

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

ГОУ ВПО «УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЛЕСОТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра технологии переработки пластмасс

Н.М. Мухин
В.Г. Бурындин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Методические указания

(для лабораторных занятий и научно-исследовательской работы)
для студентов очной и заочной форм обучения.

Направление 655100 «Химическая технология высокомолекулярных
соединений и полимерных материалов»,
специальность 240502 «Технология переработки пластических
масс и эластомеров»
дисциплины «Технология переработки полимеров»,
«Технология и оборудование производства изделий
из пластмасс и композиционных материалов»

Екатеринбург
2011

Печатается по рекомендации методической комиссии ИЭФ.
Протокол № 3 от 4 октября 2010 г.

Рецензент – Терентьев В.Б., доцент кафедры химической технологии
древесины УГЛТУ, канд. техн. наук.

Редактор А.Л. Ленская
Оператор компьютерной верстки Г.И. Романова

Подписано в печать 18.02.11		Поз. 69
Плоская печать	Формат 60x84 1/16	Тираж 50 экз.
Заказ №	Печ. л. 1,86	Цена 10 руб. 16 коп.

Редакционно-издательский отдел УГЛТУ
Отдел оперативной полиграфии УГЛТУ

ВВЕДЕНИЕ

Полимерные материалы обладают комплексом характеристик, которые при умелом их использовании обеспечивают эффективные эксплуатационные свойства изделий и рентабельность их производства. К основным достоинствам пластмасс относятся:

- ◆ высокая технологичность, позволяющая практически полностью исключить из производственного цикла трудоемкие и дорогостоящие операции механической обработки изделий;
- ◆ минимальная энергоемкость, определяемая тем, что температуры переработки этих материалов составляют, как правило, 150–200 °С, что существенно ниже, чем у металлов, не говоря о керамике;
- ◆ возможность получить за один цикл штучного формования сразу несколько изделий, в том числе сложной конфигурации, а при производстве погонажных изделий вести процесс на высоких скоростях;
- ◆ широкое использование автоматизации в технологии переработки полимерных материалов, позволяющее существенно сократить затраты на заработную плату и резко повысить качество изделий, в том числе в результате исключения неоправданного вмешательства рядового персонала в инженерно обоснованные процессы.

Вследствие перечисленных особенностей полимерные материалы получили исключительно широкое распространение и эффективно используются практически во всех отраслях мирового хозяйства.

Важно сделать правильный выбор полимерного материала для конкретных условий технологии изготовления данного изделия и его эксплуатации. Правильному выбору полимерных материалов для изготовления данного изделия способствует знание разных систем классификации полимерных материалов. Одной из классификаций является их классификация по совокупности параметров эксплуатации. Из всей совокупности параметров эксплуатации при выборе конструкционного полимерного материала для изготовления изделия первоначально оценивают значения теплостойкости, предела текучести и модуля упругости при растяжении, твердости.

По совокупности параметров эксплуатации полимерные материалы делят на две большие группы:

- ◆ общетехнического назначения;
- ◆ инженерно-технического назначения.

Конструкционные полимерные материалы общетехнического и инженерно-технического назначения существенно различаются по поведению при воздействии механической нагрузки при повышенных температурах и, следовательно, по возможности применения.

Полимерные материалы общетехнического назначения характеризуются резким снижением механических характеристик с повышением температуры, так как имеют низкую теплостойкость. Они неработоспособны при кратковременной нагрузке при температуре свыше 50 °С и главным образом работают в ненагруженном состоянии или слабонагруженном состоянии при обычных или средних (до 50 °С) температурах.

Полимерные материалы инженерно-технического назначения имеют более высокие механические характеристики и теплостойкость. У них наблюдается меньшее снижение этих параметров с повышением температуры. Полимерные материалы данного класса могут работать при кратковременной нагрузке и высоких температурах (>250 °С). Могут длительно эксплуатироваться под нагрузкой при повышенных температурах.

Одной из первых технологических операций процесса переработки полимерных материалов в изделия из реактопластов является контроль качества перерабатываемого сырья. Он проводится как в целях проверки его соответствия техническим условиям (ГОСТ или ТУ), так и с целью уточнения режимов подготовки сырья и режимов его переработки. Качество сырья оценивают по технологическим, основным физико-механическим и другим конструкционным (эксплуатационным) свойствам, показатели которых определены ГОСТом или ТУ на данный материал.

Технологические свойства – это свойства полимерного материала, определяющие его состав и перерабатываемость в изделия.

Реологические свойства, зависящие от технологических свойств, – это деформационные свойства расплавов полимерных материалов и характер их течения под воздействием внешних сил, т.е. когда в расплавах развиваются большие необратимые деформации. При приложении внешних сил возникает течение, основная особенность которого заключается в том, что одновременно развиваются три вида деформации: мгновенная упругая, высокоэластическая (запаздывающая упругая) и пластическая (необратимая). При течении расплавов полимеров возникают эффект Вайссенберга, эффект Барруса и эластическая турбулентность.

Эксплуатационные (конструкционные) свойства - это свойства материала, определяющие качество изделий. К ним относятся физико-механические (прочностные, теплофизические, электрические, антифрикционные) и другие свойства.

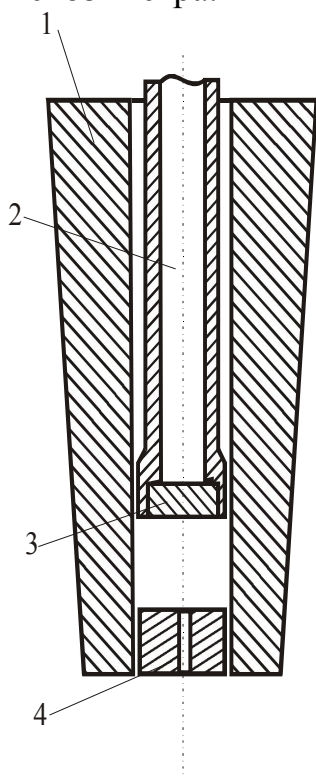
Кроме ГОСТов и ТУ на полимерные материалы в настоящее время имеется достаточное количество справочной литературы по оценке свойств полимерных материалов [1-6].

В данных методических указаниях рассматриваются методы определения свойств полимерных материалов на оборудовании и приборах, имеющихся на кафедре технологии переработки пластмасс. За основу их составления взяты вышеуказанные источники и инструкции по эксплуатации приборов и оборудования.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ И РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

1.1. Определение показателя текучести расплава термопластов

Показатель текучести расплава, обозначаемый аббревиатурой ПТР, является параметром, позволяющим оценить реологические свойства расплавов термопластичных полимерных материалов и определить выбор способа переработки термопласта. Для оценки значения ПТР используют прибор ИИРТ, действие которого основано на принципе капиллярного вискозиметра.



Приборы: прибор ИИРТ-2 с комплектом набора грузов и инструмента; секундомер; весы аналитические (электронные) ВЛТ.

Материалы: гранулы термопластичных полимерных материалов.

Рабочим органом прибора является экструзионная камера (рисунок 1.1), расположенная внутри термостата. Экструзионная камера 1 представляет собой цилиндрический канал диаметром 9,54 мм и длиной 115 мм, внутри которого перемещается полый поршень 2 с направляющей головкой 3. В нижней части экструзионной камеры располагаются сменные капилляры 4 с внутренним диаметром 2,095 мм, длиной 8 (стандартный) или 24 и 30 мм, применяемые для изучения реологических свойств полимеров.

Рис. 1.1. Экструзионная камера прибора ИИРТ

В комплект набора грузов входит:

- первый груз (0,325 кг) представляет массу держателя грузов с поршнем;
- П + №2 = 1,2 кг;
- П + №2 + №3 = 2,16 кг;
- П + №2 + №3 + №4 = 3,8 кг;
- П + №2 + №3 + №4 + №5 = 5,0 кг;
- П + №2 + №3 + №4 + №5 + №6 = 10,0 кг;
- П + №2 + №3 + №4 + №5 + №6 + №7 = 12,5 кг;
- П + №2 + №3 + №4 + №5 + №6 + №7 + №8 = 21,6 кг.

Подготовка к работе:

- установить по задатчику температуры необходимую рабочую температуру;

- в канал экструзионной камеры вставить необходимый для испытания капилляр;

- подключить установку к сети 220 В, 50 Гц за 1 ч до начала испытаний. Затем проверить ртутным термометром (с точностью $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$) температуру внутри экструзионной камеры. При необходимости по задатчику отрегулировать температуру.

Техническое обслуживание прибора после окончания работы:

- установку следует чистить в горячем состоянии после каждого испытания. При удалении остатков термопласта для очистки любой детали установки запрещается применять абразивы или другие подобные материалы;

- поршень вынуть и протереть в горячем состоянии тканью, смоченной в каком-либо подходящем органическом растворителе;

- капилляр прочистить плотно входящим латунным стержнем и затем погрузить в кипящий растворитель до полной очистки;

- экструзионную камеру прочистить до зеркального блеска тканью, намотанной на шомпол и смоченной растворителем.

Порядок работы. Экструзионную камеру нагреть до заданной температуры (таблица 1.1). Произвести загрузку испытываемого материала в экструзионную камеру через воронку. При загрузке быстротекущего материала закрывают нижний торец капилляра упором. Масса материала, загружаемого в камеру, зависит от ПТР термопласта (таблица 1.2).

Таблица 1.1

Условия испытаний при определении ПТР

Термопласт	Температура, $^{\circ}\text{C}$	Масса груза, кг
Полиэтилен НП	$190 \pm 0,5$	2,16
Полиэтилен ВП	$190 \pm 0,5$	5,00
Полипропилен	$230 \pm 0,5$	2,16
Полистирол	$200 \pm 0,5$	5,00
Сополимеры АБС	$220 \pm 0,5$	10,00
Полиамиды	$230 \pm 0,5$	0,325

Таблица 1.2

Зависимость массы материала и промежутков времени отсечения экструдата от показателя текучести расплава

ПТР, г/10 мин	Масса навески, г	Интервал времени, с
$0,1 \div 0,5$	4÷5	240
$0,5 \div 1,0$	4÷5	120
$1,0 \div 3,5$	4÷5	60
$3,5 \div 10$	6÷8	30
$10 \div 25$	6÷8	10÷15

Дозу материала уплотняют поршнем из набора инструментов прибора. Устанавливают в экструзионную камеру поршень и утапливают в канале на 1/3 его длины: верхняя кольцевая отметка штока поршня должна опуститься до верхней кромки камеры. В зависимости от вида исследуемого материала или условий испытаний установить требуемый груз на держателе (таблица 1.1). Гранулы материала прогревают до их расплавления и гомогенизации в течение 4 мин под поршнем, нагруженного стандартной для испытуемого полимера нагрузкой.

Под действием этого усилия расплав выдавливается через капилляр. Как только верхняя кольцевая отметка штока поршня опустится ниже верхней кромки экструзионной камеры, весь выдавленный материал срезают и отбрасывают. Одновременно начинают измерение ПТР.

Для измерения ПТР отбирают отрезки экструдированного материала, последовательно отсекаемые через определенные интервалы времени.

Длина отдельных отрезков 10–20 мм. Промежутки времени, через которые следует срезать экструдат, вытекающий из капилляра, зависят от ПТР термопласта (таблица 1.2).

Отрезки, имеющие пузырьки воздуха, не используются. После охлаждения полученные отрезки взвешивают каждый в отдельности с погрешностью $\pm 0,001$ г. Число их должно быть не менее трех.

Показатель текучести расплава ПТР (г/10 мин) определяется по соотношению

$$ПТР = \frac{600 \cdot m}{\tau}, \quad (1.1)$$

где m – масса экструдированного отрезка, г;

τ – интервал времени между двумя последовательными отсечениями, с.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое двух определений на трех отрезках материала, расхождение по ПТР между которыми не должно превышать 5%.

1.2. Определение реологических характеристик термопластов

Кроме ПТР капиллярная вискозиметрия позволяет оценить энергию активации вязкого течения (U_R) и реологические характеристики расплава.

Энергия активации вязкого течения (U_R) усредненно характеризует молекулярную массу и молекулярно-массовое распределение полимера (ММР), а также его строение:

$$U_R = \frac{R \cdot T_1 \cdot T_2 \ln(ПТР_2 / ПТР_1)}{T_2 - T_1}, \quad (1.2)$$

где T – температуры измерения. Обычно достаточно $T_2 = T_1 + (10-20)^0$;

$ПТР_1$ и $ПТР_2$ – показатели текучести расплава при T_1 и T_2 ;

R – универсальная газовая постоянная, $R = 8,314$ кДж/моль.

Косвенно молекулярно-массовое распределение полимера также можно оценить по **показателю чувствительности расплава к скорости сдвига (K_R)** опосредованно по влиянию усилия на поршне на значение ПТР, определенное при нагрузке массой 21,6 кг, т.е. на один десятичный порядок. Тогда

$$K_R = \frac{ПТР_{21,6}}{ПТР_{2,16}}. \quad (1.3)$$

Чем шире ММР, тем меньше величина K_R . Чем выше K_R , тем более значительными могут быть колебания скорости сдвига от давления.

Методику определения данных реологических характеристик скорости и напряжения сдвига, входовых потерь рассмотрим на конкретном примере.

Расчеты реологических показателей расплава проводят по следующим формулам:

1) расчет расхода материала (Q , м³/с)

$$Q = \frac{m}{\rho_{ПЕВД} \cdot \tau}, \quad (1.4)$$

где τ – время экструдирования, с;

ρ – плотность полимера, кг/м³;

m – масса экструдата, кг.

2) скорость сдвига (γ , с⁻¹)

$$\gamma = 4Q / \pi \cdot r^3, \quad (1.5)$$

где r – радиус капилляра, м;

3) напряжение сдвига ($\tau_{сд}$, Па)

$$\tau_{сд} = (P - P_{вх}) \cdot r / 2L \cdot \pi \cdot R^2, \quad (1.6)$$

где P – нагрузка на поршень, Н;

$P_{вх}$ – входовые потери, Н;

L – длина капилляра, м;

R – радиус поршня, м;

4) эффективная вязкость ($\eta_{эф}$, Па.с)

$$\eta_{эф} = \tau / \gamma. \quad (1.7)$$

Для определения показателя m в реологическом уравнении $\tau^m = \eta \frac{dV}{dx}$ строят зависимость $Q=f(P)$ в логарифмических координатах.

Константу m вычисляют как тангенс угла наклона полученной прямой:

$$m = \frac{\lg Q_2 - \lg Q_1}{\lg P_2 - \lg P_1}, \quad (1.8)$$

где P_1 и P_2 – нагрузки и соответствующие им расходы материала Q_1 и Q_2 .

Эксперимент проводят, определяя массу экструдата и время выдавливания как функцию величины приложенной нагрузки (P). Измерения проводят на капиллярах двух разных длин (L) 24 и 30 мм, но одного диаметра. Результаты заносят в таблицу 1.3.

Используя данные таблицы 1.3, строят зависимость $Q=f(P)$ при $L/D = \text{const}$ (рисунок 1.2).

Таблица 1.3

Результаты определения массы экструдата

L, мм	D, мм	P, кгс	m экструдата, г				Время, мин	Q·10 ¹⁰ м ³ /с
			1	2	3	среднее		
30	2,095	1,965	0,1123	0,1084	0,1193	0,11333	10,0	0,577
		2,460	0,1379	0,1327	0,1298	0,13347	8,0	0,678
		2,400	0,2635	0,3336	0,2542	0,28377	10,0	1,182
		2,825	0,2623	0,2031	0,1819	0,21577	6,0	1,273
4	2,095	1,525	0,1107	0,1084	0,1093	0,10947	12,0	0,598
		1,965	0,1845	0,1927	0,1898	0,1890	6,5	1,480
		2,160	0,3335	0,3536	0,3442	0,34377	10,0	1,592
		2,400	0,3123	0,3331	0,2919	0,31243	7,7	1,691
		2,825	0,3128	0,3272	0,3198	0,31993	6,8	1,665

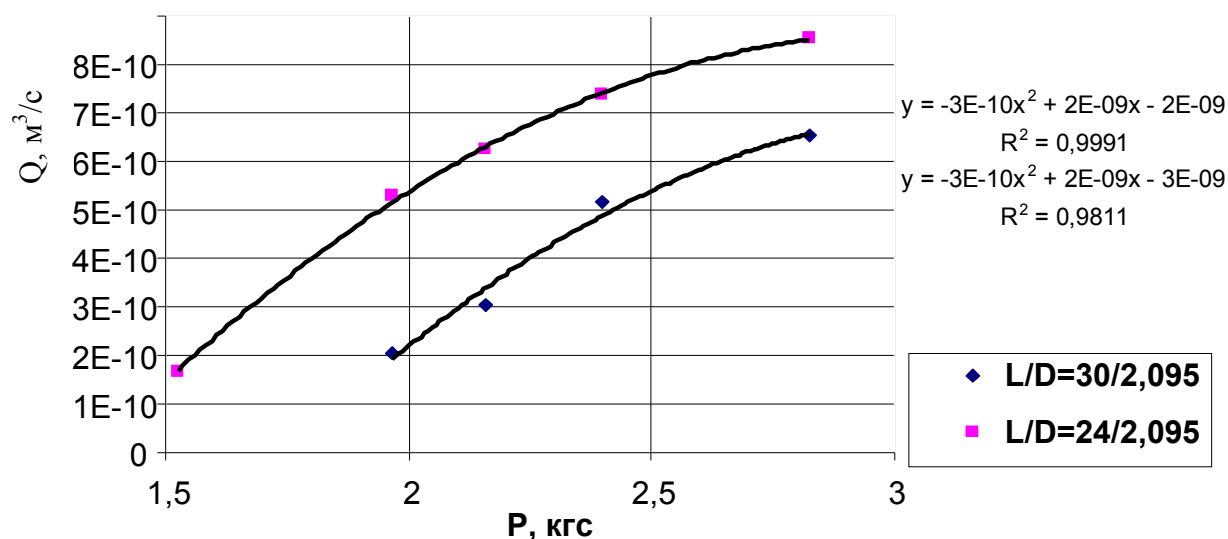


Рис. 1.2. Зависимость объемного расхода расплава от приложенной нагрузки

Для определения истинного значения напряжения сдвига необходимо учитывать входные потери в капилляре. Для этого строят график зависимости $Q=f(P)$ при $L/D = \text{const}$.

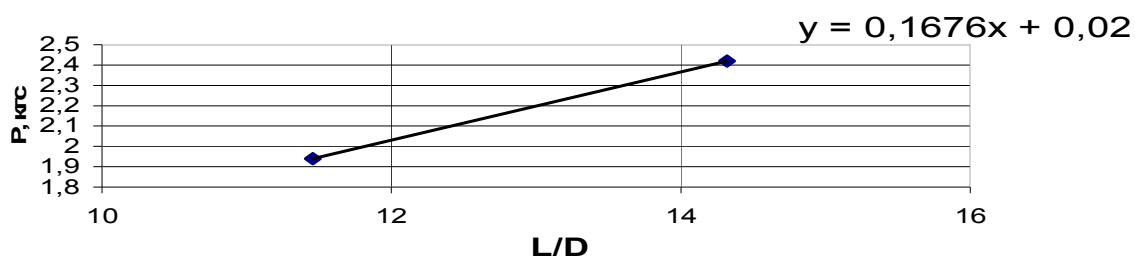


Рис. 1.3. Зависимость величины нагрузки от длины капилляра ($Q=\text{const}$)

Принимая, что усилие, необходимое для обеспечения определенного расхода, пропорционально длине капилляра, по найденным значениям строим график в координатах $P - L/D$.

Используя рис.1.2 и приняв значение $Q=2,5E-10$, находим P для каждого значения L/D . Затем строим зависимость $P=f(L/D)$ (рисунок 1.3). Экстраполируя на $L/D = 0$ находим $P_{\text{вх}}$. Результаты расчетов параметров течения расплава заносим в таблицу 1.4.

Таблица 1.4

Значения параметров течения расплава через калибровочное отверстие (на примере ПЭНП)

$L, \text{мм}$	$D, \text{мм}$	$P, \text{кгс}$	$Q, \text{м}^3/\text{с}$	Скорость сдвига, с^{-1}	$P_{\text{вх}}, \text{Н}$	Напряжение сдвига, Па	Эффективная вязкость, Па·с	Константа, м
30	2,095	1,965	$2,1E-10$	0,23	0,1962	98345	431475,7	4,09
		2,160	$3,0E-10$	0,34		109187	325424,1	
		2,400	$5,1E-10$	0,57		122531	214706,9	
		2,825	$6,5E-10$	0,72		146161	202096,9	

По результатам таблицы 1.4 с использованием “MS “Excel” построен график зависимости $\tau_{\text{сд}}=f(\dot{\gamma})$ и $\eta_{\text{эф}}=f(\dot{\gamma})$ (рисунок 1.4).

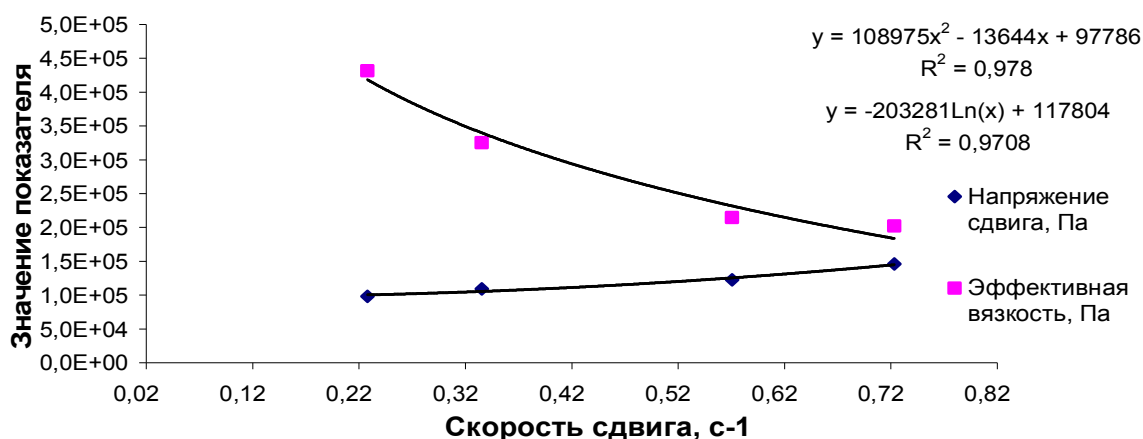


Рис. 1.4. Зависимость напряжения сдвига и эффективной вязкости от скорости сдвига

По характеру полученных зависимостей судят о реологических свойствах расплава. По результатам проведенных исследований оформляется отчет и осуществляется его защита.

1.3. Определение содержания влаги и летучих веществ

Методика основана на фиксации потери массы испытуемого материала при нагревании в сушильном шкафу.

Приборы: термошкаф, бюксы – 3 шт, термометр от 0–200 °С, весы аналитические ВЛТ.

Материалы: пресс-порошки, волокниты, гранулы термопластов.

В трех чистых предварительно взвешенных с закрытой крышкой бюксах взвешивают на аналитических весах 3–5 г материала с точностью $\pm 0,0001$ г. Открытый бюкс помещают в термошкаф. Температурно-временной режим сушки определяется типом полимерного материала. После этого бюкс закрывают крышкой и переносят в эксикатор с прокаленным хлоридом кальция CaCl_2 для охлаждения материала до комнатной температуры. Затем бюкс повторно взвешивают.

Относительное содержание влаги и летучих веществ x (%) рассчитывают по формуле

$$x = \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G_0} 100, \quad (1.9)$$

где G_0 – масса бюкса, г;

G_1 и G_2 – масса бюкса с материалом до и после удаления летучих веществ соответственно, г.

1.4. Определение содержания связующего в полимерных композитах с минеральным наполнителем

Методика основана на фиксации потери массы испытуемого материала при нагревании (прокаливании) в муфельных печах при температуре 500–600 °С, выдерживая его до полного выгорания связующего.

Приборы: муфельная печь, керамические тигли – 3 шт, электронный измеритель температуры с термопарой до 600 °С, весы аналитические ВЛТ.

Материалы: пресс-порошки с минеральными наполнителями, стекловолокниты, наполненные минеральными наполнителями термопласты.

Навеска по 3–5 г материала с точностью $\pm 0,0001$ г берется в прокаленных керамических тиглях, которые устанавливаются в нагретую муфельную печь. После выжигания тигли охлаждаются на воздухе, а затем в эксикаторе с CaCl_2 .

Содержание полимерного связующего (%) вычисляют по формуле

$$z = \frac{g_1 - g_2}{g_1 - g_m} 100 - x, \quad (1.10)$$

где g_m – масса прокаленного тигля, г;

g_1 и g_2 – масса тигля с материалом до и после выжигания, г;

x – содержание влаги и летучих веществ, %.

Если в состав полимерной матрицы входит кремнийорганическое или элементоорганическое связующее, то при расчете содержания связующего вводят поправку K , учитывающую зольность полимера после выжигания:

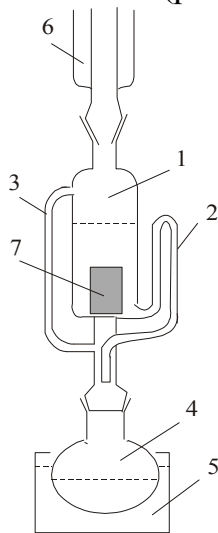
$$z = \frac{g_1 - g_2}{(g_1 - g_m)(1 - K)} 100 - x. \quad (1.11)$$

1.5. Определение содержания растворимой части связующего реактопластов

Содержание растворимой части связующего характеризует содержание в термореактивном связующем олигомера, находящегося в стадии А (резола). Методика основана на экстракции соответствующим растворителем растворимой части связующего из реактопласта. Применяют два метода экстрагирования:

1) экстрагирование в течение 24 ч в 200 мл растворителя при комнатной температуре;

2) экстрагирование кипящим растворителем в течение 6 ч в аппарате Сокслета (рисунок 1.5).



Приборы: химический стакан на 250 мл – 3 шт. или аппарат Сокслета – 3 шт., водяная баня с электроплиткой – 3 шт., бюксы – 3 шт., патроны из беззольных фильтров $\varnothing 30$ мм – 3 шт., термошкаф, весы аналитические ВЛТ.

Материалы: пресс-порошки, стекловолокниты, слоистые пластики.

Из беззольных фильтров изготавливаются патроны $\varnothing 30 \times 50$ мм, которые вставляют в бюксы и высушивают в термошкафу до постоянной массы при температуре 105 ± 3 °С.

Рис. 1.5. Экстракционный аппарат Сокслета:

1 – экстрактор; 2 – сифонная трубка; 3 – пароотводная трубка; 4 – колба с растворителем; 5 – водяная баня; 6 – обратный холодильник; 7 – патрон из фильтра с пресс-материалом

Бюксы с патронами взвешивают с точностью $\pm 0,0001$ г. В патроны помещается навеска испытуемого материала в 3–5 г. В верхней части патроны герметизируются (верхний край заворачивается). Далее патроны с материалом помещают в химические стаканы с растворителем на 24 часа (при первом способе экстрагирования) или в аппараты Сокслета. Процесс экстрагирования ведут в течение 6 часов в горячем растворителе. Температуру водяной бани поддерживают такой, чтобы обеспечить трехкратный оборот растворителя в течение одного часа.

После экстрагирования патроны помещают в бюксы и высушивают в термошкафу до постоянной массы.

Содержание растворимой части ($P.ч.$) связующего в пресс-материале (%) рассчитывают по формуле

$$P.ч.' = \frac{g_1 - g_2}{g_1 - g_n} 100 - x, \quad (1.12)$$

где g_n – масса абсолютно-сухого (а.с.) патрона, г;

g_1 – масса а.с. патрона с материалом до экстрагирования, г;

g_2 – масса а.с. патрона с материалом после экстрагирования и сушки до постоянной массы (при 105°C), г;

x – содержание влаги и летучих веществ в материале, %, (смотри п.п. 1.3).

Содержание растворимой части, отнесенной к связующему (%), вычисляют по формуле

$$P.ч. = \frac{P.ч.}{z} 100, \quad (1.13)$$

Содержание $P.ч.$ в исходном пресс-материале должно быть не менее 85 %. В этом случае материал имеет хорошую перерабатываемость (текучесть).

1.6. Определение текучести терморреактивных пресс-материалов

Текучесть пресс-материалов определяет их способность к заполнению формы при прессовании, т.е. это способность пресс-материала растекаться между формирующими поверхностями пресс-формы под действием приложенного давления при его разогреве, когда материал находится в вязкотекучем состоянии. Текучесть зависит от типа связующего и вида наполнителя, содержания влаги и растворимой части связующего, количества и типа смазывающего вещества, скорости отверждения пресс-материала и температуры пресс-формы.

Из многих методов, применяемых для оценки текучести пресс-материалов рассмотрим два метода:

- 1) капиллярный метод Краля-Рашига (текучесть по Рашигу);
- 2) метод деформирования плоского образца - диска (МДО).

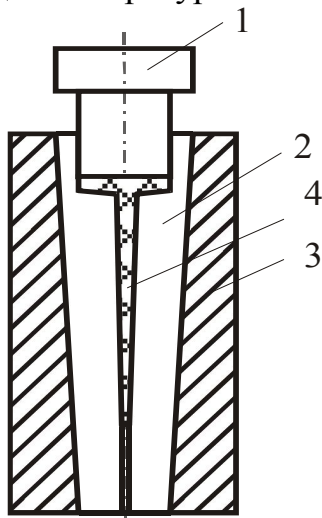
1.6.1. Определение текучести по Рашигу

Данный метод является стандартным для определения текучести пресс-материалов и заключается в прессовании стандартного стержня в коническом канале пресс-формы Рашига (рисунок 1.6) и измерении его длины. Текучесть по Рашигу является относительной величиной.

Приборы, оборудование, инструмент: пресс-форма Рашига, пресс ПГ10 с усилием 100 кН, линейка с точностью до 1 мм.

Материалы: нетаблетированные и таблетированные пресс-порошки и волокниты.

Навеску пресс-материала 7,5 г в виде насыпной массы или таблетки помещают в загрузочную камеру пресс-формы, предварительно нагретую до температуры испытаний. Затем опускают пуансон и дают давление прес-



сования 30 МПа, время выдержки под давлением 3–5 мин. Материал в течение этого времени расплавляется, течет, заполняя канал формы, и отверждается. После окончания выдержки снимают давление, распрессовывают форму и извлекают стержень.

За текучесть материала по Рашигу принимают значение длины отпрессованного стержня (мм) до границы его плотной части. За результат испытаний принимают среднее арифметическое трех определений.

Рис. 1.6. Пресс-форма Рашига: 1 – пуансон; 2 – матрица; 3 – обойма матрицы с электрообогревом; 4 – формуемый образец Рашига

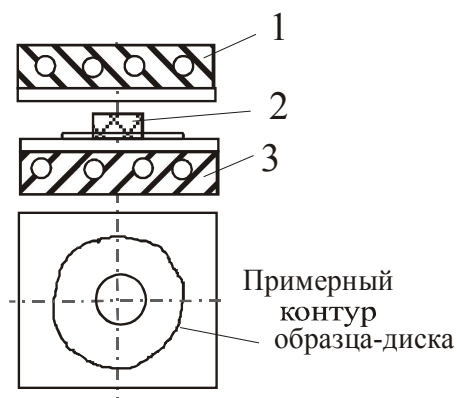
1.6.2. Определение текучести по методу деформирования плоского образца

Метод деформирования плоского образца - диска между плоскопараллельными плитами (рисунок 1.7) разработан доцентом кафедры ТППМ В.Г. Дедюхиным в 60-х годах прошлого столетия для определения текучести стеклопластиков [6].

Приборы, оборудование, инструмент: две плоскопараллельные плиты, таблет-формы $\varnothing 30$ или $\varnothing 50$ мм, весы технические, пресс ПГ10 с усилием 100 кН, микрометр МК с точностью до 0,01 мм;

Материалы: пресс-порошки, волокниты.

Сущность метода заключается в следующем.



Из навески пресс-материала, которая соответствует постоянному объему образца $V = 10 \text{ см}^3 = \text{const}$, таблетка $\varnothing 30$ или $\varnothing 50$ мм прессуется при комнатной температуре до $25 \text{ }^\circ\text{C}$, давлении $25\text{--}50 \text{ МПа}$ и времени выдержки – 30 с .

Рис. 1.7. Пресс-форма для прессования образцов-дисков: 1, 3 – верхняя и нижняя плиты с электрообогревом; 2 – таблетка пресс-материала

Масса навески (г) определяется по формуле

$$m = \rho \cdot V \left(1 + \frac{x}{100} \right) = 10 \rho \left(1 + \frac{x}{100} \right), \quad (1.14)$$

где ρ - плотность прессованного пресс-материала, г/см^3 ;

x - содержание влаги и летучих веществ, %.

Полученная таблетка закладывается между полированными плитами, разогретыми до температуры прессования, прессом дается усилие прессования 50 кН , таблетка раздавливается и пресс-материал переходит в вязкотекучее состояние. Время выдержки под давлением не менее 3 мин .

Таким образом, за меру текучести можно принять толщину полученного диска h , определенную с точностью до $\pm 0,01 \text{ мм}$. За меру текучести можно принять так называемый приведенный диаметр D полученного диска. Приведенный диаметр – это диаметр правильного круга, площадь которого равна площади полученного диска-образца:

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot V}{\pi \cdot h}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 10^4}{\pi \cdot h}}. \quad (1.15)$$

Так как $V = 10 \text{ см}^3 = 10^4 \text{ мм}^3 = \text{const}$, то приведенный диаметр D (мм) как меру текучести можно определить по формуле

$$D = \frac{113}{\sqrt{h}}, \quad (1.16)$$

где h - толщина образца - диска, мм.

Рассматриваемый метод определения текучести дает возможность непосредственно вычислить основной показатель пресс-материала, характеризующий его пластические (реологические) свойства – сопротивление сдвигу в условиях, близких к условиям прессования изделий. При течении расплава под давлением между формующими поверхностями пресс-формы в зависимости от вязкости будут образовываться напряжения сдвига [6].

Этому показателю дано определение предела текучести $\tau_{сд}$:

$$\tau_{сд} = \frac{Q \cdot h}{2V} \left(1 + \frac{1}{3\sqrt{\pi} \cdot h} \sqrt{\frac{V}{h}} \right)^{-1}, \quad (1.17)$$

где Q – усилие прессования диска, Н;

h – толщина диска, м;

V – объем диска, $V=10 \times 10^{-6} \text{ м}^3$.

При подстановке в формулу (1.17) указанных величин в размерностях (Н и м) предел текучести $\tau_{сд}$ определяют в Па или $\times 10^{-6}$ в МПа.

Данный показатель позволяет более точно рассчитать усилие при прессовании изделий с большим соотношением высоты изделия к толщине стенки.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

2.1. Определение плотности методом гидростатического взвешивания

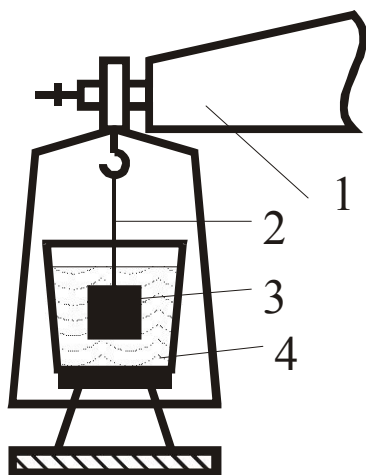
Методика основана на определении вытесненного твердым телом объема гидростатирующей жидкости (закон Архимеда).

Приборы: химический стакан на 200 мл, весы аналитические ВЛТ, подставка, тонкая металлическая проволока, термометр, денксиметр.

Материалы: образцы полимерных материалов.

Гидростатирующая жидкость: дистиллированная вода с добавлением этанола (10 %) для полимеров с плотностью более 1000 кг/м^3 ; ацетон или этанол для полимеров с плотностью $< 1000 \text{ кг/м}^3$.

Стандартный образец (диск $\text{Ø}50 \times 3$ мм, призма $30 \times 15 \times 10$ мм) или образцы, форма и размеры которых приведены в соответствующем задании лабораторной работы, взвешивают с точностью $\pm 0,0001 \text{ г}$ (масса образца на воздухе). Образец подвешивают с помощью тонкой проволоки к коромыслу весов и полностью погружают в стакан с гидростатирующей жидкостью при температуре $20 \pm 1,5^\circ\text{C}$ (рисунок 2.1). Стакан установлен над чашкой весов на подставке. Образец не должен касаться стенок стакана.



Определяют массу образца в гидростатирующей жидкости. Продолжительность пребывания образца в жидкости должна быть не более 60 с.

Денксиметром измеряют плотность гидростатирующей жидкости при температуре $20 \pm 1,5^{\circ}\text{C}$.

Рис. 2.1. Схема определения плотности методом гидростатического взвешивания:

1 – коромысло весов; 2 – проволока; 3 – образец; 4 – стакан с гидростатирующей жидкостью

Плотность материала ρ ($\text{кг}/\text{м}^3$) рассчитывают по формуле

$$\rho = \frac{G_{\text{в}}}{G_{\text{в}} - (G_{\text{жс}} - G_{\text{п}})} \rho_{\text{жс}}, \quad (2.1)$$

где $G_{\text{в}}$ – масса образца на воздухе, г;

$G_{\text{жс}}$ – масса образца с проволокой в гидростатирующей жидкости, г;

$G_{\text{п}}$ – масса проволоки в жидкости, г;

$\rho_{\text{жс}}$ – плотность гидростатирующей жидкости, $\text{кг}/\text{м}^3$.

За результат испытаний принимают среднее значение трех параллельных измерений.

2.2. Определение водопоглощения и химстойкости

Методика основана на определении изменения массы образца в воде или другой жидкой среде.

Приборы: эксикатор с фарфоровой решеткой, весы аналитические ВЛТ.

Материалы: образцы полимерных материалов, стеклосетка (ровинг), фильтровальная бумага.

Жидкие среды: дистиллированная вода, химические среды (органические растворители, растворы кислот, щелочей, солей и т.п.).

Образец должен иметь качественную поверхность без механических повреждений, вздутий, трещин и расслоений. Образец, подготовленный к испытаниям, взвешивают с точностью до $\pm 0,0001$ г. Образец укладывают на стеклосетку на фарфоровой решетке, помещают в емкость с дистиллированной водой при температуре $20 \pm 1,5^{\circ}\text{C}$ или с другой жидкой средой. После выдержки в воде в течение 24 ч образец извлекают; фильтровальной бумагой с поверхности удаляют избыток влаги (жидкости) и повторно взвешивают.

За показатель водопоглощения стандартного образца $\varnothing 50 \times 3$ мм (вмг) принимают массу поглощенной воды (среднее арифметическое трех параллельных испытаний), рассчитанный по формуле

$$B = 10^3 (G_1 - G_0), \quad (2.2)$$

где G_0 и G_1 – масса образца соответственно до и после водопоглощения, г.

Показатель относительного водопоглощения для других видов образцов B_o (%) или химическую стойкость во внешних жидких средах оценивают по формуле

$$B_o = \frac{G_1 - G_0}{G_0} 100. \quad (2.3)$$

Если химическая среда является растворителем для полимерной матрицы, то значение B_o будет отрицательным.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

3.1. Определение прочностных характеристик полимерных материалов

Под термином прочность понимают способность материала сопротивляться воздействию внешнего механического поля. Прочность обеспечивает сохранение формы изделия, к которому приложена внешняя нагрузка. Под действием внешней нагрузки в материале изделия возникает механическое напряжение, или, как принято называть, напряжение.

Если значение напряжения в изделии равно или превышает разрушающее напряжение материала, то оно разрушается. Разрушающее напряжение еще называется пределом прочности.

У полимерных материалов прочность в основном оценивают в статических условиях, при которых скорость приращения приложенной к физическому телу нагрузки и соответственно скорость развивающейся при этом деформации такова, что оно находится в равновесии.

Определяют следующие основные пределы прочности: при растяжении, сжатии и изгибе.

3.1.1. Определение прочности при растяжении

При испытании пластмасс на растяжение используются образцы в виде двухсторонних лопаток или галтелей (рисунок 3.1). Расширения по концам образцов служат для закрепления их в зажимных устройствах разрывных машин. При испытании пленок допускается применение образцов в виде отрезков пленок.

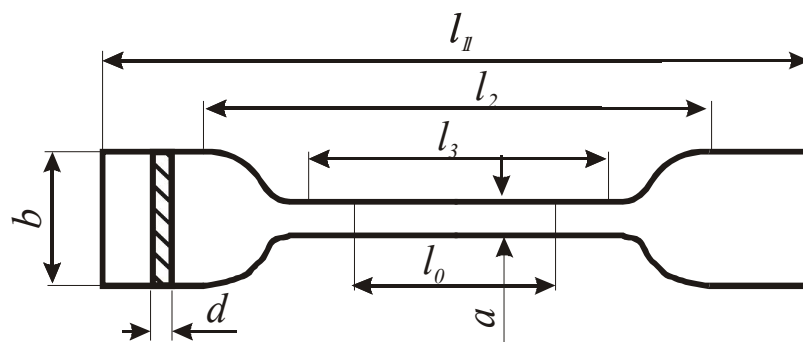


Рис. 3.1. Образец – лопатка для определения прочности при растяжении: l_1 – общая длина, $l_1 = 115$ мм; l_2 – расстояние между положением кромок зажимов, $l_2 = 80 \pm 5$ мм; l_3 – длина рабочей части, $l_3 = 33 \pm 1$ мм; l_0 – расчетная длина, $l_0 = 25 \pm 1$ мм; b – ширина головки, $b = 25 \pm 1$ мм; a – ширина рабочей части, $a = 6 \pm 0,4$ мм; d – толщина, $d = 2 \pm 0,2$ мм (от 1 до 3).

Оборудование, инструмент: разрывная машина для испытания пластмасс 2166 Р-5, штангенциркуль с точностью до 0,05 мм, толщиномер DM100 с точностью до 0,01 мм (для измерения толщины пленок).

Материалы: образцы – лопатки из полимерных материалов.

Перед испытанием на образец наносят необходимые метки (карандашом или шариковой ручкой) в соответствии с рисунком 3.1 (l_2 , l_3 , l_0). Метки не должны ухудшать качество образцов или вызывать разрыв образца в местах меток.

Толщину и ширину образца измеряют в трех местах, в середине и на расстояниях в 5 мм от меток l_3 . Из полученных значений вычисляют средние арифметические величины, по которым вычисляют начальное поперечное сечение S (мм²):

$$S = a \cdot d . \quad (3.1)$$

Образец закрепляют в зажимы разрывной машины по меткам l_2 , чтобы продольные оси зажимов и ось образца совпадали между собой и с направлением движения подвижного захвата. Захваты равномерно затягивают. По меткам l_0 устанавливают зажимы измерения деформации.

На пульте управления машины устанавливают скорость раздвижения захватов 50–100 мм/мин в зависимости от вида полимера, нулевую отметку индикатора измерения нагрузки, базу измерения деформации 25 мм.

При испытании по индикаторам пульта управления измеряют нагрузку в момент достижения предела текучести P_T (Н), максимальную нагрузку при разрыве P_p (Н) и удлинение образца в момент разрушения образца.

Значения прочности σ (МПа) вычисляют по формулам:

- предел текучести при растяжении (σ_T)

$$\sigma_m = \frac{P_m}{S}; \quad (3.2)$$

- прочность при разрыве (σ_p)

$$\sigma_p = \frac{P_p}{S}; \quad (3.3)$$

- относительное удлинение при разрыве ε_p (%)

$$\varepsilon_o = \Delta l_{op} / l_0 \cdot 100, \quad (3.4)$$

где Δl_{op} – изменение расчетной длины образца в момент разрыва, мм, фиксируют по индикатору деформации пульта управления.

За результат испытания принимают среднее арифметическое пяти определений, вычисляемое до третьей значащей цифры.

3.1.2. Определение прочности при сжатии

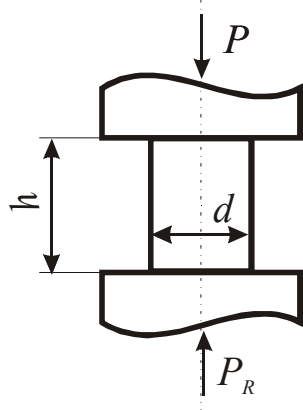
При испытании на прочность используются образцы в виде столбиков с опорными основаниями: круглого (диаметр d), квадратного (сторона a), прямоугольного (меньшая сторона–ширина b) сечения (рисунок 3.2).

Оборудование, инструмент: разрывная машина 2166P-5, штангенциркуль с точностью до 0,05 мм.

Материалы: стандартные образцы – таблица 3.1.

Образцы должны иметь определенное геометрическое соотношение ширины (диаметра) и высоты, исходя из устойчивости от продольного изгиба.

Для испытаний на сжатие из стандартных образцов-брусков с размерами 120×15×10 мм, испытанных на ударную вязкость (смотри п.п. 3.1.4), рекомендуется изготавливать образцы размерами 10×15×20 мм.



На пульте управления машины устанавливают нулевую отметку индикатора измерения нагрузки, базу измерения деформации в мм, скорость нагружения – 0,5 мм/мин.

Рис. 3.2. Схема деформирования при сжатии образца из полимерного материала

Таблица 3.1

Значение размеров, определяющего сечения,
в зависимости от высоты образца

Сечение	Высота образца h , мм			
	10	20	30	40
Квадратное, a , мм	3,5	6,9	10,3	13,8
Прямоугольное, b , мм	3,5	6,9	10,3	13,8
Круглое, d , мм	4,0	8,0	12,0	16,0

Предел прочности при сжатии σ_c (МПа) вычисляют по формуле

$$\sigma_c = \frac{P}{S}, \quad (3.5)$$

где P – разрушающее усилие при сжатии, Н;

S – площадь поперечного сечения образца, мм²:

- для квадратного

$$S = a^2, \quad (3.6)$$

- для прямоугольного

$$S = a \cdot b, \quad (3.7)$$

- для круглого

$$S = 0,785 \cdot d^2 \quad (3.8)$$

За результат испытания принимается среднее арифметическое всех параллельных определений (не менее 5) до третьей значащей цифры.

3.1.3. Определение прочности при статическом изгибе

Деформационно-прочностные особенности полимерных материалов при статическом изгибе определяются двумя методами:

- двухопорным изгибом, когда образец располагается на двух опорах и нагружен усилием, действующим по оси симметрии опор;

- консольным изгибом, когда нагрузка приложена к свободному концу защемленного образца.

3.1.3.1. Определение прочности при двухопорном изгибе

Для определения прочности пластмасс при двухопорном изгибе применяются образцы, соотношение длины и толщины должно составлять $L \geq 20 h$, а ширина $b = 10 \div 25$ мм.

Стандартный образец-брусочек должен иметь следующие размеры: $L \times b \times h = \geq 80 \times (10,00 \pm 0,50) \times (4 \pm 0,20)$ мм.

Оборудование, инструмент: разрывная машина 2166 Р-5, штангенциркуль с точностью до 0,05 мм.

Материалы: образцы – бруски из пластмасс.

При двухопорном изгибе образец устанавливают на опоры разрывной машины широкой стороной b (рисунок 3.3).

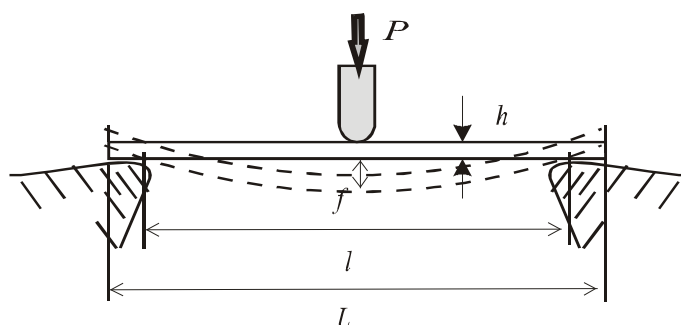


Рис. 3.3. Схема испытаний на двухопорный изгиб:
 f – прогиб образца в середине между опорами в момент разрушения

Если образец подвергался механической обработке с одной стороны, то его кладут на опоры той стороной, которая не подвергалась механической обработке.

Расстояние между опорами $l = (15-17)h$.

Скорость относительного перемещения нагружающего наконечника v (мм/мин) вычисляют по формуле

$$v = \frac{v_r \cdot l^2}{6 \cdot h}, \quad (3.9)$$

где l – расстояние между опорами, мм;

v_r – скорость деформации, равная 0,01 мм/мин.

Для стандартного образца при $l = 60$ мм скорость относительного перемещения $v = 1,5$ мм/мин.

На пульте управления машины устанавливают скорость перемещения наконечника, нулевую отметку индикатора измерения нагрузки, базу измерения деформации в миллиметрах.

Предел прочности (изгибающее напряжение) при статическом изгибе σ_u (МПа) вычисляют по формуле

$$\sigma_u = \frac{M_u}{W}, \quad (3.10)$$

где M_u – изгибающий момент, Н·мм;

W – момент сопротивления сечения образца, мм³.

Изгибающий момент M_u (Н·мм) вычисляют по формуле

$$M_u = \frac{P \cdot l}{4}, \quad (3.11)$$

где P – разрушающая нагрузка, Н.

Момент сопротивления сечения образца W (мм^3) вычисляют по формуле

$$W = \frac{b \cdot h^2}{6}. \quad (3.12)$$

Отсюда

$$\sigma_u = \frac{3 \cdot P \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2}, \quad (3.13)$$

а с учетом стрелы прогиба образца в момент разрушения

$$\sigma_u = \frac{3 \cdot P \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2} \cdot \left[1 + 4 \left(\frac{f}{l} \right)^2 \right]. \quad (3.14)$$

За результат испытания принимают среднее арифметическое пяти определений, вычисляемое до третьей значащей цифры.

3.1.3. 2. Определение прочности при консольном изгибе на приборе «Динстат-Дис»

Для определения прочности полимерных материалов при консольном изгибе применяются стандартные образцы - пластинки, имеющие следующие размеры: $L \times b \times h = 15,0 \times 10,0 \times (1,5-4,5)$ мм.

Приборы, инструмент: прибор «Динстат-Дис», штангенциркуль с точностью до 0,05 мм.

Материалы: образцы – пластинки из полимерных материалов.

Образец устанавливают на опоры прибора широкой стороной b (рисунок 3.4).

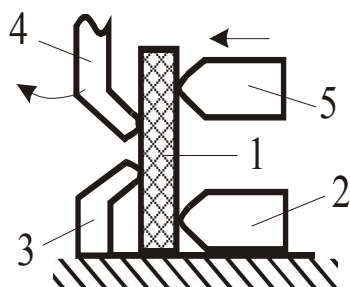


Рис. 3.4. Схема испытаний на консольный изгиб на приборе «Динстат-Дис»:

1 – образец; 2 – призматический зажим маятника; 3 – неподвижная опора маятника; 4 – неподвижная опора рычага изгиба; 5 – призматический зажим рычага изгиба

Образец, закрепленный между опорами изгиба и призматическими передвижными зажимами, является соединительным звеном между вращающимся диском, к которому присоединен рычаг изгиба с верхним зажимным приспособлением (4 и 5, рисунок 3.4), и маятником. При вращении рукоятки прибора по часовой стрелке диск вращается против часовой стрелки, отклоняя маятник через образец, который при отклонении испытывает изгибающий момент.

Величину изгибающего момента показывает стрелка, забранная отклоняющимся маятником, по правой шкале прибора.

Когда образец, нагруженный маятником, начинает прогибаться, то вращаемый диск с градусной шкалой опережает в движении маятник со стрелкой изгибающего момента. Величина прогиба образца показывается над нулевой отметкой шкалы моментов изгиба по градусной шкале.

При разрушении образца необходимо вращение рукоятки немедленно прекратить, чтобы исключить ошибочный отсчет, а части изломанного образца удалить.

Измеряемые величины установить отсчетом, а именно:

а) изгибающий момент M_u – по положению стрелки по шкале моментов, измеряемый в кгс·см;

б) угол изгиба α ($^{\circ}$) – по градусной шкале на месте, указанном нулевой отметкой шкалы моментов.

Результатом испытания является изгибающее напряжение σ_u (МПа), которое вычисляется по соотношению

$$\sigma_u = \frac{M_u}{W}, \quad (3.15)$$

где $W(\text{мм}^3)$ – момент сопротивления сечения образца, рассчитанный по формуле (3.12).

Отсюда – изгибающее напряжение σ_u (МПа)

$$\sigma_u = \frac{588,6 \cdot M_u}{b \cdot h^2}, \quad (3.16)$$

где M_u – изгибающий момент по шкале прибора «Динстат-Дис», кгс·см; b и h – ширина и толщина образца, мм.

За результат испытания принимают среднее арифметическое пяти определений, вычисляемое до третьей значащей цифры.

3.1.4. Определение ударной прочности (вязкости)

Способность полимерных материалов сопротивляться нагрузкам, приложенным с большой скоростью (более 1 м/с), оценивается их ударной прочностью, или, как ее называют, ударной вязкостью. Ударная вязкость – это отношение энергии разрушения образца к площади его поперечного сечения.

В практике оценки свойств полимерных материалов наибольшее применение нашел поперечный удар, который реализуется на маятниковых копрах. Образец в держателе копра может располагаться подобно балке при двухопорном изгибе (рисунок 3.5, а) или консольно (рисунок 3.5, б).

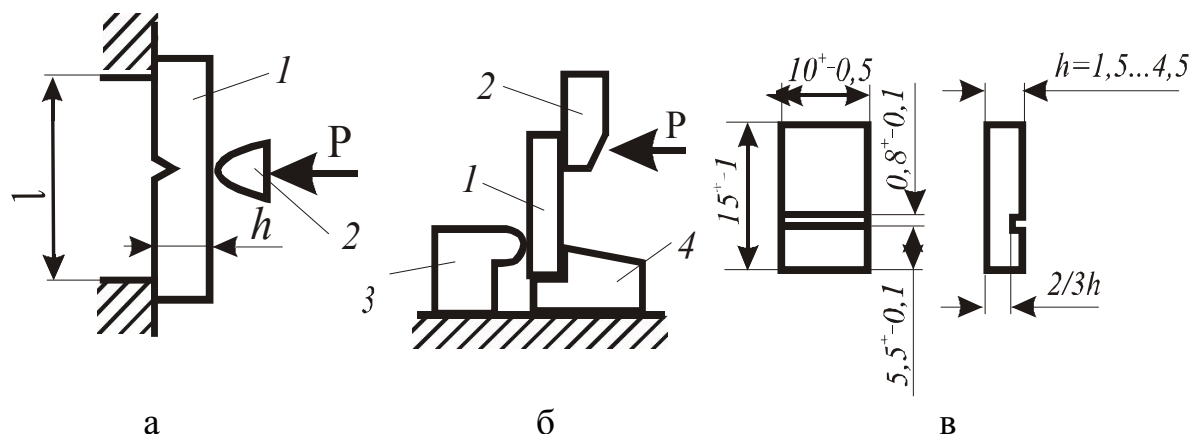


Рис. 3.5. Схема испытаний на ударную прочность по Шарпи (а) и по Динстат (б), образец с надрезом (в): 1 – образец; 2 – боек маятника; 3 – нижняя зажимная опора; 4 – передвижная опора

3.1.4.1. Определение ударной вязкости на двух опорах (по Шарпи)

Основным является метод испытания на двух опорах. В этом случае применяют образцы в виде стандартного бруска $L \times b \times h = (120 \pm 2,0) \times (15 \pm 0,5) \times (10 \pm 0,5)$ мм или малого образца $(50 \pm 1,0) \times (6 \pm 0,2) \times (4 \pm 0,2)$ мм.

Удар наносится маятником копра по середине образца. Расстояние между опорами l согласовывается с сечением образца:

- стандартный образец $l = 70$ мм;
- малый стандартный образец $l = 40$ мм.

Существует два вида испытаний полимерных материалов: испытания ненадрезанного образца и надрезанного образца (см. рис. 3.5, а). Для стандартного образца надрез делают резцом радиусом $R = 1,0 \pm 0,1$ мм на глубину $h_1 = 3,3 \pm 0,3$ мм, а для малых образцов – $R = 0,4 \pm 0,05$ мм и $h_1 = 1,3 \pm 0,2$ мм.

Образцы из термопластичных полимерных материалов могут испытываться с надрезом, выполненным бритвенным лезвием (0,08 мм) на глубину $1,3 \pm 0,2$ мм.

Приборы, инструмент: маятниковый копер ПСВ-0,4, штангенциркуль с точностью до 0,05 мм, резцы двух типов, бритвенное лезвие.

Материалы: стандартные образцы – бруски из полимерных материалов.

Образец укладывают на две опоры, чтобы он плотно прилегал к стенкам опор. Образец с надрезом укладывают так, чтобы удар приходился на противоположную надрезу сторону и плоскость удара совпадала с плоскостью надреза. Маятник копра поднимают и в высшем положении фиксируют защелкой. Указательную стрелку устанавливают на нулевой отметке полудисковой шкалы. Нажимают на щеколду защелки. Маятник освобождает-

ся, падает вниз и разрушает образец. По положению стрелки делают отсчет работы удара A (кгс·м).

Ударную вязкость a (кДж/м²) без надреза определяют по соотношению:

$$a = \frac{9810 \cdot A}{b \cdot h}, \quad (3.17)$$

где A – работа по разрушению образца по шкале прибора ПСВ-0,4, кгс·м;

b – ширина, мм;

h – толщина образца без надреза, мм.

Ударную вязкость с надрезом определяют по соотношению

$$a_i = \frac{9810 \cdot A}{b \cdot h_2}, \quad (3.18)$$

где h_2 – толщина образца без надреза, замеренная до вершины надреза, мм;

$$h_2 = h - h_1.$$

Удельная работа Z (кДж/м) ударного разрушения

$$Z = \frac{6 \cdot 9810 \cdot A}{b \cdot h^2} = \frac{6 \cdot a}{h}. \quad (3.19)$$

Коэффициент ослабления K (%):

$$K = \frac{a_n}{a} \cdot 100. \quad (3.20)$$

За результат испытания принимают среднее арифметическое пяти определений, вычисляемое до третьей значащей цифры.

3.1.4.2. Определение ударной вязкости на приборе «Динстат-Дис»

Для определения ударной вязкости пластмасс при консольном закреплении образца (см. рис. 3.5, б) применяются стандартные образцы-пластинки, имеющие размеры $L \times b \times h = (15,0 \pm 1,0) \times (10,0 \pm 0,5) \times (1,5 - 4,5)$ мм. Испытания образцов могут производиться без надреза или с надрезом, схема выполнения которого показана на рисунке 3.5, в.

Приборы, инструмент: прибор «Динстат-Дис», штангенциркуль с точностью до 0,05 мм.

Материалы: образцы – пластинки из полимерных материалов.

Взведенный маятник с подвешенными добавочными грузами фиксируется в верхнем положении защелкой. Образец ставится вертикально между нижней зажимной опорой и передвижной опорой. Вращением рукоятки совместить нулевые отметки градусной шкалы и шкалы изгибающих моментов. Стрелку установить на нуль шкалы ударного изгиба. После нажатия на щеколду защелки маятник освобождается, падает вниз, и боек маятника разрушает образец. По положению стрелки делают отсчет работы удара A (кгс·см).

Ударную вязкость a (кДж/м²) определяют по соотношению

$$a = \frac{98,1 \cdot A}{b \cdot h}, \quad (3.21)$$

где A – работа по разрушению образца по шкале прибора «Динстат-Дис», кгс·см;

b и h – ширина и толщина образца, мм.

Ударную вязкость с надрезом определяют по соотношению

$$a_n = \frac{9,81 \cdot A}{b \cdot h_2}, \quad (3.22)$$

где h_2 – толщина образца без надреза, замеренная до вершины надреза, мм;
 $h_2 = h - h_1$.

Удельная работа Z (кДж/м) ударного разрушения

$$Z = \frac{6 \cdot 9,81 \cdot A}{b \cdot h^2} = \frac{6 \cdot a}{h}. \quad (3.23)$$

Коэффициент ослабления K (%)

$$K = \frac{a_n}{a} \cdot 100. \quad (3.24)$$

За результат испытания принимают среднее арифметическое пяти определений, вычисляемое до третьей значащей цифры.

3.1.5. Определение твердости вдавливанием шарика

Под твердостью понимают способность материала сопротивляться вдавливанию в него других тел. Твердость характеризует механические свойства поверхности. По значению твердости определяют возможные пути эффективного использования пластмассы.

Метод твердости применяют и в технологических целях, например для оптимизации содержания пластификатора, количества и вида наполнителя, условий переработки материала в изделия.

По твердости можно оценить модуль упругости, коэффициент Пуассона, предел текучести и разрушающее напряжение.

Существенные достоинства метода измерения твердости состоят в его простоте, воспроизводимости, малой трудоемкости, кроме того измерение твердости не сопровождается разрушением образца или реального изделия.

Известные методы определения твердости отличаются геометрией индентора. Твердость пластмасс оценивают по методу Бринелля, как отношение нагрузки к поверхности сферического отпечатка, образуемого при вдавливании стального шарика $\varnothing 5$ мм (рисунок 3.6) под действием нагрузки в течение времени.

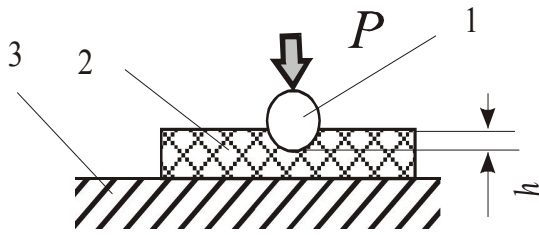


Рис. 3.6. Схема определения твердости по Бринеллю: 1 – стальной шарик; 2 – образец; 3 – стол прибора

Приборы, инструмент: твердомер БТШПСП У42, секундомер.

Материалы: образцы – пластинки, диски из полимерных материалов толщиной не менее 5 мм с поверхностью без вздутий, раковин, трещин и других дефектов.

При стандартных испытаниях нагрузка на шарик задается из условия вдавливания его на глубину не менее 0,15 мм и не более 0,35 мм (нагрузки 49; 132,4; 358; 961 Н).

Образец в виде плоскопараллельной пластинки или диска устанавливают на столик прибора и вращением маховика поднимают винт до соприкосновения образца с шариком. При этом должно создаться усилие предварительного прижатия образца величиной до 10 Н. Нагружающий рычаг твердомера плавно поворачивают против часовой стрелки на 180° (на себя), и создается задаваемое усилие. Продолжительность его приложения 30 ± 2 с. По истечении этого времени по индикатору часового типа прибора фиксируют глубину h вдавливания шарика с точностью $\pm 0,002$ мм и рычаг переводят в вертикальное положение (индентор разгружается). Через 60 ± 5 с фиксируется остаточная деформация h_1 .

Твердость НВ (МПа) вычисляют для глубины вдавливания шарика $h_0 = 0,25$ мм по формуле

$$HB = \frac{0,21 \cdot P}{\pi \cdot d \cdot (h + 0,25 - 0,21)} = \frac{0,0535 \cdot P}{h - 0,04}, \quad (3.25)$$

где P – нагрузка, приложенная к шариком, Н;

d – диаметр шарика, мм;

h – глубина отпечатка, мм;

0,21 – коэффициент приведения нагрузки к глубине вдавливания h_0 .

Число упругости Y (%) вычисляют по формуле

$$Y = \frac{h - h_1}{h} 100. \quad (3.26)$$

Пластичность оценивают как

$$\Pi = 100 - Y. \quad (3.27)$$

Величину модуля упругости (контактного) при сжатии E_c (МПа) приближенно можно оценить по следующим уравнениям:

$$E_c = \frac{P}{3 \cdot h_1 \cdot \sqrt{h \cdot d}}, \quad (3.28)$$

$$E_c = \frac{9 \cdot P}{16 \cdot h^{3/2} \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^{1/2}} \quad (3.29)$$

За результат испытаний принимают среднее арифметическое всех параллельных определений, которое округляют до целого числа.

Известны эмпирические зависимости для оценки разрушающего напряжения (σ_p) или предела текучести (σ_m) термопластов через значения НВ [1, 2]:

$$\sigma_p = 0,87 \cdot HB^{0,93}, \quad (3.30)$$

$$\sigma_m = 0,35 \cdot HB^{0,93}. \quad (3.31)$$

4. Определение теплостойкости

Под теплостойкостью понимают способность твердых полимерных материалов, будучи нагруженными, сохранять определенную жесткость при повышении температуры. Дело в том, что даже незначительное повышение температуры приводит к снижению модуля упругости полимера, т.е. к его размягчению. Поэтому под способностью сохранять свойства, не размягчаясь при повышении температуры, принято понимать способность материала не превышать некоторое дозированное значение размягчения. Таким образом, эта характеристика является условной, принятой для сравнительной оценки поведения различных нагруженных полимерных материалов в нестационарном тепловом поле, что помогает правильно выбрать пластмассу для конкретных условий эксплуатации.

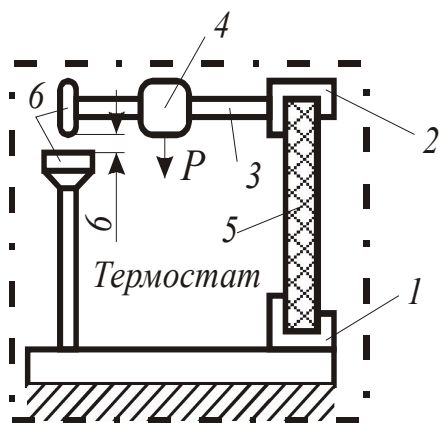
К наиболее распространенным методам оценки теплостойкости относятся:

- теплостойкость реактопластов по Мартенсу;
- теплостойкость термопластов (температура размягчения) по Вика.

4.1. Определение теплостойкости по Мартенсу

Теплостойкость по Мартенсу определяется в условиях, когда образец испытывает напряжение изгиба (рисунок 4.1).

Стандартный образец в виде бруска 120×15×10 мм закрепляется вертикально в термокамере и нагружается консольно с помощью нагружающего устройства, положение груза на котором обеспечивает создание в образце напряжение изгиба $\sigma_{из} = 5$ МПа. Измерительное устройство позволяет фиксировать деформацию изгиба образца. Скорость подъема температуры 50 °С/ч. За теплостойкость по Мартенсу принимается температура, при которой указатель сместится на 6 мм.



Приборы, инструмент: прибор Мартенса модели FWM, термометр с точностью до 1°C – 2 шт.

Материалы: образцы – стандартные бруски $120 \times 15 \times 10$ мм. – 3 шт.

Рис. 4.1. Схема прибора Мартенса для определения теплостойкости реактопластов:

1 – нижний держатель; 2 – верхний держатель;
3 – рычаг; 4 – груз; 5 – образец; 6 – электрические контакты

На приборе FWM испытания проводятся в следующей последовательности.

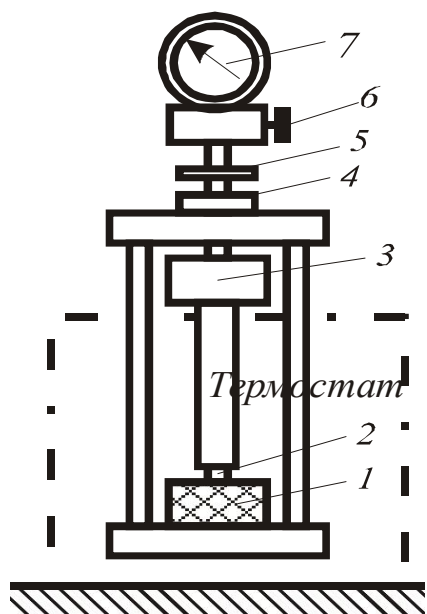
Три бруска вертикально устанавливают в нижнем держателе плиты. На нагрузочных рычагах грузы устанавливают на отметках, соответствующих моменту сопротивления каждого образца. Момент сопротивления бруска (W , мм^3) определяется по формуле (3.12). При этом обеспечивается изгибающее напряжение на брусок $\sigma_{ii} = 5$ МПа. Нагрузочные рычаги устанавливают на верхних концах брусков горизонтально, обеспечивая зазор между электрическими контактами $6 \pm 0,1$ мм. Термометры устанавливают в держателях прибора. Ртутные шарики должны стоять соответственно по сторонам на нижнем конце первого образца и на верхнем конце третьего образца. Закрепляют контакты сигнального оборудования на нагрузочных рычагах. Закрывают термостат, включают поток энергии. Регулятор температуры обеспечивает скорость нагрева в $50^{\circ}\text{C}/\text{ч}$. По мере прогрева полимерный материал размягчается, и брусок постепенно изгибается в сторону грузов. После последовательного загорания ламп и звукового сигнала (контакты замыкаются) по термометрам фиксируется температура (расхождение в показаниях термометров не должно превышать для каждого образца 2°C).

За результат испытаний принимают среднее арифметическое трех параллельных определений.

4.2. Определение теплостойкости (температуры размягчения) по Вика

Определение температуры размягчения по Вика – распространенная оценка теплостойкости термопластов. Схема ее измерения представлена на рисунке 4.2.

Образец размещается в термокамере, скорость подъема температуры в которой также $50^{\circ}\text{C}/\text{ч}$. В образец под действием груза, создающего усилие в 10 или 50 Н, вдавливаются цилиндрический индентор (игла) $\varnothing 1,13$ мм



($S = 1 \text{ мм}^2$). За температуру размягчения по Вика считают температуру, при которой индентор внедрился на глубину 1 мм (фиксируется индикатором часового типа).

Приборы, инструмент: прибор Вика модели FWF; термометр с точностью до 1°C – 2 шт.

Материалы: плоские образцы термопластов $10 \times 10 \times (3-6,5)$ мм – 3 шт.

Рис. 4.2. Схема измерения теплостойкости (температуры размягчения) по Вика:

1 – образец; 2 – индентор (игла); 3 – груз; 4 – нарезная букса; 5 – перестановочная гайка; 6 – гайка-фиксатор; 7 – индикатор-измеритель

На приборе FWF испытания проводятся в следующей последовательности.

Три образца укладывают на опоры, на штанги давления устанавливают грузы давления. Нарезными буксами движением против часовой стрелки подводятся штанги давления с иглами до упора на образцы. Движением обоих колец индикаторов устанавливают большую стрелку на 0, и движением наружного кольца индикатора подводят маленькую стрелку также к нулевой отметке. Вращением по часовой стрелке перестановочных гаек опускаются индикаторные стержни измерителей до упора на штанги давления. Нарезные буксы опускаются таким образом, чтобы между поперечными шпильками на штангах давления и нарезными буксами образовался зазор не менее 1,5 мм. Перестановочными гайками делается два оборота – маленькие стрелки индикаторов-измерителей устанавливаются в положение 1 мм. Гайками-фиксаторами фиксируется полученное положение индикаторов-измерителей.

Термометры устанавливают в держателях прибора. Ртутные шарики должны стоять около образцов. Закрывают термостат, включают поток энергии. Регулятор температуры обеспечивает скорость нагрева в 50°C/ч .

По мере прогрева полимерный материал размягчается, и индентор постепенно внедряется в образец. После последовательного загорания ламп и звукового сигнала по термометрам фиксируется температура (расхождение в показаниях термометров не должно превышать для каждого образца 2°C). Этому соответствует погружение индентора (иглы) в полимер на глубину 1 мм.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое трех параллельных определений.

Список рекомендуемой литературы

1. Крыжановский, В.К. Технические свойства полимерных материалов [Текст]: уч.-справ. пос. / В.К. Крыжановский, В.В. Бурлов, А.Д. Паниматченко, Ю.В. Крыжановская. – СПб.: Изд-во «Профессия», 2003. – 240 с.
2. Крыжановский, В.К. Прикладная физика полимерных материалов [Текст]: уч.-справ. пос. / В.К. Крыжановский, В.В. Бурлов. – СПб.: Изд-во СПбГТИ(ТУ), 2001. – 261 с.
3. Гуров, Т.А. Технический контроль производства пластмасс и изделий из них [Текст]: учеб. пос. для хим.-технол. техникумов. / Т.А. Гуров. – М.: Высшая школа, 1991. – 225 с.
4. Басов, Н.И. Контроль качества полимерных материалов [Текст]: / Басов Н.И., Любартович В.А., Любартович С.А. // Под ред. В.А. Брагинского. 2-е изд., перераб. – Л.: Химия, 1990. – 112 с.
5. Виноградов, В.М. Практикум по технологии переработки пластических масс [Текст]: / Под ред. В.М. Виноградова и Г.С. Головкина. – М.: Химия, 1980. – 240 с.
6. Ставров, В.П. Технологические испытания реактопластов [Текст]: / В.П. Ставров, В.Г. Дедюхин, А.Д. Соколов. – М.: Химия, 1981. – 248 с.



Н.М. Мухин
В.Г. Буриндин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Екатеринбург
2011