

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

304 580

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

G01N 21/93 (2006.01)
G01N 33/44 (2006.01)
C08J 3/20 (2006.01)
G01N 1/28 (2006.01)
G01N 15/02 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2013-314**
(22) Přihlášeno: **26.04.2013**
(40) Zveřejněno: **16.07.2014**
(Věstník č. 29/2014)
(47) Uděleno: **04.06.2014**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **16.07.2014**
(Věstník č. 29/2014)

(56) Relevantní dokumenty:

JP S 57114840; CN 102936355; WO 2007/122930 A1; US 6174728 B1; US 5304324.

(73) Majitel patentu:
Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Zlín, CZ

(72) Původce:
Ing. Jakub Kadlčák, Napajedla, CZ
doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D., Zlín, CZ

(74) Zástupce:
UTB ve Zlíně, Univerzitní institut, Ing. Jan Görig,
Nám. T. G. Masaryka 5555, 760 01 Zlín

(54) Název vynálezu:
Etalon k hodnocení topografie materiálů

(57) Anotace:
Řešení se týká etalonu k hodnocení topografie materiálů, který je určen ke kalibraci přístroje hodnotícího kvalitu makro-disperze plniv. Etalon je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu na bázi spojitě fáze a inertních částic globulárních tvarů o rozměrech od 0,5 do 500 mikrometrů a úzké distribuci velikosti částic s variačním koeficientem do hodnoty 1. Spojitou fází může tvořit polymerní matrice na bázi elastomeru, zejména pak silikonového kaučuku, polymerní matrice na bázi termoplastu nebo polymerní matrice na bázi reaktoplastu. V jiném provedení etalonu může spojitou fází tvořit také nízkomolekulární organický materiál jako vosk, parafinový olej nebo lepidlo. Inertními částicemi globulárních tvarů jsou s výhodou skleněné kuličky, mohou jí být ale také částice organického původu, například částice sazí, keramické kuličky nebo i kovové kuličky.

CZ 304580 B6

Etalon k hodnocení topografie materiálů

Oblast techniky

5

Vynález se týká etalonu k hodnocení topografie materiálů, který je určen ke kalibraci přístroje hodnotícího kvalitu makro–disperze plniva.

Dosavadní stav techniky

V současné době se za účelem hodnocení kvality disperze plniva využívá v gumárenském průmyslu řada metod. Důvodem je skutečnost, že úroveň disperze plniva výrazně ovlivňuje výkonost a vlastnosti finálních produktů jako např. pneumatik. Kvalita zamíchání plniva se popisuje hodnotou makro–disperze plniva. Tento parametr je definován jako distribuce aglomerátů plniva menších než 100 mikrometrů, ale větších než 2 mikrometry ve směsi a reprezentuje mikro oblast aglomerace. Jednou z nejrozšířenějších metod užívaných pro hodnocení kvality makro–disperze ztužujících plniv (jako jsou silika, saze nebo jiná inertní plniva – např. vápenec a jíel) je, především z důvodu její rychlosti a relativní jednoduchosti, technika pracující na základě principu vyhodnocování povrchové nerovnosti čerstvě připraveného řezu vzorku pomocí optické mikroskopie pracující v reflexním módu. Tato standardizovaná metoda (popsaná v mezinárodní normě ASTM D7723–11 s názvem „Standard Test Method for Rubber Property – Macro–Dispersion of Fillers in Compounds“) využívá algoritmů ke kvantifikaci hrubosti povrchu čerstvě připraveného vzorku měřeného za pomoci optické metody, kdy jsou velké aglomeráty, během přípravy vzorku řezáním, zatlačeny na jednu nebo druhou stranu řezu a vytváří tak profilovaný povrch. Příprava vzorku z nevulkanizované směsi je popsána v dokumentu US 6 795 172 s názvem „Metoda pro přípravu nevytvrzených kaučukových vzorků pro měření disperze plniv“. Světelný mikroskop je vybaven CCD nebo CMOS senzorem zaznamenávajícím snímky povrchu. Mikroskop pracuje v temném poli, kdy je vzorek za účelem analýzy ozářován světlem dopadajícím pod úhlem 30°. Paprsky světla dopadající na povrchové nerovnosti reprezentující nedispergované plnivo jsou odraženy směrem do senzoru, který je zaznamenává a paprsky dopadající na povrch bez nerovností – povrch hladký, jsou odraženy směrem pryč od senzoru a na snímku se jeví jako tmavá oblast. Snímek povrchu je digitalizován a jako binární obrázek analyzován softwarem k tomu určeným. Postup analýzy je standardizován a popsán v mezinárodní normě ISO 11345/B s názvem „Rubber – Assessment of Carbon Black and Carbon Black/Silica Dispersion – Rapid Comparative Methods“. Z binárního obrázku je vypočten poměr bílé plochy reprezentující nerovnosti povrchu a celkové plochy snímku podle normy ASTM D7723–11 a tento poměr v procentech udává celkovou kvalitu makro–disperze plniva ve směsi.

Zkoušky prováděné na kaučukových směsích se v gumárenské praxi provádějí z důvodu zjištění vlastností a chování materiálů. Zjištěné charakteristiky následně mohou sloužit k monitorování výrobních a zpracovatelských procesů a v neposlední řadě k řízení kvality surovin, polotovarů i finálních výrobků. Gumárenské materiály se vyznačují vysokou molekulární hmotností a jsou charakteristické velmi složitým viskoelastickým chováním, kdy jsou schopny velmi vysokých vratných deformací až 1000 % při nízké stlačitelnosti. Díky tomuto chování je poměrně komplikované jejich zpracování. Vlastnosti těchto materiálů se potom liší v závislosti na složení jednotlivých směsí a typů použitých složek ve směsi. Jednotlivé zkoušky a jejich podmínky je potom nutné vybírat s ohledem na tuto variabilitu kaučukových směsí, protože viskoelastická odezva se bude lišit podle teploty testování, frekvence namáhání, velikosti vložené deformace vzorku a dalších parametrů testů. Velmi důležitá u gumárenských zkoušek je také příprava zkušebních vzorků, jejíž důkladnost může mít vliv na výsledky zkoušek, a dále historie zkušebních těles, jako stáří a podmínky skladování. Obecně platí fakt, že zkoušení vzorků by mělo probíhat za podmínek, které maximálně kopírují podmínky při praktické aplikaci hotového výrobku.

55

Podstata vynálezu

Uvedené nevýhody a nedostatky dosud známých řešení do značné míry odstraňuje etalon k hodnocení topografie materiálů, určený ke kalibraci přístroje hodnotícího kvalitu makro-disperze plniv podle vynálezu. Podstata vynálezu spočívá v tom, že tento etalon je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu na bázi spojitě fáze a inertních částic globulárních tvarů, jako jsou skleněné kuličky, kovové kuličky nebo částice sazí o rozměrech od 0,5 do 500 mikrometrů a úzké distribuci velikosti částic s variačním koeficientem do hodnoty 1.

Preferované rozměry inertních částic globulárních tvarů jsou od 0,5 do 25 mikrometrů, jejich obsah činí s výhodou 1 až 100 hmotnostních dílů na 100 hmotnostních dílů spojitě fáze.

Spojitou fázi může tvořit polymerní matrice na bázi elastomeru, zejména pak silikonového kaučuku, polymerní matrice na bázi termoplastu nebo polymerní matrice na bázi reaktoplastu. V jiném provedení etalonu může spojitou fázi tvořit také nízkomolekulární organický materiál jako vosk, parafinový olej nebo lepidlo.

Inertními částicemi globulárních tvarů jsou s výhodou skleněné kuličky, mohou jí být ale také částice organického původu, například saze, keramické kuličky nebo i kovové kuličky.

Etalon k hodnocení topografie materiálů podle vynálezu zlepšuje proces vyhodnocení kvality makro-disperze plniva na základě drsnosti čerstvě připraveného povrchu vzorku především tím, že slouží ke kalibraci přístroje měřícího makro-disperzi směsi na základě topografie povrchu.

Přehled obrázků na výkresech

K bližšímu objasnění podstaty vynálezu slouží přiložené výkresy, kde představuje

Obr. 1 – Schematické znázornění principu optického mikroskopu pracujícího v temném poli.

Obr. 2 – Grafické znázornění standardní distribuce velikostí aglomerátů sazí.

Obr. 3 – Grafické znázornění úzké distribuce velikostí skleněných kuliček (je užší než v případě sazových aglomerátů).

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Etalon k hodnocení topografie materiálů je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu, který obsahuje jako spojitou fázi 100 hmotnostních dílů silikonového kaučuku s 10 hmotnostními díly síťovacího činidla a 1 hmotnostní díl inertních částic globulárních tvarů – konkrétně skleněných kuliček o velikosti 0,5 až 25 mikrometrů, s úzkou distribucí velikosti částic s variačním koeficientem do hodnoty 1 (graficky znázorněnou na Obr. 3).

Při přípravě etalonu se silikonový kaučuk v kapalném stavu odměří v požadovaném množství do kádinky, kde je smíchán se síťovacím činidlem. Následně je přidáno specifikované množství skleněných kuliček. Získaná směs je míchána za pokojové teploty elektrickým míchadlem po dobu 5 minut rychlostí 300 otáček/min. Suspenze je pak přenesena do nádoby o požadované velikosti a tvaru etalonu tak, aby plocha zkoumaného řezu vzorku mohla být v souladu s normou ASTM D7723, minimálně 5 x 5 milimetrů. Následně je nádoba obsahující suspenzi vložena do vakuové sušárny na dobu minimálně půl hodiny za účelem odstranění vzduchu (alternativně je

také možné použít exikátoru). Po odstranění vzduchu se nádobka ohřívá na teplotu 40 ± 5 °C, která se udržuje po dobu minimálně 1,5 hodiny, až do doby dokončení síťovací reakce.

5 Přípravený etalon je určen ke kalibraci přístroje hodnotícího kvalitu makro-disperze plniv – světelného mikroskopu vybaveného CCD nebo CMOS senzorem zaznamenávajícím snímky povrchu
přípraveného řezu. Mikroskop (viz schéma na Obr. 1) pracuje v temném poli, kdy je vzorek 1 za účelem analýzy ozařován světlem ze světelného zdroje 4 dopadajícím pod úhlem 30°. Paprsky světla dopadající na povrchové nerovnosti reprezentující nedispergované plnivo jsou odraženy
10 přes objektiv 2 s optikou do senzoru 3, který je zaznamenává a paprsky dopadající na povrch bez nerovností – hladký povrch, jsou odraženy směrem pryč od senzoru a na snímku se objeví jako tmavá oblast. Snímek povrchu je digitalizován a jako binární obrázek analyzován softwarem k tomu určeným.

15 Příklad 2

Etalon k hodnocení topografie materiálů je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu, který obsahuje jako spojitou fázi polypropylenovou matici plněnou 5 hmotnostními díly skleněných kuliček o úzké distribuci velikosti částic frakce v intervalu 25 až 75 mikrometrů.

20 Při přípravě etalonu je polypropylen v čase nula v podobě granulí vpraven do komory integrálního hnětače vyhřáté na 200 °C a je homogenizován po dobu 2 minuty při rychlosti 20 otáček/min. Po této době je přidáno specifikované množství kuliček a otáčky jsou v průběhu 1 minuty, za současného míchání směsi, kontinuálně zvyšovány na hodnotu 50 otáček/min. Při této rychlosti je
25 směs míchána ještě další 4 minuty a proces míchání je ukončen vyjmutím směsi z komory. Jedná se o jednostupňové míchání. Po vychladnutí jsou ze zamíchaného materiálu připraveny zkušební vzorky.

30 Příklad 3

Etalon k hodnocení topografie materiálů je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu, který obsahuje jako spojitou fázi reaktoplastovou matici připravenou ze 100 hmotnostních dílů Bisfenolu A diglycidyleteru, 6 hmotnostních dílů dietyltriaminu a 10 hmotnostních dílů skleněných kuliček o úzké distribuci velikosti částic frakce v intervalu 75 až 150 mikrometrů.

35 Při přípravě etalonu se Bisfenol A diglycidyleter v požadovaném množství odměří do kádinky, kde je při teplotě 80 °C a rychlosti míchání 300 otáček/min smíchán se skleněnými kuličkami. Po vychladnutí je přimíchán dietyltriamin a směs je pak přenesena do nádobky o požadované velikosti a tvaru etalonu tak, aby plocha zkoumaného řezu vzorku mohla být v souladu s normou ASTM D7723, minimálně 5 x 5 milimetrů. Následně je nádobka obsahující směs vložena do vakuové sušárny na dobu minimálně půl hodiny za účelem odstranění vzduchu (to je také možné za použití exsikátoru). Po odstranění vzduchu se nádobka ohřívá na teplotu 80 ± 5 °C, která se udržuje po dobu cca 8 hodin a po této době se teplota na 2 hodiny zvýší na 120 °C, z důvodu úplného
45 dokončení síťovací reakce.

Příklad 4

50 Etalon k hodnocení topografie materiálů je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu, který obsahuje spojitou fázi na bázi dvousložkového lepidla, tvořeného z 50 hmotnostních dílů polystyrenu rozpuštěného ve 100 hmotnostních dílech acetonu, naneseného na laboratorní sklíčko. V tomto dvousložkovém lepidle je ručně rozmícháno 15 hmotnostních dílů skleněných kuliček o úzké distribuci velikosti částic frakce v intervalu 150 až 300 mikrometrů.

55

Příklad 5

5 Etalon k hodnocení topografie materiálů je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu, který obsahuje jako spojitou fázi 100 hmotnostních dílů silikonového kaučuku s 10 hmotnostními díly síťovacího činidla a 25 hmotnostních dílů inertních částic globulárních tvarů – konkrétně skleněných kuliček o velikosti 300 až 450 mikrometrů, s úzkou distribucí velikosti částic s variačním koeficientem do hodnoty 1 (graficky znázorněnou na Obr. 3).

10 Při přípravě etalonu se silikonový kaučuk v kapalném stavu odměří v požadovaném množství do kádinky, kde je smíchán se síťovacím činidlem. Následně je přidáno specifikované množství skleněných kuliček. Získaná směs je míchána za pokojové teploty elektrickým míchadlem po dobu 5 minut rychlostí 300 otáček/min. Suspenze je pak přenesena do nádoby o požadované velikosti a tvaru etalonu tak, aby plocha zkoumaného řezu vzorku mohla být v souladu s normou
15 ASTM D7723, minimálně 5 x 5 milimetrů. Následně je nádobka obsahující suspenzi vložena do vakuové sušárny na dobu minimálně půl hodiny za účelem odstranění vzduchu (alternativně je také možné použít exsikátoru). Po odstranění vzduchu se nádobka ohřívá na teplotu 40±5 °C, která se udržuje po dobu minimálně 1,5 hodiny, až do doby dokončení síťovací reakce.

20

Příklad 6

Etalon k hodnocení topografie materiálů je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu, který obsahuje jako spojitou fázi 100 hmotnostních dílů silikonového kaučuku s 10 hmotnostními
25 díly síťovacího činidla a dále 1 až 100 hmotnostních dílů sazí standardně užívaných v gumárenské výrobě a definovaných dle mezinárodní normy ASTM D1765–10. Příkladná distribuce velikostí aglomerátů sazí je graficky znázorněna na Obr. 2.

30 Při přípravě etalonu se silikonový kaučuk v kapalném stavu se v požadovaném množství odměří do kádinky, kde je smíchán se síťovacím činidlem. Následně je přidáno specifikované množství sazí. Tato směs je míchána za pokojové teploty elektrickým míchadlem po dobu 5 minut rychlostí 300 otáček/min. Suspenze je pak přenesena do nádoby o požadované velikosti a tvaru etalonu tak, aby plocha zkoumaného řezu vzorku mohla být v souladu s normou ASTM D7723, minimálně 5 x 5 milimetrů. Následně je nádobka obsahující suspenzi vložena do vakuové sušárny na do-
35 bu minimálně půl hodiny za účelem odstranění vzduchu (také je možné použít exsikátoru). Po odstranění vzduchu se nádobka ohřívá na teplotu 40±5 °C, která se udržuje po dobu minimálně 1,5 hodiny, až do doby dokončení síťovací reakce.

40 Příklad 7

Etalon k hodnocení topografie materiálů je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu, který obsahuje jako spojitou fázi 100 hmotnostních dílů silikonového kaučuku s 10 hmotnostními
45 díly síťovacího činidla a 30 hmotnostních dílů inertních částic globulárních tvarů – konkrétně kovových kuliček o úzké distribuci velikosti částic frakce v intervalu 350 až 500 mikrometrů.

Při přípravě etalonu se silikonový kaučuk v kapalném stavu odměří v požadovaném množství do kádinky, kde je smíchán se síťovacím činidlem. Následně je přidáno specifikované množství kovových kuliček. Získaná směs je míchána za pokojové teploty elektrickým míchadlem po dobu
50 5 minut rychlostí 300 otáček/min. Suspenze je pak přenesena do nádoby o požadované velikosti a tvaru etalonu tak, aby plocha zkoumaného řezu vzorku mohla být v souladu s normou ASTM D7723, minimálně 5 x 5 milimetrů. Následně je nádobka obsahující suspenzi vložena do vakuové sušárny na dobu minimálně půl hodiny za účelem odstranění vzduchu (alternativně je také možné použít exsikátoru). Po odstranění vzduchu se nádobka ohřívá na teplotu 40±5 °C, která se udržuje
55 po dobu minimálně 1,5 hodiny, až do doby dokončení síťovací reakce.

Průmyslová využitelnost

5 Vynález je možno využít pro kalibraci přístroje pro hodnocení makro–disperze sazí a/nebo dalších částic ve spojitě matrici.

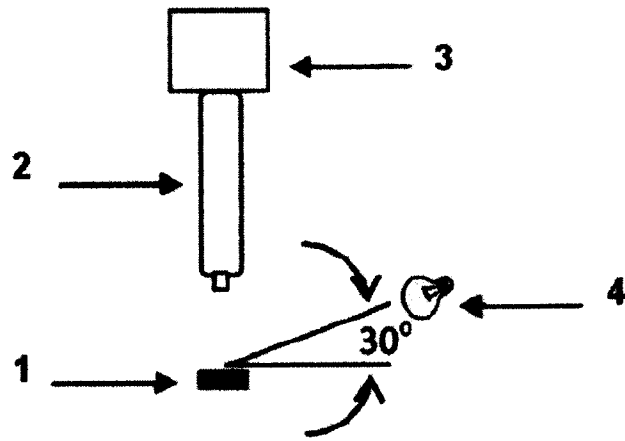
10

PATENTOVÉ NÁROKY

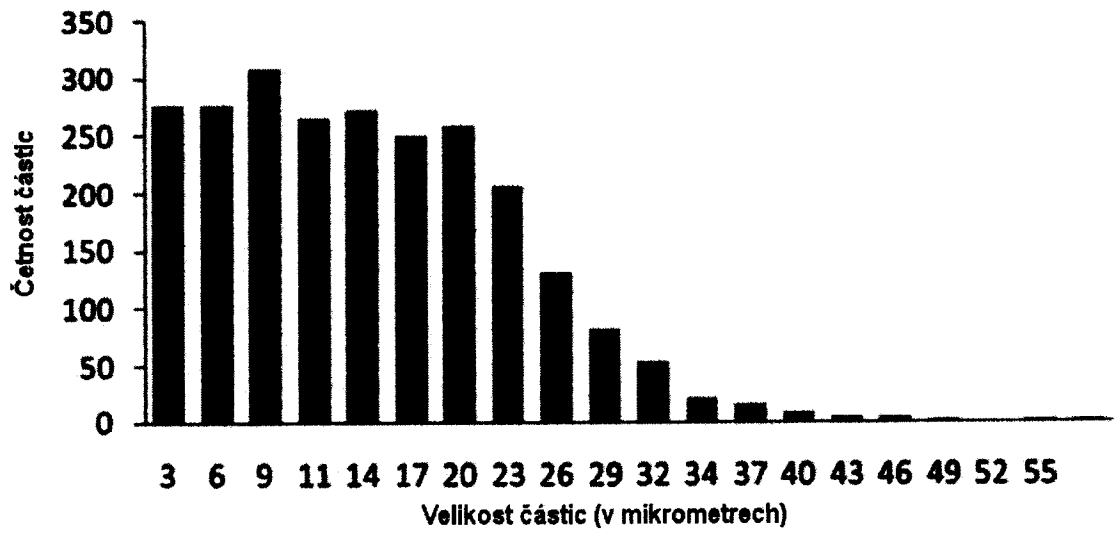
1. Etalon pro hodnocení topografie materiálů, určený ke kalibraci přístroje hodnotícího kvalitu makro–disperze plniv, **vyznačující se tím**, že je zhotoven z dvoufázového kompozitního materiálu na bázi spojitě fáze a inertních částic globulárních tvarů, jako jsou skleněné kuličky, kovové kuličky nebo částice sazí o rozměrech od 0,5 do 500 mikrometrů a úzké distribuci velikosti částic s variačním koeficientem do hodnoty 1.
- 15
2. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že preferované rozměry inertních částic globulárních tvarů jsou od 0,5 do 25 mikrometrů při úzké distribuci velikosti částic s variačním koeficientem do hodnoty 1.
- 20
3. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že obsah inertních částic globulárních tvarů činí 1 až 100 hmotnostních dílů na 100 hmotnostních dílů spojitě fáze.
- 25
4. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že spojitou fázi tvoří polymerní matrice na bázi elastomeru, zejména pak síťovaného silikonového kaučuku.
5. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že spojitou fázi tvoří polymerní matrice na bázi termoplastu.
- 30
6. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že spojitou fázi tvoří polymerní matrice na bázi reaktoplastu.
- 35
7. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že spojitou fázi tvoří nízkomolekulární organický materiál jako vosk, parafinový olej nebo lepidlo.
8. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že inertními částicemi globulárních tvarů jsou skleněné kuličky.
- 40
9. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že inertními částicemi globulárních tvarů jsou saze.
10. Etalon podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že inertními částicemi globulárních tvarů jsou kovové kuličky.
- 45

50

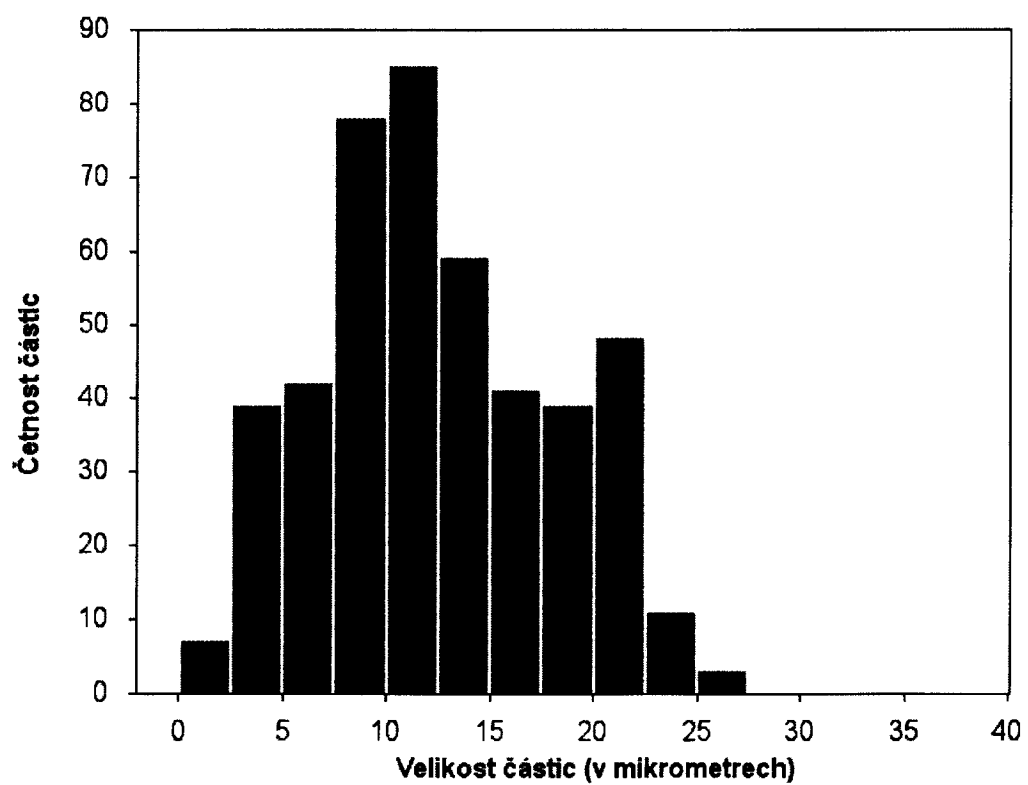
2 výkresy



Obr. 1



Obr. 2



Obr. 3

Konec dokumentu
