

Ćwiczenie: „Oznaczanie gęstości tworzyw sztucznych”

1 Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest oznaczenie gęstości tworzyw sztucznych różnymi metodami i porównanie otrzymanych wartości dla określonego tworzywa.

2 Określenie podstawowych zagadnień

Gęstość (ρ lub d – ang. density) jest jedną z podstawowych właściwości fizycznych, charakteryzujących tworzywa sztuczne. Definiuje się ją jako stosunek masy próbki tworzywa (m) do jej objętości (V) w danej temperaturze [1]:

$$\rho = \frac{m}{V}, (\text{g/cm}^3) \quad (2.1)$$

gdzie: m - masa próbki (g); V - objętość próbki (cm^3)

Temperatura pomiaru gęstości zaznaczona jest zawsze w indeksie dolnym symbolu gęstości, np. $\rho_{25} = 1,14 \text{ g/cm}^3$ lub $d_{25} = 1,14 \text{ g/cm}^3$, co oznacza, że temperatura pomiaru wynosi $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Podawanie temperatury jest konieczne w związku ze zmianą gęstości wraz z temperaturą.

W zależności od stanu fizycznego badanego tworzywa wyróżnia się:

- gęstość normalną dla tworzyw sztucznych w stanie litym, plastycznym i ciekłym bez wtrąceń, i pęcherzyków gazowych [2],
- gęstość pozorną dla tworzyw porowatych, a w stanie plastycznym i ciekłym z pęcherzykami gazowymi,
- gęstość nasypową dla tworzyw sypkich w postaci proszku lub granulatu.

Gęstość tworzyw sztucznych zależy od:

- składu chemicznego i struktury polimeru,
- składu chemicznego, struktury i zawartości składników dodatkowych.

Tworzywa sztuczne charakteryzują się małą gęstością. W przypadku samych polimerów najmniejsze gęstości mają polimery zawierające węglowodory alifatyczne, około $0,9 \text{ g/cm}^3$, największe zaś polimery zawierające w swej budowie chlorowce, około $2,0 \text{ g/cm}^3$.

W znacznym stopniu na gęstość tworzyw wpływa obecność fazy krystalicznej. Na skutek uporządkowania przestrzennego makrocząsteczek w fazie krystalicznej (gęstsze upakowanie) gęstość jest większa.

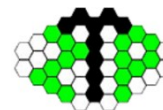
Tworzywa charakteryzują się znaczną rozszerzalnością cieplną a gęstość ich maleje ze wzrostem temperatury. Gęstość polimeru w temperaturze t wyższej od temperatury t_0 , w której gęstość jest znana, można obliczyć z następującej zależności (2.2):

$$d_t = d_{t_0} \frac{1}{1 + \alpha(t - t_0)}, (\text{g/cm}^3) \quad (2.2)$$

gdzie: d_{t_0} – znana gęstość w temperaturze t_0 ; d_t – gęstość w temperaturze t ; α - współczynnik rozszerzalności liniowej. Zależność ta jest słuszna w zakresie temperatury $t_0 \pm t$, w którym współczynnik α ma stałą wartość.

Ponieważ tworzywa sztuczne to układy wieloskładnikowe – o ich gęstości decyduje nie tylko główny składnik (polimer), lecz również rodzaj i zawartość składników pomocniczych (przede wszystkim napełniaczy).

Tworzywa rozdrobnione w postaci proszku i granulatu stanowią znaczną część w procesach produkcji i przetwórstwa. Dla tworzyw w takiej postaci zwykle określa się gęstość nasypową [3,4], wykorzystywana jest ona do określenia wydajności środków transportowych, do obliczeń wytrzymałości



zbiorników dla tworzyw rozdrobnionych, do obliczenia pojemności komór zasypowych w procesie prasowania. Przy pomiarze gęstości nasypowej za objętość przyjmuje się objętość tworzywa zgranulowanego łącznie z pustymi przestrzeniami pomiędzy granulkami. Gęstość nasypowa zależy od rozdrobnienia tworzywa i sposobu ułożenia granulek w naczyniu pomiarowym. Na ułożenie granulek wpływa wiele czynników: sposób wysypywania rozdrobnionego tworzywa do naczynia pomiarowego, wysokość wysypywania, wymiary naczynia pomiarowego. Przy wysypywaniu tworzyw drobnoziarnistych i proszkowych mogą wystąpić zakłócenia poprzez tworzenie się sklepień nad otworem lub powstawanie ścian pionowych. Zjawiska te zostały uwzględnione przy opracowaniu metod pomiaru gęstości nasypowej tworzyw o różnym stopniu rozdrobnienia.

Tworzywa porowate ze względu na budowę komórkową charakteryzują się bardzo dobrymi właściwościami izolacyjnymi, dlatego też znajdują szerokie zastosowanie użytkowe. W tworzywach porowatych przestrzeń wypełniona powietrzem może zajmować do 90% objętości, to powoduje, że gęstość pozorna tworzyw porowatych zawiera się w szerokim zakresie wartości [5,6].

Metody pomiarowe gęstości:

- metoda pomiaru objętości i masy
- metoda hydrostatyczna
- metoda kolby Le Chatélieria
- metoda piknometryczna
- metoda flotacyjna
- metoda kolumny gradientowej (próbki o wymiarach liniowych nie większych niż 5 mm i kształtach umożliwiających określenie położenia środka geometrycznego).

3 Metody

3.1 Metoda pomiaru objętości i masy I

3.1.1 Zakres stosowania metody

Metoda dotyczy próbek o kształtach całkowicie regularnych a więc próbek prostopadłościennych, odcinków rur i prętów okrągłych o równomiernym przekroju na całej długości o objętości nie większej 1000 mm³ i masie nie przekraczającej 180g.

3.1.2 Opis metody

Metoda polega na zważeniu próbki, określeniu jej objętości na podstawie pomiaru liniowych wymiarów próbki tworzywa sztucznego i obliczeniu gęstości jako ilorazu masy i objętości (wzór 2.1).

3.1.3 Przyrząd pomiarowy

Przyrządem pomiarowym w tej metodzie są:

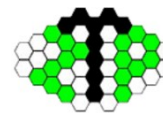
- waga laboratoryjna umożliwiająca zważenie próbki z dokładnością do 0,5 % masy próbki,
- suwmiarka lub inny przyrząd pomiarowy umożliwiający pomiar próbki z dokładnością do 0,1 mm.

3.1.4 Wykonanie pomiaru

1. próbkę zważyć na wadze laboratoryjnej z dokładnością 0,5% jej masy.
2. przy pomocy suwmiarki odczytać wszystkie wymiary próbki z dokładnością 0,1 mm i obliczyć jej objętość.
3. podstawić odczytane wartości do wzoru 2.1 i obliczyć gęstość tworzywa, z którego jest wykonana próbka.

3.2 Metoda pomiaru objętości i masy II

3.2.1 Zakres stosowania metody



Metoda dotyczy próbek w postaci granulek lub gotowych wyrobów o gęstości mniejszej niż 1 g/cm³ i zmieniającej się w wąskich granicach

3.2.2 Opis metody

Metoda polega na porównaniu gęstości próbki badanego tworzywa z gęstością cieczy immersyjnej w chwili przechodzenia próbki w stan zawiesiny. Cieczką immersyjną jest roztwór alkoholu etylowego o gęstości 0,91g/cm³

3.2.3 Przyrząd pomiarowy

Przyrządem pomiarowym w tej metodzie są:

- mieszadło magnetyczne,
- biureta i zlewka.

3.2.4 Wykonanie pomiaru

1. Próbkę w postaci granulek umieścić w zlewce.
2. Do zlewki wlać 50 cm³ cieczy immersyjnej.
3. Biuretę napełnić wodą destylowaną.
4. W ciągu 15 min dodawać stopniowo z biurety wodę, ciągle mieszając, najpierw porcjami po 1 cm³ do momentu, gdy próbka nabierze tendencji do przechodzenia w stan zawieszenia.
5. Od tej chwili dodawać wodę po 0,2 cm³ a na koniec kroplami aż do chwili gdy 2/3 próbki osiągnie stan równowagi z cieczą (przyjmą położenie w środku słupa cieczy w zlewce).
6. Przerwać dodawanie wody.
7. Z biurety odczytać ilość dodanej wody i oznaczyć ją na wykresie gradientacyjnym.
8. Z wykresu odczytać gęstość badanej próbki.

3.3 Metoda hydrostatyczna

3.3.1 Zakres stosowania metody

Metoda dotyczy próbek o zwartym, dowolnym kształcie i masie 0,2 - 5g. Nie stosuje się jej do tworzyw w postaci proszków.

3.3.2 Opis metody

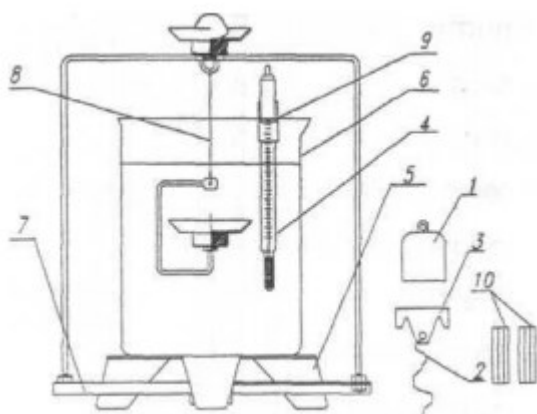
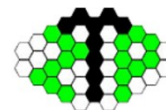
Pomiar polega na zważeniu próbki w powietrzu (górną szalkę wagi) a następnie w cieczy immersyjnej, np. H₂O (dolną szalkę wagi). Sposób postępowania jest dokładnie opisany w punkcie 3.3.4. Gęstość badanej próbki jest wyliczana automatycznie przez urządzenie. Podstawą obliczania gęstości jest wzór (3.1):

$$\rho = \frac{m_p \cdot \rho_{ci}}{m_p - m_{ci}}, g/cm^3 \quad (3.1)$$

gdzie: m_p – masa próbki w powietrzu; m_c – masa próbki w cieczy immersyjnej; ρ_{ci} – gęstość cieczy immersyjnej. Przy oznaczaniu gęstości tworzyw mniejszej od 1 g/cm³ używa się 70% roztworu alkoholu etylowego, którego gęstość należy oznaczyć areometrem z dokładnością do 0,01 g/cm³ w temperaturze 23 ± 2°C.

3.3.3 Przyrząd pomiarowy

Przyrządem pomiarowym w tej metodzie jest specjalna waga hydrostatyczna, przystosowana do wyznaczania gęstości ciał stałych i cieczy.



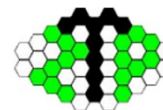
Rysunek 1. Budowa urządzenia do wyznaczania gęstości.

1 nurnik, 2 ciężno, 3 haczyk, 4 termometr, 5 podstawka zlewki, 6 zlewka, 7 ramka szalki, 8 szalka zestawu, 9 zacisk (klamra) termometru, 10 dodatkowe ciężarki do wyrównania obciążenia wstępnego wagi (tylko w przypadku wag WPS).

UWAGA: Części zestawu należy przechowywać w pudełku!

3.3.4 Wykonanie pomiaru

1. Zamontować na wadze zestaw do pomiaru gęstości ciał stałych lub cieczy.
2. Zamontować dodatkowe ciężarki (rys.1, poz.10) w celu wyrównania napięcia wstępnego wagi.
3. Napętnić zlewkę (rys.1, poz.6) odpowiednią cieczą (zależnie od pomiaru jaki będzie wykonywany).
4. Podłączyć urządzenie do prądu.
5. Przyciskiem ON/OFF włączyć urządzenie.
6. Przyciskiem TARE wyzerować wskazania wyświetlacza wagi.
7. Przyciskiem F ustawić p na wyświetlaczu wagi napis - Co - (pomiar gęstości ciał stałych)
8. Zatwierdzić przyciskiem PRINT.
9. Na wyświetlaczu pojawi się komunikat H2O; przyciskiem F wybierać ciecz, w której będzie ważona próbka:
10. H2O (woda destylowana)- przycisk F
11. C2H5OH (etanol) – przycisk F
12. AnotHer (inna ciecz)- przycisk F
13. Wybraną ciecz zatwierdzić przyciskiem PRINT (w chwili gdy jest ona wyświetlana na wyświetlaczu).
14. Na wyświetlaczu pojawi się komunikat tE_L (TEMP); należy wprowadzić wartość temperatury cieczy odczytanej z termometru, korzystając z przycisków:
15. ON/OFF - zmiana ustawianej cyfry
16. F - zmiana wartości cyfry
17. PRINT - zatwierdzenie wprowadzonej wartości.
18. W przypadku gdy wybraną cieczą jest AnotHer, po zatwierdzeniu należy podać jej gęstość , wykorzystując przyciski:
19. ON/OFF - zmiana ustawianej cyfry
20. F - zmiana wartości cyfry
21. PRINT - zatwierdzenie wprowadzonej wartości.
22. Po zatwierdzeniu wartości wprowadzonej temperatury na wyświetlaczu pojawi się
23. komunikat LoAd A i 0.0000 – należy umieścić próbkę na górnej szalce zestawu (masa próbki wyświetli się na wyświetlaczu).
24. Wyświetloną wartość wprowadzić do pamięci, używając przycisku F; na wyświetlaczu pojawi się komunikat LoAd L i 0.0000 – należy umieścić próbkę na dolnej szalce zestawu (masa próbki wyświetli



- się na wyświetlaczu).
25. Wyświetloną wartość wprowadzić do pamięci, używając przycisku F.
 26. Wartość jaka pojawi się na wyświetlaczu jest wartością gęstości badanego ciała stałego.
 27. Wrócić do trybu ważenia używając przycisku TARE.

3.4 Metoda pomiaru gęstości przy użyciu kolby Le Chateliera

3.4.1 Zakres stosowania metody

Metoda stosowana jest do badania gęstości tłoczyw lub napętniaczy.

3.4.2 Opis metody

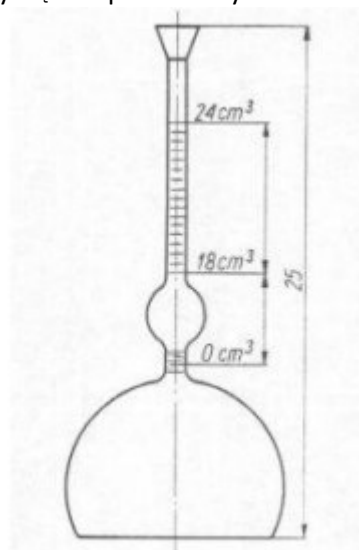
Metoda polega na dokładnym wysuszeniu badanego tworzywa, zważeniu i umieszczeniu go w kolbie miarowej Le Chateliera. Po wprowadzeniu próbki do kolby należy pozostałą jej część zważyć ponownie a z podziałki kolby odczytać objętość wprowadzonej próbki. Wyniki oblicza się z dokładnością do 0,01 g/cm³ wg wzoru 3.2:

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V}, \text{ g/cm}^3 \quad (3.2)$$

gdzie: m_1 – masa parownicy z proszkiem przed odsypaniem próbki, m_2 – masa parownicy z proszkiem po odsypaniu próbki; V – objętość próbki wsypanej do kolby.

3.4.3 Przyrząd pomiarowy

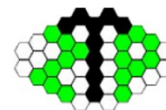
Przyrządem pomiarowym w metodzie tej jest kolba Le Chateliera.



Rysunek 2. Kolba Le Chateliera.

3.4.4 Wykonanie pomiaru

1. Próbkę (ok. 130 g) wysuszyć w suszarce w temperaturze ok. 105-110°C do uzyskania stałej masy z dokładnością do 0,01 g .
2. Kolbę Le Chateliera należy napęlnić benzenem, benzyną lub alkoholem etylowym nieco powyżej podziałki zerowej i zanurzyć w zlewce z wodą o temp. 23 °C, tak aby cała kalibrowana część była zanurzona w wodzie.
3. Po upływie 1 h, nie wyjmując kolby z wody usunąć nadmiar cieczy znajdującej się powyżej



- poziomu zerowego i wsypać proszek.
4. Przerwać wsypywanie w chwili gdy poziom cieczy podniesie się do podziałki odpowiadającej 20 cm³.
 5. Pozostały proszek wsypać do parownicy i zważyć.
 6. Obliczyć gęstość proszku ze wzoru 3.2.

3.5 Metoda wyznaczania gęstości przy pomocy piknometru

3.5.1 Zakres stosowania metody

Metoda stosowana jest do tworzyw sztucznych w postaci proszków, granulek, płatków lub gotowych wyrobów zmniejszonych do małych wymiarów.

3.5.2 Opis metody

Pomiar gęstości tą metodą odbywa się przy pomocy piknometru - szklanej kolbki o pojemności 20-50 cm³ z doszlifowanym korkiem. Do pomiaru używa się ok. 2 g tworzywa. Jako ciecz stosuje się wodę dla tworzyw o gęstości większej od 1 g/cm³, a do tworzyw o gęstości mniejszej 70% wodny roztwór alkoholu. Po wykonaniu wszystkich czynności opisanych w punkcie 3.4.4 należy wyliczyć gęstość badanego tworzywa wg wzoru:

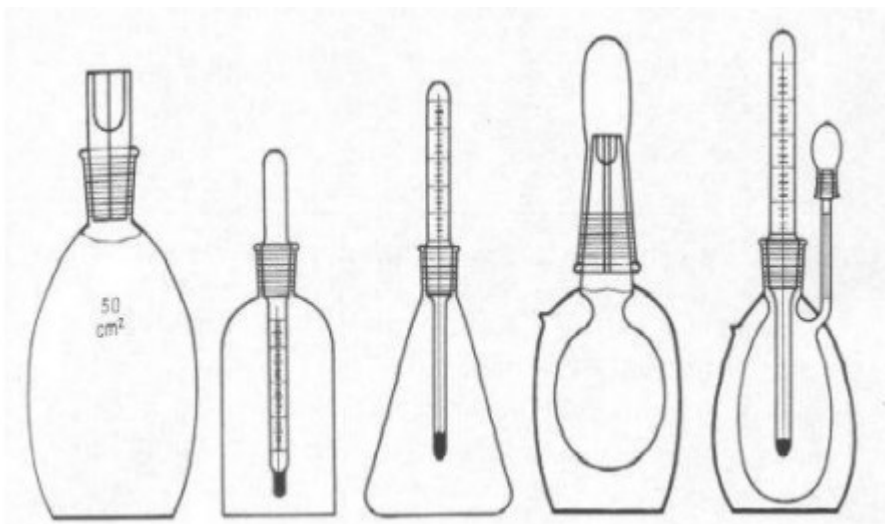
$$\rho = \frac{(m_1 - m_2) \cdot \rho_c}{(m_1 - m_2) - (m_4 - m_3)}, \text{ g/cm}^3 \quad (3.3)$$

gdzie: m_1 – masa piknometru; m_2 – masa piknometru z cieczą; m_3 – masa piknometru z próbką, m_4 – masa piknometru z próbka i cieczą; ρ_c – gęstość cieczy.

3.5.3 Przyrząd pomiarowy

Przyrządem pomiarowym w tej metodzie są:

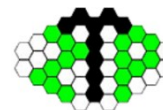
- waga laboratoryjna umożliwiająca zważenie próbek i piknometru z dokładnością do 0,0001g,
- piknometr,
- termostat.



Rysunek 3. Typowe piknometry.

3.5.4 Wykonanie pomiaru

1. Pusty piknometr zważyć z dokładnością do 0,0002g.
2. Piknometr napełnić cieczą, zatkać korkiem i umieścić w termosacie w temperaturze 23±0,1°C na 30 min.



3. Po upływie tego czasu wyjąć piknometr, szybko ochłodzić w wodzie i zważyć.
4. Opróżnić piknometr, wysuszyć i umieścić w nim próbkę (ok. 2 g).
5. Piknometr z próbką umieścić ponownie w termostacie na 30 min., następnie zważyć.
6. Napełnić piknometr ponownie cieczą immersyjną, usunąć pęcherzyki powietrza i umieścić w termostacie na 30 min.
7. Następnie wyjąć, ochłodzić i zważyć.
8. Gęstość badanej próbki obliczyć ze wzoru 3.3.

3.6 Metoda kolumny gradientowej

3.6.1 Zakres stosowania metody

Metoda stosowana jest do tworzyw sztucznych w postaci kulek, folii, włókien. Jest ona szczególnie odpowiednia do przeprowadzenia pomiarów na małych próbkach i dla porównania gęstości.

3.6.2 Opis metody

Metoda polega na porównaniu poziomu zanurzenia próbki badanego tworzywa w kolumnie gradientowej, napełnionej cieczą immersyjną, której gęstość w przybliżeniu powinna być równa najniższej żądanej gęstości. Próbkę należy zwilżyć cieczą immersyjną, wprowadzić do kolumny pod powierzchnią cieczy i pozostawić w kolumnie aż do osiągnięcia równowagi. Gęstość badanych próbek można oznaczyć graficznie lub przez obliczenie na podstawie wysokości poziomów zanurzenia, na których próbki pozostały w stanie równowagi, następującymi sposobami:

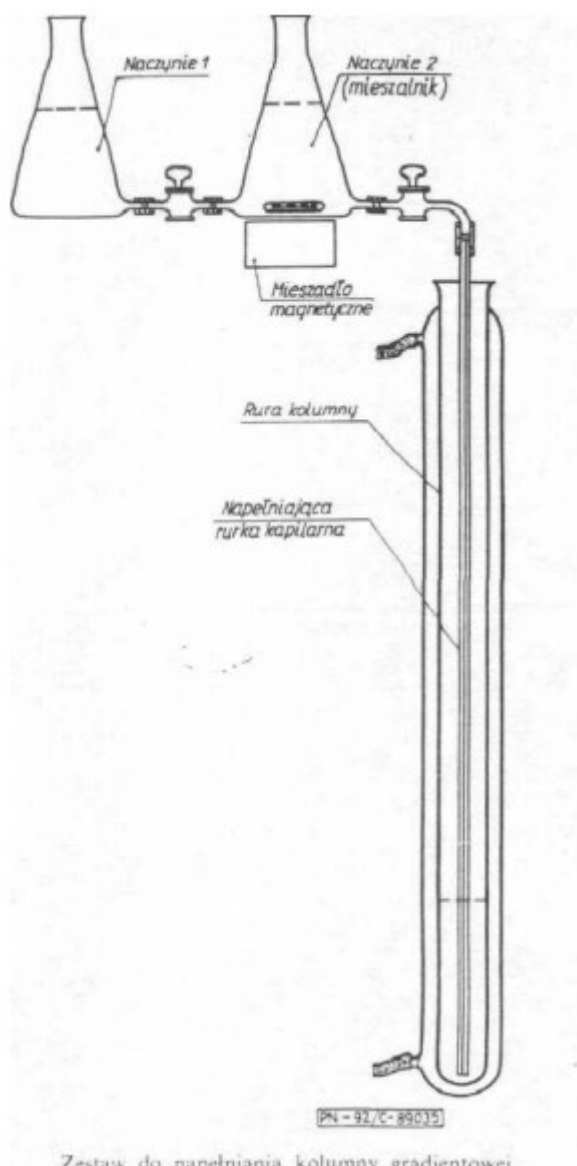
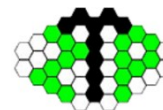
- a) wykonać wykres, odkładając na osi rzędnych gęstość pływaków, a na osi odciętych jego położenie; zaznaczyć na wykresie położenie próbek i odczytać odpowiadające im gęstości,
- b) za pomocą interpolacji między wielkościami dwóch gęstości wyskalowanych dwóch pływaków między którymi położona jest próbka wg wzoru :

$$\rho = \rho_1 + \frac{(h-h_2) \cdot (\rho_2 - \rho_1)}{(h_2 - h_1)}, \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (3.4)$$

gdzie: h_1, h_2 – poziom zanurzenia obu wyskalowanych pływaków w mm; ρ_1, ρ_2 – gęstość obu wyskalowanych pływaków w g/cm^3 ; h – poziom zanurzenia próbki w mm.

3.6.3 Przyrząd pomiarowy

Przyrządem pomiarowym w tej metodzie jest kolumna gradientowa (Rysunek 4). Jest to szklana, wyskalowana rura, z doszlifowanym korkiem. Jej średnica nie powinna wynosić więcej niż 40 mm.



Zestaw do napełniania kolumny gradientowej

Rysunek 4. Kolumna gradientowa z zestawem do napełniania.

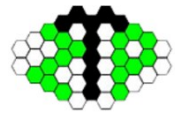
3.6.4 Wykonanie pomiaru

- 1 Do przygotowanej odpowiednio kolumny gradientowej (napełnionej cieczą i umieszczonymi pływakami) wprowadzić zwilżone cieczą immersyjną próbki badanego tworzywa,
- 2 Próbki pozostawić w kolumnie do osiągnięcia równowagi (ok. 10 min),
- 3 Po ustaleniu równowagi odczytać poziom zanurzenia próbek w cieczy,
- 4 Obliczyć gęstość próbek ze wzoru 3.4 lub odczytać ze sporządzonego wykresu.

4. Opracowanie wyników

Po wykonaniu ćwiczenia student zobowiązany jest do opracowania sprawozdania z jego przebiegu. Sprawozdanie powinno zawierać:

1. opis stosowanej metody,
2. wartości wyznaczonej gęstości wraz z obliczeniami dla danej metody,
3. pełną informację dotyczącą badanego tworzywa.



5. Literatura

1. Broniewski T., Kapko J., Płaczek W., Thomalla J., „Metody badań i ocena właściwości tworzyw sztucznych” WNT, Warszawa, 2000
2. PN-92/C-89035- Tworzywa sztuczne. Metody oznaczania gęstości i gęstości względnej tworzyw nieporowatych,
3. PN-ISO 60/1998- Tworzywa sztuczne. Oznaczanie gęstości nasypowej tworzywa przechodzącego przez określony lejek,
4. PN-ISO 60/1998- Tworzywa sztuczne. Oznaczanie gęstości nasypowej tworzywa przeznaczonego do formowania, które nie przechodzi przez określony lejek,
5. PN-92/C-89046- Tworzywa sztuczne. Oznaczanie gęstości pozornej sztywnych tworzyw porowatych,
6. PN-77/C-05012.03- Metody badań elastycznych tworzyw polimerowych. Oznaczanie gęstości pozornej.