować wskazania wyświetlacza WYNIK POMIARU. Po wyświetleniu liczby 99,9 wyświetlacz przestaje świecić pomimo tego należy w dalszym ciągu podnosić stolik aż do pierwszego wskaźnika KALIBRACJA (w tej fazie na próbkę działa obciążenie wstępne). Po czasie 5 sekund obrócić dźwignię "do siebie" do oporu. Po upływie czasu 30 sekund, na wyświetlaczu WYNIK POMIARU pojawi się wynik pomiaru, bezpośrednio w stopniach IRHD. Obrócić dźwignię do położenia wyjściowego tzn. "od siebie", następnie za pomocą nakrętki opuścić stolik wraz z próbką tak, aby próbka utraciła styk ze stopką urządzenia dociskającego. Pomiar powtórzyć 3 razy. Po każdym pomiarze zapali się kolejny wskaźnik w zespole NR POMIARU. Po serii 3 pomiarów na wyświetlaczu WARTOŚĆ ŚREDNIA pojawi się średni wynik 3 pomiarów.

Wynikiem pomiaru jest mediana, czyli wartość środkowa uzyskana z wyników pomiarów na różnych próbkach podana według szeregu rosnącego.

Twardość IRHD należy wyrażać najbliższą liczbą całkowitą w jednostkach oznaczonych symbolem stopnia ° uzupełnioną o literę S dla oznaczenia standardowej grubości próbki do badań lub grubości l innych wymiarów niestandardowych w mm, gdzie rezultat nazywa się twardością pozomą, kod literowy Metody NHL I M oraz gdy zachodzi potrzeba dla badań powierzchni zaokrąglonych przedrostkiem C.

4. Literatura.

1. Hyla I., "Tworzywa Sztuczne — laboratorium", Skrypt Politechniki Śląskiej, Gliwice 1990
2. Sikora R., "Ćwiczenia laboratoryjne: materiały niemetalowe, tworzywa wielkocząsteczkowe", Skrypt Politechniki Lubelskiej, Lublin 1988
3. Broniewski T., Kapko J., Płaczek W. Thomalla J., "Metody badań i ocena własności tworzyw sztucznych", WNT Warszawa 2000
4. *PN-EN ISO 2039-1:2004* Tworzywa sztuczne. Oznaczenie twardości. Część 1: Metoda wciskania kulki
5. *PN-EN ISO 2039-2:2002* Tworzywa sztuczne. Oznaczenie twardości. Część 2: Twardość Rockwella
6. *PN-EN ISO 868:2004 (U)* Tworzywa sztuczne i ebonit. Oznaczenie twardości przy wciskaniu z zastosowaniem twardościomierza (twardość Shore'a)
7. *PN-ISO 48:1998/A1:2000* Guma i kauczuk termoplastyczny. Oznaczenie twardości (twardość w zakresie od 10 IRHD do 100 IRHD)
8. *PN-ISO 2439:2000/Ap1:2001* Elastyczne tworzywa sztuczne porowate. Oznaczenie twardości za pomocą wglębniaka