

**Г.С. БАРОНИН, А.М. СТОЛИН, М.Л. КЕРБЕР,
В.М. ДМИТРИЕВ**

**ПЕРЕРАБОТКА ПОЛИМЕРОВ
И КОМПОЗИТОВ
В ТВЕРДОЙ ФАЗЕ**

ИЗДАТЕЛЬСТВО ТГТУ

УДК 675.043.84:666.3-184.2(075)

ББК Л710я73

П271

Рецензенты:

Доктор технических наук,
ведущий научный сотрудник ИСМАН, г. Черноголовка
Л.С. Стельмах

Доктор технических наук, профессор ТГТУ
С.И. Лазарев

П271 Переработка полимеров и композитов в твёрдой фазе : учебное пособие / Г.С. Баронин, А.М. Столин, М.Л. Кербер, В.М. Дмитриев. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2009. – 140 с. – 100 экз. – ISBN 978-5-8265-0827-5.

Представлен теоретический материал и лабораторный практикум, посвящённые изучению нового технологического процесса обработки термопластичных полимеров и композитов давлением в твёрдом агрегатном состоянии методами пластического деформирования.

Предназначено для студентов дневного отделения, обучающихся по направлению подготовки бакалавров и магистров 150600 Материаловедение и технология новых материалов, по специальности 150601 Материаловедение и технология новых материалов и по направлению подготовки специалистов 150500 Материаловедение, технологии материалов и покрытий, по специальности 150502 Конструирование и производство изделий из композиционных материалов.

УДК 675.043.84:666.3-184.2(075)

ББК Л710я73

ISBN 978-5-8265-0827-5 © ГОУ ВПО "Тамбовский государственный
технический университет" (ТГТУ), 2009

Министерство образования и науки Российской Федерации

ГОУ ВПО "Тамбовский государственный технический университет"

Институт структурной макрокинетики и проблем
материаловедения Российской Академии наук,
г. Черноголовка

**Г.С. БАРОНИН, А.М. СТОЛИН, М.Л. КЕРБЕР,
В.М. ДМИТРИЕВ**

ПЕРЕРАБОТКА ПОЛИМЕРОВ И КОМПОЗИТОВ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ

Допущено УМО высших учебных заведений РФ по образованию в области материаловедения, технологии материалов и покрытий в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки бакалавров и магистров 150600 Материаловедение и технология новых материалов, по специальности 150601 Материаловедение и технология новых материалов и по направлению подготовки специалистов 150500 Материаловедение, технологии материалов и покрытий, по специальности 150502 Конструирование и производство изделий из композиционных материалов



Тамбов
Издательство ТГТУ
2009

Учебное издание

БАРОНИН Геннадий Сергеевич,
СТОЛИН Александр Моисеевич,
КЕРБЕР Михаил Леонидович,
ДМИТРИЕВ Вячеслав Михайлович

ПЕРЕРАБОТКА ПОЛИМЕРОВ И КОМПОЗИТОВ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ

Учебное пособие

Редактор З.Г. Чернова
Инженер по компьютерному макетированию М.А. Филатова

Подписано в печать 22.06.2009.
Формат 60 × 84/16. 8,14 усл. печ. л. Тираж 100 экз. Заказ № 274.

Издательско-полиграфический центр
Тамбовского государственного технического университета
392000, Тамбов, Советская, 106, к. 14

ВВЕДЕНИЕ

Учебное пособие "Переработка полимеров и композитов в твёрдой фазе" представляет собой коллективный труд группы сотрудников и преподавателей профильного научно-образовательного центра (НОЦ) "Твёрдофазные технологии" совместно с лабораторией пластического деформирования материалов Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН (ИСМАН, г. Черноголовка), кафедры "Технология переработки пластмасс" РХТУ им. Д.И. Менделеева и кафедры "Материалы и технологии" ТамбГТУ. Лабораторный практикум, созданный коллективом авторов, являющихся представителями двух вузов страны и академического Института ИСМАН, включает работы, посвящённые изучению нового технологического процесса обработки термопластичных полимеров и композитов давлением в твёрдом агрегатном состоянии методами пластического деформирования. Учебное пособие содержит описание лабораторных работ по основным разделам новой твёрдофазной технологии:

- физико-химическим методам определения оптимальных технологических параметров переработки полимеров и композитов в твёрдой фазе;
- твёрдофазной экструзии полимеров;
- твёрдофазной объёмной и листовой штамповке;
- физико-химическим свойствам полимеров после обработки давлением в твёрдой фазе;
- изучению диффузионных свойств полимерных композитов после обработки методами твёрдофазной технологии.

Подготовка и издание настоящего учебного пособия связано с необходимостью разработки учебно-методического комплекса дисциплин в связи с открытием в ТамбГТУ в 2009 году новой для вуза специальности по направлению 551600 "Материаловедение и технологии новых материалов".

Организация образовательного процесса по новому для вуза направлению планируется на базе действующего с 2006 года профильного научно-образовательного центра совместно с академическим Институтом структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН, г. Черноголовка, (НОЦ ТамбГТУ–ИСМАН "Твёрдофазные технологии") [1] и кафедры "Материалы и технологии".

Организация профильного научно-образовательного центра (НОЦ "Твёрдофазные технологии"), как нового структурного подразделения вуза связана с выполнением следующих задач:

1. Дальнейшее развитие интеграции академической и вузовской науки.
2. Объединение усилий и ресурсов вуза и академического института в подготовке и переподготовке специалистов по освоению прогрессивных твёрдофазных технологий и проведения совместных научных исследований по данному направлению.
3. Активизация научной деятельности молодых специалистов и студентов и развитие международных контактов в данной области.
4. Оснащение центра современным оборудованием (испытательным и технологическим). Создание на базе НОЦ "Твёрдофазные технологии" испытательной лаборатории коллективного пользования.
5. Организация работы лаборатории трансфера твёрдофазных технологий НОЦ. Расширение деловых контактов с предприятиями и организациями с целью развития инновационной компоненты центра для региональной экономики.
6. Дальнейшее развитие и расширение деловых контактов с другими НОЦ РФ, с РАН и академическими институтами и международными научными центрами для выполнения научных задач, подготовки кадров, развития международной академической и научной мобильности международного информационного научно-технического обмена.
7. Обеспечение устойчивости работы НОЦ "Твёрдофазные технологии" как модели саморазвивающейся научно-образовательной структуры вуза с отличительными признаками ячейки будущего национального исследовательского университета (НИУ).

Работа профильного НОЦ ТамбГТУ-ИСМАН "Твёрдофазные технологии" и финансирование проектов осуществляется за счет грантов, выделенных Американским фондом гражданских исследований и развития (CRDF) со стороны Фонда Джона Д. и Кэтрин Т. МакАртуров и Корпорации Карнеги (30 %), Министерства образования и науки Российской Федерации (35 %) и внебюджетных средств исполнителей проектов (35 %).

1. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ И ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ НОВОЙ ТВЁРДОФАЗНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И ПЕРЕРАБОТКИ ПОЛИМЕРОВ И КОМПОЗИТОВ. СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА

Все возрастающий объём производства пластических масс требует дальнейшего совершенствования существующих и разработки новых высокопроизводительных технологических процессов переработки полимеров. Дальнейший прогресс в области переработки пластических масс связан с резким повышением производительности перерабатывающего оборудования, сокращением трудоёмкости в производстве изделий и повышением их качества. Решение поставленных задач невозможно без применения новых прогрессивных методов переработки, к числу которых относятся различные виды обработки полимеров давлением в твёрдом агрегатном состоянии (объёмная и листовая штамповка, твёрдофазная и гидростатическая экструзия, прокатка и др.).

Технологические методы обработки полимеров давлением в твёрдом агрегатном состоянии известны сравнительно недавно.

В настоящее время нет единой сложившейся терминологии. В работах разных авторов встречаются различные названия метода: "формование в твёрдом состоянии", "формование в твёрдой фазе", "пластическое деформирование (формоизменение)", "низкотемпературное формование", "переработка при температуре ниже температуры плавления или стеклования". По-видимому, следует считать, что терминология нового технологического метода сейчас только складывается и не является окончательной.

Формование ведётся в температурном интервале, заключённом между комнатной температурой и температурой стеклования (T_c) для аморфных полимеров или плавления ($T_{пл}$) для кристаллизующихся [2]. Частным случаем метода является формование без нагрева, т.е. переработка при температуре окружающей среды. В литературе этот вид переработки термопластов носит название "холодное формование" [3]. Если комнатная температура лежит ниже температуры хрупкости полимера $T_{хр}$, то переработку ведут выше этой температуры, что обеспечивает проведение процесса в нехрупкой области. Таким образом, температурный интервал возможного формования термопластов методами пластического деформирования $T_{хр} - T_c$ [2].

В основе всех процессов переработки полимеров в твёрдом состоянии лежит пластическая (вынужденно-эластическая) деформация, которая носит обратимый характер. Вынужденно-эластические деформации в полимерах развиваются под влиянием больших механических напряжений. После прекращения действия деформирующего усилия, при температурах ниже температуры размягчения, вынужденно-эластическая деформация оказывается фиксированной в результате стеклования или кристаллизации материала и деформированное полимерное тело не восстанавливает свою исходную форму. При нагревании до температуры T_c возрастает подвижность макромолекул полимера и деформированное тело стремится восстановить свои исходные форму и размеры [3 – 25].

Однако физическая сущность явления вынужденной высокоэластичности в свете новых представлений о деформации полимеров при $T < T_c$ ($T_{пл}$) остаётся далеко неясной [19]. Это связано, по-видимому, с тем, что вынужденно-эластические деформации в некоторых случаях не полностью обратимы [2]. В общей деформации имеется доля необратимой деформации. Необратимые деформации свидетельствуют о процессах разрушения, протекающих при вынужденно-эластической деформации. Если же полная геометрическая обратимость вынужденно-эластической деформации и имеет место, то она не ведёт к восстановлению физико-механических свойств полимеров [35].

Под пластичностью обычно понимают свойства твёрдых тел необратимо деформироваться под действием внешних сил. Однако, пластические деформации в кристаллических телах в некоторых случаях могут быть обратимыми. Известно явление упругого двойникования, которое стало общепризнанным [17]. Такие проявления обратимой пластичности, как упругое мартенситное превращение, сверхупругость и эффект памяти формы в основном реализуются в металлических кристаллах. Они получили широкое практическое применение в технике в виде саморазворачивающихся в космическом пространстве антенных устройств, силовых устройств в робототехнике и т.п.

Одним из основоположников исследований пластической деформации в твёрдых кристаллических телах, связанных с упругостью или обратимым характером двойникования, является выдающийся русский учёный В.И. Вернадский, который посвятил этому вопросу свою диссертацию (1897) [2].

Таким образом, исходя из вышеизложенного, с учётом современных представлений о больших деформациях в твёрдых телах (в кристаллических и аморфных), под пластичностью следует понимать свойство твёрдых тел изменять свою форму и размеры под действием значительных нагрузок, превышающих некоторое пороговое значение.

При таком широком понимании явления пластичности твёрдых тел, вынужденно-эластическая деформация полимеров, так же как и упругое двойникование, упругое мартенситное превращение, сверх- упругость в металлах и другие, являются разновидностями пластической деформации. В данном случае мы встречаемся с

процессом расширения и взаимного проникновения понятий науки, что можно считать следствием более углубленного понимания природы изучаемого объекта, а именно, пластической деформации [22].

В дальнейшем в ходе работы над учебным пособием по изучению нового метода переработки полимерных материалов в твёрдой фазе мы будем использовать понятия "пластичность" и "пластическая деформация" полимеров с учётом высказанных соображений.

Физико-химические основы твёрдофазной технологии переработки полимеров в изделия на базе современных физических представлений о механизмах пластического деформирования изложены в работах [2, 3, 22, 25 – 27, 30].

В ходе работы над физико-химическими основами твёрдофазной технологии переработки термопластов используются различные подходы (теории) пластичности полимеров: молекулярно-кинетическая теория, фрактальная или кластерная концепция, феноменологический подход классической теории пластичности, а также современные представления физической механики среды со структурой (мезомеханика) [2, 20].

В связи с проблемой создания полимерных материалов, отвечающих требованиям процесса обработки термопластов давлением в твёрдой фазе, проведены исследования структуры, релаксационных и пластических свойств полимерных сплавов на основе крупнотоннажных полимеров (ПВХ, ПС, ПЭ) [9]. Полученные результаты свидетельствуют о большой перспективности использования легированных полимерных сплавов в деле создания специальных полимерных материалов для переработки их в твёрдой фазе [2, 22].

Намечен ассортимент изделий, которые можно получать методами твёрдофазной технологии, а также установлены основные преимущества и недостатки указанных технологических методов переработки полимерных материалов [2, 3, 25 – 27].

В результате сравнительного анализа технико-экономических показателей новой твёрдофазной технологии и традиционных технологических процессов переработки полимеров, выявлены следующие качественные показатели, которые достигаются при переработке в твёрдой фазе легированных полимерных материалов [2]:

- повышенные технологические показатели (низкая технологическая усадка, ниже, чем у литевых изделий подобной формы и размеров и, соответственно, высокая размерная точность изделия); повышенные показатели текучести расплава и другие реологические показатели;

- повышенные эксплуатационные характеристики: прочностные показатели при различных схемах нагружения выше исходного материала (в одном случае – в 1,5–2,0 раза, в другом – в десятки раз); теплостойкость, величина ориентационной усадки, уровень внутренних остаточных напряжений, размерная стабильность – не ниже литевых изделий;

- повышенные экономические и экологические показатели: резкое снижение материальных и энергетических затрат в результате сокращения или исключения стадий нагрева и охлаждения материала в технологическом цикле формования изделий; снижение вредных выбросов, улучшение условий труда;

- возможности применения существующего прессового оборудования для переработки пластмасс и использование более дешёвой оснастки по сравнению с традиционными способами существенно увеличивают экономическую эффективность процессов в твёрдофазной технологии переработки полимеров;

- повышенные эстетические характеристики: в результате применения твёрдофазной технологии устраняются поверхностные дефекты литья (коробление, утяжки, раковины, стыки). Изделия получают с глянцевою поверхностью, в отличие от литевых изделий, которые, как правило, все-таки матовые;

- возможность использования методов твёрдофазной технологии для переработки термически нестабильных полимеров, полимеров сверхвысокомолекулярной массы и высоконаполненных композиционных полимеров, которые чрезвычайно трудно или практически невозможно перерабатывать традиционными методами формования.

2. ОБЩИЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЁТА

При выполнении лабораторных работ необходимо оформить отчет, содержащий следующие разделы.

1. Название и цель работы.
2. Установки, приборы и материалы.
3. Методика проведения работы.
4. Результаты измерения, их обработка и наглядное представление в виде таблиц или графиков.
5. Выводы.

Название и цель работы указаны в описании лабораторных работ.

Установки, приборы и материалы следует описать более подробно, чем это сделано в лабораторных работах, так как конкретные виды приборов, инструментов и материалов могут изменяться. Пункт "Методика проведения работы" должен содержать краткое описание метода, который используется для изучения того или иного объекта исследования, схему установки и порядок проведения работы.

Результаты измерений являются первичными данными и представляют особую ценность. Следует твердо запомнить, что первичные данные не должны исправляться, их необходимо фиксировать в первоначальном виде, потому что не всегда можно воспроизвести условия эксперимента заново. Если возникли сомнения в правильности эксперимента, его следует повторить и получить новые данные, но не исправлять старые результаты. Протокол измерений должен быть в отчёте.

Обработка результатов измерений может быть разнообразной в зависимости от цели работы. Существуют стандартные методы анализа и статистической обработки результатов наблюдений [18]. Напомним некоторые правила.

Расчёт выборочного среднего проводится по формуле

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} x_i, \quad (2.1)$$

где \bar{x} – выборочное среднее значение; x_i – измеряемая величина; n – число измерений.

Выражение для выборочной дисперсии среднего случайной величины имеет вид

$$s_x^2 = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}. \quad (2.2)$$

В качестве примера рассмотрим расчёт значений долговечности $\lg t$ образцов ПВХ при $\sigma = 11 \cdot 10^{-7}$, Па и $T_{исп} = 298$ К после твёрдофазной экструзии при $T_{экс} = 333$ К и $\lambda_{экс} = 2,42$ со статистической обработкой [2, 18]. В результате испытаний получены следующие величины $\lg t$ (табл. 2.1).

2.1. Результаты испытаний долговечности образцов ПВХ после твёрдофазной экструзии

Номер измерений	1	2	3	4	5	6	7	8
Долговечность τ , с	316	324	355	372	398	457	513	562
Логарифм долговечности $\lg t$	2,50	2,51	2,55	2,57	2,60	2,66	2,71	2,75

Сомнительными считаем минимальный и максимальный показатели: $\lg t_1 = 2,50$ и $\lg t_8 = 2,75$. Из оставшихся шести значений определяется ориентировочное среднее арифметическое величины логарифма долговечности: $\lg t_{ср} = 2,61$.

Величина ориентировочного стандартного отклонения для отдельных значений определяется по формуле

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \quad (2.3)$$

Она равна 0,0746. Для проверки, охватываются ли сомнительные значения определяемых показателей допустимыми (толерантными) пределами, рассчитанными без них, вычисляем величину отклонения по формуле $\Delta \lg t_{ср} = tS$. Из приложения 2 ГОСТ 14359 – 69 для $\alpha = 0,95$ и $n = 6$ находим критерий точности $t = 2,57$.

Следовательно

$\Delta \lg \tau_{\text{ср}} = 2,57 \cdot 0,0746 = 0,192$ и надёжные индивидуальные значения определяемых показателей должны находиться в пределах $2,42 \leq \lg \tau_{\text{ср}} \leq 2,80$.

Обе сомнительные величины заключены в этих пределах. Поэтому они достаточно надёжны и их следует включить в расчёт, так что $n = 8$. Принимая, что минимальное количество параллельных испытаний, предусмотренное данной методикой, меньше 8, определяем окончательное значение $\lg \tau_{\text{ср}} = 2,61$; $S = 0,084$; $t = 2,37$.

Доверительные пределы среднего значения вычисляются по формуле: $\lg \tau_{\text{ср}} = \frac{0,084 \cdot 2,37}{2,83} = 0,07$.

Линию на графике $y = f(x)$ рис. 2.1 наносят таким образом, чтобы она:

- проходила через отрезки, характеризующие разброс значений вокруг среднего (доверительного интервала);
- должна быть наиболее простой (если можно провести прямую линию, то проводят прямую, а не ломанную или кривую).

Этот пример дан для значения с наибольшим разбросом.

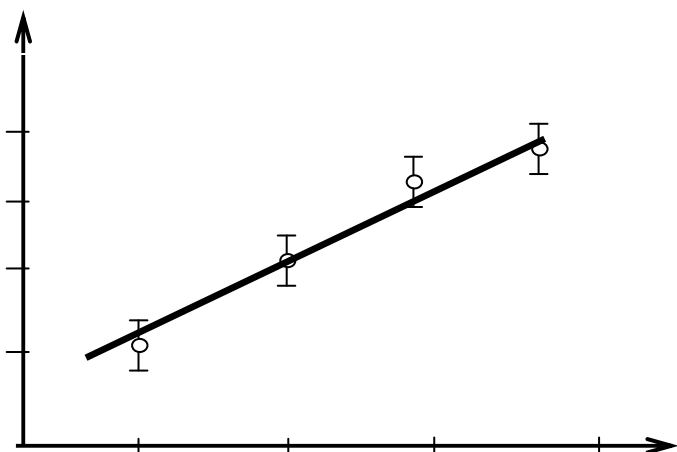


Рис. 2.1. Схема построения графика

Аналогичной статистической обработке подвергаются все экспериментальные данные по физико-механическим свойствам полимерных систем, полученные при различных видах нагружения до и после обработки давлением в твёрдой фазе.

3. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОПТИМАЛЬНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПЕРЕРАБОТКИ ТЕРМОПЛАСТОВ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ

Одной из важнейших проблем, которую решает современная полимерная наука, является установление взаимосвязи макроскопических физических свойств полимеров в твёрдом состоянии с их структурой и характером теплового движения соответствующих кинетических единиц. Понять механизм проявления тех или иных макроскопических свойств полимерных материалов – это значит получить возможность влиять на них в нужном направлении, т.е. научиться создавать полимерные материалы с заданными свойствами [4, 5, 22]. Последнее особенно важно при изучении нового технологического процесса переработки полимеров методами пластического деформирования, при определении оптимальных технологических параметров твёрдофазной переработки полимеров.

Наибольшую информацию для решения указанной проблемы можно получить при комплексном изучении структуры и процессов молекулярной релаксации в полимерных системах различными физическими методами [2 – 16, 35].

С целью определения оптимального температурного режима низкотемпературного формования используются различные физико-химические методы: dilatометрический, термомеханический, измерения диэлектрических потерь, динамический механический метод и др. [2].

Важным условием практической реализации новых способов является не только определение оптимальных технологических параметров переработки термопластов в твёрдой фазе, но и оценка качества получаемых изделий. Температурно-силовое воздействие на полимер при получении изделий в твёрдой фазе приводит к сложным структурным превращениям в материале, которые определяются как природой полимера, так и конфигурацией готового изделия. Поэтому для определения оптимальных технологических параметров переработки термопластов методами пластического деформирования и оценки эксплуатационных свойств изделий не пригодны стандартные методы испытаний, использующие определённую форму образцов. В связи с этим в настоящем учебном пособии предлагается ряд новых методов и методик получения технологических параметров и эксплуатационных характеристик готовых изделий, которые дают важную информацию, отражающую происходящие структурные изменения в полимере и коррелирующую с данными других испытаний.

Лабораторная работа 1

ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ

Цель работы: определение релаксационных переходов в полимерах в температурной области $T_{293} - T_c (T_{пл})$.

Приборы и принадлежности: микроскоп МБС-10, линейный dilatометр, цифровая камера разрешением 320×240 пикселей, криотермокамера специальной конструкции, измерительный модуль Е-270, ПЭВМ (IBM PC), ЛАТР, вентилятор, термометр, термошкаф, образцы полимера.

Методические указания

Dilatометрия основана на изменении объёма тел при изменении температуры. С помощью dilatометрии изучают температурную зависимость линейного и объёмного расширения полимеров, аномалии при плавлении, кристаллизации и стекловании, переходы одной кристаллической модификации в другую и конформационные переходы в твёрдых полимерах и их расплавах. Указанные переходы исследуют чаще всего при постоянной скорости нагрева или охлаждения при помощи dilatометров различной конструкции.

Dilatометрические исследования проводятся на оптическом dilatометре (рис. 3.1).

Он состоит из криотермокамеры специальной конструкции и микроскопа, установленных на теплоизолированном основании. Криотермокамера изготовлена из тугоплавкого металла. Основными её частями являются массивный корпус с электронагревательными элементами и металлическая планка, которая вкладывается в паз корпуса и укрепляется с помощью винта. Планка и паз тщательно отшлифованы.

Образец в виде цилиндрического прутка диаметром $\varnothing 5 \cdot 10^{-3}$ м и длиной $55 \cdot 10^{-3}$ м помещается в паз и закрывается планкой. Один

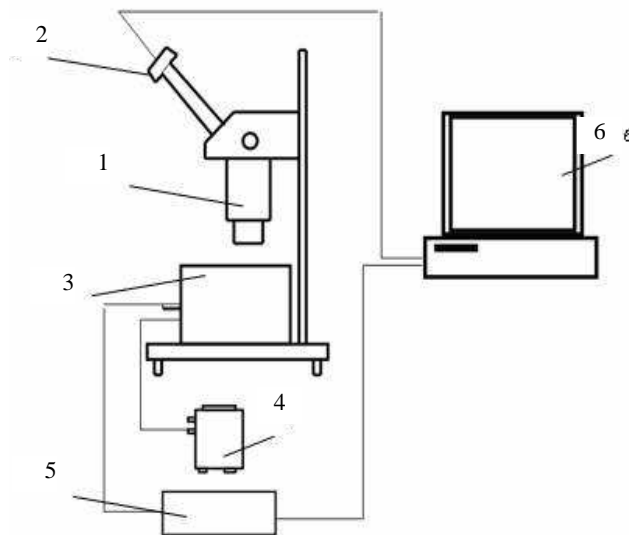


Рис. 3.1. Основные элементы дилатометра:

- 1 – микроскоп МБС-10; 2 – цифровая камера разрешением 320×240 пикселей;
 3 – криотермокамера специальной конструкции; 4 – автотрансформатор;
 5 – измерительный модуль E-270;
 6 – ПЭВМ (IBM PC)

конец его фиксируется с помощью зажимного винта. Для снятия внутренних напряжений образцы предварительно отжигаются в термошкафу в течение 1–2 часа с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры.

Линейная скорость нагрева 1–2 град/мин задается автотрансформатором. Она выбирается с учётом прохождения релаксационных процессов в полимерах. Температура фиксируется термопарой. Охлаждение образца производят вентилятором. Причём скорость охлаждения выбирается равной скорости нагрева. Дилатометрические кривые можно строить как при нагревании образца, так и при его охлаждении.

Измерительный модуль E-270 фиксирует температуру с интервалом 15 секунд и передаёт данные на ПЭВМ.

Цифровая фотокамера, встроенная в окуляр микроскопа и синхронизированная с измерительным модулем, передаёт изображения образца на ПЭВМ через те же промежутки времени.

В результате работы установки на ПЭВМ формируется файл, содержащий значения температур и набор соответствующих изображений исследуемого образца.

Дальнейшая цифровая обработка графических изображений проводится с помощью специально созданного программного обеспечения (рис. 3.2).

На вход программы поступает набор графических файлов формата JPEG в порядке их получения с помощью цифровой фотокамеры. Программа, обрабатывая Bitmap графического файла, используя статистические методы, определяет положение центра отслеживаемой области изображения и строит график, показывающий смещение этого центра для каждого нового файла. Смещение центра отслеживается как в горизонтальном, так и в вертикальном направлении (очевидно, что для достижения большей точности измерений последнее должно быть минимальным).

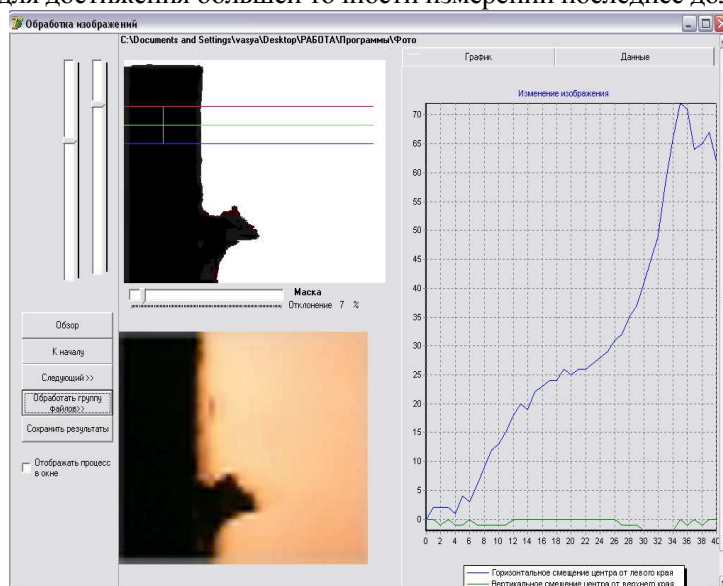


Рис. 3.2. Окно программного обеспечения

Дополнительные возможности программы:

1. Выбор оптимального фрагмента изображения.

При достаточном увеличении на изображении среза образца возникают неровности, которые вносят существенную погрешность в статистическую оценку положения центра изображения. Поэтому пользователю программы предоставляется возможность выбора отслеживаемого фрагмента изображения, имеющего относительно ровный срез (рис. 3.2).

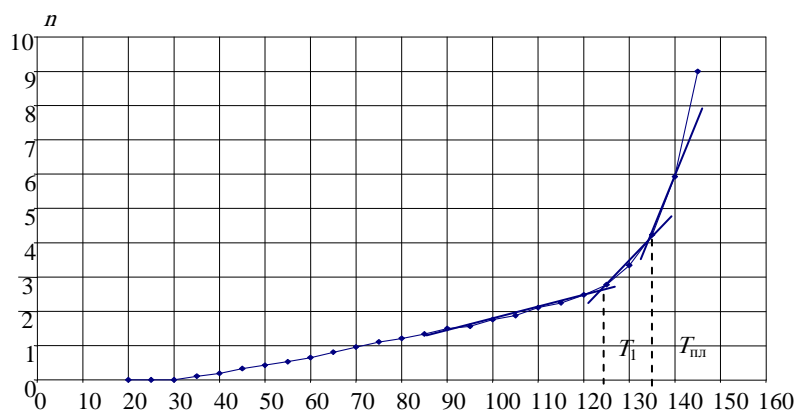
2. Настройка цвета отслеживаемого участка изображения.

Получение изображений может производиться при различном освещении, поэтому качество изображений может быть различным.

В зависимости от него пользователь имеет возможность регулировать цвет отслеживаемого фрагмента изображения, соответствующего образцу.

Далее производится сопоставление полученных в результате обработки изображений значений смещения и температур, полученных с помощью измерительного модуля и построение дилатометрической кривой образца (рис. 3.3).

Рассмотренная установка не только позволяет проводить дилатометрические исследования полимерных материалов, но и даёт возможность автоматизировать обработку результатов, достигая большей точности в



оценке удлинения образца.

Рис. 3.3. Дилатометрическая кривая СВМПЭ.
Скорость поднятия температуры 1,5 град/мин

Порядок выполнения работы

Работа состоит из двух частей.

1. Сбор данных:

1) с помощью преподавателя или лаборанта ознакомиться с устройством установки (рис. 3.1); зарисовать её общий вид;

2) по рекомендации преподавателя выбрать объект исследования (полимер) и изготовить образец;

3) отжечь образец аморфного стеклообразного полимера при температуре стеклования T_c в термошкафу в течение 1–2 часов с последующим медленным охлаждением в выключенном термошкафу до комнатной температуры;

4) готовый образец полимера закрепить в дилатометре при помощи металлической планки и винта таким образом, чтобы конец образца находился над сквозным каналом дилатометра (рис. 3.1);

5) с помощью лаборанта включить скорость нагрева

(1–2 град/мин) дилатометра, используя командный прибор или автотрансформатор 4 и запустить программу сбора данных;

6) по завершении опыта выключить нагрев и освещение дилатометра. Включить вентилятор для охлаждения прибора.

2. Обработка полученных данных.

1) с помощью преподавателя или лаборанта ознакомиться с программой обработки данных (рис. 3.2);

2) произвести настройку параметров обработки изображений в следующей последовательности:

а) изменением цветовой маски добиться исчезновения с изображения подложки;

б) выбрать наибольший участок изображения с *ровной* границей среза.

3) запустить обработку данных;

4) по изломам на полученной дилатометрической кривой идентифицировать температуры T_c или $T_{пл}$ исследуемого полимера, а также определить оптимальную температуру переработки данного полимера в твёрдой фазе T_1 (рис. 3.3). Проверить соотношение Бойера [2, 5]: $T_1/T_c(T_{пл}) = 0,75 \pm 0,15$.

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
 2. Схема дилатометра и порядок работы прибора.
 3. Протокол измерений.
 4. График дилатометрической кривой $\Delta l = f(T)$.
 5. Результаты анализа полученной графической зависимости (значения температур T_c или $T_{пл}$, T_1 , T_2 , T_3).
- Проверка соотношения Бойера.
6. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Назначение объёмного и линейного дилатометров.
 2. Как выбрать оптимальную температуру переработки T_1 в твёрдой фазе стеклообразного и кристаллизующегося полимера дилатометрическим методом?
 3. С какой целью перед испытанием в дилатометре образец полимера подвергают отжигу?
 4. Что показывает соотношение Бойера?
- Литература:* [2, 5, 22].

Лабораторная работа 2

ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ

Цель работы: определение оптимальной температуры переработки полимеров в твёрдой фазе термомеханическим методом.

Приборы и принадлежности: консистометр Хепплера, ЛАТР, контактный термометр, блок автоматического регулирования температуры, мешалка пропеллерная, выпрямитель ВСШ-6, контрольный термометр или термопара с милливольтметром, образцы полимера.

Методические указания

С целью определения оптимального температурного режима низкотемпературного формования полимеров используются различные физические методы. Однако, наиболее предпочтительным в данном случае является термомеханический метод, так как он связан с изучением деформируемости системы, т.е. характеристики наиболее важной для переработки полимеров в твёрдой фазе [2, 10, 22].

Термомеханический метод заключается в построении кривой зависимости деформации полимера от температуры при постоянном напряжении.

Типичная термомеханическая кривая ПВХ, полученная в условиях постоянного растягивающего напряжения в температурном интервале $T_{293} - T_c$ показана на рис. 3.3. Подобный вид имеют термомеханические кривые всех исследуемых полимерных материалов в указанном температурном интервале. Из рисунка 3.3 видно, что этим методом можно точно определить границы физических подсостояний полимера в стеклообразной области с различными механизмами деформационных процессов.

Температуру перехода T_1 в этом случае физически правильнее называть температурой размягчения, которая всегда ниже T_1 , определённой дилатометрическим методом (лабораторная работа 1) вследствие различия физических механизмов, лежащих в основе теплового расширения и деформирования стеклообразных полимеров [10, 14].

На термомеханических кривых всех полимерных материалов до температуры размягчения T_1 деформация во всех случаях почти постоянна и составляет менее 1 %. При T_1 деформация начинает возрастать. Особенно резкое увеличение деформации наблюдается при температуре, превышающей T_1 на 10...15 °С. Это явление сопровождается "побелением" образца, возникновением в нём полос скольжения и трещин "серебра". Как показано в работе [2], температуре начала трещинообразования предшествует температура размягчения полимера. С точки зрения молекулярно-кинетической теории пластической деформации, этот процесс механического размягчения связан с расстекловыванием неупорядоченных областей в результате сегментальной подвижности макромолекул [6]. С точки зрения авторов работы [22] температура T_1 является оптимальной температурой низко-температурного формования термопластичных полимеров методами пластического деформирования.

Термомеханические кривые полимеров в условиях сжимающих напряжений снимаются на консистометре Хепплера в интервале температур $T_{293} - T_c(T_{пл})$ и скорости нагрева 2 град/мин (рис. 3.4).

Нагревательный элемент прибора питается от электрической сети с напряжением 220 В через ЛАТР (2). Температура поддерживается постоянно при помощи контактного термометра и блока автоматического регулирования (3). Колебания температуры составляют $\pm 0,5$ °С. Для создания равномерного температурного поля внутри прибора установлена пропеллерная мешалка (6), двигатель которой питается через выпрямитель ВСШ-6 (5). В качестве теплоносителя используется силиконовое масло ПМС-100. Температура в маслобаке контролируется ртутным термометром или термопарой с потенциометром ПП-63.

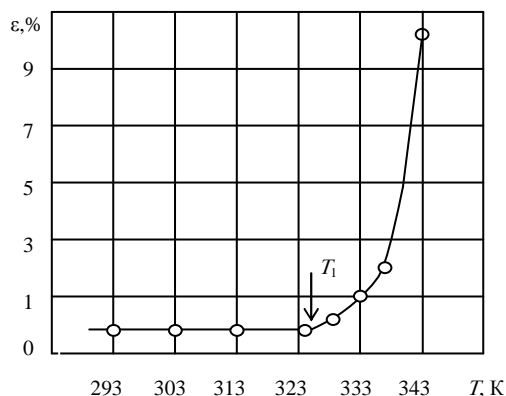


Рис. 3.3. Термомеханическая кривая ПВХ, полученная в условиях постоянного растягивающего напряжения $\sigma = 10$ МПа и скорости нагрева 1–2 град/мин

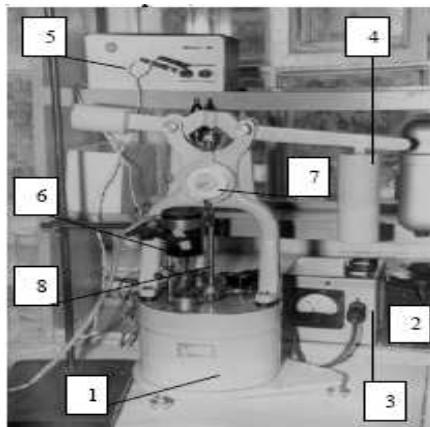


Рис. 3.4. Консистомер Хепплера:

1 – мерный маслобак; 2 – ЛАТР; 3 – блок автоматического регулирования температуры; 4 – нагружающее устройство; 5 – выпрямитель; 6 – мешалка; 7 – индикатор; 8 – шток с индентором

Порядок выполнения работы

1. С помощью преподавателя или лаборанта ознакомиться с устройством и работой консистометра Хепплера (рис. 3.4).

2. По заданию преподавателя выбрать полимер для испытания и вырубить из листового материала образец квадратной формы с размерами 8×8×2 мм.

3. В металлический стакан консистометра вставляется специальная подставка высотой 12 мм, на которую помещается образец (рис. 3.5).

4. Стакан через отверстие в крышке консистометра опускается в маслобак.

5. В штокодержателе закрепляется шток с индентором диаметром 2 мм 8, который опускается на образец. На индикаторе часового типа фиксируется показание "0".

6. Образец нагружается при помощи нагружающего устройства (4) грузом $P = 1,5$ кгс. Подсчитывается напряжение сжатия, действующее на образец:

$$\sigma_{сж} = P/S = \frac{P}{\frac{\pi d^2}{4}} = \frac{4 \cdot 1,5 \cdot 9,8}{3,14 \cdot 2^2} = 4,68 \text{ МПа.}$$

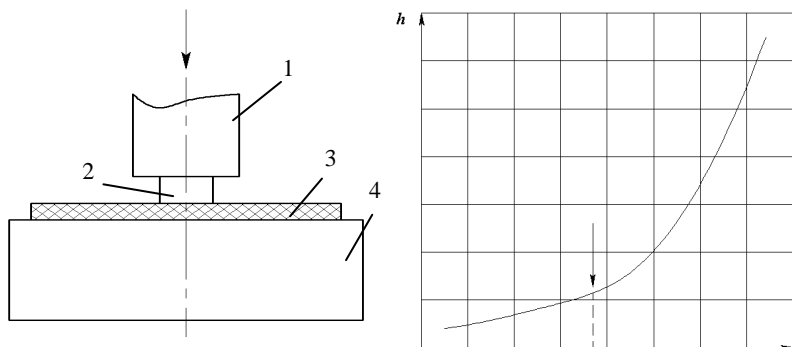


Рис. 3.5. Образец полимера на подставке в консистометре Хепплера:

1 – шток; 2 – индикатор; 3 – образец;
4 – подставка

Рис. 3.6. Типичная термомеханическая кривая полимера, снятая в условиях сжимающих напряжений

T_1

$T, ^\circ\text{C}$

7. Включается система обогрева маслобака с автоматическим блоком (3) линейного поднятия температуры (2 град/мин) и пропеллерная мешалка (6).

8. По истечении каждой минуты снимаются показания деформации образца полимера по индикатору часового типа h , дел. Значения деформации h и температуры T заносятся в протокол измерений.

9. На основе полученных данных строятся термомеханическая кривая $h = f(T, ^\circ\text{C})$ при $\sigma = \text{const}$, по которой определяется оптимальная температура переработки данного термопласта в твёрдой фазе T_1 .

10. Проверяется соотношение Бойера $T_1/T_c(T_{\text{пл}}) = 0,75 \pm 0,15$.

Значения T_c и $T_{\text{пл}}$ для конкретного полимера взять из лабораторной работы 7, табл. 5.1.

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Описание консистометра Хепплера и порядок работы с прибором.
3. Протокол измерений в виде таблицы.
4. Построенная термомеханическая кривая $h = f(T, ^\circ\text{C})$ при $\sigma = \text{const}$.
5. Анализ зависимости $h = f(T, ^\circ\text{C})$, определение T_1 и проверка соотношения Бойера, сравнение полученных значений T_1 и отношения $T_1/T_c(T_{\text{пл}})$ с результатами дилатометрических измерений для данного полимера (см. лабораторную работу 1).
6. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Дать определение понятия "термомеханическая кривая" полимера.
2. Как выбрать оптимальную температуру переработки полимера в твёрдой фазе термомеханическим методом?
3. Объяснить разницу в значениях температур T_1 одного и того же полимера, полученных дилатометрическим и термомеханическим методами.
4. Какие физические процессы протекают в стеклообразном полимере в точке T_1 при испытании материала термомеханическим методом?
5. Дать характеристику физическим процессам, протекающим вблизи точки T_1 для кристаллизующихся полимеров.

Литература: [2, 4 – 6, 10].

Лабораторная работа 3

ИЗУЧЕНИЕ ПЛАСТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ОДНООСНОГО НАГРУЖЕНИЯ

Цель работы: определение предела текучести полимера при различных схемах одноосного нагружения и оптимального температурного режима переработки в твёрдой фазе.

Установки, приборы и принадлежности: разрывная машина ЦМГИ-250; разрывная машина марки WPM-10 усилием 10 тс; консистомер Хепплера; ячейка для испытания полимеров в условиях сжатия; система автоматического регулирования температуры в консистомере Хепплера; ЛАТР; контактный термометр; контрольный термометр до 300 °С; конусный индентор; миниатюрная термоячейка; образцы полимера.

Методические указания

Идеальный полимерный материал; предназначенный для переработки методами пластического деформирования в твёрдой фазе, должен иметь низкий предел текучести, высокую предельную деформацию в условиях переработки и высокие физико-механические показатели в условиях эксплуатации. Анализ литературных данных показывает, что оценку пригодности полимерного материала к пластическому формоизменению следует вести по результатам изучения деформационных свойств. С этой точки зрения наиболее технологичными являются термопласты с высокой пластичностью и низким сопротивлением пластическому деформированию при различных схемах нагружения.

На деформационные характеристики полимеров существенное влияние оказывает температура испытания. Снижение σ_T материала с повышением температуры происходит за счёт увеличения кинетической энергии атомов и атомных групп, благодаря чему происходит общее ослабление взаимодействия между различными структурными образованиями полимерного материала. Особенно значительное снижение σ_T имеет место в области нехрупкого подсосостояния полимера в температурном интервале $T_1 - T_c$, который является оптимальным для переработки полимеров методами пластического деформирования. Следует отметить сложный характер зависимости $\sigma_T = f(T)$ в данном температурном интервале для всех полимерных систем [2]. Нелинейный характер зависимости $\sigma_T = f(T)$ для ПВХ и ПС-систем отмечен при испытаниях как в условиях одноосного растяжения, так и в условиях индентирования (рис. 3.7 и 3.8). Оценка пластических свойств полимеров в условиях одноосного растяжения проводится на разрывной машине ЦМГИ-250 при скорости перемещения зажимов $2,2 \cdot 10^{-3}$ м/с в температурном интервале 293...413 К. Образцами служат прутки полимера диаметром 5 мм и длиной 100 мм. Термостатирование образцов осуществляется при помощи миниатюрной термокамеры, которая одевается на образец. Таким образом нагревается лишь часть образца, находящаяся между зажимами, что обеспечивает образование шейки в заданном месте. Для получения каждой экспериментальной точки используются пять образцов.

Предел текучести при сжатии σ_T полимеров в интервале температур 293...413 К определяется на специально изготовленных образцах в виде двойного усечённого конуса, которые помещаются в обогреваемую ячейку (рис. 3.9, а, б). Заданная температура в термоячейке устанавливается при помощи электронагревателя сопротивления; контролируется термопарой, соединённой с милливольтметром.

$\sigma_T \cdot 10^{-7}$, Па

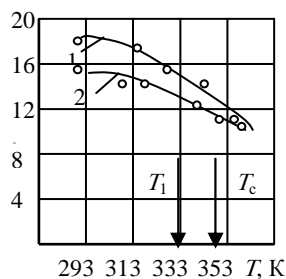


Рис. 3.7. Температурная зависимость предела текучести σ_T ПВХ (1) и ПВХ + 5 м.ч. ИСТ-30 (2), снятая при индентировании под нагрузкой $P=58,9$ Н

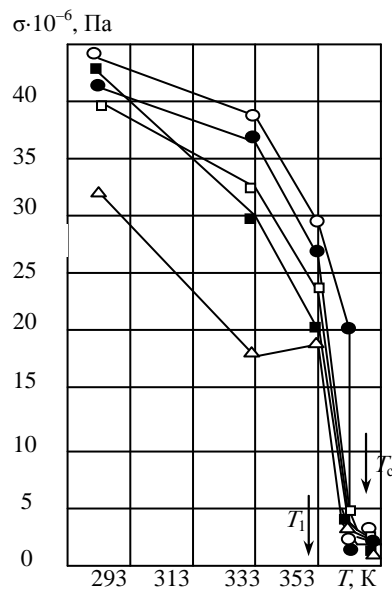


Рис. 3.8. Температурная зависимость предела текучести σ_T для ПС и материалов на его основе, снятая при одноосном растяжении образцов со скоростью $6,7 \cdot 10^{-4}$ м/с:
 1 – ПС; 2 – ПС + 2 м.ч. ТЭП; 3 – ПС + 5 м.ч. ТЭП; 4 – ПС + 10 м.ч. ТЭП;
 5 – ПС + 20 м.ч. ТЭП [2]

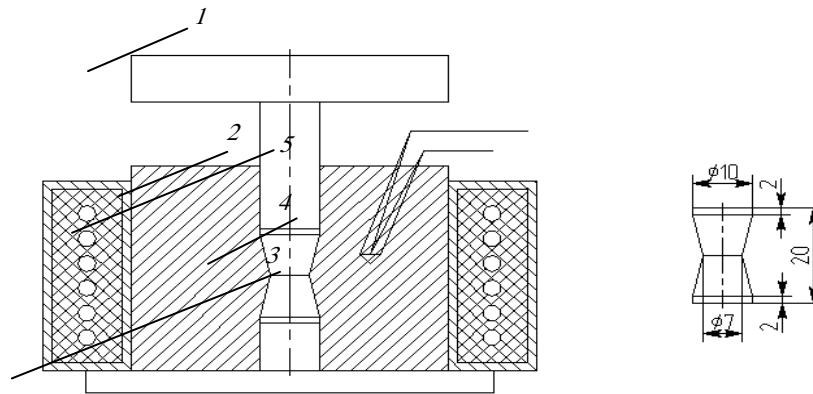


Рис. 3.9. Ячейка и образец для определения предела текучести при сжатии полимеров:
 1 – пуансон верхний; 2 – матрица; 3 – пуансон нижний;
 4 – нагреватель; 5 – термопара

ром. Ячейка устанавливается на разрывной машине WPM-10, усилием 10 тс, работающей на сжатие. Усилие на образец передаётся с помощью пуансона, перемещающегося со скоростью $0,15 \cdot 10^{-3}$ м/с и фиксируется на ленте записывающего устройства. Предел текучести определяется делением регистрируемого усилия на площадь поперечного сечения узкой части образца ($d = 7$ мм).

Пластические свойства полимеров оцениваются индентированием конуса в образец полимера на консистометре Хепплера в интервале температур 293...413 К (рис. 3.10). Нагрузка на образец толщиной 2,5 мм составляет 150 Н. В качестве критерия пластичности выбирается величина, равная отношению приложенной нагрузки к площади отпечатка в момент времени $\ln t = 5$, что соответствует пределу текучести материала при заданных условиях нагружения.

Диаметр отпечатка d связан с глубиной внедрения конуса h со-отношением

$$d = (h + 0,2) \cdot 10^{-3}, \text{ м} = h_{\text{расч.}} \quad (3.2)$$

Предел текучести σ_T определяется по формуле

$$\delta_T = \frac{4P}{\pi d^2}. \quad (3.3)$$

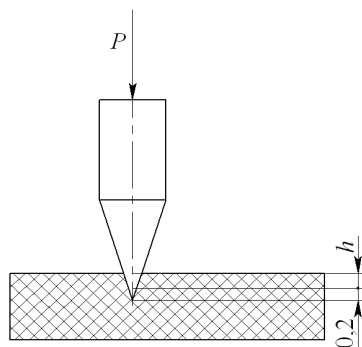


Рис. 3.10. Схема индентирования конуса в образец полимера

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с устройством и работой разрывных машин ЦМГИ-250, WPM-10 и консистометра Хепплера.
2. По заданию преподавателя выбрать полимер и изготовить образцы для испытаний в условиях одноосного растяжения, сжатия и индентирования (см. раздел "Методические указания" к работе).
3. Провести испытания образцов полимера в условиях одноосного растяжения на машине ЦМГИ-250, фиксируя максимальные значения усилия нагружения P в момент образования шейки, при различных температурах.
4. Провести испытания образцов заданного полимера в условиях одноосного сжатия на машине WPM-10 с использованием специальной испытательной ячейки и образца в виде двойного усечённого конуса (рис. 3.9, а, б). Испытания провести при температурах, заданных преподавателем. Значения усилия P в момент образования шейки снять с записывающего устройства машины и занести в протокол измерений.
5. Подсчитать значения предела текучести σ_T полимера при всех значениях температур испытания на машинах ЦМГИ-250 и WPM-10 по формуле (3.3). В этом случае $d = 5$ мм – диаметр образца в случае одноосного растяжения и $d = 7$ мм – диаметр узкой части образца при испытаниях в условиях одноосного сжатия.
6. Провести оценку пластичности заданного полимера индентированием конуса на консистометре Хепплера. Для этого проводятся операции по пп. 2 – 8 "Порядка выполнения работы" лабораторной работы 2 с использованием конического индентора и нагрузки $P = 150$ Н на образец диаметром 2,5 мм.
Для каждой температуры измеряется глубина внедрения конуса h ко времени $\text{Int} = 5$ и рассчитывается диаметр отпечатка $d = h_{\text{расч}}$ и предел текучести σ по формулам (3.2) и (3.3).
7. Построить графические зависимости $\sigma_T = f(T)$ для каждого вида испытания заданного полимера и наметить оптимальный температурный интервал переработки полимера в твёрдой фазе (см. рис. 3.7 и 3.8).

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Описание работы разрывных машин ЦМГИ-250 и WPM-10, термоячейки и консистометра Хепплера.
3. Протокол измерений в виде таблицы.
4. Графические зависимости $\sigma_T = f(T)$ для трёх видов испытаний.
5. Анализ полученных графических зависимостей с целью назначения оптимального температурного интервала переработки заданного полимера методами пластического деформирования.
6. Выводы. Сравнить полученные результаты испытаний (п. 5) с результатами лабораторных работ 1 и 2.

Контрольные вопросы

1. Дать определение предела текучести (предела вынужденной эластичности) термопластичного полимера.
2. Объяснить порядок выбора оптимального температурного интервала переработки полимера в твёрдой фазе из зависимостей $\sigma_T = f(T)$.
3. Дать характеристику физических процессов, протекающих в стеклообразных полимерах в момент образования шейки.
4. В чём особенность физических процессов в кристаллизующихся полимерах в сравнении с стеклообразными, протекающих при переходе через предел текучести σ_T ?
5. Назовите вид деформации, заложенной в основу технологии переработки полимеров в твёрдой фазе.

Литература: [2, 6, 7, 14, 22].

Лабораторная работа 4

ИЗУЧЕНИЕ ДЕФОРМАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ОБЪЁМНОГО НАПРЯЖЁННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

Цель работы. определение физико-химических характеристик пластичности полимеров в условиях одностороннего осесимметричного сжатия.

Лабораторная установка, приборы и принадлежности. В связи с тем, что все технологические процессы переработки термопластов в твёрдой фазе методами пластического формоизменения (объёмная и листовая штамповка, прессовая и гидростатическая экструзия, прокатка и др.) протекают в условиях сложно-напряжённого состояния, при воздействии высокого давления в сочетании с деформациями сдвига (ВД+СД), необходимы лабораторные установки для изучения процессов деформации полимерных материалов в условиях сложно-напряжённого состояния [2, 15, 22, 35].

Для изучения процессов пластического деформирования материала в зоне формования в условиях высокого гидростатического давления используется лабораторная установка [2] (рис. 3.11 – 3.13), которая позволяет изучать объёмное напряжённо-деформированное состояние полимерных материалов при осесимметричной схеме нагружения образца в широком диапазоне температур и давлений.

В качестве образцов служат монолитные таблетки термопласта диаметром 0,02 и высотой 0,03 м.

Установка представляет собой гидравлический пресс (1) нижнего давления усилием 40 тс, на нижней плите которого установлена ячейка высокого давления (2), состоящая из толстостенной матрицы (3) из стали X12M, пуансона (4) и набора сменных фильер и вкладышей (5) (рис. 3.12).



Рис. 3.11. Общий вид лабораторной установки для исследования объёмного напряжённо-деформированного состояния полимеров [2]

(обозначения см. в тексте)

В испытательной ячейке обеспечивается возможность измерения удельных давлений на внутреннюю стенку матрицы в трёх местах по высоте таблетки (рис. 3.13). Для этого в стенке матрицы просверлены три отверстия, расположенные на различных расстояниях по высоте и образующей. В отверстия вставлены притёртые поршеньки, которые упираются в резьбовую пробку (7) с наклеенными тензосопротивлениями. Можно измерять удельные осевые давления, для чего к нижней части пуансона (4) прикреплён стальной колпачок (8), играющий роль датчика осевого давления. Формование материала производится с помощью пуансона, который упирается фланцем в верхнюю плиту пресса.

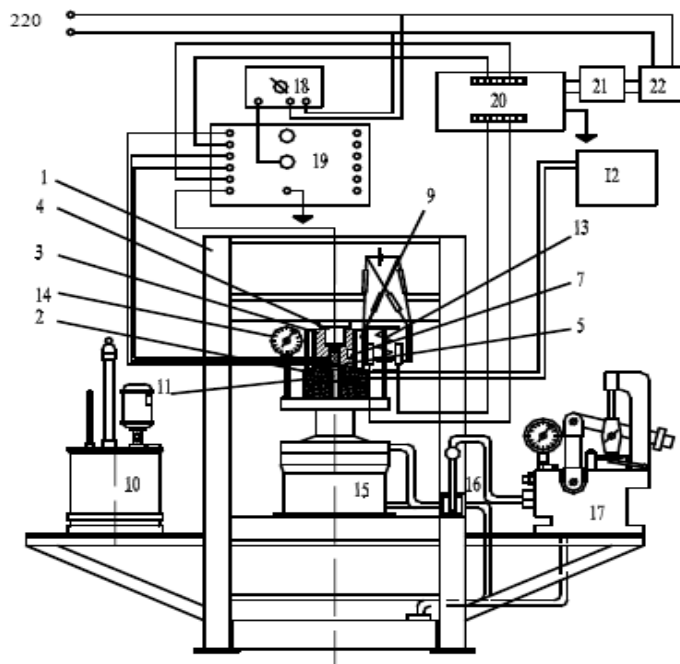


Рис. 3.12. Принципиальная схема лабораторной установки для исследования объёмного напряжённо-деформированного состояния полимеров [2].

(обозначения см. в тексте)

Тензодатчики осевого и бокового давлений собраны в электрическую мостовую схему, позволяющую измерять давления на пуансон и матрицу с помощью типовой аппаратуры: тензодатчика, измерительного модуля Е-270 (19), ПЭВМ (IBM PC) (20). Для тарировки тензодатчиков используется минеральное масло "Индустриальное-20"; во избежание затекания масла в тензодатчик его наливают в резиновый мешочек.

Для термостатирования образца в испытательной ячейке служат жидкостная термокамера (9) и термостат (10) марки ТС-16.

В качестве теплоносителя используется силиконовое масло марки ПСВ-2. Температура контролируется термопарой (11), модулем Е-270 (19) и ПЭВМ (20). Для измерения объёмной деформации образца во время испытания служит датчик перемещений (13) в виде мостовой схемы с ползунковым реостатом, подключаемой к измерительному модулю Е-270 (19) и ПЭВМ (20).

Для повышения надёжности эксперимента параллельно с записью на ПЭВМ осуществляется дублирующее измерение объёмной деформации при помощи индикатора часового типа (14) с ценой деления $0,01 \cdot 10^{-3}$ м.

В качестве источника давления, питающего гидроцилиндр (15) прессы через золотник (16), используется ручной гидронасос (17), который позволяет проводить испытания при строго определённом давлении (в нашем случае осевые давления достигают 600 МПа).

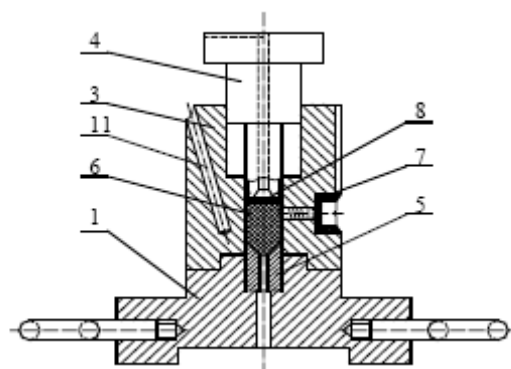


Рис. 3.13. Схема ячейки высокого давления:

1 – основание; 3 – матрица; 4 – пуансон; 5 – фильера; 6 – заготовка полимера;
7 – датчик бокового давления; 8 – датчик осевого давления;
11 – карман для термопары

Давление жидкости в гидросистеме измеряется образцовым манометром типа МКД с точностью ± 1 бар, скорость повышения давления 17 МПа/с. Скорость движения плиты пресса – 0,006 м/с. Позициями 18, 21, 22 на рис. 3.11 обозначены стабилизированный источник питания, автотрансформатор и выпрямитель, соответственно.

Методические указания

Одностороннее осесимметричное сжатие полимера при нулевой боковой деформации ($\sigma_1; \sigma_2 = \sigma_3; \varepsilon_1; \varepsilon_2 = \varepsilon_3 = 0$) является тем видом сложно-напряжённого состояния, которое возникает в прессформах компрессионного типа и моделирует процесс штамповки в твёрдой фазе после заполнения материалом полости прессформы.

Одностороннее осесимметричное сжатие цилиндрических монолитных образцов диаметром $20 \cdot 10^{-3}$ м и высотой $30 \cdot 10^{-3}$ м проводится на установке, описанной выше. Для оценки объёмного напряжённого состояния материала в условиях, моделирующих реальные процессы обработки полимеров давлением, замеряется осевое и боковое давления в ячейке в процессе испытания. Используется метод изотермического сжатия образца в прессформе плунжерного типа. В случае осесимметричного сжатия при нулевой боковой деформации ($\sigma_1, \sigma_2 = \sigma_3; \varepsilon_1, \varepsilon_2 = \varepsilon_3 = 0$) испытания проводятся следующим образом. Образец, нагретый в прессформе до 343 К и термостатируемый в течение 20 мин, ступенчато сжимается до максимального осевого давления 440 МПа. Одновременно при каждом заданном давлении замеряется деформация образца с точностью до $1 \cdot 10^{-5}$ м. При достижении максимального давления нагрузку полностью сбрасывают и снова образец подвергается сжатию. Длительность цикла сжатия, включая быструю стадию разгрузки, составляет 50...60 с. На первых циклах деформации образца при одинаковых давлениях различаются между собой. Однако на 5–6 циклах сжатия эти различия становятся пренебрежимо малыми (разница составляет не более $1 \cdot 10^{-5}$ м). Это указывает на то, что полимерная система в процессе тренировки образца достигает определённого релаксационного состояния. Запись осевого σ_1 и бокового σ_3 давлений производится на этих последних "квазиравновесных" циклах изотермического одностороннего сжатия (рис. 3.14). Подобная тренировка образцов обеспечивает однозначность полученных данных. Затем образец, не вынимая из прессформы, охлаждается без давления до заданной температуры и вновь сжимается по вышеописанной методике. Так получают значения высоты образца Δh и бокового давления σ_3 в зависимости от осевого давления σ_1 при температурах $T_{293} - T_c(T_{пл})$ полимера.

Зависимости $\sigma_3 = f(\sigma_1)$ и $\Delta h = f(\sigma_1)$, полученные в условиях осесимметричного сжатия ПВХ [2, 27], показаны на рис. 3.15.

Характерной особенностью данных зависимостей является то, что каждая из них состоит из двух прямых, пересекающихся при одном и том же значении осевого давления $\sigma_{кр}$.

Благодаря неравномерности сжатия, полимерные материалы в критической точке переходят из упругого состояния в упруго-пластическое. Такой переход при воздействии высокого давления на полимерные материалы сопровождается существенными структурными изменениями [2, 3, 24, 35].

Взаимосвязь между σ_1 и σ_3 описывается соотношением вида

$$\sigma_3 / \sigma_1 = \xi, \quad (3.4)$$

где ξ – эффективный коэффициент бокового давления, который связан с коэффициентом Пуассона μ зависимостью [9]:

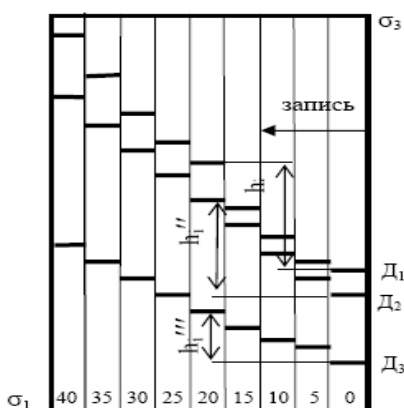


Рис. 3.14. Осциллограмма бокового давления в ячейке при ступенчатом нагружении образца в условиях осесимметричного сжатия ПВХ:

h_i', h_i'', h_i''' – показания датчиков бокового давления (D_1, D_2, D_3) при каждом осевом давлении σ_1

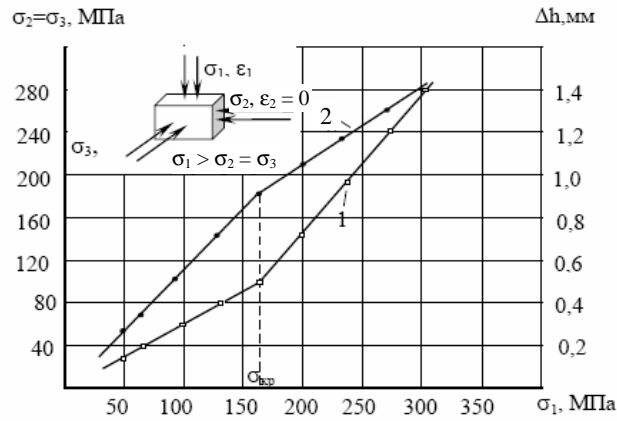


Рис. 3.15. Схема напряжённо-деформированного состояния и зависимости боковой давления $\sigma_2 = \sigma_3$ (1) и высоты образца Δh (2) осевого давления σ_1 при одностороннем осесимметричном сжатии ПВХ в ячейке высокого давления при 298 К

$$\xi = \frac{\mu}{1 - \mu}. \quad (3.5)$$

Среднее гидростатическое давление в случае осесимметричного сжатия полимера подсчитывается по формуле [35]:

$$\sigma_0 = \frac{\sigma_1 + 2\sigma_3}{3}. \quad (3.6)$$

Критическое осевое давление $\sigma_{кр}$, также как и коэффициенты ξ и μ , являются важнейшими структурно-чувствительными характеристиками и характеристиками пластичности полимерного материала. Коэффициент ξ , указывая на степень передачи осевого давления на боковые стенки прессформы, к тому же является ещё и основным технологическим параметром объёмной штамповки полимеров в твёрдой фазе.

Эффективный коэффициент бокового давления ξ для полимера в упругой области имеет постоянное значение, причем $\xi = \xi_{упр}$, а в пластической области начинает возрастать и по мере увеличения σ_1 стремится к значению $\xi_{пл}$, которое всегда несколько меньше 1 (рис. 3.16) [27].

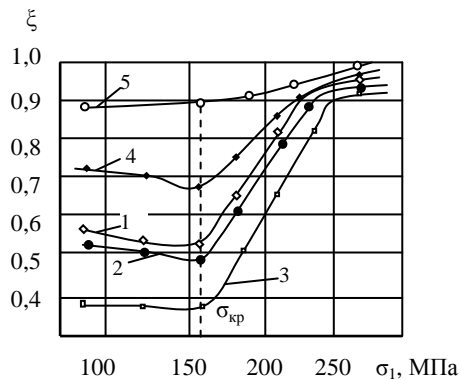


Рис. 3.16. Зависимость коэффициента бокового давления ξ от осевого давления ПВХ при различных температурах:

1 – 298; 2 – 313; 3 – 323; 4 – 333; 5 – 343 К [2, 27]

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с устройством и работой лабораторной установки и приборами для испытания полимеров в условиях циклического осесимметричного сжатия.

2. По заданию преподавателя выбрать полимер и изготовить образец в виде цилиндра диаметром 20 мм и длиной 30 мм.

3. Провести испытания по циклическому сжатию образца полимера в ячейке высокого давления в соответствии с методическими указаниями. При этом в испытательной ячейке фильтра 5 должна быть заменена на заглушку (рис. 3.13). Максимальные значения температур T и осевых давлений σ_1 для испытаний принять по

рекомендации преподавателя. На последнем цикле (всего 5–6) сжатия значения высоты образца Δh и бокового давления σ_3 при каждом осевом давлении σ_1 и температуры T занести в протокол измерений.

4. Построить зависимости $\Delta h = f(\sigma_1)$ и $\sigma_3 = f(\sigma_1)$ для определения значения критического осевого давления $\sigma_{кр}$ при всех температурах испытания.

5. Подсчитать значения коэффициента бокового давления в упругой и упруго-пластической области состояния полимера по формуле (3.4).

6. Посчитать значения коэффициента Пуассона в упругой и упруго-пластической области состояния при всех температурах испытания, используя формулу (3.5).

7. Построить графические зависимости $\xi = f(\sigma_1)$ и $\mu = f(\sigma_1)$ при всех температурах испытания.

8. Построить графические зависимости $\sigma_{кр} = f(T)$ для данного полимера.

9. Подсчитать величину среднего гидростатического давления в полимере σ_0 в критической точке, используя формулу (3.6).

10. Построить температурные зависимости коэффициентов ξ и μ .

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.

2. Схема лабораторной установки, описание работы приборов.

3. Протокол измерения в виде таблицы.

4. Графики зависимостей $\sigma_3 = f(\sigma_1)$; $\Delta h = f(\sigma_1)$ и определение $\sigma_{кр}$ при всех температурах испытания заданного полимера.

5. Значения коэффициентов в упругой и пластической области состояния полимера; значения $\sigma_{кр}$ и σ_0 в критической точке (занести в протокол измерений).

6. Графическая зависимость $\sigma_{кр} = f(T)$ для заданного полимера.

7. Анализ полученных критических параметров пластичности в условиях перехода через предел текучести полимера при одностороннем осесимметричном сжатии материала.

8. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Нарисовать схему напряжённо-деформированного состояния при одностороннем осесимметричном сжатии полимера.

2. Объяснить физический смысл напряжения $\sigma_{кр}$ на зависимостях $\sigma_3 = f(\sigma_1)$ и $\Delta h = f(\sigma_1)$.

3. Дать определение и физический смысл характеристик ξ и μ в упругой и упруго-пластической областях состояния полимера.

4. Что такое среднее гидростатическое давление σ_0 для полимера? Как оно рассчитывается?

5. Какие цели достигаются при использовании циклической схемы многократного нагружения образца полимера в условиях осесимметричного сжатия?

Литература: [2, 7, 27, 35].

4. ТВЁРДОФАЗНАЯ ЭКСТРУЗИЯ ТЕРМОПЛАСТИЧНЫХ ПОЛИМЕРОВ

В настоящее время проблема получения высокопрочных полимерных материалов и изделий находится под пристальным вниманием исследователей. Успешный путь решения этой проблемы связан с использованием методов пластического деформирования материалов в твёрдом состоянии, обеспечивающих высокую степень ориентации как аморфным, так и частично кристаллическим полимерам [2, 3, 7, 15, 35].

Существует ряд технологических процессов ориентационного пластического деформирования полимеров в твёрдом состоянии, т.е. при температурах ниже T_c или $T_{пл}$, а именно: холодная вытяжка, твёрдофазная (плунжерная) экструзия, гидростатическая экструзия, равноканальная угловая экструзия (РКУЭ), равноканальная многоугловая экструзия (РКМУЭ), винтовая твёрдофазная экструзия (ВТЭ) и прокатка [2].

При твёрдофазной экструзии (прессовом или плунжерном выдавливании), в противоположность объёмной штамповке, формование идет из открытой прессформы до тех пор, пока есть запас материала. В технике твёрдофазной экструзии металлов применяется прямое и обратное прессовое выдавливание. Использование обратного выдавливания при переработке термопластов не всегда убедительно. Лучших результатов можно достигнуть прямым выдавливанием, однако, широкого распространения этот метод ещё не получил [2, 23, 25 – 27].

Основной характеристикой процесса плунжерной твёрдофазной экструзии является величина "экструзионного отношения" $\lambda_{экс}$ [24], которая равна отношению площадей поперечного сечения заготовки и формирующего отверстия. Диаметр экструдата никогда точно не совпадает с диаметром отверстия в головке из-за релаксационных процессов, происходящих после выдавливания. Поэтому вводится дополнительный параметр $\rho_{экс}$, который равен отношению поперечного сечения заготовки и экструдата. Параметр $\rho_{экс}$ называется "деформационным отношением" при твёрдофазной экструзии полимеров.

Для некоторых полимеров (полиолефинов) при всех значениях $\lambda_{экс}$ удаётся осуществить процесс прессового выдавливания. В других случаях это удаётся только до определённого значения $\lambda_{экс}$, после чего образец не формируется в монолитный экструдат, а раскрашивается. Для некоторых полимеров вообще не удаётся осуществить процесс твёрдофазной экструзии через формирующее отверстие при комнатной температуре [2].

Параметрами твёрдофазной плунжерной экструзии полимеров и факторами, эффективно влияющими на качество готового экструдата, являются экструзионное отношение $\lambda_{экс}$, температура материала, необходимое давление выдавливания P_{ϕ} , угол входного конуса в капилляр, длина капилляра и наличие модифицирующих добавок [2].

Равноканальная угловая экструзия (РКУЭ) в ряде случаев может быть альтернативой для других методов твёрдофазной обработки материалов давлением: плунжерной и гидростатической экструзии, холодной вытяжки, прокатки. Экспериментальная ячейка высокого давления для реализации РКУЭ показана на рис. 4.9. Заготовка помещается в канал, изогнутый под некоторым углом. Поперечное сечение канала остаётся неизменным на всей его длине. Под действием давления, прилагаемого со стороны пуансона, заготовка полимера перемещается и пластически деформируется в канале в условиях, близким к простому сдвигу. При выходе из канала заготовка приобретает форму и размеры, близкие к исходным, но её структура и физико-механические свойства существенно меняются в результате пластической деформации. Ещё большего изменения микроструктуры и свойств можно добиться, если данную заготовку последовательно деформировать методом РКУЭ несколько раз. При этом пластическая деформация будет накапливаться.

Практический интерес представляет применение метода РКУЭ для порошкообразных полимеров. Есть основания предполагать, что метод РКУЭ при повышенных температурах позволит получать упрочнённые изделия из полимеров, трудно перерабатываемых традиционными способами через стадию расплава. Основным недостатком метода РКУЭ – наличие больших сил трения в рабочем канале. Использование противодействия в РКУЭ является одним из путей уменьшения растягивающих напряжений в полимерной заготовке и, как следствие, повышения её деформируемости.

Используя РКУЭ, можно получать образцы, обладающие контролируемой молекулярной ориентацией. Ею можно управлять путём многократного экструдирования одного и того же образца с изменением его положения относительно экспериментальной ячейки при каждом последующем проходе.

Схема экспериментальной ячейки высокого давления для реализации равноканальной многоугловой твёрдофазной экструзии (РКМУЭ) полимеров и композитов представлена на рис. 4.15. Представленная схема твёрдофазной экструзии обладает большими потенциальными возможностями, так как имеет разборный деформирующий блок, состоящий из набора рабочих элементов, конфигурация, количество и расположение которых может изменяться в широких пределах. Данная конструкция позволяет осуществлять экструзию материала с регулируемой разовой величиной деформации, достигать за один цикл высокой суммарной степени деформации, а также реализовать различные варианты пространственного развития деформации за счёт изменения плоскостей сдвига, достигаемого разворотом соответствующих деформирующих элементов [30].

Винтовая твёрдофазная экструзия (ВТЭ) полимеров и композитов состоит в том, что призматический образец продавливается через матрицу с каналом, содержащим два призматических участка, разделённых участком винтовой формы (рис. 4.20). В ходе обработки материал испытывает интенсивную деформацию при сохранении идентичности начального и конечного сечений образца. Последнее обстоятельство позволяет осуществлять его многократную экструзию с целью накопления большой деформации, приводящей к изменению структуры и свойств материала.

Винтовая твёрдофазная экструзия может осуществляться при высоком уровне гидростатического давления в очаге деформации, которое создаётся путём формирования противодействия на выходе образца из матрицы.

Следует подчеркнуть, что все рассмотренные методы твёрдофазной экструзии без формоизменения заготовки материала (РКУЭ, РКМУЭ и ВТЭ) и некоторые другие относятся к способам структурной модификации, измельчения и формирования наноструктуры металлических материалов [30]. Применение данных методов ТФЭ к полимерам, в отличие от металлов, не приводит к формированию в них наноструктурного состояния. Однако эти методы ТФЭ обеспечивают создание определённого ориентационного порядка без формоизменения исходной полимерной заготовки, в отличие от традиционной плунжерной экструзии, путём простого сдвига.

Лабораторная работа 5

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ТВЁРДОФАЗНОЙ (ПЛУНЖЕРНОЙ) ЭКСТРУЗИИ

Цель работы: определение основных технологических параметров твёрдофазной плунжерной экструзии термопластов.

Лабораторные установки, приборы и принадлежности: лабораторная установка на базе гидравлического пресса усилием 4 тс с ячейкой типа капиллярного вискозиметра (рис. 4.1); испытательная установка на базе машины "Инстрон", работающей на сжатие с испытательной ячейкой типа капиллярного вискозиметра (рис. 4.2); набор сменных фильер для испытательной ячейки; потенциометр ПП-63; термопара; микрометр; микроскоп с микрофотонасадкой МФН-12; образцы полимера.



Рис. 4.1. Лабораторная установка на базе гидравлического пресса, усилием 4 тс:

1 – гидروпресс; 2 – испытательная ячейка; 3 – индикатор часового типа;
4 – термокамера; 5 – манометр образцовый

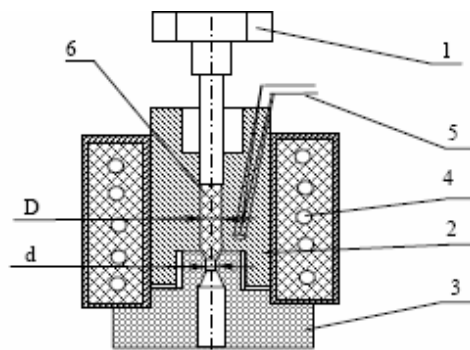


Рис. 4.2. Схема испытательной ячейки для твёрдофазной плунжерной экструзии термопластов:

1 – пуансон; 2 – матрица; 3 – фильера; 4 – нагреватель; 5 – термopара; 6 – заготовка термопласта

Методические указания

Опыты по твёрдофазной экструзии (ТФЭ) полимерных материалов при температурах ниже T_c или $T_{пл}$ проводятся на лабораторной установке с испытательной ячейкой типа капиллярного вискозиметра (рис. 4.1 и 4.2) с загрузочной камерой диаметром 5 мм и набором сменных фильер с различными геометрическими размерами капилляра (табл. 4.1).

Усилие на заготовку создаётся гидравлическим прессом (1), оборудованным образцовым манометром типа МКД (5) до 100 Бар и индикатором часового типа (3) с ценой деления 1×10^{-5} м, с помощью которого измеряется перемещение плунжера, передающего давление на заготовку.

Измерялось давление, необходимое для твёрдофазной экструзии исследуемых материалов в зависимости от состава, температуры. За давление формования P_{ϕ} принимали величину удельного осевого давления, при котором имело место непрерывное выдавливание материала заготовки из капилляра; при этом давление формования остается постоянным [2]. Для точного определения P_{ϕ} эффективное усилие прессы тарируется в зависимости от показания манометра динамометром ДОСМ-3-3.

Мерой деформируемости при твёрдофазной экструзии является экструзионное отношение $\lambda_{экс}$ (степень обжатия), которое равно частному от деления площади поперечного сечения загрузочной камеры на площадь поперечного сечения капилляра.

Для изучения влияния геометрических размеров зоны выдавливания на P_{ϕ} использовали сменные фильеры. В таблице 4.1 приведены геометрические характеристики фильер (диаметр $D = 0,005$ м) при угле $\alpha = 90^\circ$.

4.1. Геометрические параметры капилляров, используемых при твёрдофазной экструзии на лабораторной установке рис. 4.1 и 4.2) и на машине "Инстрон"

№ фильер	Диаметр капилляра $d \cdot 10^3$, м	$\lambda_{экс} = \frac{D^2}{d^2}$	$\ln \lambda_{экс}$	Диаметр капилляра $l \cdot 10^3$, м
1	3,80	1,73	0,5474	7,2
2	3,20	2,44	0,8910	7,2
3	3,10	2,60	0,9545	7,2
4	2,95	2,87	1,0531	7,2
5	2,85	3,08	1,1237	7,2
6	2,70	3,43	1,2311	7,2
7	2,45	4,17	1,4262	7,2
8	3,75	1,78	0,5759	9,3
9	3,75	1,78	0,5759	6,2
10	3,75	1,78	0,5759	5,0
11	3,54	2,00	0,6930	5,0
12	3,19	2,45	0,8963	5,0
13	3,00	2,78	1,0224	5,0
14	2,74	3,34	1,2061	5,0
15	2,50	4,00	1,3866	5,0
16	3,75	1,78	0,5766	4,2

№ фильер	Диаметр капилляра $d \cdot 10^3$, м	$\lambda_{\text{экс}} = \frac{D^2}{d^2}$	$\ln \lambda_{\text{экс}}$	Диаметр капилляра $d \cdot 10^3$, м
17	3,33	2,26	0,8114	7,2
18	3,25	2,37	0,8618	7,2
19	2,20	5,17	1,6410	7,2
20	1,75	8,16	2,0969	7,2
21	2,25	4,94	1,5955	7,2

Заданная температура в испытательной ячейке поддерживается электронагревателем сопротивления с помощью системы автоматического регулирования и контролируется термопарой, соединённой с потенциометром ПП-63.

В качестве заготовок используются прутки из термопластов диаметром 0,005 м и длиной 0,015 м. Скорость перемещения плунжера при выдавливании составляет 0,001 м /с. Давление формования рассчитывается как среднее арифметическое данных испытаний пяти образцов-заготовок со средней квадратичной ошибкой не более 5 %.

Опыты по твёрдофазной экструзии полимерных материалов при температурах $T_{293} - T_c(T_{\text{пл}})$ в интервале скоростей 0,001...0,2 м/мин проводятся на машине "Инстрон". При этом используется испытательная ячейка типа капиллярного вискозиметра (рис. 4.2) [28, 33]. Термостатирование образцов-заготовок осуществляется в нагревательной камере, встроенной непосредственно в машину.

Снимаются диаграммы зависимости усилия формования $F_{\text{ф}}$ в зависимости от хода подвижной траверсы h машины при помощи самопишущего прибора, установленного на машине. Типичная зависимость $F_{\text{ф}}$ от h при прессовом выдавливании материала через капилляр показана на рис. 4.3.

Необходимое давление формования $P_{\text{ф}}$ определяется делением усилия формования $F_{\text{ф}}$ на площадь поперечного сечения заготовки. Каждая экспериментальная точка рассчитывается по данным испы-

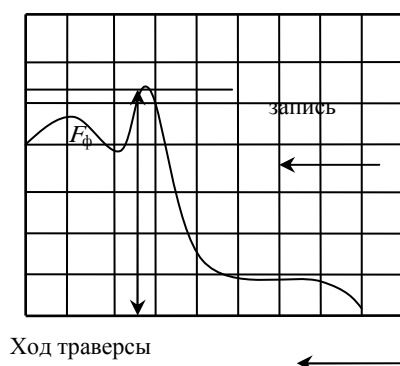


Рис. 4.3. Типичная диаграмма, полученная при твёрдофазной экструзии полимера на машине "Инстрон" [2]

тания пяти образцов-заготовок со средней квадратичной ошибкой менее 5 %.

После определения необходимого давления твёрдофазной экструзии $P_{\text{ф}}$ на лабораторной установке (рис. 4.1) строятся графические зависимости $P_{\text{ф}}$ от истинной (логарифмической) деформации полимера при различных температурах от T_{293} до $T_c(T_{\text{пл}})$.

Типичные зависимости $P_{\text{ф}} = f(\ln \lambda_{\text{экс}})$ на примере твёрдофазной экструзии ПВХ [10, 28] показаны на рис. 4.4 и 4.5.

Как показали результаты работ [2, 26], указанные зависимости хорошо описываются уравнениями вида:

$$P_{\text{ф}} = P_0 \exp n \ln \lambda_{\text{экс}}; \quad (4.1)$$

$$\ln P_{\text{ф}} = \ln P_0 + n \ln \lambda_{\text{экс}}. \quad (4.2)$$

Для количественной оценки распределения степени деформации полимера по всему сечению экструдата определяется степень продольной 1α и поперечной 2α деформации при выдавливании заготовок-образцов с

предварительно нанесённой координатной сеткой (рис. 4.6, а, б). Для этого используется лабораторная установка (рис. 3.12) с испытательной ячейкой высокого давления (рис. 3.13, лабораторная работа 4). При этом используются образцы полимера диаметром 20 мм, длиной 45 мм с конусом при вершине $\alpha = 60^\circ$.

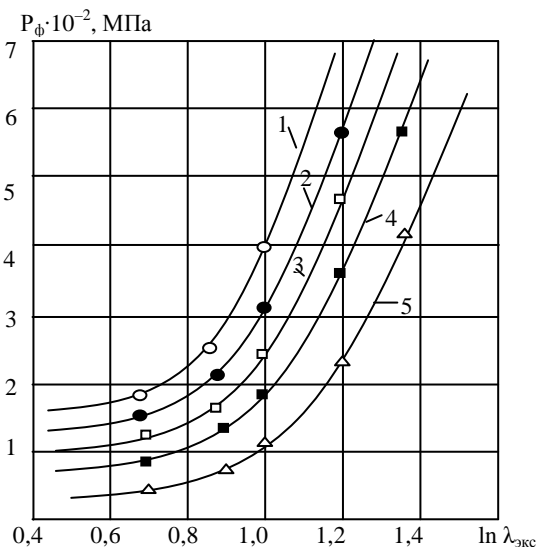


Рис. 4.4. Зависимость давления твёрдофазной экструзии от истинной деформации ПВХ при температурах:
1 – 298; 2 – 313; 3 – 323; 4 – 333; 5 – 343 К и скорости выдавливания 50 мм/мин

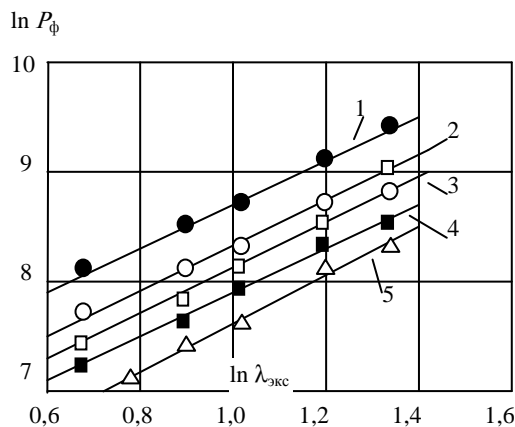


Рис. 4.5. Зависимость логарифма давления твёрдофазной экструзии от истинной деформации ПВХ при скорости 50 мм/мин и температурах:

1 – 298; 2 – 313; 3 – 323; 4 – 333; 5 – 343 К

Полученные результаты обрабатываются в виде графических зависимостей α_1 и α_2 по слоям экструдата (рис. 4.8).

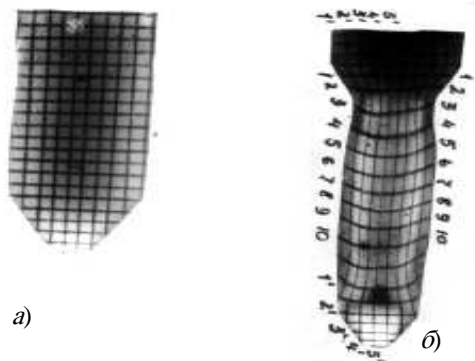


Рис. 4.6. Исходная координатная сетка образца полимера (а) и координатная сетка после обработки давлением в режиме ТФЭ (б): $T_{исп} = 293$ К; $\lambda_{экс} = 2,87$



Рис. 4.7. Установка для макросъёмки экструдатов с координатной сеткой после ТФЭ

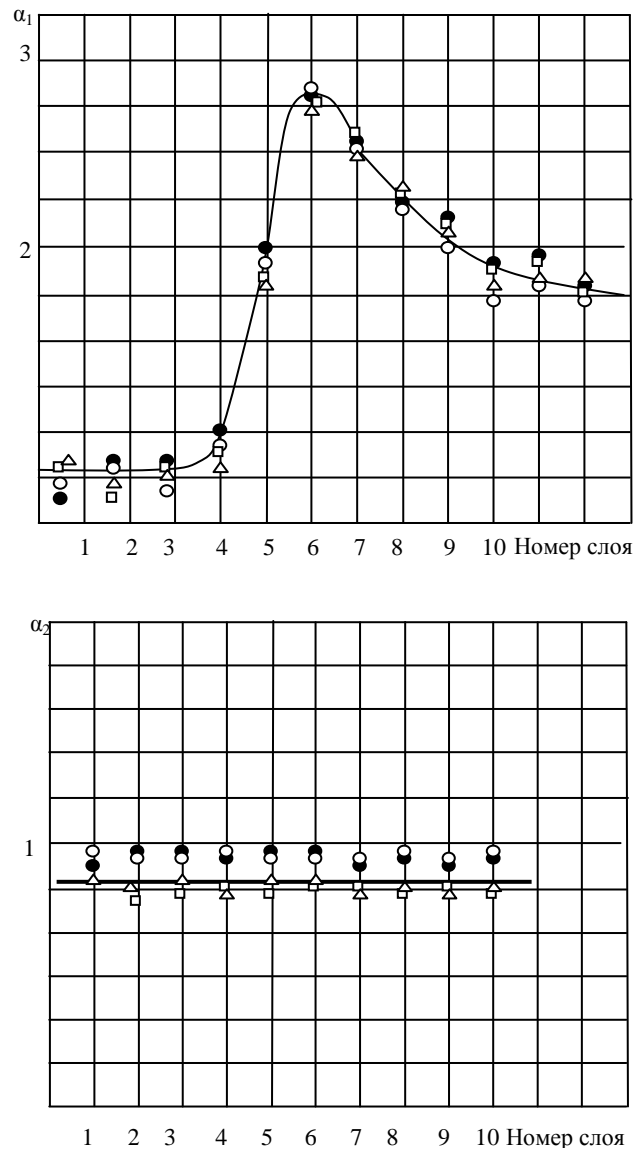


Рис. 4.8. Продольная α_1 и поперечная α_2 степени деформации координатной сетки образца полимера после выдавливания при 293 К и $\lambda_{экс} = 2,7$

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с устройством и порядком работы на лабораторных установках по твёрдофазной экструзии полимеров.
2. По рекомендации преподавателя выбрать полимер и приготовить необходимое количество цилиндрических образцов диаметром 5 мм и длиной 15 мм с конусом при вершине $\alpha = 90^\circ$.
3. Провести испытания по твёрдофазной экструзии на установке (рис. 4.1) с различными фильерами и температурами в интервале $T_{293} - T_c(T_{пл})$ (по рекомендации преподавателя). В ходе испытаний замеряется необходимое давление экструзии P_ϕ при определённых T и $\lambda_{экс}$ в соответствии с методическими указаниями к работе. Каждый образец перед выдавливанием термостатируется в испытательной ячейке в течение 20 мин. После выдавливания образцов фиксируется качество поверхности экструдатов и критические значения $\lambda_{экс}$ и T , при которых экструдаты получают разрушенными. Для получения одной экспериментальной точки используются 4–5 образцов. Результаты измерений и качество экструдатов заносятся в протокол измерений.
4. Провести испытания по твёрдофазной экструзии заданного полимера на установке с ячейкой высокого давления, установленной на машине "Инстрон", с целью определения основных технологических параметров процесса в зависимости от скорости перемещения нагружающего плунжера машины, длины капилляра и параметра $\lambda_{экс}$. При помощи кривой зависимости $F_\phi = f(h)$ (рис. 4.3) определяется необходимое давление выдавливания P_ϕ при каждом T и $\lambda_{экс}$. Перед выдавливанием каждый образец вместе с ячейкой термостатируется в камере машины в течение 20 мин. Полученные результаты занести в протокол измерений.
5. Построить графические зависимости $P_\phi = f(\ln\lambda_{экс})$ и $\ln P_\phi = f(\ln\lambda_{экс})$ для всех значений T и $\lambda_{экс}$ при работе на установке (рис. 4.1).
6. После анализа качества поверхности экструдатов отметить на графике $P_\phi = f(\ln\lambda_{экс})$ область качественных и разрушенных образцов полимера.
7. Построить графические зависимости $P_\phi = f(\ln\lambda_{экс})$; $P_\phi = f(V)$; $P_\phi = f(l/d)$ по данным испытаний на машине "Инстрон", где V – скорость перемещения плунжера, м/мин; l и d – длина и диаметр капилляра.
8. Приготовить образцы полимера с координатной сеткой (рис. 4.6, а). Для этого на образцы диаметром 20 мм и длиной 45 мм с углом при вершине $\alpha = 60^\circ$, разрезанные вдоль, после шлифования, наносится координатная сетка с размерами ячейки 2×2 мм.
9. Две половины образцов с координатной сеткой поместить в ячейку высокого давления (рис. 3.13, лабораторная работа 4) и выдавить через фильеру на установке (рис. 3.12) при различных значениях $\lambda_{экс}$ и T .
10. Полученные экструдаты с координатной сеткой фотографируются под микроскопом в проходящем свете при помощи микрофото насадки МФН-12 с увеличением 5:1 (рис. 4.7).
11. Рассчитать степень продольной α_1 и поперечной α_2 деформаций координатной сетки образца и построить графические зависимости α_1 и α_2 по слоям экструдата (рис. 4.8, а, б).

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Схемы установок, описание работы приборов и установок.
3. Протокол измерений.
4. Графики зависимости $P_\phi = f(\ln\lambda_{экс})$; $P_\phi = f(V)$; $P_\phi = f(l/d)$; $\ln P_\phi = f(\ln\lambda_{экс})$; $P_\phi = f(T)$; α_1 и α_2 по слоям экструдата.
5. Фото экструдатов с координатной сеткой в М 5:1 с указанием параметров ТФЭ ($T_{экс}$, $\lambda_{экс}$ и V).
6. Анализ полученных технологических параметров. Указать значения P_ϕ , $\lambda_{экс}$, $T_{экс}$ и V , при которых получают качественные экструдаты. Указать критическое значение $\lambda_{экс}$ на графиках $P_\phi = f(\ln\lambda_{экс})$ и $\ln P_\phi = f(\ln\lambda_{экс})$ в зависимости от $T_{экс}$.
7. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Назовите технологические процессы полимеров, которые со-проводжаются ориентационным пластическим упрочнением материала в твёрдой фазе.
2. Как определяется логарифмическая степень деформации полимера $\ln\lambda_{экс}$ в условиях твёрдофазной экструзии?
3. Почему такая деформация называется истинной деформацией?
4. Как определяются коэффициенты экспоненциального уравнения (4.1) P_0 и n ?
5. Как определяется предельная (критическая) степень деформирования в случае ТФЭ полимера?
6. Чем отличается твёрдофазная (плунжерная) экструзия от гидростатической экструзии полимеров?

Литература: [2, 3, 8, 22, 23, 26].

Лабораторная работа 6

РАВНОКАНАЛЬНАЯ УГЛОВАЯ ТВЁРДОФАЗНАЯ ЭКСТРУЗИЯ ПОЛИМЕРОВ

Цель работы: определение прочностных и релаксационных свойств экструдатов в зависимости от технологических параметров равноканальной угловой твёрдофазной экструзии.

Лабораторные установки, приборы и принадлежности: лабораторная установка на базе гидравлического пресса усилием 4 тс с испытательной ячейкой для реализации равноканальной угловой экструзии (рис. 4.1); испытательная ячейка равноканальной угловой твёрдофазной экструзии (рис. 4.9); разрывная машина ЦМГИ–250; линейный дилатометр с измерительным модулем Е-270 и ПЭВМ (рис. 3.1); установка для определения остаточных ориентационных напряжений в полимерах (рис. 7.7); микрометр; термopара; задатчик температуры РПИБ; образцы полимера.

Методические указания

Опыты по твёрдофазной экструзии без формoизменения заготовки полимера при температурах ниже T_c или $T_{пл}$ проводятся на лабораторной установке (рис. 4.1) с испытательной ячейкой, позволяющей реализовать равноканальную угловую твёрдофазную экструзию (рис. 4.9).

Усилие на заготовку создаётся гидравлическим прессом (1) (рис. 4.1), оборудованным образцовым манометром типа МКД (5) до 100 Бар и индикатором часового типа (3) с ценой деления $1 \cdot 10^{-5}$ м, с помощью которого измеряется перемещение плунжера, передающего давление на заготовку полимера.

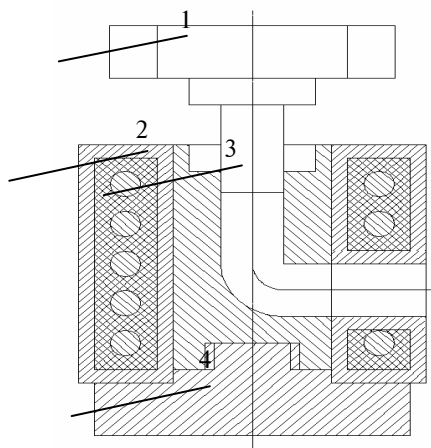


Рис. 4.9. Схема испытательной ячейки высокого давления для реализации равноканальной угловой твёрдофазной экструзии полимеров:

1 – пуансон; 2 – матрица; 3 – нагреватель; 4 – основание

Измерялось давление, необходимое для твёрдофазной равноканальной угловой экструзии исследуемых материалов в зависимости от состава, температуры и количества проходов образца через испытательную ячейку. За давление формования P_{ϕ} принималась величина удельного осевого давления, при котором имело место непрерывное прохождение материала заготовки через зону пластического деформирования (зону сдвига); при этом давление экструзии остаётся постоянным. Для точного определения P_{ϕ} эффективное усилие пресса тарируется в зависимости от показания манометра динамометром ДОСМ-3-3.

Заданная температура в испытательной ячейке поддерживается электронагревателем сопротивления с помощью системы автоматического регулирования и контролируется термopарой, соединённой с модулем Е-270 и ПЭВМ.

В качестве заготовок используются прутки из термопластов диаметром 0,005 м и длиной 0,025 м. Скорость перемещения плунжера при выдавливании составляет 0,001 м/с. Давление выдавливания рассчитывается как среднее арифметическое данных испытаний шести образцов-заготовок со средней квадратичной ошибкой не более 5 %.

В работе изучается процесс формирования определённого ориентационного порядка в материале путём многократного экструдирования одного и того же образца с изменением его положения относительно деформирующего инструмента (испытательной ячейки) при каждом последующем цикле деформации (проходе) [30].

В лабораторной работе предусмотрены различные маршруты выдавливания заготовок: маршрут *A* (рис. 4.10, *a*), когда ориентация заготовки остается неизменной при каждом проходе; маршрут *B* (рис. 4.10, *б*), когда после каждого цикла деформации заготовка поворачивается вокруг своей продольной оси на 90° ; маршрут *C* (рис. 4.10, *в*), когда после каждого цикла заготовка поворачивается вокруг своей продольной оси на угол 180° ; маршрут *D* (рис. 4.10, *г*), когда после каждого цикла заготовка поворачивается вокруг своей продольной оси на 180° и вокруг поперечной оси на 180° .

Изменения числа циклов деформирования (числа проходов) заготовки через каналы, маршрута выдавливания и температуры экструзии (испытательной ячейки и образца) позволяют изменять направление и степень ориентации макромолекул в полимере и достигать требуемой структурной организации материала и физико-механические показатели конечного изделия.

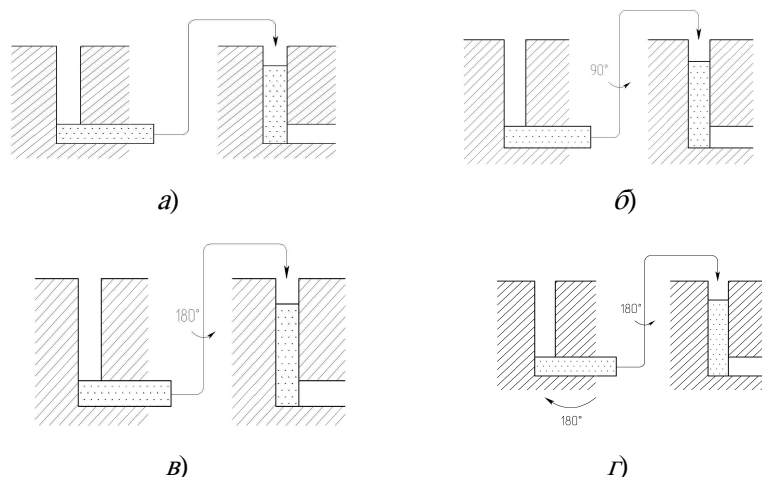


Рис. 4.10. Варианты РКУЭ:

a – маршрут *A*; *б* – маршрут *B*; *в* – маршрут *C*; *г* – маршрут *D*

Снимаются зависимости величины необходимого давления РКУЭ от числа циклов (проходов) деформирования $P_\phi = f(N)$ при определенной температуре экструзии $T_{\text{экс}}$. На рисунке 4.11 показана типичная зависимость P_ϕ от числа проходов образца ПТФЭ для РКУЭ при $T_{\text{экс}} = 298 \text{ K}$.

Для количественной оценки прочности в условиях срезающих напряжений исходного полимера и РКУЭ после каждого цикла (прохода) деформирования в испытательной ячейке проводятся испытания на разрывной машине ЦМГИ-250 с приспособлением типа "вилка". При этом используются образцы полимера диаметром 5 мм и длиной 30 мм (рис. 4.12).

Для изучения релаксационных свойств образцов полимера, прошедших РКУЭ при различных $T_{\text{экс}}$, снимаются дилатометрические кривые усадки с использованием линейного дилатометра, оснащенного измерительным модулем Е-270 и ПЭВМ (лабораторная работа 1).

На рисунке 4.13 показаны дилатометрические кривые исходного полимера (*I*) и прошедшие РКУЭ в зависимости от числа циклов деформирования (проходов при $T_{\text{экс}} = 295 \text{ K}$).

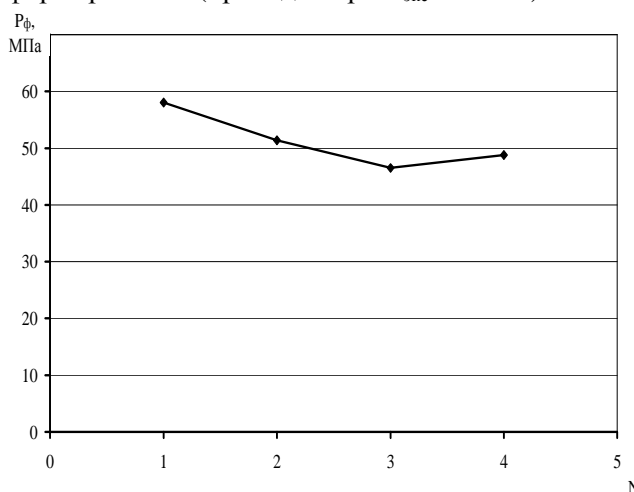


Рис. 4.11. Зависимость давления твёрдофазной РКУЭ ПТФЭ от числа циклов деформирования образца при $T_{\text{экс}} = 298 \text{ K}$.

Скорость перемещения плунжера пресса 0,001 м/с

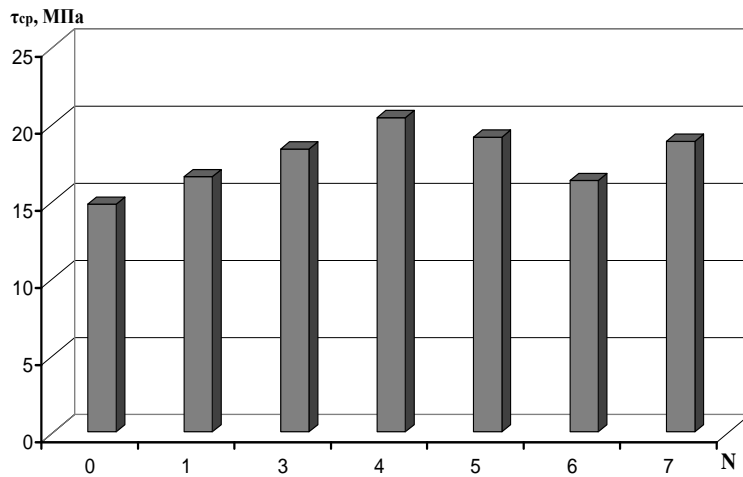


Рис. 4.12. Диаграмма изменения прочности в условиях среза образцов ПТФЭ, полученных РКУЭ в зависимости от числа циклов деформирования (проходов) при $T_{\text{кк}} = 295 \text{ К}$

Для определения величины остаточных напряжений и величины теплостойкости $T_{\text{тп}}$ экструдатов, полученных РКУЭ, используется метод построения диаграмм изометрического нагрева образца (ДИН). Испытания проводятся на специальной лабораторной установке, принципиальная схема которой изображена на рис. 7.7 (лабораторная работа 13).

За теплостойкость образцов полимера принимается температура $T_{\text{тп}}$, при которой наблюдается излом кривой усадки образца в конце участка термического расширения (рис. 4.14).

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с устройством и порядком работы на лабораторных установках по РКУЭ полимеров, установках по снятию диаграмм изометрического нагрева, дилатометрических кривых отжига и оценки прочностных свойств образцов в условиях срезающих напряжений.

2. По заданию преподавателя выбрать полимер и приготовить необходимое количество цилиндрических образцов диаметром 5 мм и длиной 30 мм.

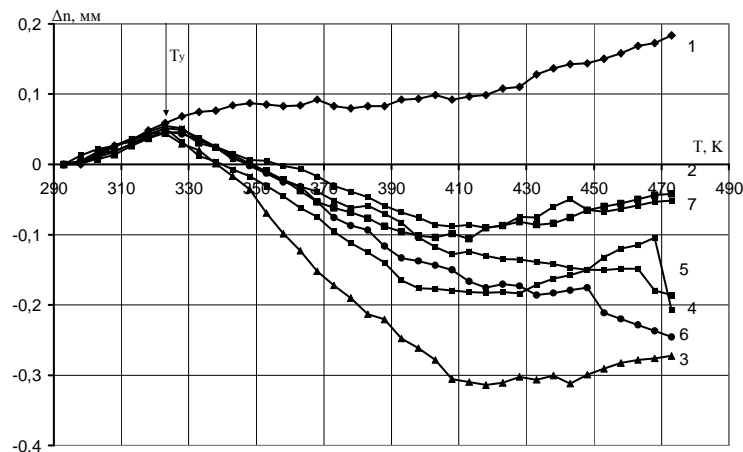


Рис. 4.13. Дилатометрические кривые исходного ПТФЭ (1) и образцов полимера после одного цикла (2); двух циклов (3); четырех циклов (4); пяти циклов (5); шести циклов (6) и семи циклов (7) РКУЭ при $T_{\text{кк}} = 295 \text{ К}$:

T_y – температура начала усадки полимера, прошедшего РКУЭ

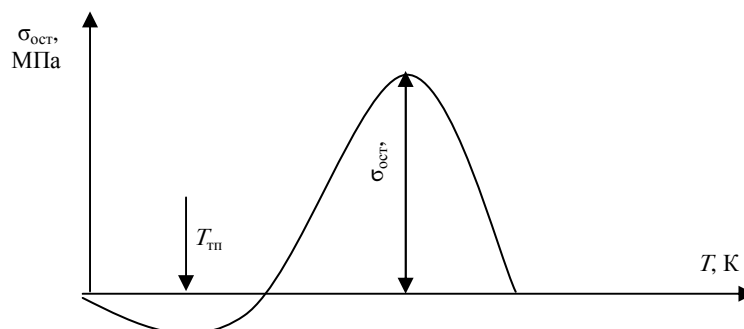


Рис. 4.14. Типичная диаграмма изометрического нагрева образца полимера, прошедшего РКУЭ

3. Провести испытания по твёрдофазной РКУЭ (рис. 4.1 и 4.9) в температурном интервале $T_{293} - T_c(T_{пл})$ (по рекомендации преподавателя). Организовать 6–7 циклов деформирования образцов при каждой температуре экструзии $T_{экс}$ и выбранном маршруте в соответствии с методическими указаниями к работе (рис. 4.10). Каждый образец перед отдельным проходом термостатируется в испытательной ячейке в течение 20 мин. В ходе испытаний замеряется необходимое давление экструзии P_{ϕ} при определённом проходе и температуре экструзии $T_{экс}$. После выдавливания образцов фиксируется качество поверхности экструдатов. Для получения каждой экспериментальной точки используются 4–5 образцов. Результаты измерений и качество экструдатов заносятся в протокол измерений. Построить графические зависимости $P_{\phi} = f(N)$ (рис. 4.11).

4. Провести испытания по снятию дилатометрических кривых усадки образцов после каждого цикла деформирования и температуре $T_{экс}$ в соответствии с методическими указаниями к лабораторной работе 1. Полученные результаты занести в протокол измерений. Построить дилатометрические кривые усадки полимера $\Delta l = f(T)$ после каждого прохода в режиме РКУЭ (рис. 4.13).

5. Провести испытания на разрывной машине ЦМГИ-250 образцов, прошедших РКУЭ. Определить величину разрушающего напряжения в условиях срезающих усилий после каждого цикла деформирования образца в режиме РКУЭ. Для получения одной экспериментальной точки используются 4–5 образцов. Построить графические зависимости $\tau_{ср} = f(N)$ для образцов, полученных РКУЭ при различных температурах $T_{экс}$ (рис. 4.12).

6. Провести испытания по снятию диаграмм изометрического нагрева образцов после каждого прохода и температуре $T_{экс}$ в режиме РКУЭ в соответствии с методическими указаниями к лабораторной работе 13. Полученные результаты занести в протокол измерений. Построить диаграммы изометрического нагрева $\sigma_{ост} = f(T)$ для образцов, прошедших РКУЭ при различных циклах деформирования и $T_{экс}$ (рис. 4.14).

7. Из диаграмм изометрического нагрева $\sigma_{ост} = f(T)$ для образцов, прошедших РКУЭ для каждого прохода, определить температуру теплостойкости $T_{тп}$ и уровень остаточных напряжений $\sigma_{ост}$, замороженных в материале.

Построить графические зависимости $T_{тп} = f(N)$ и $\sigma_{ост} = f(N)$.

Содержание отчёта

1. Название и цели работы.
2. Схема установок, описание работы приборов и установок.
3. Протокол измерений.
4. Графики зависимости $P_{\phi} = f(N)$; $\tau_{ср} = f(N)$; $\Delta l = f(T)$; $\sigma_{ост} = f(T)$; $\sigma_{ост} = f(N)$; $T_{тп} = f(T_{экс})$; $\sigma_{ост} = f(T_{экс})$.
5. Анализ полученных прочностных и релаксационных характеристик образцов полимера, прошедших РКУЭ в зависимости от технологических параметров экструзии и природы материала.
6. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Назовите технологические процессы твёрдофазной экструзии, которые протекают без формоизменения заготовки исходного полимера.
2. Какие структурные изменения происходят в материале заготовки полимера в условиях реализации РКУЭ?
3. С какой целью организуются несколько циклов деформации образца полимера при реализации РКУЭ?
4. Какую роль играют организация различных маршрутов деформирования образца после очередного прохода заготовки в ячейке РКУЭ?
5. Чем объясняется повышенные физико-механические показатели образцов полимера, прошедших РКУЭ?
6. Как влияет температура экструзии $T_{экс}$ на величину $\tau_{ср}$, $T_{тп}$ и $\sigma_{ост}$ экструдатов, полученных РКУЭ?

Литература: [30].

Лабораторная работа 7

РАВНОКАНАЛЬНАЯ МНОГОУГЛОВАЯ ТВЁРДОФАЗНАЯ ЭКСТРУЗИЯ ПОЛИМЕРОВ

Цель работы: определение прочностных и релаксационных свойств экструдатов в зависимости от технологических параметров равноканальной многоугловой твёрдофазной экструзии.

Лабораторные установки, приборы и принадлежности: лабораторная установка на базе гидравлического пресса усилием 4 тс с испытательной ячейкой для реализации равноканальной многоугловой твёрдофазной экструзии (рис. 4.1); испытательная ячейка равноканальной многоугловой экструзии (рис. 4.15); разрывная машина ЦМГИ-250; линейный dilatометр с измерительным модулем Е-270 и ПЭВМ (рис. 3.1); установка для определения остаточных ориентационных напряжений в полимерах (рис. 7.7); микрометр; термopара; задатчик температуры РПИБ; образцы полимера.

Методические указания

Опыты по твёрдофазной экструзии без формoизменения заготовки полимера при температурах ниже T_c или $T_{пл}$ проводятся на лабораторной установке (рис. 4.1) с испытательной ячейкой, позволяющей реализовать равноканальную многоугловую твёрдофазную экструзию (рис. 4.15).

На рисунке 4.15 представлена схема экспериментальной ячейки высокого давления для реализации равноканальной многоугловой твёрдофазной экструзии (РКМУЭ) полимеров и композитов. Представленная схема твёрдофазной экструзии обладает большими потенциальными возможностями, так как имеет разборный деформирующий блок, состоящий из набора рабочих элементов, конфигурация, количество и расположение которых может изменяться в широких пределах. Данная конструкция позволяет осуществлять экструзию материала с регулируемой разовой величиной деформации, достигать за один цикл высокой суммарной степени деформации, а также реализовать различные варианты пространственного развития деформации за счёт изменения плоскостей сдвига, достигаемого разворотом соответствующих деформирующих элементов.

Усилие на заготовку создаётся гидравлическим прессом 1 (рис. 4.1), оборудованным образцовым манометром типа МКД 5 до 100 Бар и индикатором часового типа 3 с ценой деления $1 \cdot 10^{-5}$ м, с помощью которого измеряется перемещение плунжера, передающего давление на заготовку полимера.

Измерялось давление, необходимое для твёрдофазной равноканальной многоугловой экструзии исследуемых материалов в зависимости от состава, температуры и количества проходов образца через испытательную ячейку. За давление формования P_{ϕ} принималась величина удельного осевого давления, при котором имело место непрерывное прохождение материала заготовки через зону пластического деформирования (зону сдвига); при этом давление экструзии

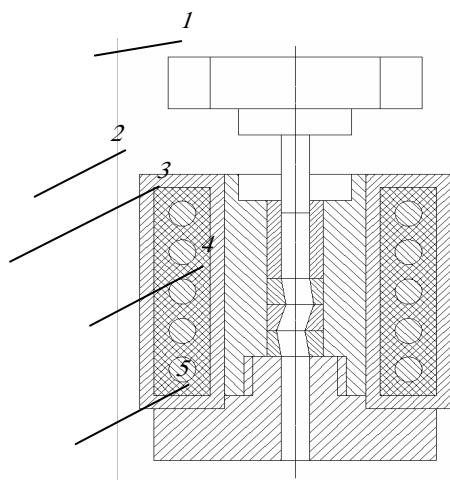


Рис. 4.15. Схема испытательной ячейки высокого давления для реализации равноканальной многоугловой твёрдофазной экструзии:
1 – пуансон; 2 – стакан; 3 – деформирующий блок; 4 – нагреватель;
5 – основание

остаётся постоянным. Для точного определения P_{ϕ} эффективное усилие пресса тарируется в зависимости от показания манометра динамометром ДОСМ-3-3.

Заданная температура в испытательной ячейке поддерживается электронагревателем сопротивления с помощью системы автоматического регулирования РПИБ и контролируется термopарой, соединённой с модулем Е-270 и ПЭВМ.

В качестве заготовок используются прутки из термопластов диаметром 0,005 м и длиной 0,025 м. Скорость перемещения плунжера при выдавливании составляет 0,001 м/с. Давление выдавливания рассчитывается как среднее арифметическое данных испытаний шести образцов - заготовок со средней квадратичной ошибкой не более 5 %.

Для количественной оценки прочности в условиях среза образцов СВМПЭ после каждого цикла деформирования в ячейке проводятся испытания на разрывной машине ЦМГИ-250 с приспособлением типа "вилка". При этом используются образцы полимера диаметром 5 мм и длиной 30 мм (рис. 4.16).

В работе изучается процесс формирования определенного ориентационного порядка в материале путем многократного экструдирования одного и того же образца с изменением его положения в соответствии с выбранным маршрутом (по рекомендации преподавателя) (рис. 4.10), лабораторная работа б) при каждом последующем цикле деформирования.

На рисунке 4.17 показана типичная зависимость P_{ϕ} от числа циклов деформирования образца СВМПЭ для РКМУЭ при $T_{\text{экс}} = 298$ К. Для изучения релаксационных свойств образцов полимера,

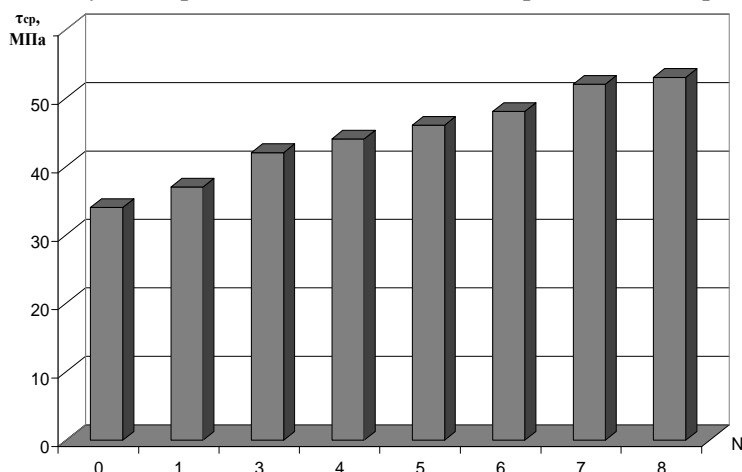


Рис. 4.16. Диаграмма изменения прочности в условиях среза образцов СВМПЭ, полученных РКМУЭ в зависимости от числа циклов деформирования (проходов) при $T_{\text{экс}} = 295$ К

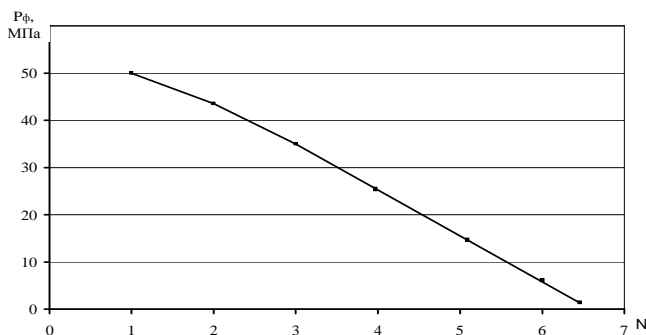


Рис. 4.17. Зависимость давления твёрдофазной РКМУЭ СВМПЭ от числа циклов деформирования образца при 298 К.

Скорость перемещения плунжера пресса 0,001 м/с

прошедших РКМУЭ при различных $T_{\text{экс}}$, снимаются дилатометрические кривые усадки с использованием линейного дилатометра, оснащённого измерительным модулем Е-270 и ПЭВМ (лабораторная работа 1).

Изменением числа циклов деформирования (проходов) заготовки через испытательную ячейку, маршрута выдавливания и температуры экструзии $T_{\text{экс}}$ можно изменять степень ориентации структуры полимера и достигать требуемой структурной организации материала и величины качественных показателей конечного изделия.

На рисунке 4.18 показаны дилатометрические кривые исходного полимерного нанокompозита и прошедшие РКМУЭ в зависимости от числа циклов деформирования (проходов при $T_{\text{экс}} = 295$ К).

Для определения величины остаточных напряжений $\sigma_{\text{ост}}$ и величины теплостойкости $T_{\text{тп}}$ экструдатов, полученных РКМУЭ, используется метод построения диаграмм изометрического нагрева образца (ДИН). Испытания проводятся на специальной лабораторной установке, принципиальная схема которой изображена на рис. 7.7 (лабораторная работа 13).

За теплостойкость образцов полимера принимается температура $T_{\text{тп}}$, при которой наблюдается излом кривой усадки образца в конце участка термического расширения (рис. 4.19).

Δl , мм

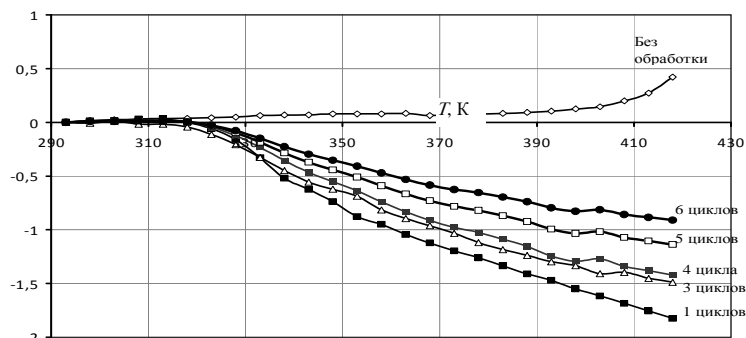


Рис. 4.18. Дилатометрические кривые полимерной системы ПЭВП+1 м.ч. УНМ до обработки и после (1–6) циклов обработки РКМУЭ при $T_{\text{экс}} = 295 \text{ K}$

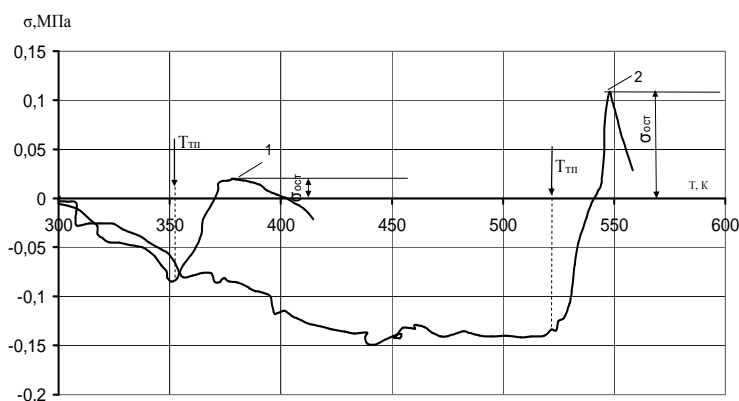


Рис. 4.19. Диаграммы изометрического нагрева ПТФЭ, экструдированного РКМУЭ, 2 прохода (1) и 4 прохода (2) при $T = 298 \text{ K}$.

Скорость поднятия температуры 1,7 град/мин

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с устройством и порядком работы на лабораторных установках по РКМУЭ полимеров, снятия дилатометрических кривых усадки, диаграмм изометрического нагрева и оценки прочностных свойств образцов в условиях срезающих напряжений.

2. По рекомендации преподавателя выбрать полимер или композит и приготовить необходимое количество цилиндрических образцов диаметром 5 мм и длиной 30 мм.

3. С помощью лаборанта собрать лабораторную установку с определённой ориентацией элементов деформирующего блока ячейки, позволяющей формировать определённый уровень суммарной деформации в режиме РКМУЭ полимера.

4. Провести испытания по твёрдофазной РКМУЭ (рис. 4.1 и 4.15) в температурном диапазоне $T_{293} - T_c$ (по заданию преподавателя). Организовать 6–7 циклов деформирования образцов при каждой $T_{\text{экс}}$ при выбранном маршруте в соответствии с методическими рекомендациями к работе 6 (рис. 4.10). Каждый образец перед отдельным проходом термостатируется в испытательной ячейке в течение 20 мин. В ходе испытаний замеряется необходимое давление экструзии $P_{\text{ф}}$ при определённом проходе и температуре экструзии $T_{\text{экс}}$. После выдавливания образцов фиксируется качество поверхности экструдатов. Для получения каждой экспериментальной точки используются 4–5 образцов. Результаты измерений и качество экструдатов заносятся в протокол измерений. Построить графические зависимости $P_{\text{ф}} = f(N)$ (рис. 4.16).

5. Провести испытания по снятию дилатометрических кривых усадки образцов после каждого цикла деформирования и температуре $T_{\text{экс}}$ в соответствии с методическими указаниями к лабораторной работе 1. Построить дилатометрические кривые усадки полимера $\Delta l = f(T)$ после каждого прохода в режиме РКМУЭ (рис. 4.18).

6. Провести испытания на разрывной машине ЦМГИ-250 образцов, прошедших РКМУЭ. Определить величину разрушающего напряжения в условиях срезающих усилий после каждого цикла деформирования образца в режиме РКМУЭ. Для получения одной экспериментальной точки используются 4–5 образцов. Построить графические зависимости $\tau_{cp} = f(N)$ для образцов, полученных РКМУЭ при различных температурах $T_{экс}$.

7. Провести испытания по снятию диаграмм изометрического нагрева образцов после каждого прохода и температуре $T_{экс}$ в режиме РКМУЭ в соответствии с методическими указаниями к лабораторной работе 13. Полученные результаты занести в протокол измерений. Построить диаграммы изометрического нагрева $\sigma_{ост} = f(T)$ для образцов, прошедших РКМУЭ при различных циклах деформирования и $T_{экс}$ (рис. 4.19).

8. Из диаграмм изометрического нагрева для образцов, прошедших РКМУЭ для каждого прохода, определить температуру теплостойкости $T_{тп}$ и уровень остаточных напряжений $\sigma_{ост}$, замороженных в материале. Построить графические зависимости $T_{тп} = f(N)$ и $\sigma_{ост} = f(N)$.

Содержание отчёта

1. Название и цели работы.
2. Схема установок, описание работы приборов и установок.
3. Протокол измерений.
4. Графики зависимости $P_{\phi} = f(N)$; $\tau_{cp} = f(N)$; $\Delta n = f(T)$; $\sigma_{ост} = f(T)$; $\sigma_{ост} = f(N)$; $T_{тп} = f(T_{экс})$; $\sigma_{ост} = f(T_{экс})$.
5. Анализ полученных прочностных и релаксационных характеристик образцов полимера, прошедших РКМУЭ в зависимости от технологических параметров экструзии и природы материала.
6. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Назовите технологические процессы твёрдофазной экструзии, которые протекают без формоизменения заготовки исходного полимера.
2. Какие структурные изменения происходят в материале заготовки полимера в условиях реализации РКМУЭ?
3. В чём принципиальная разница технологических методов обработки материалов давлением РКУЭ и РКМУЭ?
4. Чем отличается метод РКМУЭ от твёрдофазной плунжерной экструзии с точки зрения формируемой структуры полимера?
5. Основное назначение деформирующего блока в испытательной ячейке РКМУЭ материала.
6. Как влияют технологические параметры испытательной ячейки ($T_{экс}$, число проходов, количество плоскостей сдвига) на прочностные и релаксационные характеристики готового экструдата?

Литература: [30].

Лабораторная работа 8

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ТВЁРДОФАЗНОЙ ВИНТОВОЙ ЭКСТРУЗИИ

Цель работы: определение прочностных и релаксационных свойств экструдатов в зависимости от технологических параметров твёрдофазной винтовой экструзии.

Лабораторные установки, приборы и принадлежности: лабораторная установка на базе гидравлического пресса усилием 4 тс с испытательной ячейкой для реализации твёрдофазной винтовой экструзии (рис. 4.1) испытательная ячейка твёрдофазной винтовой экструзии (рис. 4.20); разрывная машина ЦМГИ-250; линейный dilatометр с измерительным модулем Е-270 и ПЭВМ (рис. 3.1); установка для определения остаточных ориентационных напряжений в полимерах и композитах (рис. 7.7); микрометр; термомпара; задатчик температуры РПИБ; образцы полимера.

Опыты по твёрдофазной экструзии полимера при температурах ниже T_c или $T_{пл}$ проводятся на лабораторной установке (рис. 4.1) с испытательной ячейкой, позволяющей реализовать твёрдофазную винтовую экструзию (рис. 4.21).

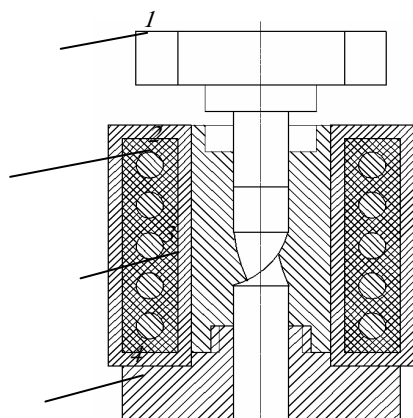


Рис. 4.20. Схема испытательной ячейки высокого давления для реализации твёрдофазной винтовой экструзии материалов (схема):

1 – пуансон; 2 – матрица; 3 – нагреватель; 4 – основание

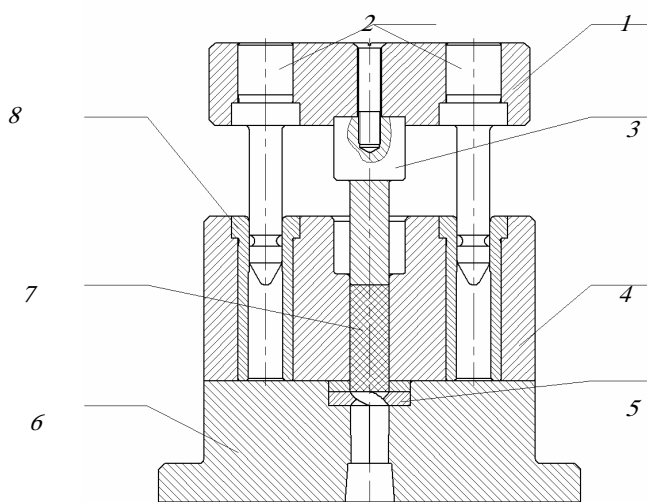


Рис. 4.21. Чертёж испытательной ячейки для твёрдофазной винтовой экструзии материалов:

1 – траверса; 2 – направляющие колонки; 3 – пуансон; 4 – матрица;

5 – набор деформирующих вкладышей; 6 – нижняя обойма;

7 – заготовка полимера; 8 – направляющая втулка

Метод винтовой твёрдофазной экструзии (ВТЭ) материалов, также как и методы РКУЭ и РКМУЭ, не приводят к изменению геометрической формы заготовки, но при этом благоприятно влияет на ее физико-механические свойства. Винтовая твёрдофазная экструзия материалов состоит в том, что призматический образец продавливается через матрицу с каналом, содержащим два призматических участка, разделённых участком винтовой формы.

В ходе обработки материал испытывает интенсивную пластическую деформацию при сохранении идентичности начального и конечного сечений. Последнее обстоятельство позволяет осуществлять его многократную экструзию с целью накопления большой деформации, приводящей к изменению структуры и свойств материала.

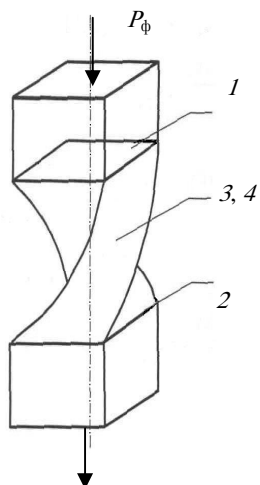


Рис. 4.22. Схема винтовой твёрдофазной экструзии материала:

1 – зона скручивания образца; *2* – зона восстановления первоначальной формы образца; *3* – зона сдвига материала в продольной плоскости, поворачивающейся вокруг оси экструзии; *4* – зона простого сдвига приповерхностного слоя (1–2 мм) экструдата

Исследования, выполненные на металлических и полимерных материалах [30], показали, что при ВТЭ чётко выделяются четыре зоны деформации (рис. 4.22). Зоны *1* и *2* расположены в начале и в конце винтового участка матрицы.

Сдвиг материала в данных зонах *1* и *2* имеет противоположное направление, т.е. зона *1* матрицы приводит к скручиванию заготовки, а зона *2* к раскручиванию и восстановлению первоначальной формы.

Каждая из указанных зон обеспечивает пластическую деформацию от $\epsilon = 0$ на оси экструдата до $\epsilon = 0,5 \dots 0,7$ на периферии. Деформационная зона *3* расположена в винтовой части матрицы между зонами *1* и *2* и охватывает основной объём образца, исключая периферийную зону *4* толщиной 1–2 мм.

Деформация в зоне *3* представляет собой простой сдвиг в продольной плоскости, поворачивающейся вокруг оси экструзии. Деформация в зоне *4* представляет собой интенсивный простой сдвиг вдоль контура (приповерхностный слой периферии 1–2 мм) сечения образца с $\epsilon \approx 2$.

Наличие в ВТЭ двух новых, отличных от РКУЭ плоскостей управляемого сдвига, открывает дополнительные возможности по деформированию структуры и свойств полимеров и композитов. Так, изменяя степень деформации сдвига в зонах *1* и *2*, можно создавать структуру с отчётливо выраженной анизотропией в поперечном сечении экструдата. Деформационные зоны *3* и *4* создают вихрь, который вытягивает слои материала в плоскости, перпендикулярной оси экструзии. Последовательное вытягивание и складкообразование приводит к перемешиванию структуры полимерного композита. Возможность интенсивного перемешивания материала является характерной особенностью ВТЭ. Особенно интенсивное перемешивание наблюдается в зоне *4*, где интенсивный сдвиг приводит к складкообразованию не только на макро-, но и на микроуровне. При этом площадь поверхности образца вначале увеличивается до 50 %, а затем возвращается к исходным размерам, что приводит к тому, что материал из внутренних слоёв выходит на поверхность, а с поверхности втягивается вовнутрь.

Таким образом, ВТЭ – это способ интенсивной твёрдофазной экструзии полимеров и композитов, который позволяет реализовать в материале ярко выраженный градиент свойств по сечению экструдата. Наличие упрочнённого поверхностного слоя и более пластичной сердцевины представляет интерес для изделий из полимерных композитов с указанными эксплуатационными характеристиками.

Усилие на заготовку создаётся гидравлическим прессом *1* (рис. 4.1), оборудованным образцовым манометром типа МКД *5* до 100 Бар и индикатором часового типа *3* с ценой деления $1 \cdot 10^{-5}$ м, с помощью которого измеряется перемещение плунжера, передающего давление на заготовку полимера.

Измерялось давление P_{ϕ} , необходимое для винтовой твёрдофазной экструзии исследуемых материалов в зависимости от состава, температуры экструзии, угла подъёма винтовой нарезки матрицы, количества проходов образца через испытательную ячейку (рис. 4.23). За давление формования P_{ϕ} принималась величина удельного осевого давления, при котором имело место непрерывное прохождение материала заготовки через зону пластического

деформирования (зону сдвига); при этом давление экструзии остаётся постоянным. Для точного определения P_{ϕ} эффективное усилие пресса тарируется в зависимости от показания манометра динамометром ДОСМ-3-3.

Заданная температура в испытательной ячейке поддерживается электронагревателем сопротивления с помощью системы автоматического регулирования РПИБ и контролируется термпарой, соединенной с модулем Е-270 и ПЭВМ.

В качестве заготовок используются прутки с квадратным поперечным сечением 0,01×0,01 м и длиной 0,035 м. Скорость перемещения

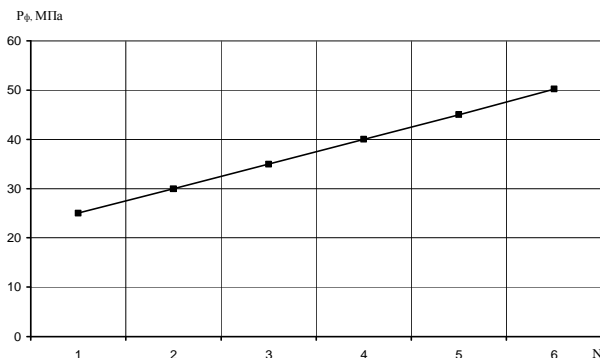


Рис. 4.23. Зависимость давления винтовой твёрдофазной экструзии СВМПЭ от числа циклов деформирования образца при 295 К.

Скорость перемещения плунжера пресса 0,001 м/с. Угол подъёма винтовой нарезки испытательной ячейки $\beta = 60^\circ$

плунжера при выдавливании составляет 0,001 м/с. Давление выдавливания рассчитывается как среднее арифметическое данных испытаний шести образцов – заготовок со средней квадратичной ошибкой не более 5 %.

Для количественной оценки прочности в условиях срезающих напряжений исходного полимера и ВТЭ после каждого цикла деформирования в ячейке проводятся испытания на разрывной машине ЦМГИ-250 с приспособлением типа "вилка". При этом используются образцы полимера с поперечным сечением 0,01·0,01 м и длиной 0,035 м (рис. 4.24).

В работе изучается процесс формирования определённого ориентационного порядка в материале (анизотропной структуры в поперечном направлении образца) путём многократного экструдирования одного и того же образца при фиксированном угле подъёма нарезки β деформирующего блока испытательной ячейки.

Изменением числа циклов деформирования (проходов) заготовки через испытательную ячейку, угла подъёма винтовой нарезки матрицы и температуры экструзии $T_{\text{экс}}$ можно изменять степень ориентации структуры поверхностного слоя материала и достигать требуемой структурной анизотропии материала экструдата и величины качественных показателей конечного изделия.

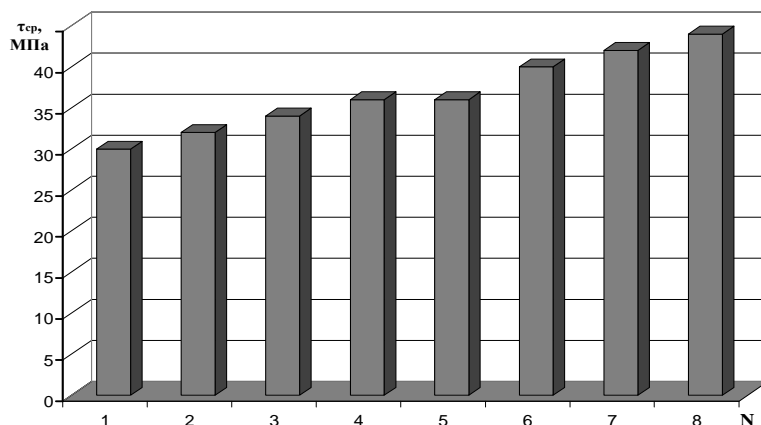


Рис. 4.24. Диаграмма изменения прочности в условиях среза образцов СВМПЭ, полученных ВТЭ в зависимости от числа проходов при $T_{\text{экс}} = 295 \text{ К}$ и угле подъёма винтовой нарезки матрицы $\beta = 60^\circ$

Для изучения релаксационных свойств образцов полимера, прошедших ВТЭ при различных $T_{\text{экс}}$, снимаются дилатометрические кривые усадки с использованием линейного дилатометра, оснащенного измерительным модулем Е-270 и ПЭВМ (лабораторная работа 1).

На рисунке 4.25 показаны дилатометрические кривые исходного полимерного нанокомпозита и прошедшие ВТЭ в зависимости от числа циклов деформирования (проходов при $T_{\text{экс}} = 295 \text{ К}$) и угле $\beta = 60^\circ$.

Для определения величины остаточных напряжений $\sigma_{\text{ост}}$ и величины теплостойкости $T_{\text{тп}}$ экструдатов, полученных ВТЭ, используется метод построения диаграмм изометрического нагрева образца (ДИН). Испытания проводятся на специальной лабораторной установке, принципиальная схема которой изображена на рис. 7.7 (лабораторная работа 14).

За теплостойкость образцов полимера принимается температура $T_{\text{тп}}$, при которой наблюдается излом кривой усадки образца в конце участка термического расширения (рис. 4.26).

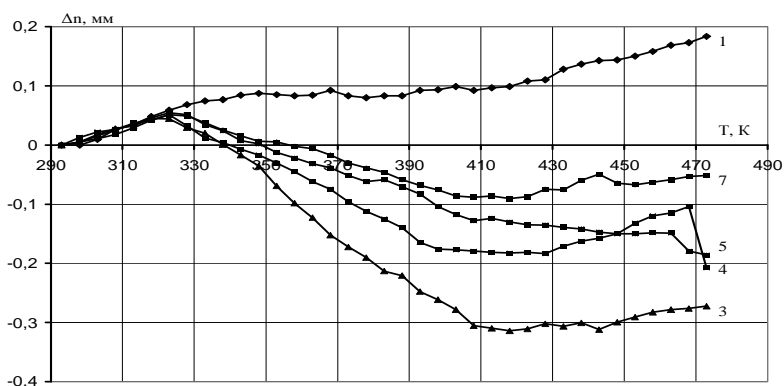


Рис. 4.25. Дилатометрические кривые полимерной системы ПТФЭ+1 м.ч. УНМ до обработки (1) и после трёх циклов обработки полимера (2); четырёх циклов (3); пяти циклов (4) и семи циклов (5) в режиме ВТЭ при $T_{\text{экс}} = 295 \text{ К}$ и $\beta = 60^\circ$

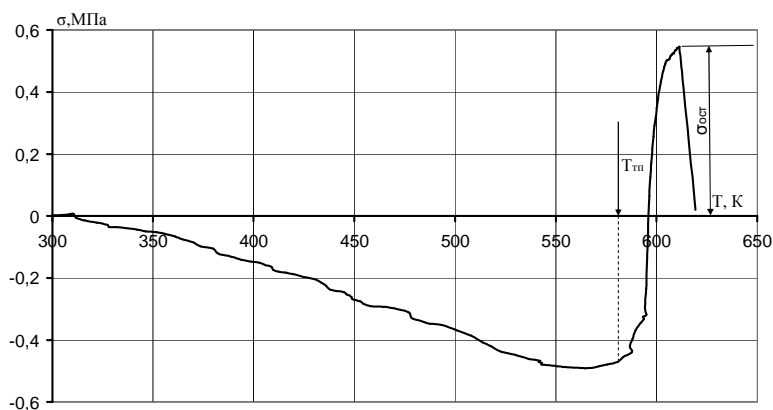


Рис. 4.26. Диаграмма изометрического нагрева нанокомпозита ПТФЭ+1 м.ч. УНМ, экструдированного в режиме ВТЭ (1 проход) при температуре 295 К и угле $\beta = 60^\circ$. Скорость поднятия температуры 1,7 град/мин

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с устройством и порядком работы на лабораторных установках по ВТЭ полимеров, снятия дилатометрических кривых усадки, диаграмм изометрического нагрева и оценки прочностных свойств образцов в условиях срезающих напряжений.

2. По рекомендации преподавателя выбрать полимер или композит и приготовить необходимое количество образцов с поперечным сечением 0,01·0,01 м и длиной 0,035 м.

3. С помощью лаборанта собрать лабораторную установку с ориентацией элементов деформирующего блока, обеспечивающей определённый угол подъёма винтовой нарезки матрицы $\beta = 40^\circ$; 50° или 60° .

4. Провести испытания по ВТЭ (рис. 4.1 и рис. 4.20 и 4.21) в температурном диапазоне $T_{293} = T_c$ (по заданию преподавателя). Организовать 6–7 циклов деформирования образцов при каждой $T_{\text{экс}}$ при выбранном угле β .

Каждый образец перед отдельным проходом термостатируется в испытательной ячейке в течение 20 мин. В ходе испытаний замеряется необходимое давление экструзии P_{ϕ} при определенном проходе и температуре экструзии $T_{\text{экс}}$. После выдавливания образцов фиксируется качество поверхности экструдатов. Для получения каждой экспериментальной точки используются 4–5 образцов. Результаты измерений и качество экструдатов заносятся в протокол измерений. Построить графические зависимости $P_{\phi} = f(N)$ (рис. 4.23).

5. Провести испытания по снятию дилатометрических кривых усадки образцов после каждого цикла деформирования и температуре $T_{\text{экс}}$ в соответствии с методическими указаниями к лабораторной работе 1. Построить дилатометрические кривые усадки полимера $\Delta l = f(T)$ после каждого прохода в режиме ВТЭ (рис. 4.25).

6. Провести испытания на разрывной машине ЦМГИ-250 образцов, прошедших ВТЭ. Определить величину разрушающего напряжения в условиях срезающих усилий после каждого цикла деформирования образца в режиме ВТЭ. Для получения одной экспериментальной точки используются 4–5 образцов. Построить графические зависимости $\tau_{\text{ср}} = f(N)$ для образцов, полученных ВТЭ при различных температурах $T_{\text{экс}}$.

7. Провести испытания по снятию диаграмм изометрического нагрева образцов после каждого прохода и температуре $T_{\text{экс}}$ в режиме ВТЭ в соответствии с методическими указаниями к лабораторной работе 14. Полученные результаты занести в протокол измерений. Построить диаграммы изометрического нагрева $\sigma_{\text{ост}} = f(T)$ для образцов, прошедших ВТЭ при различных циклах деформирования и $T_{\text{экс}}$ (рис. 4.26).

8. Из диаграмм изометрического нагрева для образцов, прошедших ВТЭ для каждого прохода, определить температуру теплостойкости $T_{\text{тп}}$ и уровень остаточных напряжений $\sigma_{\text{ост}}$, замороженных в материале.

9. Построить графические зависимости $T_{\text{тп}} = f(N)$ и $\sigma_{\text{ост}} = f(N)$.

Содержание отчёта

1. Название и цели работы.
2. Схема установок, описание работы приборов и установок.
3. Протокол измерений.
4. Графики зависимости $P_{\phi} = f(N)$; $\tau_{\text{ср}} = f(N)$; $\Delta l = f(T)$; $\sigma_{\text{ост}} = f(T)$; $\sigma_{\text{ост}} = f(N)$; $T_{\text{тп}} = f(T_{\text{экс}})$; $\sigma_{\text{ост}} = f(T_{\text{экс}})$.
5. Анализ полученных прочностных и релаксационных характеристик образцов полимера, прошедших ВТЭ в зависимости от технологических параметров экструзии и природы материала.
6. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные плоскости деформации образца, характерные для ВТЭ полимеров и композитов.
2. Какие структурные изменения происходят в материале образца в ходе ВТЭ?
3. В чём особенность формируемых эксплуатационных характеристик готовых изделий в процессе ВТЭ?
4. Чем отличается метод ВТЭ от твёрдофазной плунжерной экструзии с точки зрения формируемой структуры полимера?
5. Основное назначение деформирующего блока в испытательной ячейке ВТЭ материала.
6. Как влияют технологические параметры испытательной ячейки ($T_{\text{экс}}$, число проходов, угол β) на прочностные и релаксационные характеристики готового экструдата?

Литература: [30]

5. ТВЁРДОФАЗНАЯ ОБЪЁМНАЯ ШТАМПОВКА ТЕРМОПЛАСТОВ

В настоящее время объёмная штамповка (ОШ) термопластов в твёрдой фазе представляет собой технологический метод, для успешной реализации которого на практике необходимы исследования новых закономерностей процесса и разработка материалов для твёрдофазной штамповки, обладающих рядом специальных характеристик.

При ковке или объёмной штамповке [2, 3, 22, 27] предварительно нагретая полимерная заготовка с большим усилием формуется в изделие. При этом методе переработки термопластов используются закрытые формы как наиболее выгодные, в то время как для металлов используются открытые формы. Процесс начинается с разогрева заготовки при температурах, которые достигают, например для ПП – 423 К, для ПЭВП – 393 К. Разогретая заготовка помещается в предварительно нагретую или холодную прессформу механического или гидравлического пресса. Предпочтительнее использовать пресс гидроприводом из-за более лёгкого регулирования скорости движения плиты пресса, чем при механическом приводе. Кроме того, при гидравлическом приводе легко программируется время выдержки давлением.

Важнейшими параметрами процесса являются: температура заготовки, температура формы, время выдержки под давлением, а также величина давления и скорость формования. Эти параметры зависят от материала, конфигурации изделия, его формы и размера. По сравнению с литьём под давлением, скорость производства изделий объёмной штамповкой почти не зависит от толщины или общего объёма изделий. Процесс объёмной штамповки проводится с очень коротким циклом. Так, для изделия с толщиной стенок 65 мм время формования составляет менее одной минуты, тогда как при литье под давлением для такого изделия требуется около одного часа. Типовое время объёмной штамповки более тонких изделий составляет 10...20 с [2].

Таким образом, при объёмной штамповке толстостенных изделий можно получить значительный экономический эффект (рис. 5.1).

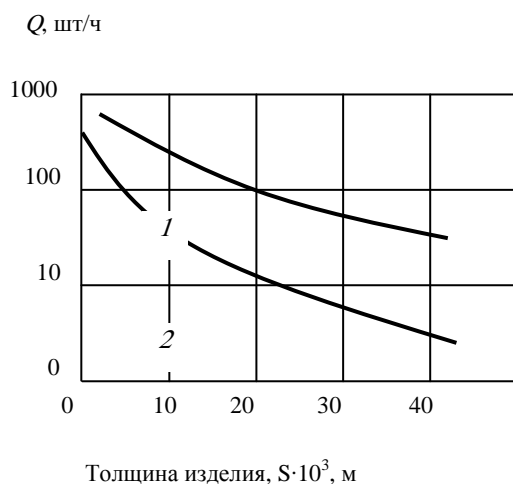


Рис. 5.1. Зависимость производительности от толщины изделий из термопластов, полученных различными методами:

1 – объёмная штамповка; 2 – литье под давлением

На основании экспериментальных данных рекомендуется объёмная штамповка изделий из ПП [11, 35], высокомолекулярного ПЭ [3], ПВХ [2], АБС, ПК, ПФ, ПЭТФ и некоторых стекло- и асбестонаполненных термопластов [22].

Очень важным обстоятельством является тот факт, что на процесс объёмной штамповки не влияет величина молекулярной массы полимера. Поэтому особый интерес для объёмной штамповки представляют полимеры с очень высокими молекулярными массами [3].

Штампованные изделия в основном используются в качестве силовых элементов машин и механизмов [2] и компонентов узлов трения, где они испытывают значительные механические нагрузки.

Для формования термопластов объёмной штамповкой рекомендуются различные изделия с толщиной стенки больше 6 мм, например шкивы, зубчатые колеса, звёздочки, роторы, толстостенные фланцы, фитинги и другие изделия [2, 3].

Лабораторная работа 9

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ТВЁРДОФАЗНОЙ ОБЪЁМНОЙ ШТАМПОВКИ

Цель работы: получение необходимых технологических параметров объёмной штамповки при помощи изотермических кривых сжатия полимера.

Лабораторная установка, приборы и принадлежности: гидропресс усилием 10 тс; испытательная ячейка для снятия кривых изотермического сжатия полимера (рис. 5.2); система автоматического регулирования температуры в ячейке; потенциометр ПП-63; термомпара; образцы полимера.

Методические указания

Проведённые исследования по формованию изделий из термопластов объёмной штамповкой показали, что модельные методы, успешно описывающие отдельные стадии процесса, не позволяют с достаточной точностью определить режимы формования реальных изделий, так как объёмная штамповка представляет собой совокупность различных схем деформирования материала [2].

Основными процессами, реализующимися при объёмной штамповке термопластов, являются осадка (раздавливание материала между двумя поверхностями), выдавливание в зазоры прессформы (затекание) и осесимметричное сжатие при выдержке под давлением и охлаждении [65, 70].

Как показали испытания, осадка не требует применения высоких силовых воздействий. Удельные давления при этом, как правило, не превышают 50 МПа. При выдавливании материала в зазоры пресс-формы, наличие местных сопротивлений в виде узких каналов, резких переходов от одного размера к другому, острых углов и т.п., приводит к существенному увеличению давления формования. При этом давление, необходимое для заполнения формы, зависит как от пластических свойств материала, так и от конструктивных особенностей формы. На стадии выдержки и охлаждения изделия в форме в условиях осесимметричного сжатия требуется, как правило, высокое давление.

При этом протекают сложные физико-химические процессы в полимере, обеспечивающие высокие физико-механические показатели и размерную точность изделия [19, 24].

Применение чрезмерно высоких давлений при штамповке полимеров в твёрдой фазе нежелательно, поскольку оно приводит к образованию в изделии значительных внутренних остаточных напряжений и растрескиванию. Процессам прессового выдавливания и осесимметричного сжатия материала в плунжерной прессформе посвящены лабораторные работы 4 и 5.

Методика предназначена для определения наименьших значений температуры материала и действующего на него давления, необходимых для оформления полимерной заготовки в изделие в процессе объёмной штамповки. Поскольку при объёмной штамповке термопластов заполнение оформляющей полости прессформы идёт за счёт протекания пластической деформации в условиях высокого гидростатического давления, то для выбора технологических параметров процесса необходимо знать влияние температуры и давления на закономерности развития пластической деформации полимерной заготовки в прессформе [2, 22, 35].

Для этих целей используется лабораторная установка, главной частью которой является устройство для снятия кривых изотермического сжатия (рис. 5.2). В качестве образцов служит заготовка термопласта в виде усечённого конуса с размерами: высота – 0,015 м; диаметр нижнего основания – 0,010 м; диаметр верхнего основания – 0,008 м.

Сжатие конического образца проводится в плунжерной цилиндрической прессформе, которая снабжена системой термостатирования. Температура и давление должны быть такими, чтобы материал не затекал в зазор плунжерной пары. Диаметр загрузочной камеры равен 0,010 м. Максимальное усилие сжатия заготовки, развиваемое гидропрессом, составляет 10 тс.

Изотермы сжатия получают следующим образом. Прессформу с образцом устанавливают на гидропресс с ручным насосом и при комнатной температуре проводят несколько циклов (3 – 5) ступенчатого нагружения образца, записывая при каждом фиксированном давлении по образцовому манометру гидропресса показания индикатора часового типа, который служит для замера изменения высоты образца в процессе сжатия. После того, как от цикла к циклу показания индикатора начинают повторяться, измерения прекращают,

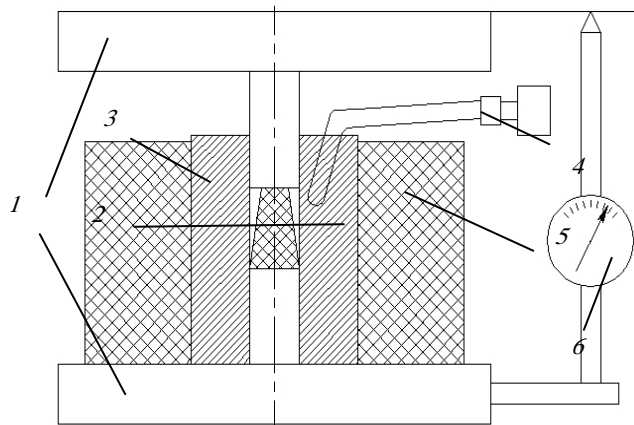


Рис. 5.2. Устройство для снятия кривых изотермического сжатия полимеров:

1 – пуансоны; 2 – образец термопласта; 3 – электронагреватель;
4 – терморпара; 5 – матрица; 6 – индикатор часового типа

а последние показания берутся за расчётные. Затем сбрасывают давление в прессформе и, не вынимая образца, нагревают её до некоторой температуры. После термостатирования при этой заданной температуре вновь повторяют ступенчатый цикл нагружения образца при тех же давлениях.

В результате получают семейство изотерм сжатия, анализ которых позволяет определить характер влияния пластической деформации на ход кривых изотермического сжатия полимера и в конечном счёте установить наименьшее значение температуры T_{ϕ} заготовки и действующего на неё давления P_{ϕ} , при которых можно проводить технологический процесс объёмной штамповки [2, 22, 27].

Получение необходимых технологических параметров объёмной штамповки T_{ϕ} и P_{ϕ} при помощи изотермических кривых сжатия показано на примере формования фторопласта-4 (рис. 5.3).

Каждая изотерма, кроме кривой, полученной при 293 К, смещена относительно предыдущей изотермы вдоль оси давлений на 0,05 МПа. По оси ординат отложено абсолютное значение уменьшения высоты образца с ростом давления. Цена одного деления составляет 0,01 мм.

Весь процесс сжатия имеет две стадии. На первой стадии с ростом давления происходит одноосное сжатие образца с изменением его площади поперечного сечения. Образец при этом ещё не заполняет полностью пространство оформляющей полости. Всё давление расходуется на одноосную упругость и частично пластическую деформацию образца-конуса. На этой стадии небольшой перепад давлений даёт заметное изменение высоты образца. Когда материал образца полностью заполняет объём полости, то наступает вторая стадия процесса сжатия. С этого момента дальнейшее приращение давления расходуется на объёмное сжатие материала. Теперь уменьшение высоты образца с ростом давления происходит за счёт уменьшения объёма материала, а следовательно будет наблюдаться слабое изменение высоты образца от давления.

Таким образом, точка, где стыкуются криволинейный и прямолинейный участки изотерм сжатия, соответствует давлению, при котором происходит полное заполнение полости прессформы, т.е. заготовка принимает форму изделия.

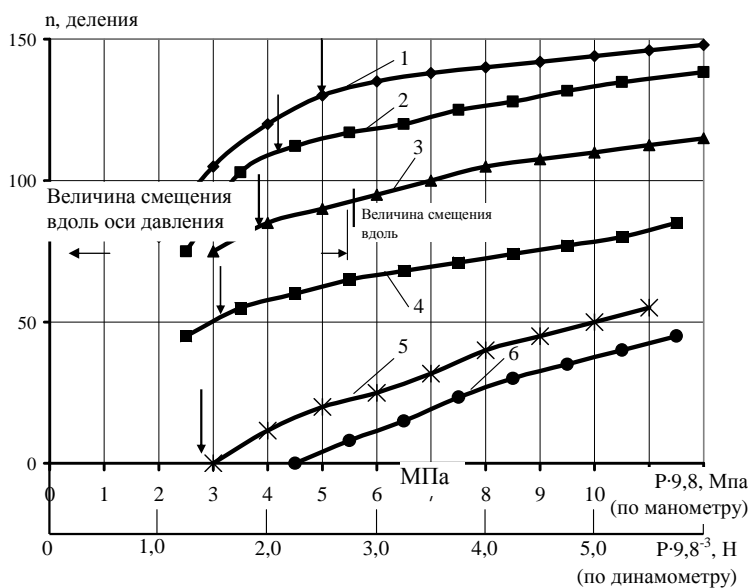


Рис. 5.3. Изотермы сжатия образцов-конусов из фторопласта-4:

1 – 293; 2 – 338; 3 – 403; 4 – 467; 5 – 513; 6 – 553 К

Из рисунка видно, что с повышением температуры критическое давление снижается. Это происходит потому, что сопротивление одноосному сжатию с ростом температуры уменьшается. При этом изотермы сжатия постепенно распрямляются. Это означает, что с повышением температуры всё большая часть давления производит работу объёмного сжатия образца. Величина критического давления и соответствующая ему температура являются наименьшими значениями давления и температуры формования. Это есть параметры процесса объёмной штамповки полимерной заготовки, но не параметры, при которых получается качественное, вполне оформленное изделие.

Действительно, ни при каких температурах, указанных на рисунке, нельзя получить изделие в виде цилиндра из заготовки-конуса, так как при снятии давления цилиндр превращается в конус за счёт обратного восстановления. Из этого факта можно сделать важный вывод относительно объёмной штамповки Ф-4 в твёрдой фазе. При штамповке этого полимера, как и большинства других, необходимо, чтобы температура прессформы была значительно ниже температуры заготовки.

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с устройством и работой лабораторной установки, приборами и ячейкой для снятия изотерм сжатия полимеров.

2. По заданию преподавателя изготовить образцы полимера в виде усечённого конуса с размерами диаметром 8 мм, диаметром 10 мм и высотой 15 мм.

3. Поместить образец полимера в испытательную ячейку в соответствии с рис. 5.2. Ячейку поставить на плиту гидравлического пресса.

4. Провести испытания полимера в условиях изотермического сжатия путём ступенчатого нагружения образца, начиная с комнатной температуры, строго в соответствии с методическими указаниями. Температуры испытаний выбрать по рекомендациям преподавателя. На последнем цикле нагружения записать показания высоты образца по индикатору часового типа при соответствующем показании манометра в протокол измерений.

5. Построить графические зависимости изотерм сжатия $n = f(P_m)$ для заданного полимера по примеру (рис. 5.3).

6. Обработкой изотерм сжатия определить минимальное давление (по манометру) объёмной штамповки полимера для каждой температуры.

7. При помощи тарировочного графика подсчитать минимальное удельное давление объёмной штамповки P_ϕ и построить графическую зависимость $P_\phi = f(T_\phi)$ для заданного полимера.

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Описание работы установки и приборов, схема ячейки для снятия изотерм сжатия.
3. Протокол измерений.
4. Графические зависимости изотерм сжатия для заданного полимера.
5. Анализ полученных зависимостей $n = f(P_m)$. Указать значения минимальных удельных давлений P_ϕ на изотермах для каждой T_ϕ . График зависимости $P_\phi = f(T_\phi)$.
6. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные достоинства твёрдофазной объёмной штамповки полимеров.
2. Какие технологические параметры объёмной штамповки термопластов получают при помощи изотерм сжатия в твёрдой фазе?
3. Назовите основные технологические параметры твёрдофазной объёмной штамповки термопластов.
4. Назовите основные достоинства методического приема циклического многоступенчатого нагружения образца полимера при построении изотерм сжатия.
5. Почему при твёрдофазной объёмной штамповке температура формы T_ϕ должна быть значительно ниже температуры заготовки полимера T_3 ?

Литература: [2, 22, 27].

Лабораторная работа 10

ОБЪЁМНАЯ ШТАМПОВКА С ИЗОТЕРМИЧЕСКИМ ОТВЕРЖДЕНИЕМ ПОЛИМЕРА ЗА СЧЁТ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ

Цель работы: изучение процесса твёрдофазной объёмной штамповки с изотермическим отверждением полимера за счёт высокого давления.

Лабораторная установка, приборы и принадлежности: гидравлический пресс усилием 10 тс; прессформа плунжерного типа для объёмной штамповки с термокамерой; автоматическая система регулирования температуры в термокамере до 300 °С; термошкаф до 300 °С; термомпара; микрометр; секундомер; штангенциркуль; потенциометр ПП-63; образцы полимера.

Методические указания

В результате работы над физико-химическими и технологическими основами переработки термопластов в твёрдой фазе [10] установлено, что выбор оптимальных технологических параметров процесса объёмной штамповки основан на комплексном рассмотрении экспериментальных данных по структуре и релаксационным переходам, пластических свойств при различных условиях нагружения, а также исходя из анализа результатов исследований по объёмной штамповке конкретных изделий. Такие исследования проведены для полимерных систем на основе ПВХ, ПЭ, ПС, ПА, Ф-4 и ПК [2, 22, 25 – 27].

Разработанные способы объёмной штамповки термопластов в изделия включают стадии предварительного нагрева заготовки до температуры T_3 на (5...10) °С ниже T_c (для аморфных полимеров) или $T_{пл}$ (для кристаллизующихся термопластов), формования при давлении $P_\phi = (50...150)$ МПа в необогреваемой прессформе или нагретой до T_ϕ и выдержки под давлением в течение 60...100 с [2]. Указанные способы объёмной штамповки обладают тем недостатком, что уровень внутренних ориентационных напряжений в изделиях остаётся достаточно высоким. Кроме того, указанные методы не обеспечивают получения качественных изделий из высоковязких термопластов (например ПК), имеющих высокое межмолекулярное взаимодействие. Последние экспериментальные факты объясняются тем, что в твёрдом состоянии исходные гомополимеры, в частности ПК, неэффективно передают давление формования на боковые стенки прессформы.

Из формулы ((3.6), лабораторная работа 4) [9], где ξ – коэффициент бокового давления; μ – коэффициент Пуассона, следует, что при $\mu = 0,35...0,40$ (значения для твёрдых термопластов), коэффициенты $\xi = 0,54...0,67$, а следовательно, 35...45 % от давления формования не "доходит" до боковых стенок прессформы.

Лучших результатов можно достичь штамповкой при высоких значениях T_3 , при температурах несколько выше T_c или $T_{пл}$ с последующим отверждением материала под высоким давлением [22].

Известно, что при температурах больше T_c или $T_{пл}$ коэффициент $\mu \rightarrow 0,5$. В этом случае $\xi \rightarrow 0,1$, т.е. давление формования равномерно передаётся на все стенки прессформы. Одновременно резко уменьшается сопротивление деформированию. В результате оформление заготовки в изделие происходит при относительно низких давлениях, что приводит к существенному снижению внутренних ориентационных напряжений в материале.

Известно также, что полимер может быть переведён из высоко-эластического в стеклообразное состояние при данной температуре в результате увеличения давления, т.е. в режиме изотермического отверждения [5]. Впервые указанный подход использовался авторами при разработке упрочняющей технологии объёмной штамповки приводных звёздочек снегохода из ПЭВП и СВМПЭ [2, 22].

Согласно данной технологии давление формования должно превышать давление, при котором происходит оформление изделия. Это необходимо для перевода материала из высокоэластического состояния в стеклообразное, при этом улучшаются физико-механические свойства штампуемого изделия. Однако указанный технологический приём сопровождается одним нежелательным явлением, заключающимся в том, что полное затвердевание изделия под высоким давлением приводит к получению изделия с отрицательной технологической усадкой. Опыт показал, что все линейные размеры изделия, перпендикулярные направлению формования при полном затвердевании материала под высоким давлением, были заметно больше соответствующих размеров прессформы. Ясно, что извлечение такого изделия из прессформы сопровождается повреждением его поверхности.

Для устранения указанных недостатков технологии в работе используется ступенчатый метод снижения давления (рис. 5.4) [22].

Процесс объёмной штамповки термопластов по данной технологии проводится следующим образом. В прессформу плунжерного типа, нагретую до температуры теплостойкости исходного термопласта, что соответствует температуре вторичного релаксационного перехода T_β ($T_{\beta'}$) для стеклообразного полимера или температуре предплавления T_1 – для кристаллизующегося полимера (см. лабораторные работы 1 и 2), помещают

нагретую заготовку до температуры T_3 на $5...10^\circ\text{C}$ выше T_c или $T_{пл}$ и производят смыкание формы со скоростью $100...150$ мм/мин до давления $100...150$ МПа. В процессе смыкания прессформы и выдержки под этим давлением в течение $10...15$ с происходит процесс изотермического затвердевания, когда температура материала становится ниже T_c или $T_{пл}$. После этого давление снижают до $30...50$ МПа и выдерживают изделие под этим давлением $40...120$ с до извлечения из прессформы.

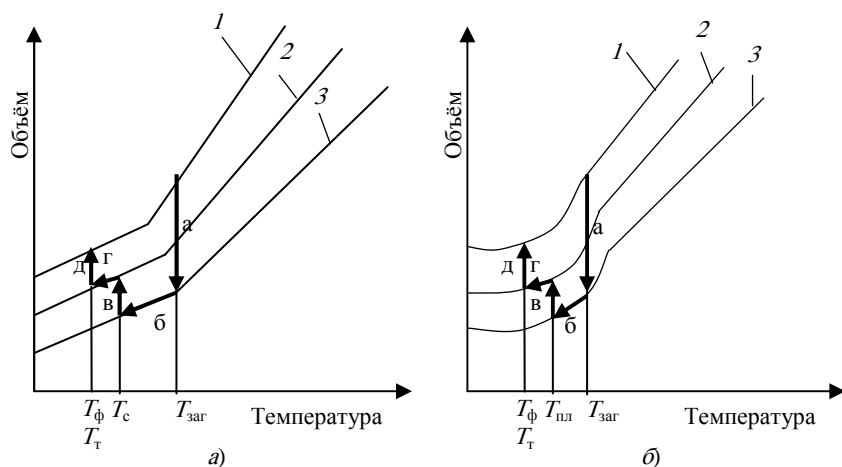


Рис. 5.4. Схемы зависимостей объёма от температуры и технологические операции "а – д" при объёмной штамповке аморфного (а) и кристаллического (б) термопластов в режиме изотермического отверждения под высоким давлением:
 $1 - 0$ МПа; $2 - 30...50$ МПа; $3 - 100...150$ МПа

Применение высокого давления ($100...150$ МПа) в начальный период формования (рис. 5.4, операция "а") позволяет перевести термопласт из высокоэластического состояния в твёрдое (стеклообразное или кристаллическое). Перевод материала из высокоэластического состояния в твёрдое даёт возможность сохранить те положительные эффекты, например повышение прочностных и деформационных показателей, которые присущи способу формования термопластов в твёрдом состоянии [2, 22].

Отрицательная усадка возникает тогда, когда температурная составляющая усадки меньше усадки гидростатического давления, что характерно для высокоэластического состояния полимеров, находящихся под высоким давлением. Во избежание этих отрицательных явлений изделие выдерживали под высоким давлением до температуры на $2...5^\circ\text{C}$ ниже T_c или $T_{пл}$ (рис. 5.4, операция "б"), а затем уменьшали давление до среднего ($30...50$ МПа) (операция "в"). При последующей выдержке с охлаждением (операция "г") происходит изменение напряжённого состояния формируемого изделия в сторону устранения отрицательной усадки. Для извлечения изделия давление сбрасывается до атмосферного (операция "д").

Выбор температуры ($T < T_c, T_{пл}$), при которой осуществляется переход от высокого давления к среднему обоснован тем, что при уменьшении давления, с одной стороны, материал будет находиться в твёрдом состоянии, а с другой – создаются оптимальные условия (температура, давление, время) для протекания релаксационных процессов, способствующих повышению качества изделий. При этом температура прессформы T_ϕ соответствует температуре релаксационного перехода T_1 , при котором проявляется структурная подвижность материала, приводящая к снижению внутренних напряжений.

Опыт показал, что образцы изделий, полученные штамповкой по указанной выше технологии, характеризуются стабильностью размеров в более широком интервале температур и меньшей величиной усадки, чем образцы, штампованные ниже T_c или $T_{пл}$, что связано с более полным протеканием релаксационных процессов при деформировании при повышенной температуре. Образцы таких изделий характеризуются повышенными физико-механическими показателями, которые определяются физико-химическими процессами, протекающими в материале и более упорядоченной структурой полимера.

5.1. Режимы объёмной штамповки с изотермическим отверждением материала, технологическая усадка и некоторые эксплуатационные свойства термопластов

Полимер		Температура, К		Давление, МПа		Время выдержки, с		Усадка, %	Эксплуатационные свойства			
Наименование	$T_{пл}, T_c, К$	Заготовки	Пресс-формы	Высокое ВД	Среднее СД	при ВД	при СД	U_L	$T_{пл}, К$	$\sigma_p, МПа$	$\sigma_c, МПа$	$\sigma_{ост}, МПа$
ПЭВП	410	418	318	100	30	15	85	0,50	393	60	55	0,2
ПЭ-2м.ч. ИСТ-30	410	418	318	100	30	15	85	0,45	398	68	62	0,2
ПВХ	348	358	323	150	40	10	50	0,50	343	92	91	1,0
ПВХ+5 м.ч. ПММА	350	360	323	150	40	10	50	0,35	343	90	88	1,1
ПС	373	383	343	150	50	10	50	0,60	363	71	68	1,0
ПММА	373	383	343	150	30	10	40	0,30	363	115	104	0,9
ПК	423	428	380	100	50	10	60	0,50	403	108	95	1,4
ПК+3 м.ч. ПММА	418	428	380	100	50	10	60	0,40	403	120	105	1,0
Ф-4	600	590	333	150	30	15	120	0,25	473	54	50	1,0
СВМПЭ	408	415	318	100	30	15	85	0,60	393	79	72	0,3

Порядок выполнения работы

1. С помощью преподавателя или лаборанта ознакомиться с порядком работы и устройством гидравлического пресса, прессформы и приборами для выполнения лабораторной работы.
2. В соответствии с заданием преподавателя выбрать полимер и соответствующие режимы объёмной штамповки по табл. 5.1.
3. Изготовить образец полимера (заготовку) по размерам в соответствии с рекомендациями преподавателя.
4. Термостатировать заготовку в термошкафу и прессформу в течение 30 мин при температурах, указанных в табл. 5.1. Температуру контролировать при помощи термометра и потенциометра ПП-63.
5. Поместить образец полимера в прессформу. Собранную пресс-форму с заготовкой поставить на плиту пресса.
6. Характеристика готового изделия с указанием качества по-верхности, величины средней технологической усадки в сравнении с табличной.
7. Провести процесс объёмной штамповки заданного полимера строго в соответствии с методическими указаниями и режимами, указанными в табл. 5.1.
8. Измерить три габаритных размера готового изделия и соответствующие исполнительные размеры прессформы. Подсчитать величину технологической усадки изделия для каждого размера по формуле

$$U_L = \frac{L_{\phi} - L_{изд}}{L_{\phi}} 100 \% . \quad (5.1)$$

9. Подсчитать среднее арифметическое значение технологической усадки изделия, сравнить с табл. 5.1.

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Описание методики процесса объёмной штамповки заданного термопласта с изотермическим отверждением материала за счёт высокого давления.
3. Схема зависимости объёма от температуры и технологические операции штамповки полимера с указанием значений технологических параметров по примеру рис. 5.4.
4. Характеристика готового изделия с указанием качества поверхности, величины средней технологической усадки U_L в сравнении с табличной.
5. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные отличительные признаки твёрдофазной объёмной штамповки термопластов с изотермическим отверждением материала в форме за счёт высокого давления.
2. Какие качественные показатели готового изделия достигаются в результате реализации данной технологии переработки полимеров?
3. Как рассчитывается средняя технологическая усадка при объёмной штамповке полимера?
4. Назовите основные причины повышения физико-механических показателей и теплостойкости изделий из термопластов, полученных по данной технологии.
5. Объясните понятие "отрицательная технологическая усадка" при объёмной штамповке полимера и основные способы её устранения.
6. Какое свойство полимера положено в основу технологии объёмной штамповки с изотермическим отверждением материала в форме за счёт высокого давления?

Литература: [2, 3, 8, 22, 28].

6. ТВЁРДОФАЗНАЯ ЛИСТОВАЯ ШТАМПОВКА ТЕРМОПЛАСТОВ

Листовая штамповка с глубокой вытяжкой в металлообработке является экономически выгодной. Перенос этого метода на переработку термопластов в некоторых случаях даёт хорошие результаты. Экономическая эффективность листовой штамповки термопластов в твёрдой фазе заключается в коротком цикле формования, в малой разнотолщинности штампуемых изделий и в возможности получать заготовки для штамповки с малыми затратами [2].

Для штамповки с глубокой вытяжкой наиболее подходят термо-пласты из группы АБС, а также ПП, ПК [2] и ПВХ [26]. В работе [2] показано, что модификацией ПВХ удаётся получить материалы, обладающие лучшей формованием, чем АБС.

Важнейшим параметром, влияющим на качество формируемых изделий, является давление вытяжки. Важным параметром процесса является коэффициент β . Он определяется отношением диаметра заготовки к диаметру изделия. В случае холодной (293 К) штамповки изменение размеров за счёт упругих свойств материала достигает 6 % по диаметру [2].

Для осуществления процесса листовой штамповки можно использовать различные прессы. Для листовой штамповки термопластов подходят не только механические или гидравлические прессы, но и специальные машины-автоматы, которые применяются для штамповки алюминиевой тары. При этом используются формы с несколько изменённой конструкцией, чем формы для металла.

В работе [2] дается описание конструктивных особенностей форм для глубокой вытяжки термопластов. Величина давления для вытяжки термопластов примерно равна 0,1 величины давления для вытяжки металлов. Необходимое усилие вытяжки для пластмасс при одинаковых изделиях составляет около 40...80 % усилия для металла.

Для листовой штамповки термопластов большое значение имеют не только технологические параметры процесса, но и физико-механические свойства материала: модуль упругости, вязкость, деформируемость и прочность.

Для листовой штамповки применяются заготовки, вырубленные из листов толщиной 0,2...1 мм; штамповка ведется при 293...313 К, лишь листы толщиной более 6 мм нагреваются до 363...373 К.

6.1. Технологические параметры и качество изделий, полученных листовой штамповкой ПТФЭ

№ опыта	Режим штамповки	Толщина заготовки, $S \cdot 10^3$, м	Диаметр пуансона, $d \cdot 10^3$, м	Степень вытяжки, α	Глубина вытяжки, $\alpha \cdot 10^2$, м	Технологическая усадка, %	Примечание по качеству
1	А	6	33,9	1,80	11	2,50	Хорошее
2	А	6	33,9	1,80	21	2,50	
3	А	6	33,9	1,80	41	2,50	
4	А	6	35,9	2,60	31	1,48	
5	А	6	35,9	2,60	44	2,25	
6	А	8	34,9	2,90	31	1,72	
7	А	8	35,9	3,55	31	1,67	Трещина на дне
8	А	8	35,9	3,55	21	2,50	
9	А	8	35,9	3,55	31	1,80	Хорошее
10	А	8	35,9	3,55	24	1,20	
11	А	8	34,9	2,90	54	1,93	
12	А	6	35,9	2,60	54	2,00	
13	Б	6	34,9	2,10	54	1,93	Разрушено дно
14	В	8	34,9	2,90	84	1,43	
15	Б	6	35,9	2,60	84	0,84	
16	В	6	35,9	2,60	84	1,11	Разрушено дно
17	В	6	35,9	2,90	42	1,43	Трещина на образующей

Холодное формование листового ПК и ПВХ показало [10], что оба материала обладают достаточно высокой вязкостью, обеспечивающей хорошую формуемость при комнатной температуре. По сравнению с термоформованием, холодное формование характеризуется отсутствием термической деструкции материала и сокращением цикла формования.

В работе [2] представлены результаты исследований техно-логического процесса твёрдофазной листовой штамповки ПТФЭ. Известно, что существующая технология переработки данного полимера в изделия связана с большими энергетическими и материальными затратами и имеет существенные недостатки. В соответствии с разработанной методикой эксперимента исследовано влияние температуры вытяжки, степени и глубины вытяжки на технологическую усадку и качество ПТФЭ изделий. Усадка определяется по наружному диаметру изделия при комнатной температуре по формуле (5.1).

Эксперименты по листовой штамповке ПТФЭ в данном температурном интервале проводили по трём режимам:

$$A - T_3 = T_\phi = 573 \dots 593 \text{ K}; P_\phi = 20 \pm 1 \text{ МПа};$$

$$B - T_3 = T_\phi = 543 \dots 553 \text{ K}; P_\phi = 20 \pm 1 \text{ МПа};$$

$$B - T_3 = T_\phi = 513 \dots 523 \text{ K}; P_\phi = 20 \pm 1 \text{ МПа}.$$

Экспериментальная прессформа позволяет изменять степень вытяжки полимера α , которая определяется отношением толщины заготовки S к величине зазора в штампе δ ($\alpha = S / \delta$). Для этого используется набор пуансонов с различными диаметрами и заготовки термопласта различной толщины (рис. 6.1).

Как видно из представленных экспериментальных данных (табл. 6.1) температура и степень вытяжки сильно влияют на технологическую усадку и качество поверхности изделий, полученных листовой штамповкой из ПТФЭ. Установлено, что усадка растёт при увеличении степени вытяжки материала α свыше 2,6. При этом значения $\alpha \approx 3$ для ПТФЭ следует считать предельными при всех режимах переработки, так как при увеличении степени вытяжки $\alpha > 3$ наблюдается разрушение изделия.

Как показывает анализ полученных экспериментальных данных, наиболее существенное влияние на качество штампованных из листа ПТФЭ изделий оказывает температура вытяжки. Установлено, что из выбранных для исследования режимов штамповки А, Б и В оптимальным следует считать режим Б: $T_\phi = T_{\text{заг}} = 543 \dots 553 \text{ K}$;

$P_\phi = 20 \pm 1 \text{ МПа}$; $\alpha \leq 2,6$; конечная температура штамповки после охлаждения $T_{\phi, \text{кон}} - 353 \dots 363 \text{ K}$. Изделия, полученные по данному режиму (опыт 15), имеют ровную блестящую поверхность с минимальной разнотолщинностью стенки и технологической усадкой, равной 0,84.

По-видимому, следует считать, что листовая штамповка с глубокой вытяжкой в твёрдой фазе представляет интерес для термопластов, имеющих определённые трудности при переработке их в изделия по традиционной технологии [2, 22].

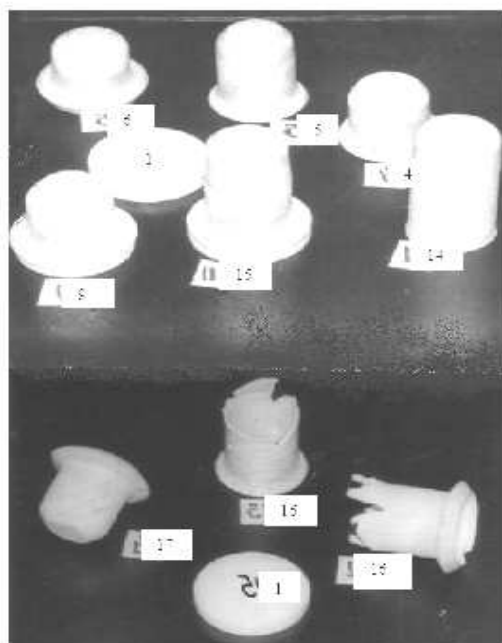


Рис. 6.2. Изделия из ПТФЭ, изготовленные листовой штамповкой с различной глубиной и степенью вытяжки:

1 – исходная заготовка; № изделий соответствуют № опыта в табл. 6.1

Лабораторная работа 11

ЛИСТОВАЯ ШТАМПОВКА ТЕРМОПЛАСТОВ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ

Цель работы. определение технологических параметров твёрдофазной листовой штамповки термопластов.

Оборудование и принадлежности. гидравлический пресс усилием 10 тс; испытательная ячейка (рис. 6.1) для листовой штамповки полимеров; потенциометр ПП-63; аппаратура для автоматического регулирования температуры в ячейке; термopара; штангенциркуль; образцы полимеров.

Методические указания

Листовая штамповка с глубокой вытяжкой исходной заготовки термопласта обычно проводится по двум схемам: 1 – свободная вытяжка, когда толщина заготовки S равна или меньше зазора $\delta = 0,5 (D_m - D_n)$ в вытяжном штампе; 2 – штамповка-вытяжка с утонением стенки, при этом толщина заготовки S больше зазора в вытяжном штампе δ .

Первый способ обычно используют для изготовления менее ответственных изделий. Для второго характерны более высокая размерная точность, а также существенное упрочнение изделия за счёт ориентационных процессов в полимере. Опыты по листовой штамповке в данной лабораторной работе проводятся по схеме 2.

Исходной заготовкой для штамповки изделия типа "стакан" служат диски диаметром $D_3 = 58$ мм и толщиной $S = 6 \dots 8$ мм.

Заготовка закладывается в прессформу (1) (рис. 6.1), закрепляется прижимной шайбой (2), выполняющей роль гладильного устройства, устанавливается в шайбу и матрицу вытяжной пуансон (3). Затем производится нагрев собранной прессформы. Нагрев осуществляется с помощью электрического нагревателя сопротивления до необходимой температуры, которая поддерживается с помощью автоматической системы регулирования.

Продолжительность нагрева до требуемой температуры, когда температура заготовки T_3 равна температуре прессформы T_ϕ , составляет не менее 25...30 мин. После выравнивания T_3 и T_ϕ , прессформа устанавливается на плиту гидравлического пресса усилием 10 тс и производится штамповка-вытяжка изделия. Зафиксировав вытяжной пуансон в нижнем положении, производится выдержка изделия в прессформе с одновременным охлаждением до температуры вторичного релаксационного перехода, ближайшего к T_c , – для аморфных полимеров и температуры предплавления T_1 – для кристаллизующихся полимеров. После этого размыкается прессформа и извлекается изделие.

Порядок работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с работой пресса и испытательной ячейкой для листовой штамповки термопластов.

2. По заданию преподавателя выбрать полимер для последующей штамповки. Изготовить заготовки-диски термопласта с размерами $D_3 = 58$ мм и $S = 6$ мм.

3. По таблице 5.1 выбрать характерные температуры T_c или $T_{пл}$ для заданного полимера и подсчитать температуры:

$$T_3 = T_\phi = T_c(T_{пл}) - (5 - 7) \text{ } ^\circ\text{C}.$$

4. По рекомендации преподавателя, используя данные лабораторных работ 1 и 2, назначить температуру T_1 для заданного полимера. Проверить соотношение Бойера

$$\frac{T_1}{T_c(T_{пл})} = 0,75 \pm 0,15.$$

5. Выбрать пуансон, обеспечивающий степень вытяжки $\alpha = 1,8$.

6. Собрать испытательную ячейку с заготовкой полимера и включить нагрев термокамеры. Температуру в ячейке контролировать при помощи термopары и потенциометра ПП-63, 7. После выравнивания температуры $T_3 = T_\phi$ и термостатирования ячейки в течение 30 мин, установить прессформу на плиту пресса.

7. Провести штамповку-вытяжку изделий при разных значениях $\alpha = 1,8; 2,6; 2,9$ и $3,5$, меняя пуансон, строго в соответствии с методическими указаниями к работе с последующим охлаждением ячейки до температуры T_1 . Давление вытяжки обеспечить $P_\phi = 20$ МПа. Процесс штамповки-вытяжки изделия при каждом значении α проводится три раза.

8. После извлечения изделия и охлаждения в течение 30 мин измерить внешний диаметр "стакана" штангенциркулем, подсчитать технологическую усадку по формуле (5.1) (лабораторная работа 7).

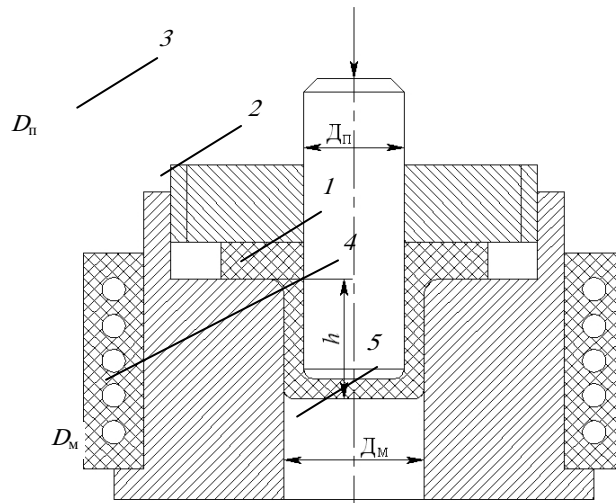


Рис. 6.1. Схема испытательной пресс-формы для листовой штамповки с глубокой вытяжкой термопластов:

1 – матрица; 2 – прижимная шайба; 3 – пуансон; 4 – изделие;
5 – электронагреватель

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Описание работы установки и схемы испытательной ячейки.
3. Протокол измерений по примеру таблицы 6.1.
4. Краткая характеристика внешнего вида изделия с указанием возможных дефектов поверхности.
5. Расчёт технологической усадки U_L по формуле (5.1) для каждого значения α . Подсчитать среднеарифметическое значение усадки $L U$.
6. Выводы с указанием рекомендаций по качеству изделия.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные технологические параметры твёрдофазной листовой штамповки термопластов.
2. Чем отличается параметр степень вытяжки α от глубины вытяжки h полимера при листовой штамповке?
3. Как определяется средняя технологическая усадка при листовой штамповке термопласта?
4. Как определяется предельная (критическая) степень вытяжки α термопласта при листовой штамповке?
5. Чем отличается холодная листовая штамповка от твёрдофазной листовой штамповки термопласта?
6. Как выбрать характерные температуры T_3 , T_ϕ и T_1 при листовой штамповке полимера?

Литература: [2, 3, 22].

7. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРОВ И КОМПОЗИТОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ДАВЛЕНИЕМ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ

Все исследуемые методы низкотемпературного формования термопластов имеют сходство в том, что механические свойства готовых изделий заметно улучшаются по сравнению с исходным материалом [2, 3, 22]. Изделия, полученные объёмной штамповкой, отличаются особенно большой прочностью, твёрдостью, повышенным сопротивлением ползучести при сжимающих нагрузках. Изучение стойкости ПЭВП, ПЭНП, СВМПЭ и ПП к абразивному износу показало, что образцы, полученные методами твёрдофазной технологии, имеют большую стойкость к износу, чем образцы, полученные по традиционной технологии [2]. Зубчатые колёса, полученные этим способом, диаметром 250 мм с толщиной обода 55 мм из ПА выдерживают нагрузки в 1,5 тс.

Экспериментальные данные по изучению физико-механических свойств полимерных сплавов после твёрдофазной экструзии свидетельствуют о существенном увеличении прочностных показателей материалов [2, 23]. При этом отмечен анизотропный характер упрочнения. В случае твёрдофазной экструзии прочность материала возрастает в направлении деформирования и почти не изменяется в поперечном. Очевидно, это явление связано с интенсивным развитием ориентационных процессов при пластическом деформировании полимера в поле механических сил, что подтверждается данными рентгеноструктурного анализа и исследованиями ориентационных явлений экструдатов методами построения диаграмм изометрического нагрева и кривых усадки при отжиге [22]. Не меньшую роль вносят и структурные превращения, протекающие в полимерах при пластическом течении в условиях высоких давлений [24].

Анализ полученных экспериментальных данных показал, что предел текучести σ_T в направлении ориентации у образцов, полученных выдавливанием при $T < T_c$, возрастает незначительно (на 10...20 %) по сравнению с исходными образцами, в то же время разрушающее напряжение при растяжении σ_p и срезе σ_c ПВХ-сплавов, прошедших твёрдофазную экструзию, возрастает в 2 – 2,5 раза [2].

Особенно резкий эффект упрочнения удалось обнаружить при определении ударной вязкости материалов на основе ПВХ, полученных прессовым выдавливанием при $T < T_c$ (рис. 7.1). Ударная вязкость с надрезом по Динстату образцов, вырезанных из экструдатов вдоль ориентации, увеличивается в 10 – 30 раз по сравнению с исходными образцами. Ударная вязкость образцов, вырезанных в направлении, перпендикулярном оси ориентации, практически не изменяется по сравнению с исходными, что отчётливо свидетельствует о решающем влиянии ориентационных процессов на физико-механические свойства изделий и материалов, полученных при $T < T_c$.

Изменение прочности полимера в условиях твёрдофазной экструзии можно объяснить с позиций развиваемых представлений о механизме пластической деформации в условиях высоких давлений, изложенных в [24]. Прочность аморфного полимера в значительной мере определяется наличием в нём различного рода дефектов (микротрещин, микропор и т.п.). Присутствие большого количества микропор в исходных литых образцах полимера и их "залечивание" при твёрдофазной экструзии, вероятно, объясняет характер изменения параметров σ_p , σ_c и при различных T_3 . Эффективность залечивания дефектов увеличивается с ростом давления [2, 24], поэтому при уменьшении $T_{экс}$, которое сопровождается повышением необходимого давления выдавливания, прочностные показатели полимера увеличиваются. Таким образом, сдвиговое деформирование полимера при наложении гидростатического давления в условиях твёрдофазной экструзии сопровождается повышением прочности материала за счёт снижения концентрации микротрещин в объёме полимера, а также за счёт уменьшения дефектности структуры деформированных образцов в сравнении с обычным упрочнением материала в условиях ориентационной вытяжки [2].

Долговременная прочность σ_T и долговечность $Ig \tau$ экструдатов из ПВХ и ПС, полученных прессовым выдавливанием $T < T_c$, соответственно в 2 и 10 раз выше, чем у образцов, полученных по традиционной технологии через стадию расплава (рис. 7.2).

В отличие от стеклообразных полимеров, для кристаллизующихся полимерных сплавов максимальные прочностные показатели достигаются при пластическом деформировании в режиме твёрдофазной экструзии в области предплавления, т.е. в температурном интервале $T_1 - T_{пл}$, где создаётся высший организационный порядок

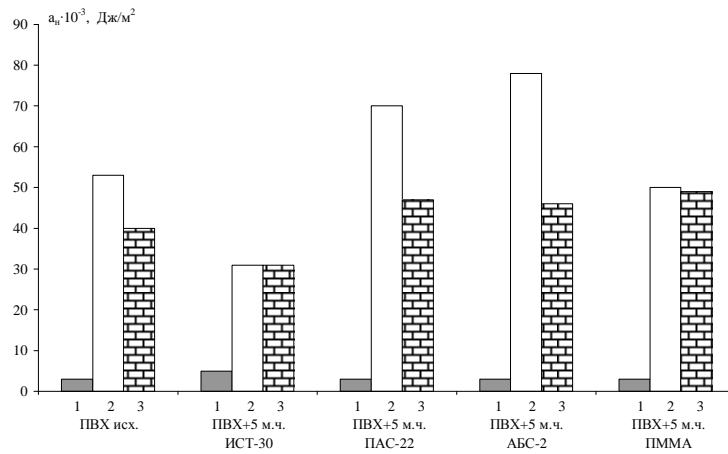


Рис. 7.1 Диаграмма изменения ударной вязкости исходного (\mathcal{L}) и экструдированного при 293 К (\mathcal{Z}) и 333 К (\mathcal{J}) материалов на основе ПВХ: параметр $\lambda_{\text{экс}} = 2,7$. Температура испытания – 293 К

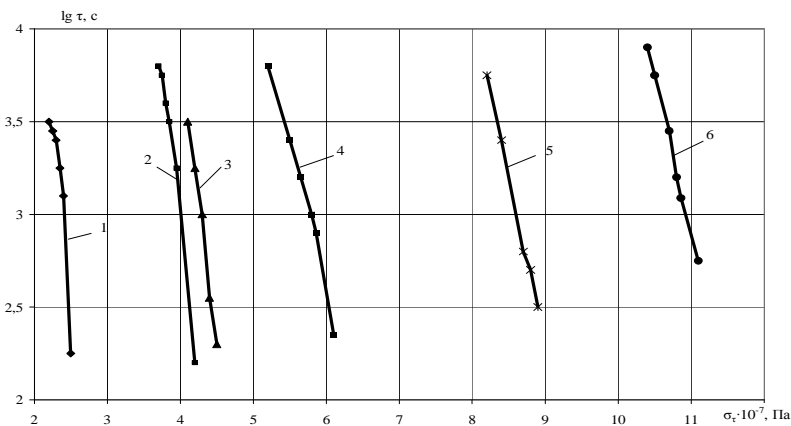


Рис. 7.2 Зависимость долговечности при разрыве $\lg \tau$ от приложенного напряжения σ образцов из ударопрочного ПС (\mathcal{Z} , \mathcal{J}), ПВХ (\mathcal{A} , \mathcal{B}) и системы ПВХ + 5 м.ч. ИСТ-30 (\mathcal{J} , \mathcal{J}) при 298 К:

1, 3, 4 – образцы получены шнековой экструзией;

2 – образцы изготовлены экструзией при 343 К; 5, 6 – образцы изготовлены экструзией при 333 К и степени обжатия $\lambda = 2,42$

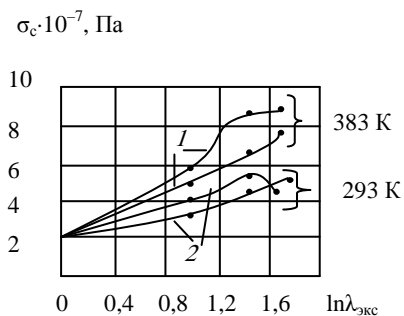


Рис. 7.3. Зависимость прочности при срезе σ_c экструдатов из ПЭВП (\mathcal{Z}) и ПЭВП +2 м.ч. ИСТ – 30 (\mathcal{J}) от истинной деформации $\ln \lambda_{\text{экс}}$ при различных температурах экструзии [9]

в надмолекулярной структуре, связанный с предпереходными физико-химическими процессами в полимере, и формируется мелкокристаллитная, подвижная, механически однородная структура [2, 27].

Экспериментальными исследованиями процесса твёрдофазной экструзии легированных ПА и ПЭ-сплавов показано, что создание ориентационного порядка в кристаллизующихся полимерных системах заметно улучшает их прочностные и упругие свойства. Результаты исследования прочностных и упругих характеристик исходного

и легированного ПЭ показали, что твёрдофазная экструзия приводит к увеличению модуля упругости образцов до 3,5 раз, разрывной прочности σ_r и прочности при срезе σ_c до 3–4 раз (рис. 7.3).

Образцам из исходного и легированного ПЭ присуща анизотропия прочностных свойств, которая является следствием одноосной ориентации в процессе твёрдофазной экструзии.

Кроме улучшения физико-механических показателей, изделия, полученные объёмной штамповкой, имеют незначительную усадку по сравнению с усадкой при литье под давлением. Усадка изделий, полученных методами твёрдофазной технологии, составляет 0,25 усадки при литье под давлением. Кроме того, такие изделия обладают более высокой размерной стабильностью.

Теплостойкость является важнейшим критерием, определяющим работоспособность полимерных изделий, полученных методами пластического деформирования. В связи с тем, что при нагревании до T_c и выше может реализоваться потенциальная возможность высокоэластического восстановления, нами оценивалась температурная область работоспособности изделий после твёрдофазной экструзии путём снятия кривых усадки методом линейной дилатометрии, при помощи построения диаграмм изометрического нагрева и при анализе термомеханических кривых усадки.

Построение кривых усадки образцов, прошедших твёрдофазную экструзию важно для понимания механизмов пластической деформации в твёрдой фазе в свете развиваемых представлений о процессах деформации в стеклообразных полимерах [19, 20, 22], а также о структурных превращениях в условиях ВД+СД [2].

Твёрдофазные технологии переработки полимерных композитов, основанные на пластической деформации в условиях высокого гидростатического давления являются прогрессирующими энергосберегающими технологиями. Наряду с этим твёрдофазные технологии переработки полимерных композитов позволяют существенно улучшить не только прочностные, а и диффузионные показатели готовых изделий, что в целом ряде случаев делает указанную технологию незаменимой.

Полимерные композиты на протяжении всего технологического процесса изготовления контактируют с рядом низкомолекулярных соединений, которые необходимо удалять для обеспечения требуемого качества готовой продукции. Наиболее распространённым из них является вода. Особый интерес к проблеме взаимодействия полимеров и полимерных композитов с водой вызван практической значимостью вопроса, так как вода постоянно присутствует при реальных условиях изготовления и эксплуатации изделий.

Одним из инструментальных методов исследования структуры полимеров и композитов на их основе является определение проницаемости и диффузионных свойств материалов при различных этапах переработки полимерного сырья [31]. Диффузионные свойства полимерных материалов в значительной мере определяются их состоянием. В высокоэластичном состоянии значительная сегментальная подвижность определяет скорость протекания процесса диффузии и относительно большие значения коэффициента диффузии. В стеклообразном состоянии заторможенные сегменты полимерной матрицы на несколько порядков уменьшают коэффициент диффузии. Также на диффузию в полимерах значительное воздействие оказывает степень кристалличности, размеры кристаллитов и их расположение, ориентирование макромолекул полимера. Влияние свойств полимеров на свойства полимерных композитов на их основе является доминирующим. Однако и технологические добавки могут в значительной степени влиять, например, на сорбционные и диффузионные характеристики полимерных композитов.

Полученные экспериментальные данные по диффузионным свойствам полимерных композитов позволяют оценивать структурные изменения в полимерных материалах при тех или иных воздействиях, в частности, при переработке методами литья под давлением, прессованием и методами твёрдофазной технологии и прогнозировать оптимальные режимы твёрдофазной технологии переработки полимерных композитов.

Лабораторная работа 12

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ И УДАРНОЙ ВЯЗКОСТИ ТЕРМОПЛАСТОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ИХ ДАВЛЕНИЕМ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ

Цель работы: оценка прочности и ударной вязкости образцов термопласта в зависимости от параметров твёрдофазной экструзии.

Оборудование и принадлежности: разрывная машина ЦМГИ-250; копер для оценки ударной вязкости полимера; термометр; миниатюрная термокамера; потенциометр ПП-63; приспособление "вилка" для испытания образцов на срез; термopара; образцы полимера.

Методические указания

Разрушающее напряжение при разрыве σ_p определяется на разрывной машине ЦМГИ-250, оснащённой миниатюрной термокамерой в температурном интервале $T_{293} - T_c(T_{пл})$. Скорость перемещения зажимов 2,2 мм/с. Образцами служат прутки термопласта диаметром 5 мм и длиной 100 мм.

Прочность при срезающих напряжениях σ_c исходных и полученных в режиме ТФЭ полимерных экструдатов определяется на разрывной машине ЦМГИ-250 при помощи специального приспособления "вилка". Температурный интервал испытания $T_{293} - T_c(T_{пл})$. Испытывают исходные и полученный ТФЭ образцы диаметром

3 мм. Срез проводится в направлении перпендикулярном оси ориентации. Каждую экспериментальную точку рассчитывают по данным испытания пяти образцов.

Ударная вязкость **a** определяется на копре с максимальной энергией молота 0,49 Дж при цене деления шкалы прибора $9,8 \times 10^{-4}$ Дж. Температура испытания 298 К. Образцами служат цилиндрические прутки диаметром 5 мм и длиной 50 мм. Глубина надреза составляет 0,5 диаметра прутка. Каждую экспериментальную точку рассчитывают по данным испытания пяти образцов.

Ударная вязкость с надрезом измеряется также по стандартной методике на приборе "Динстат" после термостатирования образцов в термошкафу. Образцы размером 15×10×2 мм готовятся механической обработкой исходных заготовок.

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с работой лабораторных установок по определению прочностных свойств термопластов.

2. По заданию преподавателя выбрать полимер для испытаний и изготовить образцы для оценки прочности и ударной вязкости в соответствии с методическими указаниями к работе.

3. Провести испытания по оценке прочностных свойств в условиях одноосного растяжения и срезающих напряжений исходных образцов и образцов после ТФЭ на разрывной машине ЦМГИ-250. Температуру испытания поддерживать при помощи специальной миниатюрной термокамеры, автотрансформатора, термопары и потенциометра ПП-63. Время термостатирования образца до испытания – 15 мин. Температура испытания исходных образцов полимера и образцов, полученных при различных $\lambda_{экс}$ и $T_{экс}$, назначается по рекомендациям преподавателя.

4. Построить графики зависимостей σ_p и σ_c от $\lambda_{экс}$ и $T_{экс}$ при различных температурах испытания в сравнении с данными испытаний исходного термопласта.

5. Провести испытания по определению ударной вязкости исходных образцов и образцов термопласта после ТФЭ при различных параметрах выдавливания ($\lambda_{экс}$ и $T_{экс}$). Испытания провести на двух различных копрах строго в соответствии с методическими указаниями к работе.

6. Результаты испытаний оформить в виде циклограммы (см. рис. 7.1) зависимости ударной вязкости исходного полимера и образцов после ТФЭ при различных параметрах ($\lambda_{экс}$ и $T_{экс}$). Сравнить данные испытаний **a**, полученных на различных лабораторных установках.

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.

2. Краткое описание лабораторных установок и характеристик полимера исходного и после обработки в режиме ТФЭ с технологическими параметрами экструзии ($\lambda_{экс}$, $T_{экс}$, скорость выдавливания).

3. Протокол измерений в виде таблицы.

4. Графические зависимости $\sigma_p = f(\lambda_{экс}, T_{экс})$ и $\sigma_c = f(\lambda_{экс}, T_{экс})$, полученные при различных температурах испытания.

5. Циклограммы зависимости **a** = $f(\lambda_{экс}, T_{экс})$ в сравнении с данными для исходного полимера. Привести циклограммы, построенные по данным испытаний на двух различных лабораторных установках.

6. Выводы со сравнительной характеристикой показателей прочности и ударной вязкости исходных образцов и образцов термопласта, полученных методом ТФЭ.

Контрольные вопросы

1. Назовите основные физические и структурные механизмы повышения прочностных показателей стеклообразных полимеров в процессе обработки их в режиме ТФЭ.

2. Объясните роль температуры и давления в данном физическом механизме.

3. Назовите физические механизмы, лежащие в основе повышения прочностных свойств в кристаллизующихся полимерах в процессах обработки их давлением в твёрдой фазе.

4. В чём заключается анизотропия прочностных свойств образцов термопласта после обработке их ТФЭ?

5. Объясните характер изменения прочностных свойств термопласта в зависимости от параметра $\lambda_{экс}$ при постоянной $T_{экс}$.

Литература: [2, 3, 7, 22, 27, 35].

Лабораторная работа 13

ИЗУЧЕНИЕ ДОЛГОВЕЧНОСТИ И ДОЛГОВРЕМЕННОЙ ПРОЧНОСТИ ТЕРМОПЛАСТОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ИХ МЕТОДАМИ ТВЁРДОФАЗНОЙ ТЕХНОЛОГИИ

Цель работы: определение долговечности и долговременной прочности образцов термопласта в зависимости от технологических параметров обработки их давлением в твёрдой фазе.

Лабораторные установки и принадлежности: лабораторная установка для изучения долговечности термопластов при постоянном одноосном напряжении σ ; консистометр Хепплера; экспериментальная ячейка для оценки долговечности полимеров в условиях среза; система автоматического регулирования температуры в камере; потенциометр ПП-63; термомпара; образцы полимера.

Методические указания

Долговечность при разрушении экструдатов полимеров изучается на многопозиционном стенде, конструкция которого описана в работах [43, 45, 51], в условиях одноосного растяжения под действием постоянных напряжений. Постоянство приложенного напряжения σ достигается за счёт специальной формы рычага (улитка Журкова), на которой подвешивается груз (рис. 7.4). Температура испытания 298 К.

Для испытаний применяют образцы, выдавленные через фильеру в режиме ТФЭ, диаметром 2–3 мм. Долговечность определяется на образцах с надрезом глубиной 0,5 мм, полученных при различных $\lambda_{\text{экс}}$ и $T_{\text{экс}}$. Экспериментальные точки получают по данным испытаний 5 – 8 образцов.

Полученные результаты оформляются в виде зависимости $\lg t$ от σ образцов заданного полимера после обработки их в условиях ТФЭ при различных значениях $\lambda_{\text{экс}}$ и $T_{\text{экс}}$ (рис. 7.2).

Для получения надёжных результатов зависимости логарифма долговечности при разрыве $\lg t$ от приложенного напряжения σ образцов полимера, указанные зависимости определяются не менее чем при 4 – 6 различных σ . Все полученные экспериментальные данные подвергаются статистической обработке по ГОСТ 14359–69 (см. разд. 2 "Общие методические указания...").

Долговечность и долговременная прочность заданного полимера оцениваются в условиях различных срезающих напряжений σ_c в специальном приспособлении на консистометре Хепплера (рис. 7.5) [10].

Срез производится с помощью срезающего цилиндра по его образующей. Диаметр срезающего цилиндрического штока равен 5 мм. Размер образцов $10 \times 10 \times 0,5$ мм. Каждую экспериментальную точку рассчитывают по данным испытаний 5 – 8 образцов.

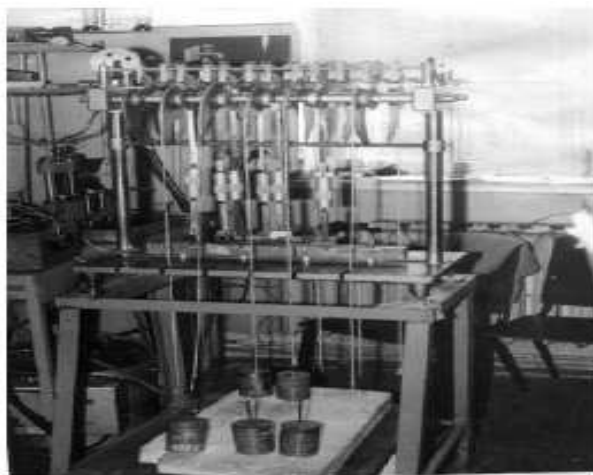


Рис. 7.4. Лабораторная установка для определения долговечности полимеров в условиях одноосного нагружения [2]

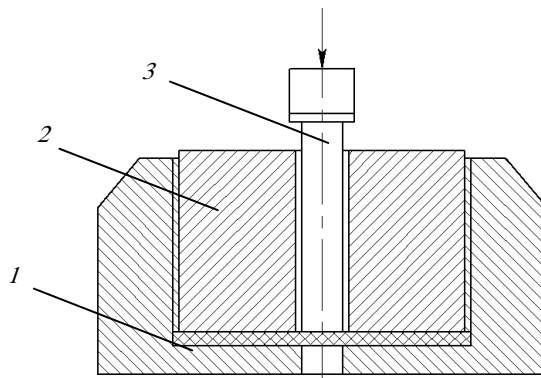


Рис. 7.5. Схема испытательной ячейки для определения долговременной прочности полимера в условиях среза:
1 – образец; 2 – форма; 3 – шток
Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с работой лабораторных установок для изучения долговечности полимеров.
2. По заданию преподавателя выбрать полимер для испытания и приготовить образцы в соответствии с методическими указаниями к работе.
3. Провести испытания на многопозиционном стенде по оценке долговечности заданного полимера в условиях одноосного растяжения при комнатной температуре. В качестве образцов использовать экструдаты термопласта, полученные при различных $T_{\text{экс}}$ и постоянном $\lambda_{\text{экс}}$ в сравнении с образцами до ТФЭ. Полученные значения $\lg t$ при $\sigma = \text{const}$ в зависимости от $T_{\text{экс}}$ и $\lambda_{\text{экс}}$ занести в протокол измерений.
4. Построить зависимости $\lg t$ от σ для исходных образцов и образцов термопласта после ТФЭ при различных $T_{\text{экс}}$ и $\lambda_{\text{экс}}$ по примеру рис. 7.2.
5. Провести испытания по измерению величины долговечности $\lg t$ при $\sigma_c = \text{const}$ на консистометре Хепплера при различных температурах испытания $T_{\text{исп}}$ в ячейке рис. 7.5. Для этого проводятся операции по пп. 2 – 7 "Порядка выполнения работы" лабораторной работы 2 с использованием цилиндрического штока диаметром 5 мм и различной нагрузки (по рекомендации преподавателя). Образцы с размерами $10 \times 10 \times 0,5$ мм вырезаются из готовых изделий, полученных в лабораторной работе 7.
6. Построить графические зависимости $\lg t = f(\sigma_c)$ при различных температурах испытания $T_{\text{исп}}$ для заданного исходного полимера и образцов после объёмной штамповки.
7. Выполнить статистическую обработку результатов испытаний долговечности заданного полимера в соответствии с ГОСТ 14359–69 по примеру разделе 2 "Общие методические указания...".

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Описание лабораторных установок и порядка выполнения испытаний.
3. Протокол измерений в виде таблицы t .
4. Графические зависимости $\lg t = f(\sigma_p)$ и $\lg t = f(\sigma_c)$, полученные при различных температурах испытания для исходных образцов и образцов, обработанных методами ТФЭ и ОШ.
5. Результаты статистической обработки полученных данных испытаний в соответствии с ГОСТ 14359–69.
6. Выводы с сравнительным анализом показаний долговечности и долговременной прочности образцов термопласта, прошедших обработку ТФЭ, ОШ и исходных образцов.

Контрольные вопросы

1. Дать определение долговечности и долговременной прочности полимеров.
2. Назовите физические механизмы, лежащие в основе повышения долговечности и долговременной прочности полимеров в результате обработки их в твёрдой фазе.
3. Как влияет величина $\lambda_{\text{экс}}$ на показатели долговечности полимера, прошедшего ТФЭ?
4. Роль температуры $T_{\text{экс}}$ в повышении долговечности аморфного и кристаллизующегося полимера?
5. Как влияет температура испытания на величину долговечности полимера?

Литература: [2, 10, 14].

Лабораторная работа 14

ТЕПЛОСТОЙКОСТЬ И ОСТАТОЧНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ В ПОЛИМЕРЕ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ДАВЛЕНИЕМ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ

Цель работы. определение теплостойкости и уровня остаточных напряжений в полимере в зависимости от технологических параметров твёрдофазной экструзии и объёмной штамповки.

Лабораторные установки и приспособления. линейный дилатометр; консистометр Хепплера; лабораторная установка для снятия диаграмм изометрического нагрева (ДИН); термopара; ПЭВМ; аналого-цифровой преобразователь Е-270; образцы полимера.

Методические указания

Создание композиционных полимеров с повышенными качественными показателями требует тщательного исследования структуры, молекулярного строения, релаксационных и физико-механических свойств исходных полимерных материалов и композитов, полученных на их основе.

В большей степени это касается материалов, прошедших обработку давлением в твёрдой фазе, в результате которой материал становится ориентированным. Одними из важнейших эксплуатационных свойств таких материалов являются теплостойкость и уровень внутренних напряжений.

Теплостойкость определяется по данным изучения усадки выдавленных экструдатов при отжиге на линейном дилатометре со скоростью подъёма температуры 1–2 °С/мин. Кривые усадки имеют два ярко выраженных участка – термического расширения и сокращения образца за счёт внутренних ориентационных напряжений (рис. 7.6).

За теплостойкость принимаются температура $T_{тп}$, при которой наблюдается излом кривой усадки образца в конце участка термического расширения.

Для определения внутренних ориентационных напряжений σ и величины теплостойкости $T_{тп}$ в экструдатах, полученных твёрдофазной экструзией (ТФЭ), использовали метод построения диаграмм изометрического нагрева (ДИН). Исследования проводили на экспериментальной установке (рис. 7.7) при использовании специально разработанной программы сбора данных [32].

Здесь материал в виде цилиндрического прутка 1 закрепляется в зажиме 2 снизу и жестко прикрепляется верхней частью к тяге 3 так, чтобы осуществлялась наиболее точная регистрация изменения длины образца. Тяга, прикрепленная к образцу, выполнена из упругого материала и действует, в свою очередь, на упругий элемент с тензодатчиком 4.

Таким образом, возникающие усилия воспринимаются заранее протарированными тензодатчиками, наклеенными на упругий элемент. Сигналы тензодатчиков усиливаются тензоусилителем и поступают для регистрации в АЦП (аналогово-цифровой преобразователь) Е-270, который преобразует входной аналоговый сигнал в

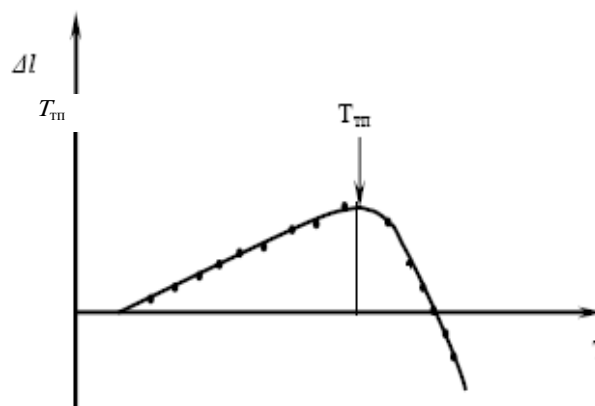


Рис. 7.6. Кривая усадки пластически деформированного образца полимера

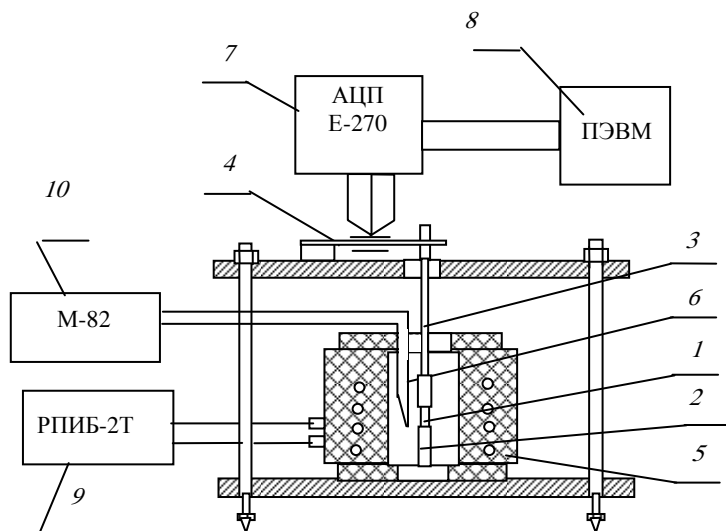


Рис. 7.7. Установка для определения внутренних ориентационных напряжений в полимерах:

1 – образец; 2 – зажим; 3 – тяга; 4 – упругий элемент с тензодатчиками;
 5 – нагреватель; 6 – термопара; 7 – аналогово-цифровой преобразователь АЦП E-270; 8 – компьютер; 9 – датчик температуры;
 10 – милливольтметр

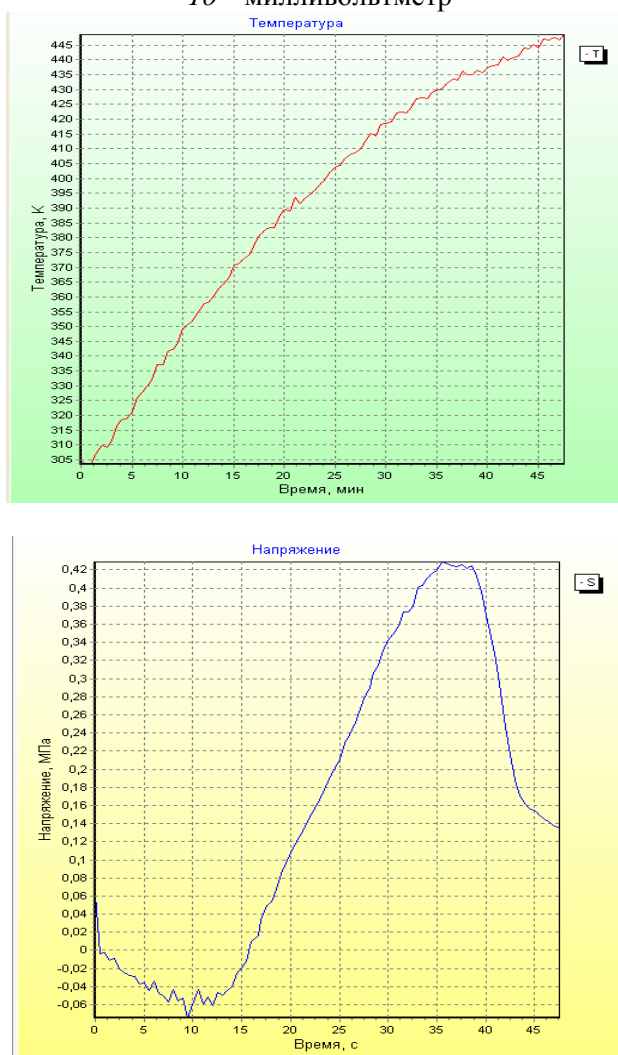


Рис. 7.8. Программа сбора данных.

Зависимость температуры от времени и напряжения от времени

8-битовой цифровой, который с помощью программы на ПЭВМ показывает результаты в графическом режиме (рис. 7.8). АЦП и ПЭВМ используются для сокращения времени, затрачиваемого на обработку результата, а также для достижения его более высокой точности.

При нагреве ориентированный в режиме твёрдофазной экструзии образец стремится сократить свою длину вследствие усадки. Упругий чувствительный элемент, соединённый с образцом, препятствует этому. Возникающее усилие воспринимается тензодатчиками, наклеёнными на упругий элемент. Установка снабжена термокамерой для нагрева образца со скоростью подъёма температуры $1,7 \dots 2 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{мин}$.

Программа сбора данных для измерительного модуля E-270 позволяет снимать такие величины, как температура T и напряжение σ для проведения их последующего анализа (рис. 7.9). Соединение устройства с компьютером осуществляется при помощи USB-порта. Датчики температуры и напряжения входят в состав одного блока устройства, называемого мезонином, как два независимых канала. Мезонин усиливает сигнал, делая его пригодным для измерения. Далее данные подвергаются аналогово-цифровому преобразованию и поступают в компьютер как цифровые значения [32].



Рис. 7.9. Программа сбора данных.

Зависимость напряжения от температуры

Программа позволяет строить как графики значения T и σ от времени для каждого канала отдельно, так и график напряжения от температуры. Полученные данные заносятся в таблицу с последующей возможностью копирования. Сбор данных осуществляется непрерывно с ожиданием ответа от устройства о готовности данных, поэтому он вынесен в отдельный поток программы.

Данная программа значительно улучшила и упростила эксперимент. При этом точность построения графика и обработки полученных результатов увеличилась. Во время эксперимента возможно изменение интервала получения результатов в пределах $0,1 \dots 600$ мин. Доступен механизм, позволяющий разбить весь цикл нагрева на зоны, в каждой из которых будет задаваться свой период снятия данных и название зоны.

Для разных материалов можно создать собственные группы зон и выбирать их в зависимости от эксперимента. Сбор данных осуществляется непрерывно с ожиданием ответа от устройства о готовности данных, поэтому он вынесен в отдельный поток программы. При работе возможны случайные сбои. Программа в данном случае повторяет попытки чтения несколько раз и если же нет результата, то программа оповещает о сбое.

Типичная диаграмма изометрического нагрева для СВМПЭ + + 1 м.ч. TiC после ТФЭ показана на рис. 7.10.

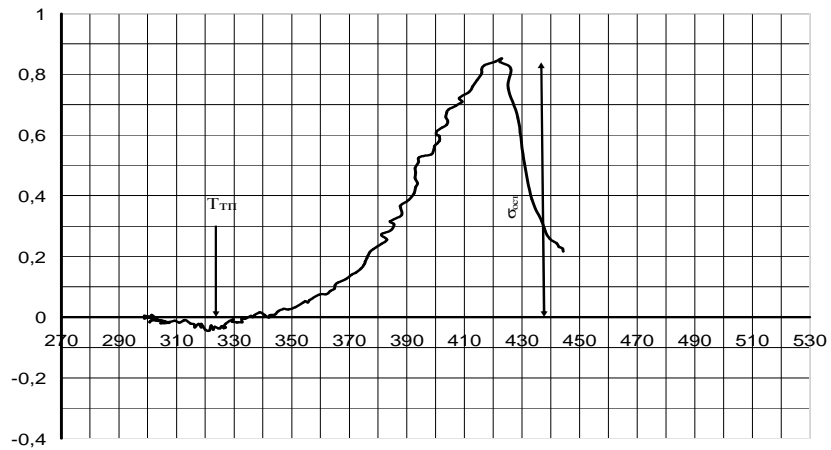


Рис. 7.10 Диаграмма изометрического нагрева образца СВМПЭ + 1 м.ч. ТiС, экструдированного при экструзионном отношении $\lambda = 2,52$ и температуре 359 К.

Скорость поднятия температуры 1,7 град/мин

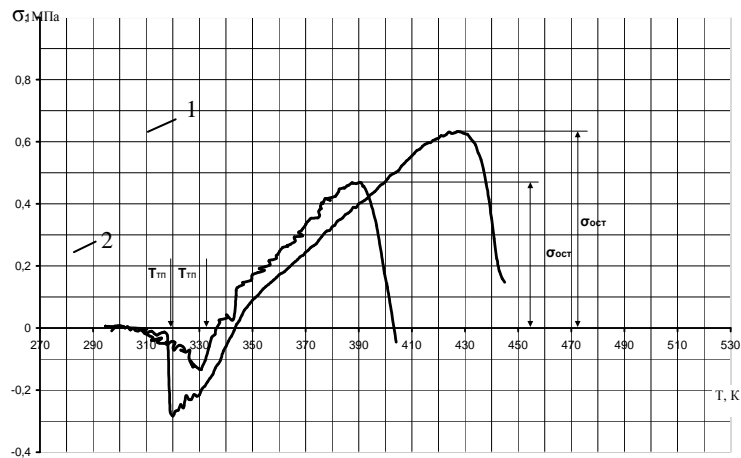


Рис. 7.11. Диаграммы изометрического нагрева (ДИН) образцов СВМПЭ (1) и СВМПЭ + 0,5 м.ч. УНМ (2), $T_{\text{экс}} = 295 \text{ К}$, $\lambda_{\text{экс}} = 2,52$

Скорость поднятия температуры 1,7 град/мин

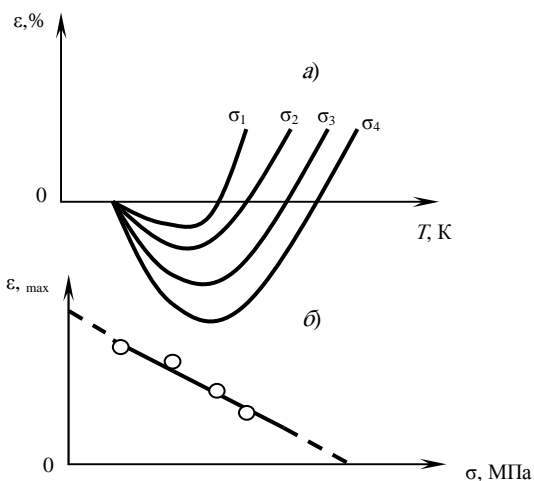


Рис. 7.12. Термомеханические кривые усадки экструдатов, снятые в направлении ориентации при различных растягивающих напряжениях ($\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3, \sigma_4$) (а) и зависимость усадки экструдатов, полученных твёрдофазной экструзией, от величины растягивающего напряжения σ (б)

вые имеют ярко выраженный минимум, высота которого меняется с изменением приложенного растягивающего напряжения. При этом используются специально приготовленные трубчатые экструдаты, которые помещаются в испытательный стакан консистометра Хепплера (рис. 7.13).

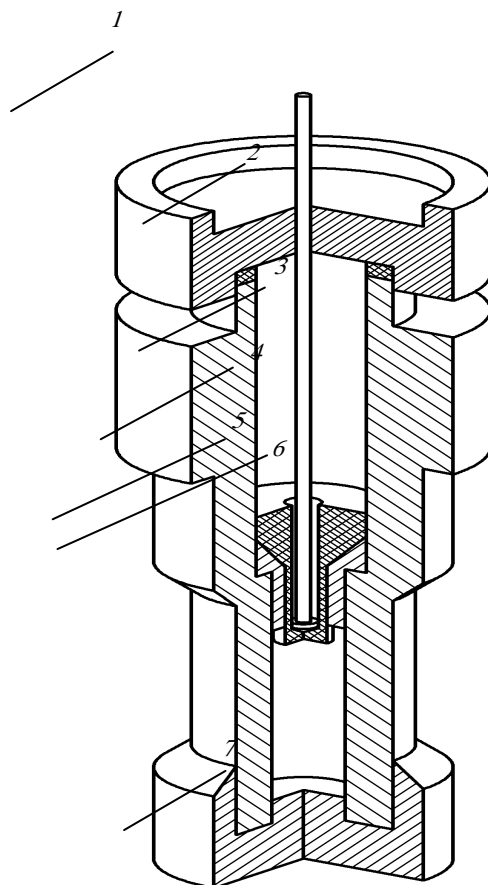


Рис. 7.13. Экспериментальная ячейка для снятия термомеханических кривых усадки экструдатов в консистометре Хепплера:

1 – шток; 2 – верхняя гайка; 3 – изолирующая прокладка; 4 – стакан;
5 – исследуемый образец; 6 – вкладыш; 7 – нижняя гайка

Используя зависимости $\varepsilon \% = f(T)$, строятся зависимости максимальной замороженной деформации, реализованной при определённом напряжении, от приложенного напряжения (рис. 7.12, б). Экстраполяцией на $\sigma = 0$ получают максимальную деформацию, развивающуюся в образце при твёрдофазной экструзии ε_{\max} , а экстраполяцией на $\varepsilon \% = 0$ максимальную величину внутренних ориентационных напряжений σ_{\max} .

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с работой лабораторных установок для определения теплостойкости и уровня остаточных напряжений в полимерах.

2. По рекомендации преподавателя выбрать полимер для испытания и отобрать образцы термопласта, прошедшего обработку ТФЭ.

3. Провести испытания по снятию дилатометрических кривых усадки образцов заданного термопласта после ТФЭ. Данные измерений занести в протокол испытаний.

4. Построить графические зависимости усадки полимера от температуры и определить температуру теплостойкости в зависимости от режимов ТФЭ ($\lambda_{\text{экс}}$; $T_{\text{экс}}$) по примеру рис. 7.6.

5. Провести испытания заданного образца полимера после ТФЭ на установке по снятию ДИН (рис. 7.7) строго в соответствии с методическими указаниями к работе. Данные занести в протокол измерений.

6. Построить график зависимости $\sigma = f(T)$ (см. рис. 7.11) для заданного полимера и определить величины $T_{\text{тп}}$ и $\sigma_{\text{ост}}$.

7. В соответствии с методическими указаниями провести испытания для снятия термомеханических кривых усадки заданного термопласта в консистометре Хепплера. При испытаниях использовать величины напряжений $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3, \sigma_4$ (рис. 7.12), заданных преподавателем.

8. Построить графики зависимости ε от σ (рис. 7.12, б) и определить максимальные значения ε_{\max} и σ_{\max} для заданного образца полимера экстраполяцией прямой на оси напряжений σ и деформации ε .

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Краткое описание лабораторных установок и порядка работы по определению температур $T_{тп}$ и уровня внутренних напряжений в полимере.
3. Протокол испытаний образцов полимера на трёх лабораторных установках.
4. Графические зависимости $\Delta l = f(T)$; $\sigma = f(T)$; $\varepsilon = f(T)$; $\varepsilon_{\max} = f(\sigma_{\max})$ по примеру рис. 7.6, 7.8 – 7.12.
5. Выводы с сравнительной характеристикой величины $T_{тп}$ и уровня внутренних ориентационных напряжений в образцах полимера, прошедшего обработку давлением в твёрдой фазе, полученных на различных лабораторных установках.

Контрольные вопросы

1. Дать определение теплостойкости полимеров.
2. Чем отличается технологическая усадка от ориентационной усадки в полимере?
3. Какие технологические параметры твёрдофазной обработки термопластов определяют уровень внутренних напряжений и величину теплостойкости полимера?

Литература: [4 – 6, 10, 14].

Лабораторная работа 15

ИЗУЧЕНИЕ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ ОРИЕНТАЦИОННОЙ УСАДКИ ПОЛИМЕРНЫХ СПЛАВОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ДАВЛЕНИЕМ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ

Цель работы: оценка влияния малых полимерных добавок на скорость релаксационных процессов ориентационной усадки образцов полимерного сплава, полученных ТФЭ.

Лабораторная установка, образцы и принадлежности: линейный дилатометр; образцы термопласта в виде экструдатов, полученных в режиме ТФЭ при одних значениях $\lambda_{экс}$ и $T_{экс}$, но с разным содержанием полимерной добавки (термоэластопласта ИСТ-30 и ДСТ-30).

Методические указания

Качественную оценку скорости протекания релаксационных процессов при введении в полимер различных легирующих добавок проводится на основании изучения ориентационной усадки экструдатов, полученных твёрдофазной экструзией, с применением принципа температурно-временной суперпозиции. Основанием для данного подхода служит тот факт, что усадка при отжиге является функцией не только температуры, но и времени, т.е. имеет релаксационную природу [10, 30].

При отжиге проявляется обратимый характер замороженной в процессе твёрдофазной экструзии пластической деформации. Учитывая релаксационную природу этого явления, можно оценить легирующее действие термоэластопластов (ТЭП), построив обобщенные кривые усадки образцов, полученных твёрдофазной экструзией.

Кривые усадки экструдатов, полученных ТФЭ, снятые в процессе отжига образцов при различных температурах на линейном дилатометре, параллельным переносом смещаются вдоль оси $\lg t$ в одну обобщённую кривую усадки U (рис. 7.11). Для каждой разности $T - T_0$ (температура отжига и температура приведения) определяется фактор сдвига $\lg a_T$, представляющий собой отношение времени релаксации при температуре T к времени релаксации при температуре приведения T_0 [1, 30]:

$$\lg a_T = \lg \frac{\tau_T}{\tau_{T_0}} = \lg \tau_T - \lg \tau_{T_0}. \quad (7.1)$$

Полученные данные используются для расчёта констант C_1 и C_2 уравнения Вильямс – Лэндела – Ферри [30] для экструдированных образцов различного состава по формуле

$$\lg a_T = -\frac{C_1(T - T_0)}{C_2(T - T_0)}. \quad (7.2)$$

Полученные данные обрабатываются в виде зависимостей $\lg a_T$, C_1 и C_2 от количества добавок, по которым оценивается их влияние на скорость релаксации (рис. 7.12 и 7.13).

Как известно, чем больше величина сдвига, тем в большей степени уменьшается время релаксации [30]. Из рисунков 7.12 и 7.13 следует, что при введении в ПС ТЭП $\lg a_T$ увеличивается по абсолютному значению, а коэффициент C_2 уменьшается при содержании ТЭП до 5 м.ч. Это свидетельствует об увеличении скорости релаксационных процессов в легированном полимере.

Аналогичные зависимости проявления усадочных явлений отмечаются после твёрдофазной экструзии других стеклообразных полимеров (ПВХ, ПК) и их сплавов [10].

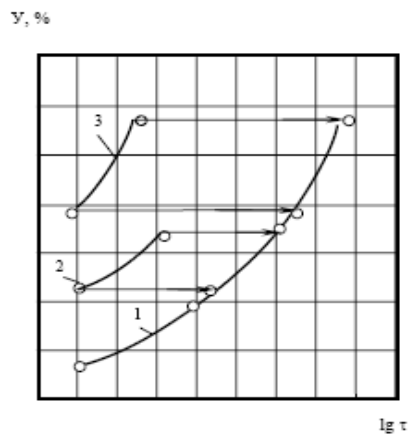


Рис. 7.11 Схема построения обобщённой кривой зависимости ориентационной усадки Y от $\lg \tau$ для экструдатов, полученных твердофазной экструзией из ПС при различных температурах отжига [9, 35]:

1 – 343 К; 2 – 353 К; 3 – 363 К;
температура приведения – 333 К

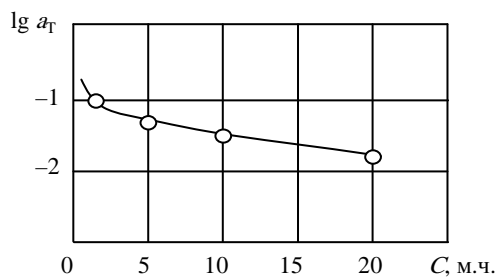


Рис. 7.12. Зависимость коэффициента приведения $\lg a_T$ от количества вводимых в ПС добавок ТЭП

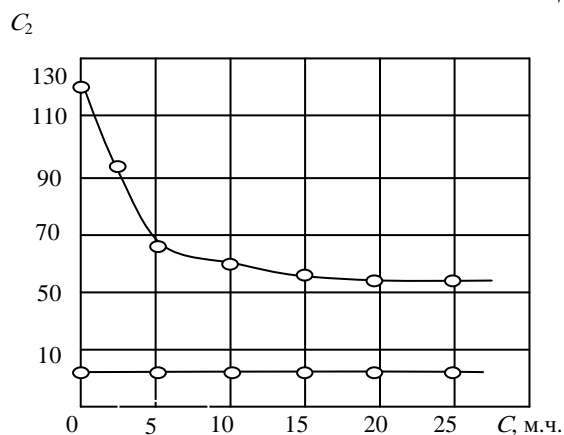


Рис. 7.13. Зависимость констант C_1 и C_2 от количества вводимых в ПС добавок ТЭП

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с работой лабораторных установок по приготовлению образцов в условиях ТФЭ и снятию кривых усадки при отжиге в режиме ползучести при заданной температуре отжига.

2. По заданию преподавателя выбрать полимерную систему для испытания и записать из табл. 7.1 значения температуры приведения T_0 и температуры отжига T_1 для данной полимерной системы.

7.1. Состав полимерного сплава и характерные температуры испытания, необходимые для обработки кривых усадки полимеров

№ пп	Полимерная система	Содержание ТЭП					Температура испытания			
		массовые части (м.ч.) ТЭП на 100 м.ч. полимера					T_0	T_1	T_1	T_1
1	ПС + ТЭП	0	1	2	5	10	33 3	34 3	35 3	36 3
2	ПЭВП + ТЭП	0	1	2	5	10	35 3	37 3	38 3	39 3
3	ПВХ + ТЭП	0	1	2	5	10	32 3	32 8	33 8	34 3

Примечание: состав ТЭП-ИСТ-30 (50 м.ч.) + ДСТ-30 (50 м.ч.)

3. Провести испытания по снятию кривых усадки в режиме отжига на линейном dilatометре выбранной полимерной системы для каждой температуры отжига T_1 . При этом в качестве образцов используются экструдаты, полученные ТФЭ при одних значениях $\lambda_{экс}$ и $T_{экс}$. Для каждого образца конкретного состава полимера снимается отдельная кривая усадки в режиме ползучести (рис. 7.11).

4. Построить кривые усадки $Y = f(\lg \tau)$ для каждой температуры отжига по примеру рис. 7.11 (кривые 1, 2, 3).

5. Параллельным переносом кривых 1, 2 и 3 вдоль оси $\lg \tau$ построить одну обобщённую кривую усадки $Y = f(\lg \tau)$ (рис. 7.11).

6. Для каждой кривой (1, 2, 3), т.е. для каждой разности $T_1 - T_0$ подсчитать фактор сдвига $\lg a_T$ по формуле (7.1) и коэффициенты C_1 и C_2 по формуле (7.2).

7. Построить графические зависимости $\lg a_T = f(C)$; $C_1 = f(C)$; $C_2 = f(C)$ для оценки влияния полимерных добавок на скорость релаксационных процессов ориентационной усадки экструдатов, полученных ТФЭ [94].

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Краткое описание порядка работы по снятию dilatометрических кривых усадки твёрдофазных экструдатов в режиме отжига, построению обобщённой кривой $Y = f(\lg \tau)$, расчёта фактора сдвига $\lg a_T$ и коэффициентов C_1 и C_2 .
3. Протокол измерений.
4. Графические зависимости: $Y = f(\lg \tau)$; $\lg a_T = f(C)$; $C_1 = f(C)$; $C_2 = f(C)$.
5. Выводы с характеристикой полимерной системы "полимер + ТЭП" и влияния полимерных добавок на релаксационные процессы в полимерной системе.

Контрольные вопросы

1. Дать определение ориентационной усадки пластически деформированного полимера.
2. В чём заключается принцип температурно-временной суперпозиции, заложенный в основу данной лабораторной работы?
3. Какой физический смысл заложен в величину коэффициента приведения (фактор сдвига) $\lg a_T$?
4. С какой целью строится обобщённая кривая усадки $Y = f(\lg \tau)$ пластически деформированного полимера?
5. Какие коэффициенты предложенной методики характеризуют скорость релаксационных процессов в полимере?

Литература: [9, 30, 35].

Лабораторная работа 16

ТВЁРДОФАЗНАЯ ОБЪЁМНАЯ ШТАМПОВКА МЕТАЛЛОПОЛИМЕРНЫХ ПОДШИПНИКОВ СКОЛЬЖЕНИЯ С ОЦЕНКОЙ ИХ НАГРУЗОЧНОЙ СПОСОБНОСТИ

Цель работы: изучение процесса объёмной штамповки металлополимерных подшипников скольжения и оценка их нагрузочной способности.

Оборудование, приборы и принадлежности: гидравлический пресс усилием 10 тс; экспериментальная прессформа; экспериментальная ячейка для оценки нагрузочной способности металлополимерного подшипника скольжения; термошкаф; термокамера для прессформы; потенциометр ПП-63; термopара; штангенциркуль; металлическое кольцо (поз. 1, рис. 7.14); образцы-заготовки полимера.

Методические указания

Разработка и производство современных машин и технологического оборудования невозможны без широкого использования полимерных материалов и прогрессивных технологий их переработки.

Специфические, по сравнению с металлами, механические свойства, высокая удельная прочность, отличные антифрикционные показатели, высокая во многих случаях химическая стойкость делают полимерные материалы незаменимыми при решении ряда конструкционных проблем в различных отраслях машиностроения.

Применение современных конструкционных пластмасс и прогрессивных технологий их переработки обеспечивает не только бесшумность и безопасность конструкции, но и позволяет снизить массу машины, повысить её долговечность и надёжность и тем самым сэкономить трудовые, топливно-энергетические и материальные ресурсы [9, 34, 42, 46, 76 – 79].

Результаты исследований по объёмной штамповке металлополимерных подшипников скольжения с облицовкой из фторопласта-4, коксонаполненного фторопласта Ф4К20, поликарбоната ПК и графитонаполненного ПК для оборудования производств двойного суперфосфата и серной кислоты Уваровского химического завода обобщены в работах [9, 76]. При этом разработаны унифицированные конструкции подшипниковых узлов ленточного транспортёра и карусельного вакуумфилтра с применением химически стойких термопластов. Предложенные конструкции подшипников и технология их получения объёмной штамповкой позволяют существенно снизить отходы дорогостоящих полимерных материалов по сравнению с традиционной технологией.

Подшипник скольжения представляет собой металлическое кольцо с полимерной облицовкой (рис. 7.14). Такие металлополимерные вкладыши получают объёмной штамповкой заготовки термопласта в прессформе, в которую предварительно помещается металлическое кольцо (рис. 7.15). Размеры заготовки зависят от размеров конкретного изделия и подбираются экспериментально. При этом объём заготовки должен быть на 5–6 % больше объёма облицовки подшипника из-за объёмного сжатия и уплотнения материала под высоким давлением штамповки.

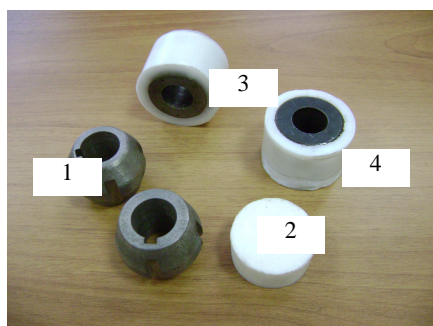


Рис. 7.14. Металлополимерные подшипники скольжения с облицовкой из фторопласта-4, полученные объёмной штамповкой:
1 – металлическое кольцо подшипника; 2 – исходная заготовка термопласта;
3, 4 – металлополимерные подшипники скольжения

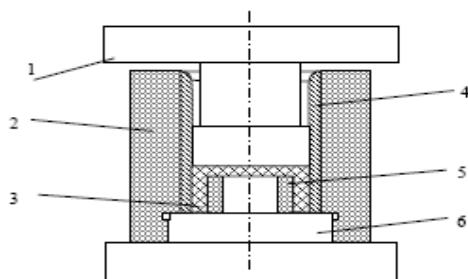


Рис. 7.15. Экспериментальная прессформа для объёмной штамповки металлополимерных подшипников скольжения:

1 – верхний пуансон; 2 – матрица; 3 – полимерная облицовка подшипника; 4 – стакан; 5 – металлическая обойма подшипника; 6 – нижний пуансон

Процесс штамповки проводится при различных температурах заготовки, прессформы, металлического кольца, однако качественные изделия получаются при нагреве металлического кольца вместе с заготовкой в термошкафу до необходимых температур с последующей штамповкой в соответствии с режимами, указанными в табл. 5.1. (лабораторная работа 7).

Нагрузочная способность металлополимерных подшипников скольжения оценивается по величине остаточной деформации полимерного слоя подшипника после выдержки его под определённым давлением на гидравлическом прессе. Металлополимерный вкладыш помещается между двумя полуцилиндрами и нагружается на гидравлическом прессе ТС-2165 в течение 30 с. После снятия нагрузки замеряется наружный диаметр полимерного слоя в направлении действия нагрузки и в перпендикулярном направлении. Результаты испытаний обрабатываются в виде зависимостей продольной ϵ поперечной остаточных деформаций полимерного слоя от удельного давления на подшипник. Для получения сравнительных данных аналогичные опыты проводятся с металлополимерным подшипником, у которого полимерный слой получен механической обработкой из блока термопласта и посажен на металлическое кольцо с натягом. Общий вид экспериментальной ячейки для оценки нагрузочной способности подшипника скольжения показан на рис. 7.16.

На рисунке 7.17 показан характер изменения остаточных деформаций и ϵ полимерного слоя подшипников из Ф-4 и Ф4К20, полученных

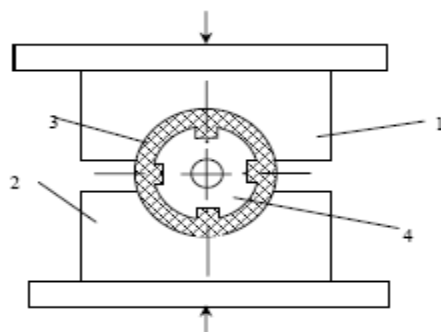


Рис. 7.16. Схема экспериментальной ячейки для оценки нагрузочной способности металлополимерного подшипника скольжения:

1 – верхнее полукольцо; 2 – нижнее полукольцо; 3 – полимерная облицовка подшипника; 4 – металлическая обойма подшипника

объёмной штамповкой в твёрдой фазе (кривые 1–4), а также подшипников с облицовкой из Ф-4, полученной механической обработкой из фторопласта-4 в состоянии поставки (кривые 5–6), в зависимости от удельного давления испытания. Из представленных экспериментальных данных следует, что величина остаточной деформации в направлении приложения нагрузки ϵ для штампованного Ф-4 и исходного Ф-4 в интервале удельных давлений $P_{уд}$ до 15 МПа практически одинакова и составляет около 1 % (кривые 1, 5). Дальнейшее увеличение нагрузки приводит к монотонному росту ϵ полимерного слоя штампованного подшипника и резкому увеличению остаточной деформации ϵ_1 подшипника из исходного Ф-4.

При сравнении нагрузочной способности металлополимерных подшипников, полученных различными способами, следует отметить, что штампованное полимерное покрытие из Ф-4 под нагрузкой имеет более высокую нагрузочную способность (кривые 1, 2), чем покрытие из исходного Ф-4 (кривые 5, 6). На нагрузочную способность штампованного подшипника оказывает влияние эффект "обжатия" металлического кольца полимерным покрытием при ориентационной усадке внутренних слоев полимера.

В качестве критерия нагрузочной способности металлофторопластового подшипника принята величина удельного давления, соответствующая резкому увеличению деформаций ϵ_1 и ϵ_2 (показано

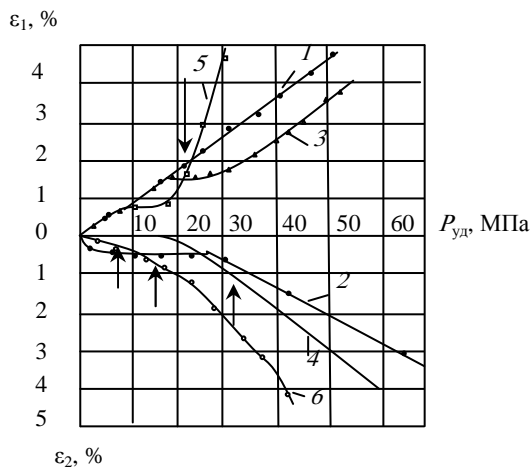


Рис. 7.17. Зависимость относительной деформации в прямом ϵ_1 и перпендикулярном ϵ_2 направлениях полимерного слоя различных металлополимерных подшипников от величины статического удельного давления:

1, 2 – штампованный подшипник из Ф-4; *3, 4* – штампованный подшипник из Ф4К20; *5, 6* – подшипник из исходного Ф-4, изготовленный механической обработкой блока полимера

стрелками). Как следует из рис. 7.17, таким удельным давлением для штампованного подшипника из Ф-4 является величина $P_{уд} = 20 \dots 25$ МПа, для Ф4К20 – $P_{уд} = 25 \dots 30$ МПа, а для металлополимерного подшипника из исходного Ф-4 $P_{уд} = 10 \dots 15$ МПа.

Порядок выполнения работы

1. С помощью лаборанта ознакомиться с порядком работы по изготовлению металлополимерных подшипников объёмной штамповкой с изотермическим отверждением за счёт высокого давления (см. лабораторную работу 7), а также методикой оценки нагрузочной способности готового изделия при помощи испытательной ячейки (рис. 7.16).

2. По рекомендации преподавателя выбрать полимер антифрикционного назначения (ПТФЭ, графитонаполненный фторопласт, коксонаполненный фторопласт Ф4К20, ПП, СВМПЭ, ПК, ПА и др.) для испытания и выписать необходимые технологические параметры штамповки материала из табл. 5.1 (лабораторная работа 7), а также из работы [9, с. 269].

3. Провести штамповку металлополимерного подшипника скольжения из выбранного материала по режиму с изотермическим отверждением полимера за счёт высокого давления строго в соответствии с методическими указаниями к работам 7 и 13.

4. С помощью лаборанта изготовить образцы металлополимерного подшипника скольжения из исходного полимера путём напрессовки полимерного кольца на металлическое кольцо (поз. 1, рис. 7.14). Температура напрессовки 293...298 К.

5. Провести испытания по снятию зависимости $\epsilon \% = f(P_{уд})$ на прессе усилием 10 тс в испытательной ячейке рис. 7.16 штампованного подшипника для оценки нагрузочной способности в сравнении с подшипником скольжения из исходного полимера. Температура испытания – 293...298 К. Результаты замера относительной деформации подшипника в прямом ϵ_1 и перпендикулярном направлениях ϵ_2 полимерного слоя готового подшипника занести в протокол измерений.

6. Построить графическую зависимость $\epsilon, \% = f(P_{уд})$ для штампованного подшипника и подшипника скольжения из исходного полимера.

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Подробное описание порядка работы по изготовлению металлополимерного подшипника штамповкой с изотермическим отверждением материала за счёт высокого давления. Указать технологические параметры штамповки заданного полимера.

3. Протокол измерений с данными технологических параметров штамповки и оценки нагрузочной способности готового подшипника

4. Графические зависимости $\varepsilon, \% = f(P_{уд})$ по примеру рис. 7.17.

5. Выводы с сравнительной характеристикой нагрузочной способности металлополимерного подшипника скольжения, полученного методами твёрдофазной технологии в условиях высокого давления и подшипника из исходного полимера.

Контрольные вопросы

1. Дать характеристику физическим процессам в полимерах, ответственным за нагрузочную способность металлополимерного подшипника, изготовленного методами пластического деформирования в твёрдой фазе.

2. Как называется параметр испытания в данной лабораторной работе, по которому оценивается нагрузочная способность металлополимерного подшипника скольжения?

3. Назовите возможные области применения металлополимерных подшипников скольжения, изготовленных методами твёрдофазной технологии.

4. Назовите антифрикционные полимеры, которые можно рекомендовать для изготовления металлополимерных подшипников скольжения методами пластического деформирования в твёрдой фазе.

Литература: [9, 21, 35].

Лабораторная работа 17

ДИФфуЗИОННЫЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ИХ МЕТОДАМИ ТВЁРДОФАЗНОЙ ТЕХНОЛОГИИ

Цель работы: определение диффузионных свойств полимерных композитов в зависимости от технологических параметров обработки их в твёрдой фазе.

Лабораторные установки и принадлежности: лабораторная установка для изучения диффузионных свойств полимерных композитов в широком температурном интервале (рис. 7.18), система автоматического регулирования температуры в измерительной камере, термощкаф, микрометр, торсионные весы, образцы полимерных композитов.

Методические указания

В работе изучается качественная оценка изменения структуры полимерных композитов в зависимости от способа получения опытных образцов.



Рис. 7.18. Лабораторная установка для определения диффузионных свойств материалов

Для испытаний применяют образцы полимерных композитов, выдавленные через фильеру в режиме ТФЭ и полученные методом традиционного литья под давлением. Диаметр образцов составляет 0,002...0,005 м при длине 0,012 м. Образцы предварительно помещаются в дистиллированную воду при температуре 40...50 °С и выдерживаются в термостате трое суток. При этом достигается равномерное насыщение образцов влагой.

Диффузионные свойства полимерных материалов изучаются на лабораторной установке, конструкция которой описана в работах [31 – 34].

Установка (рис. 7.19) состоит из термостата 1; воздуходувки 2; осевых вентиляторов 3; катетометра 4; торсионных весов 5; подвески с образцами 6.

При проведении экспериментов по определению диффузионных свойств полимерных композитов установка предварительно выводится на заданный преподавателем температурный режим (60...120 °С).

Для определения диффузионных свойств образцов используется зональный метод, относящийся к методам нестационарного режима, позволяющий решать как прямые, так и обратные задачи диффузии [31 – 34].

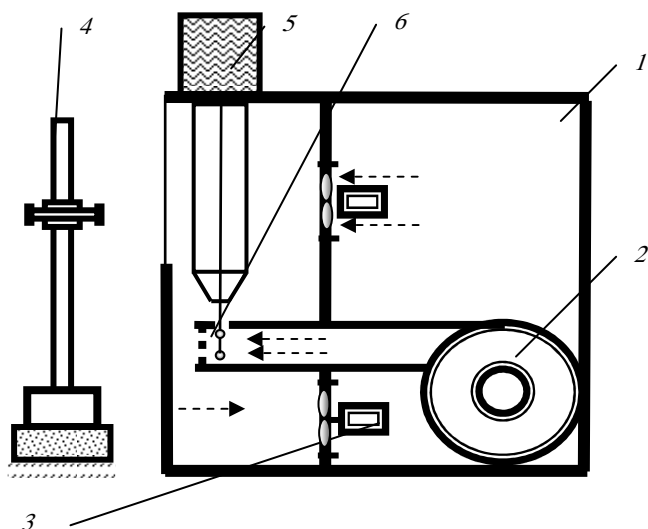


Рис. 7.19. Лабораторная установка для определения коэффициентов диффузии низкомолекулярных веществ в полимерных композиционных материалах:

1 – термостат; 2 – воздуходувка; 3 – осевые вентиляторы;
4 – катетометр; 5 – торсионные весы; 6 – подвеска с образцами

Согласно этому методу для расчёта концентрационной зависимости коэффициента диффузии влаги в полимерных композитах снимается кривая кинетики изотермической сушки во всем диапазоне изменения концентрации в условиях, исключающих внешнедиффузионное сопротивление.

Весь интервал изменения концентрации в твёрдой фазе $C_n - C_k$ разбивается на m концентрационных зон, для каждой из которых принимается постоянное значение D_i . В каждой зоне определяется время τ_i изменения концентрации от $\bar{C}_{n,i}$ до $\bar{C}_{k,i}$ и рассчитывается значение \bar{D}_i по соответствующему решению дифференциального уравнения диффузии для определённой формы тела зернистого материала. Для образцов, используемых в лабораторной работе, в форме ограниченных цилиндров расчётное уравнение принимает вид

$$D_{э,i} = \frac{1}{\left(\frac{\pi^2}{l^2} + \frac{5,783}{R^2}\right) \tau_i} \ln \frac{1}{E_i}, \quad (7.3)$$

где $D_{э}$ – эффективный коэффициент диффузии, м²/с; l – длина цилиндрического образца, м; R – радиус цилиндрического образца, м; E_i – относительная концентрация; τ_i – время сушки в единичной зоне, с.

Полученные данные по кинетике сушки образцов обрабатываются в виде зависимостей $D_{э} = f(C)$ для образцов, полученных в режиме ТФЭ и методом традиционного литья под давлением. Далее производится анализ полученных диффузионных свойств полимерных образцов и делаются выводы о влиянии способа получения образцов на структуру полимера.

На примере (рис. 7.20) показано, что полимерные образцы по методу ТФЭ имеют более низкие по сравнению с образцами по традиционной технологии значения эффективного коэффициента диффузии во всем диапазоне концентраций низкомолекулярного диффузанта (воды), что свидетельствует об их более упорядоченной структуре.

Судя по полученным данным, можно прогнозировать и более высокие прочностные показатели для рассмотренных образцов, уменьшение их максимального гигроскопического влагосодержания и сравнительно меньшего изменения размеров изделий в реальных условиях эксплуатации.

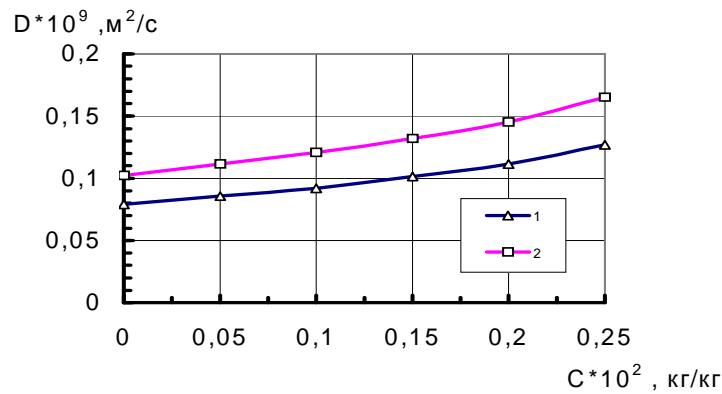


Рис. 7.20 Концентрационная зависимость эффективного коэффициента диффузии воды для образцов из полимерного композита, полученных:

1 – методом твёрдофазной плунжерной экструзии;

2 – методом литья под давлением

Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с помощью лаборанта с особенностями подготовки лабораторной установки к получению кинетических кривых сушки полимерных образцов от низкомолекулярных компонентов. В качестве диффузанта в лабораторной работе используется дистиллированная вода.
2. По заданию преподавателя выбрать исходные образцы полимерных материалов, записать температурные режимы проведения кинетики изотермической сушки.
3. Провести эксперименты по конвективной сушке полученных образцов, построить кинетические кривые для всех образцов.
4. По уравнению рассчитать зависимость эффективного коэффициента диффузии влаги в полимерных материалах, прошедших различную обработку.
5. Построить графические зависимости $D_3 = f(C)$ для полученных образцов полимерных композитов.

Содержание отчёта

1. Название и цель работы.
2. Краткое описание последовательности выполнения работы по определению диффузионных характеристик полимерных композитов, выдавленных через фильеру в режиме ТФЭ и полученных методом традиционного литья под давлением.
3. Протокол проведённых измерений.
4. Графические зависимости $C = f(\tau)$, $D_3 = f(C)$.
5. Выводы об изменении структуры полимерных композитов при различной методике подготовки образцов.

Контрольные вопросы

1. Какой физический смысл заложен в основу данной работы?
2. Что характеризует эффективный коэффициент диффузии?
3. С какой целью определяется кинетика процесса десорбции влаги из образцов полимерных композитов?
4. Как изменяется эффективный коэффициент диффузии в полимерных композитах в зависимости от состояния полимерной матрицы?
5. Как можно определить пластифицирующее воздействие низкомолекулярных компонентов на полимерную матрицу по диффузионной характеристике композитов?

Литература: [31, 34].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Учебное пособие "Переработка полимеров и композитов в твёрдой фазе" посвящено теоретическим и учебно-методическим вопросам технологии переработки полимеров и композитов в твёрдом агрегатном состоянии методами пластического деформирования.

В настоящее время можно говорить о взрыве информации по обработке полимеров и композитов давлением в твёрдой фазе. Авторами настоящего пособия в 2002 г. издана монография "Переработка полимеров в твёрдой фазе. Физико-химические основы" в издательстве "Машиностроение-1". В 2005 г. в издательстве Тамбовского государственного технического университета выпущено учебное пособие "Переработка полимеров в твёрдой фазе". Настоящее учебное пособие является логическим продолжением работ в области создания физико-химических основ новой твёрдофазной технологии переработки термопластичных полимеров и композитов. В пособии последовательно, на современном научном и методическом уровне изложено состояние экспериментальных фактов, концепций и методов исследований.

В учебном пособии представлен значительный объём теоретических и экспериментальных данных, оформленных в виде лабораторных работ, по изучению основных процессов твёрдофазной переработки полимеров и композитов: твёрдофазной экструзии, объёмной и листовой штамповки, а также особенностей физико-химических, в том числе диффузионных, свойств материала после обработки их давлением в твёрдой фазе.

Необходимо особо отметить ценность информации, которую можно получить при помощи ряда лабораторных работ о существенном повышении физико-механических характеристик и нагрузочной способности готовых изделий, полученных твёрдофазной технологией. Последнее позволяет подчеркнуть значимость новой технологии для получения изделий из конструкционных композиционных материалов для машин и технологического оборудования, несущих значительные нагрузки.

Учебное пособие может быть рекомендовано широкому кругу читателей: от студентов, специализирующихся по направлению 551600 "Материаловедение и технологии новых материалов", до инженеров, аспирантов, магистрантов и докторантов, специалистов высокой квалификации, для которых оно может оказаться хорошим введением в новую для них область знаний и представлений о технологии переработки композиционных полимеров в твёрдой фазе.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

ОСНОВНАЯ

1. Научно-образовательные центры высшей школы. Этапы становления и развития / под ред. Н.А. Шамарова. – Тверь : Тверской ИнноЦентр, 2008. – 380 с.
2. Переработка полимеров в твёрдой фазе. Физико-химические основы / Г.С. Баронин, М.Л. Кербер, Е.В. Минкин, Ю.М. Радько. – М. : Машиностроение-1, 2002. – 320 с.
3. Будницкий, Ю.М. Переработка термопластичных полимеров при температуре ниже температуры плавления или стеклования : учебное пособие / Ю.М. Будницкий. – М. : РХТУ имени Д.И. Менделеева. 2003. – 124 с.
4. Релаксационные явления в полимерах / под ред. Г.М. Бартенева и Ю.В. Зеленева. – Л. : Химия, 1972. – 376 с.
5. Переходы и релаксационные явления в полимерах / пер. с англ.; сост. Р. Бойер ; под ред. А.Я. Малкина. – М. : Мир, 1968. – 384 с.
6. Аскадский, А.А. Деформация полимеров / А.А. Аскадский. – М. : Химия, 1973. – 448 с.
7. Уорд, И. Механические свойства твёрдых полимеров / И. Уорд. – М. : Химия, 1975. – 358 с.
8. Сверхвысокомолекулярные полимеры / пер. с англ.; под. ред. А. Чиферри, И. Уорда, А.Я. Малкина. – Л. : Химия, 1983. – 272 с.
9. Ван-Кревелен, Д.В. Свойства и химическое строение полимеров / Д.В. Ван-Кревелен. – М. : Химия, 1976. – 414 с.
10. Тагер, А.А. Физико-химия полимеров / А.А. Тагер. – М. : Научный мир, 2007. – 576 с.
11. Каргин, В.А. Краткие очерки по физикохимии полимеров / В.А. Каргин, Г.Л. Слонимский. – М. : Изд-во МГУ, 1967. – 232 с.
12. Кулезнев, В.Н. Смеси полимеров / В.Н. Кулезнев. – М. : Химия, 1980. – 304 с.
13. Басов, Н.И. Расчёт и конструирование формующего инструмента для изготовления изделий из полимерных материалов / Н.И. Басов, В.А. Брагинский, Ю.В. Казанков. – М. : Химия, 1991. – 350 с.
14. Френкель, С.Я. Физика полимеров / С.Я. Френкель, Г.М. Бартенев. – Л. : Химия, 1990. – 432 с.
15. Пью, Г.Л., Механические свойства материалов под давлением / Г.Л. Пью, Э.Ф. Иэндлер // Успехи механики деформируемых сред. – М. : Наука, 1975. – 480 с.
16. Перепечко, И.И. Акустические методы исследования полимеров / И.И. Перепечко. – М. : Химия, 1973. – 295 с.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ

17. Бойко, В.С. Обратимая пластичность кристаллов / В.С. Бойко, Р.И. Гарбер, А.М. Косевич. – М. : Наука, 1991. – 280 с.
18. Пустыльник, Б.И. Статистические методы анализа и обработки наблюдений / Б.И. Пустыльник. – М. : Наука, 1968. – 288 с.
19. Новый подход к пластической деформации стеклообразных полимеров / Э.Ф. Олейник, О.Б. Саламатина, С.Н. Руднев, С.В. Шеногин // Высокомолекулярные соединения. – 1993. – Т. (А) XXXV, № 11. – С. 1819 – 1849.
20. Панин, В.Е. Структурные уровни пластической деформации и разрушения / В.Е. Панин. – Новосибирск : Наука, 1990. – 256 с.
21. Привалко, В.П. Молекулярное строение и свойства полимеров / В.П. Привалко. – Л. : Химия, 1986. – 240 с.
22. Баронин, Г.С. Физико-химические и технологические основы переработки полимерных материалов в твёрдой фазе. 5. Некоторые новые методы исследований, разработанные при создании новой технологии / Г.С. Баронин, Ю.М. Радько, М.Л. Кербер // Химическая промышленность. – 2003. – № 10. – С. 35 – 43.
23. Корчагин, А.Г. Структура гидроэкструдированного ПЭНП / А.Г. Корчагин, М.А. Мартынов, С.А. Цыганков // Высокомолекулярные соединения. – 1985. – Т. (Б) XXII. – С. 335 – 337.
24. Жорин, В.А. Процессы в полимерах и низкомолекулярных веществах, сопровождающие пластическое течение под высоким давлением (обзор) / В.А. Жорин // Высокомолекулярные соединения. 1994. – Т. (А) XXXVI, № 4. – С. 559 – 579.
25. Теплостойкость и усадка изделий из ПВХ- композиций, полученных холодным формованием / Г.С. Баронин, Е.В. Минкин, М.Л. Кербер, М.С. Акутин // Пластические массы. – 1982. – № 5. – С. 44–45.
26. Влияние полимерных добавок на формование ПВХ в твёрдом состоянии / Г.С. Баронин, Е.В. Минкин, М.Л. Кербер, М.С. Акутин // Механика полимеров. – 1977. – № 6. – С. 1124.
27. Минкин, Е.В. Одностороннее сжатие полимерных композиций в твёрдом состоянии / Е.В. Минкин, Г.С. Баронин, М.Л. Кербер // Модификация полимерных материалов. – Рига, 1985. – С. 49 – 62.

28. Аржаков, М.С. Особенности физико-механического поведения полиметилметакрилата при компрессионном сжатии / М.С. Аржаков, Г.М. Луковкин, С.А. Аржаков // Доклады АН РФ. – 2002. – Т. 382, № 1. – С. 62 – 65.
29. О некоторых перспективных направлениях современной науки о полимерах // Высокомолекулярные соединения. 1990. – Т (А) XXXII, № 9. – С. 1795 – 1810.
30. Белошенко, В.А. твёрдофазная экструзия полимеров / В.А. Белошенко, Я.Е. Бейгельзимер, В.Н. Варюхин. – Киев : Наукова думка, 2008. – 207 с.
31. Рудобашта, С.П. Массоперенос в системах с твёрдой фазой / С.П. Рудобашта. – М. : Химия, 1980. – 248 с.
32. Шапкин, К.В. Совершенствование твёрдофазной технологии обработки композиционных материалов на основе математического моделирования : дис. ...канд. техн. наук / К.В. Шапкин. – Тамбов, 2008. – 163 с.
33. Баронин, Г.С. Переработка полимеров в твёрдой фазе / Г.С. Баронин, М.Л. Кербер, Е.В. Минкин, П.С. Беляев. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2005. – 87 с.
34. Установка для определения коэффициентов диффузии влаги в зернистых материалах / В.М. Дмитриев, С.П. Рудобашта, Г.С. Кормильцин, А.М. Воробьев // Вестник ТГУ. – 2001. – Т. 6. – Вып.4. – С. 424 – 427.
35. Свойства полимеров при высоких давлениях / С.Б. Айнбиндер, К.И. Алксне, Э.Л. Тюнина, М.Г. Лака. – М. : Химия, 1973. – 192 с.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ И ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ НОВОЙ ТВЁРДОФАЗНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И ПЕРЕРАБОТКИ ПОЛИМЕРОВ И КОМПОЗИТОВ. СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА	5
2. ОБЩИЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЁТА	9
3. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОПТИМАЛЬНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПЕРЕРАБОТКИ ТЕРМОПЛАСТОВ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ	12
Лабораторная работа 1. ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ ..	13
Лабораторная работа 2. ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ..	18
Лабораторная работа 3. ИЗУЧЕНИЕ ПЛАСТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ОДНООСНОГО НАГРУЖЕНИЯ	23
Лабораторная работа 4. ИЗУЧЕНИЕ ДЕФОРМАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ОБЪЁМНОГО НАПРЯЖЁННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ ...	28
4. ТВЁРДОФАЗНАЯ ЭКСТРУЗИЯ ТЕРМОПЛАСТИЧНЫХ ПОЛИМЕРОВ	37
Лабораторная работа 5. ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ТВЁРДОФАЗНОЙ (ПЛУНЖЕРНОЙ) ЭКСТРУЗИИ	40
Лабораторная работа 6. РАВНОКАНАЛЬНАЯ УГЛОВАЯ ТВЁРДОФАЗНАЯ ЭКСТРУЗИЯ ПОЛИМЕРОВ	50
Лабораторная работа 7. РАВНОКАНАЛЬНАЯ МНОГОУГЛОВАЯ ТВЁРДОФАЗНАЯ ЭКСТРУЗИЯ ПОЛИМЕРОВ	58
Лабораторная работа 8. ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ТВЁРДОФАЗНОЙ ВИНТОВОЙ ЭКСТРУЗИИ	65
5. ТВЁРДОФАЗНАЯ ОБЪЁМНАЯ ШТАМПОВКА ТЕРМОПЛАСТОВ	74
Лабораторная работа 9. ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИМЕРОВ В УСЛОВИЯХ ТВЁРДОФАЗНОЙ ОБЪЁМНОЙ ШТАМПОВКИ	76
Лабораторная работа 10. ОБЪЁМНАЯ ШТАМПОВКА С ИЗОТЕРМИЧЕСКИМ ОТВЕРЖДЕНИЕМ ПОЛИМЕРА ЗА СЧЁТ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ	82
6. ТВЁРДОФАЗНАЯ ЛИСТОВАЯ ШТАМПОВКА ТЕРМОПЛАСТОВ	89
Лабораторная работа 11. ЛИСТОВАЯ ШТАМПОВКА ТЕРМОПЛАСТОВ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ	93
7. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРОВ И КОМПОЗИТОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ДАВЛЕНИЕМ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ	97
Лабораторная работа 12. ИЗУЧЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ И УДАРНОЙ ВЯЗКОСТИ ТЕРМОПЛАСТОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ИХ ДАВЛЕНИЕМ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ	102
Лабораторная работа 13. ИЗУЧЕНИЕ ДОЛГОВЕЧНОСТИ И ДОЛГОВРЕМЕННОЙ ПРОЧНОСТИ ТЕРМОПЛАСТОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ИХ МЕТОДАМИ ТВЁРДОФАЗНОЙ ТЕХНОЛОГИИ	105
Лабораторная работа 14. ТЕПЛОСТОЙКОСТЬ И ОСТАТОЧНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ В ПОЛИМЕРЕ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ДАВЛЕНИЕМ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ	108
Лабораторная работа 15. ИЗУЧЕНИЕ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ ОРИЕНТАЦИОННОЙ УСАДКИ ПОЛИМЕРНЫХ СПЛАВОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ДАВЛЕНИЕМ В ТВЁРДОЙ ФАЗЕ	117
Лабораторная работа 16. ТВЁРДОФАЗНАЯ ОБЪЁМНАЯ ШТАМПОВКА МЕТАЛЛОПОЛИМЕРНЫХ ПОДШИПНИКОВ СКОЛЬЖЕНИЯ С ОЦЕНКОЙ ИХ НАГРУЗОЧНОЙ СПОСОБНОСТИ	122
Лабораторная работа 17. ДИФфуЗИОННЫЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ИХ МЕТОДАМИ ТВЁРДОФАЗНОЙ ТЕХНОЛОГИИ	128
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	134
СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	135