

STANOVENIE OPTIMÁLNEJ DOBY VULKANIZÁCIE KAUČUKOVÝCH ZMESÍ POMOCOU ELEKTRICKÝCH METÓD

DETERMINATION OF OPTIMAL TIME OF VULCANISE OF RUBBER USING ELECTRIC METHODS

Ondrej BOŠÁK¹ - Marian KUBLIHA¹ - Pavel KOŠTIAL² - Vladimír LABAŠ¹
- Stanislav MINÁRIK¹ – Roman ČIČKA¹

*Autori: Mgr. Ondrej Bošák¹, Ing. Marian Kubliha, PhD.¹, Prof. RNDr. Pavel Košťal, PhD.²,
Doc. RNDr. Vladimír Labaš, PhD.¹, Ing. Stanislav Minárik, PhD.¹, Ing. Roman Čička¹
Pracovisko: ¹ Katedra nekovových materiálov, Materiálovotechnologická fakulta STU
² Fakulta priemyselných technológií, Púchov
Adresa: Paulínska 16, 917 24 Trnava
Tel.: 00421 33 5516983, E-mail: bosak@mtf.stuba.sk, kubliha@mtf.stuba.sk,
labas@mtf.stuba.sk, minarik@mtf.stuba.sk, cicka@mtf.stuba.sk,*

Abstract

This paper deals with determination of optimal time of vulcanise rubber using the measurement of temperature dependence of alternate and direct electric conductivity.

Článok sa zaoberá stanovením optimálnej doby vulkanizácie pomocou merania teplotnej závislosti striedavej a jednosmernej elektrickej vodivosti.

Key words

vulcanisation, optimal time, electrical methods, rubber materials, rubber, electric conductivity

vulkanizácia, čas optimálny, metódy elektrické, materiály kaučukové, kaučuk, vodivosť elektrická

Úvod

Pri vývoji nových materiálov s požadovanými úžitkovými vlastnosťami sa hľadajú čo najúčinnnejšie metódy merania vlastností, ktoré by umožnili sledovanie zmien ich vnútorného usporiadania spôsobených zmenou technológie výroby alebo zloženia základnej suroviny. V zložitých systémoch, akými sú sklo, keramika, plasty a tiež guma [1,2] je jednou z možností použiť na sledovanie týchto zmien merania elektrických vlastností, ktoré sú veľmi efektívne najmä pre svoju rýchlosť a vysokú citlivosť [3]. Použitie výsledkov merania elektrických vlastností dovoľuje optimalizovať technologické postupy a to aj vo vzťahu surovinovému zloženiu [4]. Cieľom príspevku je:

1. ukázať, že meranie elektrických vodivostí je vhodné aj na posudzovanie technologických vplyvov pri spracovaní gumy a
2. nájsť súvislosť medzi zmenami meraných elektrických a dielektrických vlastností a dobou vulkanizácie na vzorkách gumových zmesí určených pre automobilový priemysel.

Experimentálne práce

V experimente boli použité vzorky gúm s kovovými vláknami, pripravené na meranie adhézie medzi kovovými vláknami a gumovou matricou [4],[5]. Označenie vzoriek podľa kódovania výrobcu a doby vulkanizácie sú uvedené v tab. 1. Dodané vzorky boli pripravené pri teplote vulkanizácie 150°C. U vzoriek nebol známy priebeh počiatkovej (tzv. indukčnej) ani záverečnej fázy vulkanizácie. Je predpoklad, že všetky dodané vzorky boli podrobené rovnakému procesu vulkanizácie až na dobu vulkanizácie.

OZNAČENIE VZORIEK PODĽA KÓDOVANIA VÝROBCU
S UVEDENÍM DOBY VULKANIZÁCIE Tabuľka 1

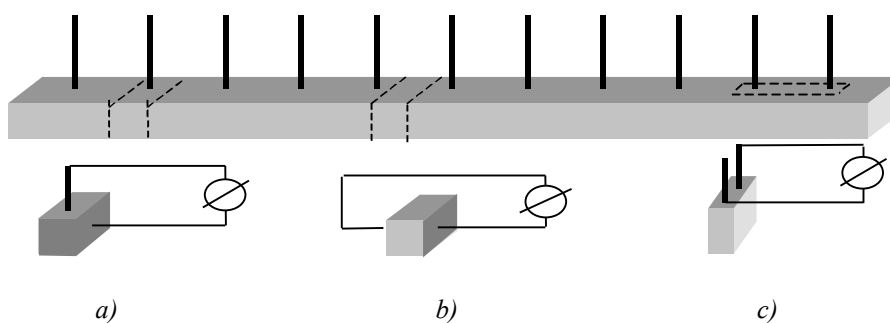
označenie vzoriek	doba vulkanizácie [min]
44 CHL 46 / 3 44/ 0	27
44 CHL 46 / 3 44/ 1	39
44 CHL 46 / 3 44/ 2	22
44 CHL 46 / 3 44/ 3	32

Na meranie elektrických a dielektrických vlastností boli pripravené tri sady vzoriek:

Prvá sada - jednu mernú elektródu tvorilo kovové vlákno a druhú gumená matrica s nanosenou vrstvou koloidného grafitu Dag 580 (obr.1a).

Druhá sada – kontaktné elektródy boli vytvorené na protiláhlych stranách vzorky vyrezanej z blízkosti kovových vlákien nanosením vrstvy koloidného grafitu Dag 580 (obr.1b).

Tretia sada – na kontaktné elektródy boli použité kovové vlákna v gumovej matrici (obr.1c).



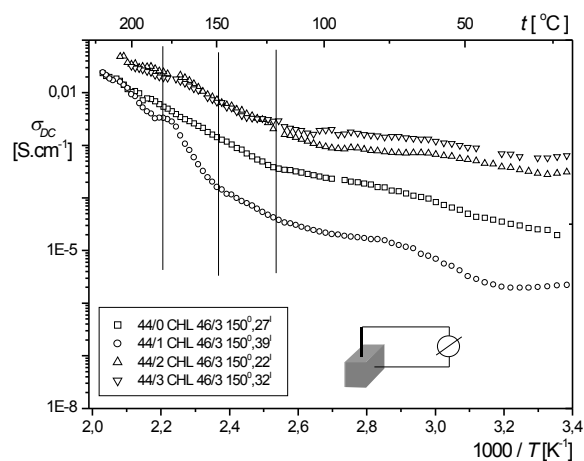
Obr. 1 Spôsob prípravy a merania vzoriek a) rez s vláknom - vlákno je jedna z elektród tvoriacich elektrické pole vo vzorke, b) rez medzi vláknami, c) rez s dvomi vláknami – obe tvoria meracie elektródy

Merania teplotnej závislosti jednosmernej elektrickej vodivosti $\sigma_{DC}=\sigma(T)$ v teplotnom rozsahu (20 – 180) °C boli uskutočnené pomocou vibračného elektromeru. Určovanie dielektrických vlastností, meranie striedavej elektrickej vodivosti $\sigma_{AC}=\sigma(T)$ v teplotnom intervale od - 170 °C až do +150 °C bolo urobené vo vákuu na poloautomatickom RCLG mostíku BM 595. Rýchlosť ohrevu vo všetkých experimentálnych meraniach bola 5°C.min⁻¹ [6].

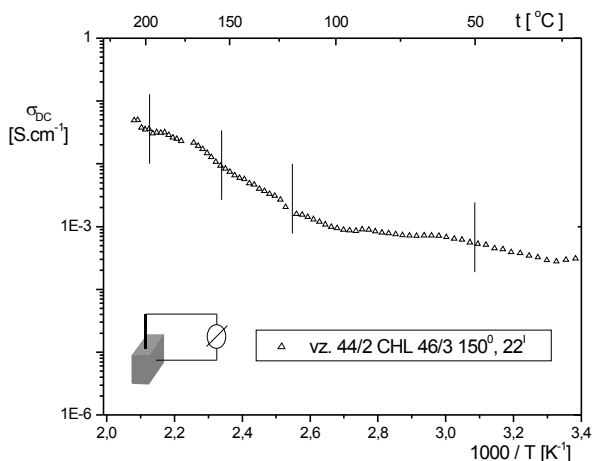
Výsledky meraní

Namerané výsledky sú znázornené v závislostiach na obr. 2 – 5. Z výsledkov vyplýva, že zmena aktivačnej energie bola nameraná na všetkých vzorkách pri teplote približne 120°C a ďalšia pri teplote 175°C (obr. 2a, b). Okrem toho na vzorke s označením 44/1 s dobou vulkanizácie 39', čiže s najdlhšou dobou vulkanizácie, bola pozorovaná zmena aktivačnej energie aj pri teplote približne 150°C (obr. 2c). Vzorky s označením 44/0 s dobou vulkanizácie 27' mali priebeh vodivosti podobný ako vzorky s 22' a 32' dobou, len hodnoty vodivosti boli nižšie. Predpokladáme, že tento rozdiel môže byť spôsobený buď horším kontaktom kovového vlákna alebo nehomogenitou vzorky. Predpoklad potvrdzujú výsledky zistené na vzorkách, na ktorých meracími elektródami boli kovové vlákna gumovej vzorky (obr. 2c). Vzhľadom na technológiu prípravy predpokladáme, merania podľa obr. 2c mali najlepší vodivý kontakt.

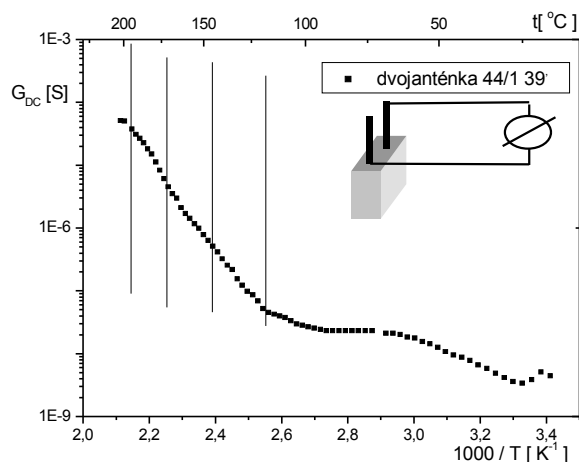
Vplyv doby vulkanizácie sledovaný v meraniach elektrickej vodivosti v závislosti od teploty sa prejavil v týchto závislostiach zmenami aktivačných energií pri teplotách 125°C, 175°C, 190°C (obr. 2). Pri vzorkách s označením 44/1 (doba vulkanizácie 39') aj pri teplotách okolo 150°C (obr. 2c). Z nameraných závislostí vyplýva, že optimálna doba vulkanizácie sa nachádza medzi vulkanizačnými časmi 32 a 39'. Upresnenie optimálneho vulkanizačného času si vyžaduje ďalšie experimenty. Súhrne je vplyv doby trvania vulkanizácie na hodnoty jednosmernej elektrickej vodivosti súboru vzoriek s označením 44/0, 1, 2, 3 meraných v závislosti od teploty znázornený na obr. 3.



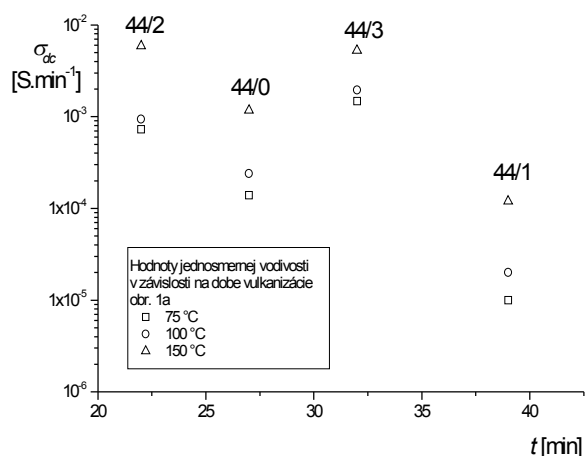
Obr. 2a Teplotná závislosť jednosmernej elektrickej vodivosti vzoriek 44/0, 1, 2, 3 vyrezaných podľa obr. 1a



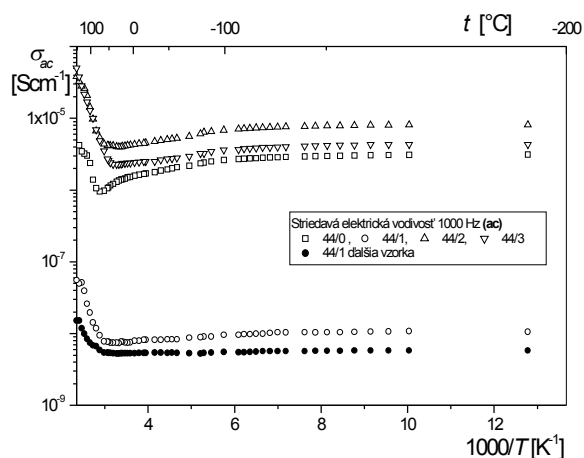
Obr. 2b Teplotná závislosť jednosmernej elektrickej vodivosti vzorky 44/2 vyrezaných podľa obr. 1a



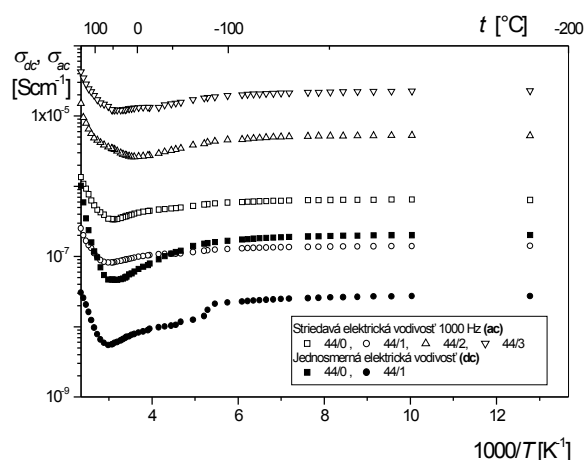
Obr. 2c Teplotná závislosť jednosmernej elektrickej vodivosti vzorky 44/1 vyrezanej podľa obr. 1c



Obr. 3 Závislosti jednosmernej elektrickej vodivosti vzoriek 44/0 -3 v závislosti od času vulkanizácie merané pri 75, 100, 150 °C, vyrezaných podľa obr. 1a



Obr. 4 Teplotná závislosť striedavej elektrickej vodivosti vzoriek 44/0 -3, vyrezaných podľa obr. 1c



Obr. 5 Teplotná závislosť jednosmernej a striedavej elektrickej vodivosti 44/0-3 vyrezaných podľa obr. 1b

Z dôvodu získania poznatkov o elektrických vlastnostiach v experimente použitej gummy bol teplotný interval rozšírený až do dusíkových teplôt, do teploty -170°C . V nízko teplotnej oblasti sa namerané priebehy vyznačujú spojitým poklesom vodivosti až k izbovým teplotám. V teplotnom intervale 20 až 200°C je nameraný výrazný nárast jednosmernej a striedavej elektrickej vodivosti na všetkých vzorkách. Najvýraznejšie zmeny v týchto priebehoch sú pozorované okolo teploty -100°C a po dosiahnutí teploty $+50^{\circ}\text{C}$. Pri teplote -100°C vodivosť klesá a od $+50^{\circ}\text{C}$ sa vodivosť výrazne zvyšuje. Vplyv doby vulkanizácie sa prejavil v rôznych absolútnych hodnotách meraných elektrických veličín (obr.4, 5).

Výsledky merania ukazujú, že priebehy teplotnej závislosti elektrickej vodivosti v oblasti teplôt 20 až 200°C získané po expozícií vzoriek v nízkoteplotnej oblasti a bez tej expozície nie sú rovnaké. Z nameraných výsledkov nemožno jednoznačne tento vplyv potvrdiť. Charakter dc priebehov meraných v nízkoteplotnej oblasti je podobný ako charakter priebehov striedavej vodivosti (obr. 5). Hodnoty nameranej striedavej elektrickej vodivosti vzorky označenej 44/1 sa výrazne líšia od hodnôt elektrickej vodivosti ostatných vzoriek, čo bolo potvrdené aj opakovaným meraním (obr.4, • opakované meranie vzorky 44/1).

Na základe týchto výsledkov predpokladáme, že 39' je už dlhá doba pre vulkanizáciu vzoriek tohoto zloženia.

Záver

Merania teplotných závislostí jednosmernej a striedavej elektrickej vodivosti umožnili odhadnúť optimálny čas vulkanizácie, ktorý sa nachádza v časovom intervale 32' až do 39'. Vulkanizácia trvajúca 39' je podľa nášho názoru už dlhá.

Meranie elektrických vlastností potvrdilo vhodnosť použitia elektrických metód na stanovenie optimálnych časov vulkanizácie gumových zmesí.

Táto práca vznikla s podporou grantovej agentúry VEGA No. 1/9096/02.

Literatúra:

- [1] KALUŽNÝ, J. - KOZÍK, T. - KUBLIHA M. - LEŽAL, D. Analýza štruktúrnych zmien v sklách a keramikách metódami merania komplexných elektrických modulov. In *Zborník z XIV. medzinárodnej konferencie o termickej analýze Termanal '97*. Belušké Slatiny: 1997, s. 38 - 44.
- [2] RIEDLMAYER, R. Electrical behavior of partially stabilized zirconia with CaO and Y₂O₃ additives. In *CO-MAT-TECH 2001, 9. medzinárodná vedecká konferencia: Časť 1*. Bratislava: STU, 2001, s. 148 – 153.
- [3] KOZÍK, T. – MARIANI, E. Použitie elektrických meracích metód v štúdiu procesov v elektrotechnickom keramickom materiáli. In *Sklár a keramik*, roč. 30, 1980, s. 44-47
- [4] BOŠÁK – KALUŽNÝ – KOŠTIAL – VALÁŠEK. Vyšetrovanie kvality mechanickej väzby medzi kovovými vláknami a gumou pomocou elektrických metód. The determination of quality of the mechanic contact - gum and metal wire using electric methods. In *Zborník prednášok zo 8. vedeckej medzinárodnej konferencie AKADEMICKÁ DUBNICA 2002*. Bratislava: STU, 2002.
- [4] KOŠTIAL, P. - SLABEYCIUS, J. - VAVRO, J. – LETKO, I. - ROSINA, Š. jr. – MICHÁLEK, J. - BALATOVÁ, J. - JURÍČEK, J. An Experimental Method of Determining the Viscoelastic properties of Rubber Samples. In *Proceedings the 12th International Slovak rubber conference* Púchov: 2000, p. 33.
- [6] KUBLIHA, M. *Vplyv štruktúry vybraných skiel a keramik na ich fyzikálne vlastnosti. Dizertačná práca*. Trnava: Mf STU, 1998, 40 – 51.