

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Владимирский государственный университет
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»

В. Ю. ЧУХЛАНОВ Е. В. ЕРМОЛАЕВА Л. А. ЧИЖОВА

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Учебное пособие к лабораторным и практическим занятиям



Владимир 2019

УДК 678.06
ББК 35.710
Ч-96

Рецензенты:

Кандидат технических наук, доцент
директор ООО «Промдорстрой»
А. В. Уткин

Доктор химических наук, профессор
зав. кафедрой химии
Владимирского государственного университета
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых
Б. А. Кухтин

Издается по решению редакционно-издательского совета ВлГУ

Чухланов, В. Ю. Современные методы исследования эксплуатационных свойств полимерных материалов : учеб. пособие к лаб. и практ. занятиям / В. Ю. Чухланов, Е. В. Ермолаева, Л. А. Чижова ; Владим. гос. ун-т им. А. Г. и Н. Г. Столетовых. – Владимир : Изд-во ВлГУ, 2019. – 104 с.
ISBN 978-5-9984-1028-4

Содержит необходимый материал для изучения современных методов исследования эксплуатационных свойств полимерных материалов и приобретения практических навыков определения комплекса физико-механических, теплофизических, электрических и других характеристик полимеров и полимерных композиций.

Предназначено для студентов, обучающихся по направлениям 18.03.01, 18.04.01 «Химическая технология».

Рекомендовано для формирования профессиональных компетенций в соответствии с ФГОС ВО.

Ил. 66. Табл. 9.

УДК 678.06
ББК 35.710

ISBN 978-5-9984-1028-4

© ВлГУ, 2019

ВВЕДЕНИЕ

Полимерные материалы благодаря своему разнообразию все активнее внедряются в нашу жизнь: производство, науку, в повседневную жизнь. Вместе с этим возникает необходимость определения и исследования зачастую уникальных свойств полимерных композиций с целью достижения необходимых технологических и эксплуатационных характеристик при получении конкретных марок полимеров или готовых изделий из них.

В учебном пособии освещаются современные методики исследования физико-механических, теплофизических, электрических, оптических свойств полимерных материалов, их устойчивости к горению, приводятся соответствующие нормативные документы, описание приборов, формулы для расчетов. Каждый раздел заканчивается перечнем контрольных вопросов, с помощью которых студент и преподаватель могут контролировать степень усвоения учебного материала.

Пособие составлено в рамках учебно-методического комплекса дисциплины «Технологические и эксплуатационные свойства полимерных материалов» основной образовательной программы бакалавриата по направлению «Химическая технология».

1. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

1.1. Определение прочностных характеристик полимерных материалов

1.1.1. Прочность при растяжении

Методика определения разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 11262-80 (СТ СЭВ 1199-78). Пластмассы. Методы испытания на растяжение;
- ISO R527:1993. Пластмассы. Определение механических свойств при растяжении;
- DIN 53455-1981. Испытания пластмасс; испытание на растяжение;
- DIN 53457-1987. Пластмассы. Определение модуля эластичности при испытаниях на растяжение, сжатие, изгиб;
- ASTM D638M-96. Стандартный метод испытания пластмасс на растяжение.

Методика предполагает использование универсальной испытательной машины (рис. 1.1)



Рис. 1.1. Универсальная испытательная машина

Для испытаний применяют стандартные образцы, имеющие форму двойной лопатки (рис. 1.2).

Толщину и ширину образцов измеряют в трех местах: в середине и на расстоянии 5 мм от меток. Из полученных значений вычисляют средние арифметические величины и сравнивают со стандартными значениями. Образцы, у которых минимальное и максимальное значения толщины или ширины различаются более чем на 0,2 мм, не испытывают.

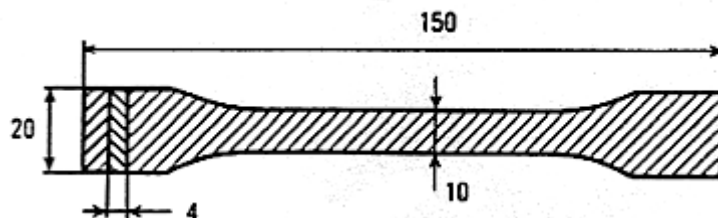


Рис. 1.2. Универсальный образец для испытаний по ISO R527:1993

Образец закрепляют в зажимах универсальной машины таким образом, чтобы продольные оси зажимов и ось образца совпадали между собой и по направлениям движения подвижного зажима. После этого образец растягивают с постоянной скоростью. Скорость растяжения должна быть предусмотрена нормативно-технической документацией на материал и соответствовать одной из указанных в табл. 1.1.

Таблица 1.1

Стандартные скорости растяжения образцов

Скорость, мм/мин	Допускаемая погрешность, мм/мин	Скорость, мм/мин	Допускаемая погрешность, мм/мин
1	±0,5	50	±5,0
2 (2,5)	±0,4	100	±10,0
5	±1,0	200 (250)	±20,0
10	±1,0	500	±50,0
20 (25)	±2,0	—	—

При этом выбирают максимальную из приведенных в табл. 1.1 скорость так, чтобы время от момента приложения нагрузки к образцу до его разрушения составляло не менее 1 мин при испытании материалов, имеющих предел текучести, и не менее 30 с для материалов, не имеющих предела текучести.

Для каждого образца регистрируют приложенную нагрузку и удлинение (рис. 1.3).

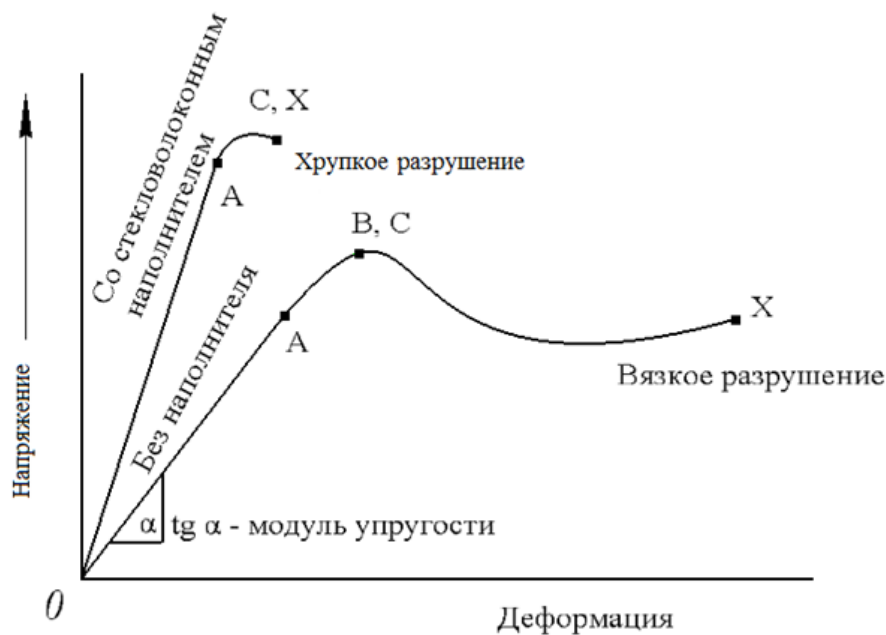


Рис. 1.3. Диаграмма напряжений: А – предел пропорциональности; В – предел текучести; С – предел прочности; Х – разрушение; 0 – А – область предела текучести, упругие свойства; после А – пластичные свойства

Рассчитывают напряжение – отношение нагрузки к единице площади исходного поперечного сечения, МПа, $\sigma = \frac{F}{S}$.

Рассчитывают относительную деформацию – отношение удлинения к исходной длине, %, $\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} 100 \%$.

Так же определяют следующие свойства:

- модуль – отношение напряжения к деформации, МПа;
- предел текучести – максимальное напряжение начала пластического течения материала, МПа;
- предел прочности – напряжение при разрушении, МПа;
- разрушающая деформация – максимальное удлинение, %.

1.1.2. Прочность при изгибе

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 4648-71. Пластмассы. Метод испытания на статический изгиб;
- ISO 178:2010. Пластмассы. Определение свойств при изгибе;

- DIN 53452. Пластмассы. Испытания на изгиб;
- ASTM D790. Свойства при изгибе неармированных и армированных пластмасс и электроизоляционных материалов.

Методика предполагает использование универсальной испытательной машины (см. рис. 1.1). Образец располагают таким образом, чтобы верхний стержень оказывал нагрузку на середину образца, создавая трехточечное нагружение (рис. 1.4).

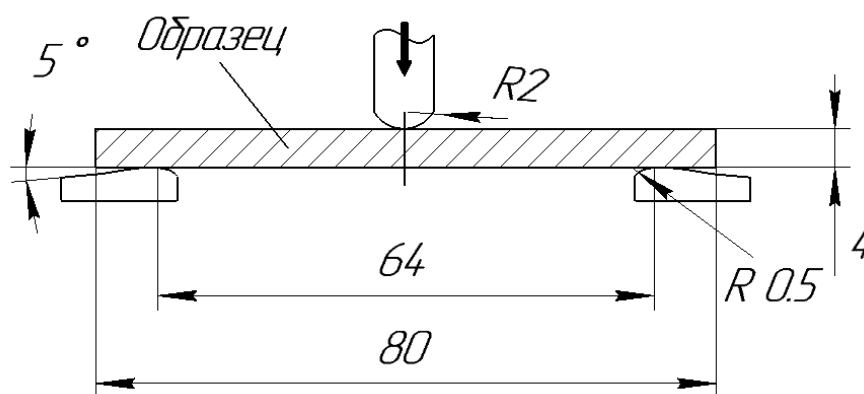


Рис. 1.4. Схема расположения образца при испытании на изгиб

Нагружение образца проводят в середине между опорами плавно, без толчков. Скорость относительного перемещения нагружающего наконечника и опор v должна составлять 2 мм/мин.

Рассчитывают напряжение – отношение нагрузки к единице площади исходного поперечного сечения, МПа,

$$\sigma_{\text{и}} = \frac{3 \cdot P \cdot l_v}{2 \cdot b \cdot h^2},$$

где P – разрушающая, или максимальная, нагрузка; l_v – расстояние между опорами; b – ширина образца; h – толщина образца.

Для вычисления модуля упругости при изгибе по зарегистрированным данным строится кривая зависимости прогиба от нагрузки. Начиная от исходной линейной части кривой используют минимум пять значений нагрузки и прогиба.

Модуль упругости определяют по формуле

$$E_{\text{и}} = \frac{(P_2 - P_1)l^3}{4 \cdot b \cdot h^3 (V_2 - V_1)},$$

где P_1 – нагрузка при величине прогиба $0,0025l$; P_2 – нагрузка при величине прогиба $0,0075l$; $P_2 - P_1$ – приращение нагрузки при увеличении прогиба на $0,005l$; b – ширина образца; h – толщина образца; $V_2 - V_1 = 0,0075l - 0,0025l = 0,005l$.

1.1.3. Прочность при сжатии

Методика определения разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 4651-2014. Пластмассы. Методы испытания на сжатие;
- ISO 604:2002. Пластмассы. Определение прочности на сжатие;
- ASTM D695. Испытание на сжатие композитов.

Методика предполагает использование универсальной испытательной машины (см. рис. 1.1).

Образцы для испытания должны иметь форму прямоугольной призмы, прямого цилиндра или прямой трубки. Число образцов для испытания изотропных пластмасс – не менее пяти. Число образцов для испытания анизотропных пластмасс – не менее десяти (по 5 образцов параллельно и перпендикулярно к главной оси анизотропии).

Измеряют ширину и толщину или диаметр образца в трех точках по длине и рассчитывают среднее значение площади поперечного сечения. Длину каждого образца измеряют с погрешностью не более 1 %.

Образец помещают между опорными площадками так, чтобы его центральная вертикальная ось совпадала с центральной осью поверхностей опорных площадок. Следует убедиться, что торцы образца параллельны поверхностям опорных площадок, а затем настроить испытательную машину так, чтобы поверхности торцов испытуемого образца касались опорных площадок.

С целью облегчения скольжения для наиболее точных измерений рекомендуется обработать поверхности соответствующей смазкой. Чтобы затормозить скольжение, используют диски тонкой наждачной бумаги между поверхностями образца и опорных площадок. Применение одного из этих методов следует отразить в протоколе испытаний.

Затем образец подвергают нагрузке, скорость подачи которой должна соответствовать приведенным в табл. 1.2.

Стандартные скорости подачи нагрузки при испытании

Скорость испытания V , мм/мин	Отклонение, %, не более
1	± 20
2	± 20
5	± 20
10	± 20
20	± 10

Нагружение проводят до разрушения образца. Образцы, разрушенные из-за очевидных дефектов или ошибок, в расчет не принимают, их следует заменить на другие.

Рассчитывают напряжение при сжатии $\sigma = \frac{F}{A}$, где F – нагрузка при сжатии, Н; A – первоначальная площадь поперечного сечения образца, мм².

Вычисляют номинальную относительную деформацию при сжатии $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L}$ или $\varepsilon_c(\%) = \frac{\Delta L}{L}$, где ΔL – уменьшение расстояния между опорными площадками, мм; L – начальное расстояние между опорными площадками, мм.

По результатам строят график зависимости относительной деформации от напряжения (рис. 1.5).

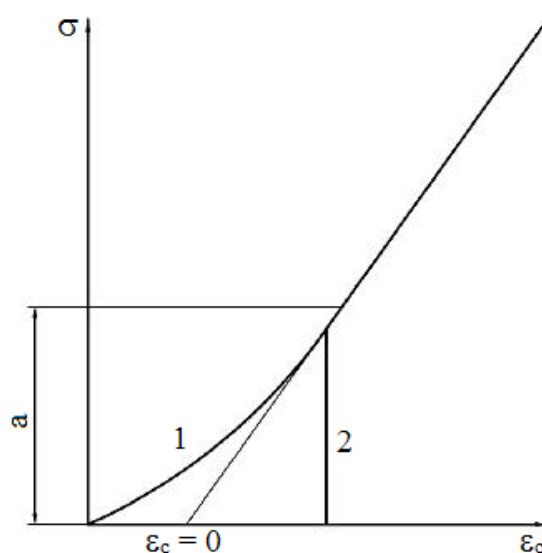


Рис. 1.5. Пример кривой «напряжение/относительная деформация»:
 1 – начальная часть кривой, показывающая искривленную область;
 2 – начальная часть кривой, показывающая начало измерения соответствующей нагрузки

Если в начальной части кривой «напряжение/относительная деформация» имеется изогнутый участок, следует экстраполировать кривую до нулевого значения напряжения (см. рис. 1.5).

Рассчитывают модуль упругости при сжатии

$$E_c = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1},$$

где σ_2 – напряжение при сжатии, измеренное при значении относительной деформации $\varepsilon_2 = 0,0025$, МПа; σ_1 – напряжение при сжатии, измеренное при значении относительной деформации $\varepsilon_1 = 0,0005$, МПа.

Контрольные вопросы

1. Каковы особенности механических свойств полимерных материалов по сравнению с традиционными низкомолекулярными веществами (металлами и др.)?
2. Опишите механизм разрушения пластмасс.
3. Какие факторы определяют прочностные характеристики полимерных материалов?
4. Какие методы повышения прочности пластмасс вы можете назвать?
5. В чем состоит сущность испытаний пластмасс на растяжение, сжатие и изгиб?
6. Какие параметры, характеризующие материал, определяются в ходе испытаний на растяжение, сжатие и изгиб?
7. От каких факторов зависят свойства пластмасс при испытаниях на растяжение и сжатие?

1.2. Определение ударной вязкости полимерных материалов

1.2.1. Ударная вязкость полимерных материалов по Изоду

Методика определения разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 19109-84. Пластмассы. Метод определения ударной вязкости по Изоду;
- ISO 180:2000. Пластмассы. Определение ударной прочности по Изоду;
- ASTM D256. Стандартный метод испытания пластмасс на ударную прочность по Изоду.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.6.

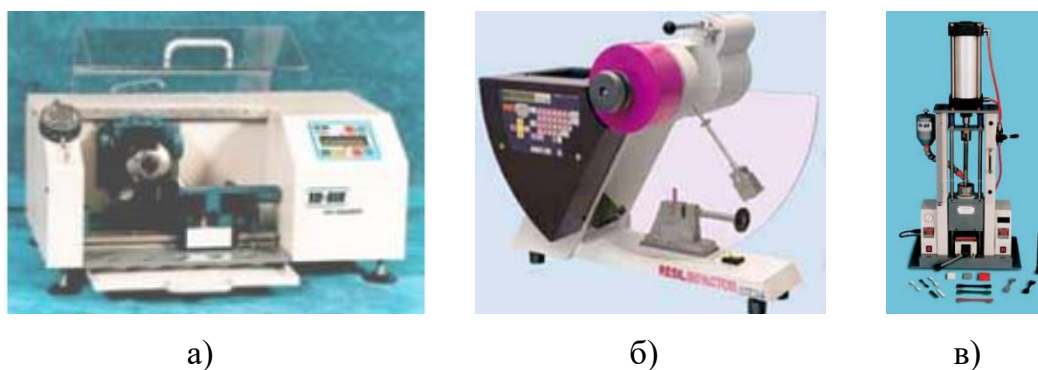


Рис. 1.6. Оборудование для определения ударной вязкости полимерных материалов: а – литьевая машина для изготовления образцов; б – аппарат для нанесения надрезов на тестовые пробы RR/NC; в – маятниковый копер для измерения ударной прочности по Изоду

Для проведения опыта применяют образцы двух типов и двух типов надреза (рис. 1.7):

ISO 180/1A обозначает тип образца 1 и тип надреза А. На рисунке видно, что образец типа 1 имеет длину 80 мм, высоту 10 мм и толщину 4 мм.

ISO 180/10 обозначает тот же образец 1, но зажатый в перевернутом положении (указываемый как «ненадрезанный»).

Образцы, используемые по методу ASTM, имеют подобные размеры: тот же радиус скругления у основания надреза и ту же высоту, но отличаются по длине – 63,5 мм и, что более важно, по толщине – 3,2 мм.

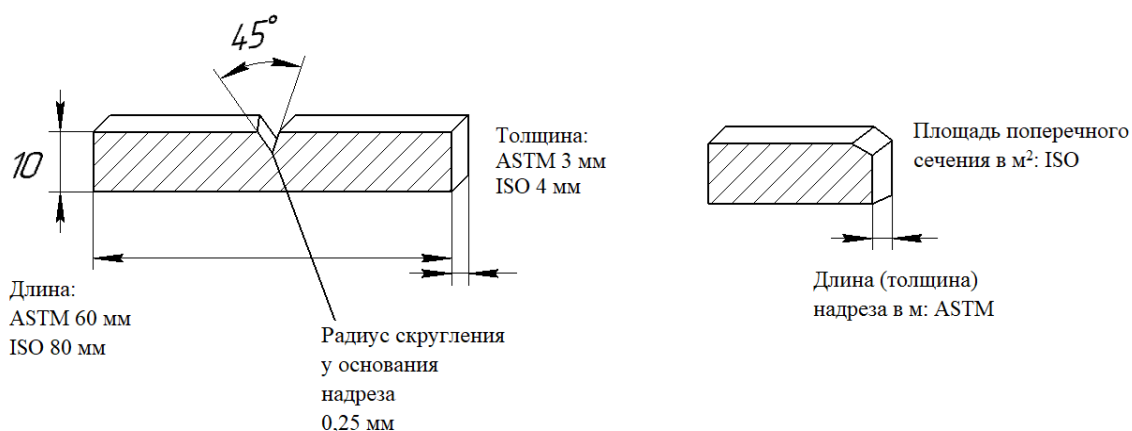


Рис. 1.7. Образцы для измерения ударной прочности

Маятниковый копер выбирают в соответствии с табл. 1.3 так, чтобы на разрушение образца было израсходовано не менее 10 и не более 80 % запаса энергии.

Таблица 1.3

Стандартные характеристики для выбора маятника

Запас энергии маятника, Дж	Потери на трение, %, не более	Скорость движения маятника в момент удара, м/с
1	2,0	3,5 ± 10 %
2,5	1,0	
5,0	0,5	
7,5		
15,0		
25,0		
50,0		

Если этому требованию соответствуют несколько маятников, то используют маятник с наибольшим запасом энергии. Образец закрепляют в приборе так, чтобы горизонтальная плоскость, пересекающая вершину угла надреза, была на уровне верхней плоскости зажима, а надрез обращен в сторону маятника (рис. 1.8, а). Надрез «перевернутого образца» должен быть на стороне, противоположной маятнику (рис. 1.8, б).

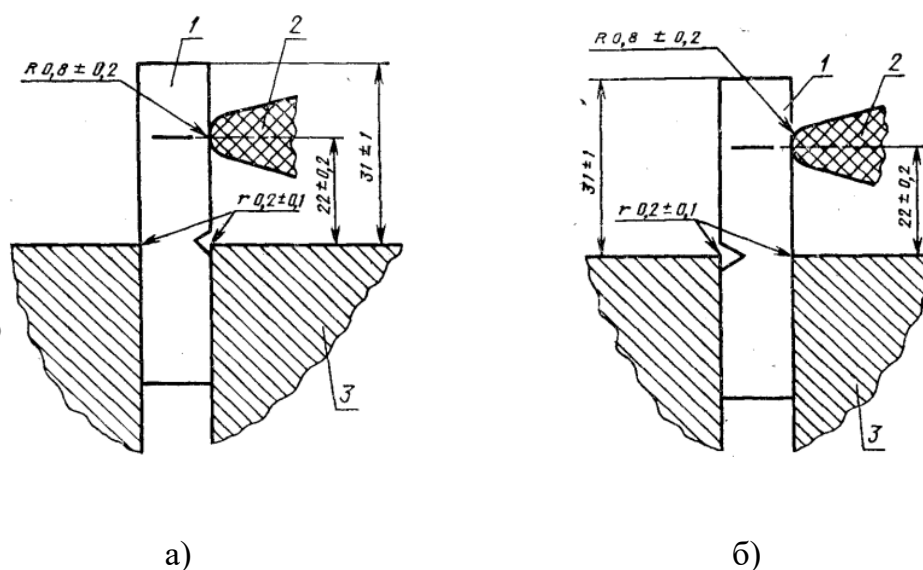


Рис. 1.8. Схема закрепления образца: а – надрезанный образец; б – ненадрезанный образец; 1 – образец; 2 – маятник; 3 – зажим

Маятник поднимают и закрепляют в верхнем исходном положении, затем осторожно (без рывка) отпускают его. Отсчитывают по шкале значение энергии, затраченной на разрушение образца, и определяют вид разрушения.

В расчет принимают результаты, полученные на разрушившихся образцах. Ударную вязкость образца вычисляют по формуле, кДж/м²,

$$a = \frac{A}{bs} 10^3,$$

где A – энергия удара, затраченная на разрушение образца, Дж;
 b – ширина образца, мм; s – толщина образца под надрезом, мм.

За результат испытания принимают среднее арифметическое всех испытаний, округленное до двух значащих цифр.

1.2.2. Ударная вязкость полимерных материалов по Шарпи

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 4647-80. Пластмассы. Метод определения ударной вязкости по Шарпи;
- ISO 179-2. Определение ударных свойств по методу Шарпи с применением измерительных приборов;
- DIN 53453-1975. Пластмассы. Испытание на ударный изгиб.

Методика предполагает использование приборов, изображенных на рис. 1.6.

Для проведения испытаний применяют образцы, аналогичные принятым для определения ударной вязкости по Изоду. Маятниковый копер также выбирают в соответствии с табл. 1.3 так, чтобы на разрушение образца было израсходовано не менее 10 и не более 80 % запаса энергии.

При этом образец не зажимают, а свободно устанавливают на опору в горизонтальном положении (рис. 1.9).

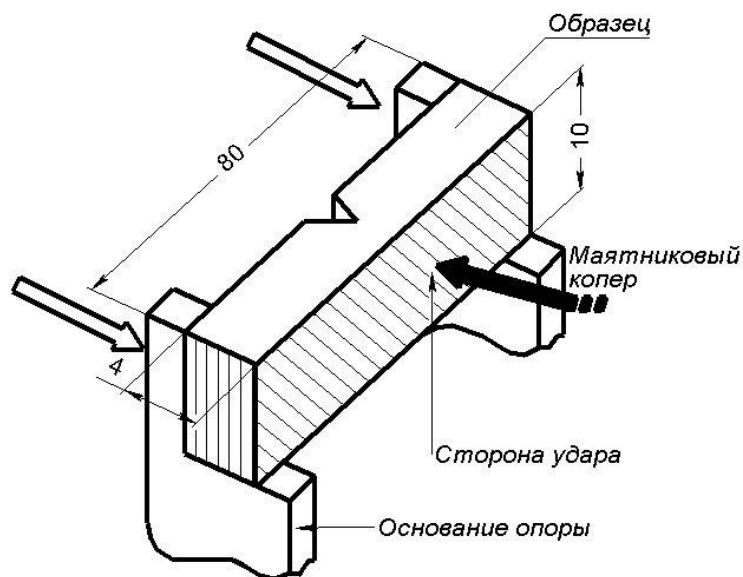


Рис. 1.9. Схема расположения образца

Устанавливается скорость движения молотка 2,9 м/с для энергий до 5 Дж и 3,8 м/с для энергий от 7,5 до 50 Дж.

Ударную вязкость образца вычисляют по формуле, кДж/м²,

$$a = \frac{A}{bs} 10^3,$$

где A – энергия удара, затраченная на разрушение образца, Дж;
 b – ширина образца, мм; s – толщина образца под надрезом, мм.

Контрольные вопросы

1. Что такое ударная вязкость?
2. Каковы методы определения ударной вязкости?
3. Как зависит ударная вязкость от природы полимера?
4. Как влияют наполнители на ударную вязкость?

1.3. Определение твердости полимерных материалов

1.3.1. Твердость полимерных материалов по Бринеллю

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 4670-2015. Пластмассы. Определение твердости. Метод вдавливания шарика;

– ISO 2039-1:2001. Пластмассы. Определение твердости. Часть 1. Метод с применением шарикового индентора;

– Испытания пластмасс. Твердость при вдавливании шарикового индентора.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.10.

Образец для испытания должен целиком помещаться на рабочий стол прибора. Поверхности образца должны быть перпендикулярными к направлению приложенной нагрузки. В течение 5 с прилагают предварительную нагрузку 9,8 Н так, чтобы точка контакта индентора находилась на расстоянии не менее 10 мм от края образца.

Устанавливают устройство, отсчитывающее глубину вдавливания, на нулевую отметку и дополнительно прикладывают испытательную нагрузку F_m в течение 2 – 3 с без удара.

Выбирают значение испытательной нагрузки (49, 132, 358, 961 Н) так, чтобы получить глубину вдавливания шарика от 0,15 до 0,35 мм. Если через 30 с глубина вдавливания находится вне указанного интервала (или вся серия измерений, или отдельное значение), то следует величину нагрузки при испытании изменять таким образом, чтобы получить корректную глубину вдавливания.

После приложения испытательной нагрузки F_m через 30 с измеряют глубину вдавливания под нагрузкой h_1 с точностью $\pm 0,005$ мм. Проводят десять испытаний, результаты которых являются действительными на одном или нескольких образцах.

Определяют деформацию корпуса прибора h_2 в миллиметрах: помещают мягкий медный блок (не менее 6 мм толщиной) на рабочий стол и прилагают предварительную нагрузку F_a . Устанавливают



Рис. 1.10. Стационарный твердомер по Бринеллю TH600

устройство для измерения глубины на нулевую отметку и прилагают испытательную нагрузку F_m . Выдерживают испытательную нагрузку до тех пор, пока показание на указателе глубины вдавливания не станет стационарным.

Повторяют вышеуказанные операции до тех пор, пока показание индикатора глубины не будет постоянным после каждого приложения испытательной нагрузки. Уменьшенное значение нагрузки в ньютонах вычисляют по формуле

$$F_r = F_m \frac{0,21}{(h - h_r) + 0,21},$$

где F_m – нагрузка на индентор при испытании, Н; h_r – уменьшенная глубина вдавливания (0,25 мм); h_1 – глубина вдавливания индентора под испытательной нагрузкой, мм; h_2 – деформация корпуса прибора под испытательной нагрузкой, мм; 0,21 – коэффициент приведения нагрузки к глубине вдавливания h_r , равной 0,25 мм; $h = h_1 - h_2$ – глубина вдавливания после внесения поправки на деформацию корпуса прибора, мм.

Твердость при вдавливании шарика вычисляют по формуле, Н/мм²,

$$H = \frac{1}{5\pi} \frac{F_r}{h_r}.$$

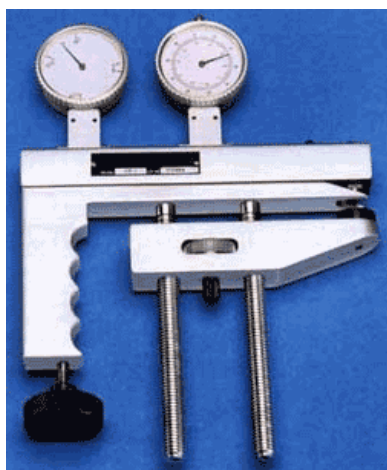
Значения H менее 250 Н/мм² округляют до 1 Н/мм² (*целых чисел*). Значения H более 250 Н/мм² округляют до значений, кратных 10 Н/мм² (*десяти*).

1.3.2. Твердость полимерных материалов по Роквеллу

Методика определения разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 24622-91. Пластмассы. Определение твердости. Твердость по Роквеллу;
- ISO 2039-1:2001. Пластмассы. Определение твердости. Часть 2. Определение твердости по Роквеллу.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.11.



а)



б)

Рис. 1.11. Приборы для определения твердости по Роквеллу:
а – портативный тестер; б – лабораторный тестер

В соответствии с табл. 1.4 выбирают диаметр индентора и значения нагрузок.

Таблица 1.4

Характеристики рекомендуемых шкал Роквелла

Шкала Роквелла	Предварительная нагрузка, Н	Общая нагрузка, Н	Диаметр шарика, мм
R	98,07	588,4	12,7
L	98,07	588,4	6,35
M	98,07	980,7	6,35

После смены первое показание сбрасывают, так как индентор не сразу плотно входит в гнездо. Образец помещают на опорную плиту. Проверяют, чтобы на поверхностях образца и индентора не было пыли, грязи, смазки и окалины и чтобы поверхность образца была перпендикулярна к направлению прилагаемой нагрузки. Прилагают предварительную нагрузку и ставят показание циферблата на нуль.

Рекомендуется устанавливать такую скорость приложения общей нагрузки, чтобы при холостом ходе (без образца и без контакта шарика с рабочим столом) под действием общей нагрузки 980,7 Н рукоятка для приложения нагрузки проходила весь путь за 4 – 5 с.

Через 15 с после начала приложения основной нагрузки ее снимают. В ходе этой операции следует избегать сотрясений прибора.

Через 15 с после начала снятия основной нагрузки записывают показания шкалы циферблата с точностью до одного деления.

На поверхности одного испытуемого образца проводят не менее пяти измерений. Не следует проводить измерения на расстоянии ближе 10 мм от края образца. Расстояние между двумя измерениями должно быть не менее 10 мм.

В идеальном случае показатель твердости по Роквеллу должен быть между 50 и 115. За пределами этих значений показатели будут неточными и определение следует повторить, пользуясь следующей более жесткой шкалой. При необходимости использовать менее жесткую шкалу, чем шкала R. Если испытание по Роквеллу становится непригодным, материал испытывают по Шору.

Твердость по Роквеллу выражают показателем, которому предшествует буква, обозначающая шкалу (например, HR). Значение определяют по формуле $HR = 130 - e$, где e – глубина вдавливания после снятия основной нагрузки в единицах измерения шкалы.

При необходимости вычисляют стандартное отклонение по формуле

$$V = \sqrt{\frac{\sum x^2 - n\bar{x}^2}{n-1}},$$

где x – отдельные значения твердости по Роквеллу; \bar{x} – среднее арифметическое значение полученных результатов; n – число результатов.

1.3.3. Твердость полимерных материалов по Шору

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 24621-2015. Пластмассы и эбонит. Определение твердости при вдавливании с помощью дюрометра (твердость по Шору);
- ISO 868:2003. Эбонит и пластмассы. Определение инденторной твердости с помощью дюрометра (твердость по Шору);
- DIN 53505-1987. Каучук, эластомеры и пластмассы. Методы определения твердости по Шору a и Шору D ;
- ASTM D2240-00. Тест-метод измерения твердости по Шору мягких материалов с использованием CETR-UMT 2 или CETR-APEX.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.12, 1.13.

Образец для испытания помещают на твердую горизонтальную ровную поверхность. Дюрومتر устанавливают в вертикальном положении так, чтобы кончик индентора находился на расстоянии не менее 12 мм от любого края образца.



Рис. 1.12. Трибологический центр



Рис. 1.13. Дюрометры (твердомеры) для определения твердости по Шору:
а – ручной дюрометр; б – ручная модульная станция настольного исполнения

Плавно и быстро прижимают опорную поверхность дюрометра, держа ее параллельно поверхности образца и прилагают к ней давление, достаточное для обеспечения надежного контакта с образцом.

Снимают показания индикаторного устройства спустя 15 с. Проводят пять измерений твердости в разных местах поверхности образца, но на расстоянии не менее 6 мм друг от друга и находят среднее арифметическое значение.

Значениями твердости по Шору являются показания шкалы, полученные в результате проникновения в пластик определенного стального стержня. Эта твердость определяется склероскопами двух типов, оба из которых имеют калиброванные пружины для приложения нагрузки к индентору (рис. 1.14). Склероскоп А применяется для более мягких материалов (от 10 до 90), а склероскоп D – для более твердых (от 20 до 90). Если измеренные значения $> 90A$, то материал слишком тверд и должен применяться склероскоп D. Если измеренные значения больше $20D$, то материал слишком мягок и должен применяться склероскоп А.

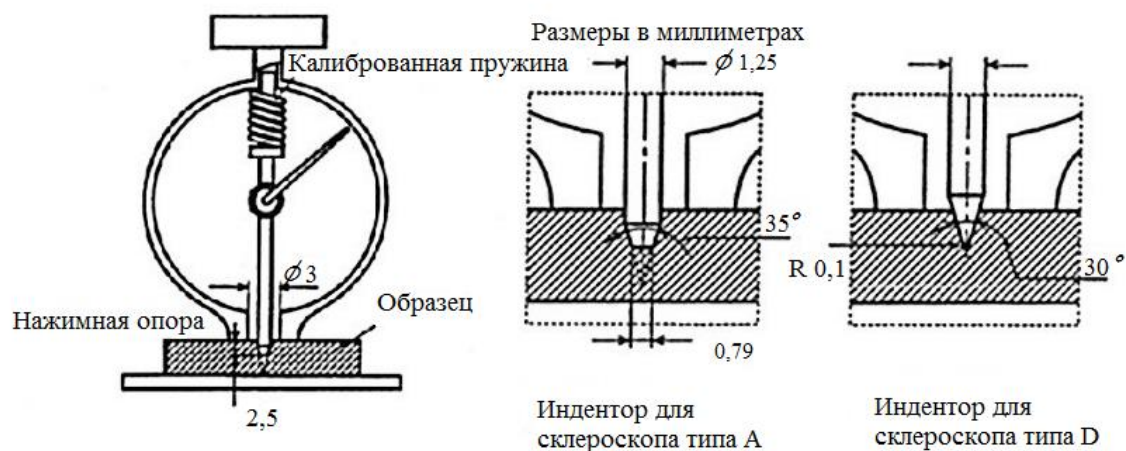


Рис. 1.14. Схема дюрометра и инденторов

Контрольные вопросы

1. В чем сущность метода испытания пластмасс на твердость?
2. Почему время приложения нагрузки жестко регламентировано стандартом?
3. Как влияет природа полимера на твердость?
4. Каково влияние природы наполнителя на твердость пластмасс?

1.4. Определение износостойкости

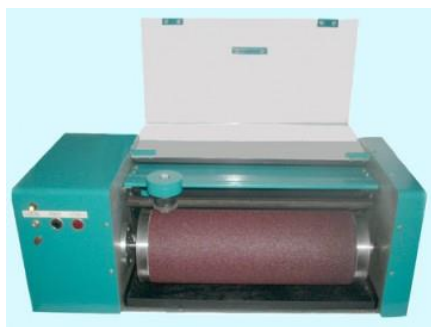
Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 11012-69. Пластмассы. Метод испытания на абразивный износ;
- ISO 3537:2015. Транспорт дорожный. Безопасные материалы для остекления. Испытания механических свойств;

– DIN 52347-1987. Стекло и пластмассы. Испытание на истирание с применением абразивного круга и измерением рассеянного света;

– ASTM D1044-13. Стандартный метод испытания на сопротивление прозрачной пластмассы абразивной поверхности.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.15.



а)



б)

Рис. 1.15. Приборы для измерения износостойкости:

а – абразиметр для определения потери объема;

б – абразиметр для определения потери массы

В случае определения износостойкости (истираемости) по методу потери объема (рис. 1.15, а) в качестве образцов применяют бруски квадратного сечения 10×10 мм или цилиндра диаметром 10 мм. Высота образца составляет 10 – 20 мм. Перед началом испытания измеряют плотность образца путем обмера и взвешивания (см. п. 1.5.1).

Закрепляют на вращающемся цилиндре абразиметра шкурку с показателем истирания $1,20 \pm 0,02$ мм³/м. Образец закрепляют в держателе аппарата, взвешивают вместе с держателем, затем устанавливают держатель в патроне машины и прижимают сверху к шкурке при нагрузке 2 кгс. Часть образца должна выступать из держателя на $3 \pm 0,5$ мм.

Путь истирания образца должен быть кратным целому числу оборотов цилиндра и составлять не менее 10 м. Длина пути определяется по формуле $L = nl$, где n – число оборотов за время истирания; l – длина пути истирания за один оборот цилиндра.

Истирание проводят по свежей поверхности шкурки после предварительной притирки к ней, за время которой на образце должны появиться следы износа. По завершении истирания образец очи-

щают от пыли и продуктов износа. Показатель истирания определяют по формуле $V_i = K \frac{G - G_1}{\rho L} 1000$, где K – коэффициент, учитывающий истирающую поверхность шкурки, равный 1 для эталонной шкурки; G – масса образца с держателем до истирания; G_1 – масса образца с держателем после истирания; ρ – плотность образца; L – длина пути истирания, м.

Если износостойкость определяется по потере массы (рис. 1.15, б), то образец закрепляют на диске, вращающемся с частотой 60 об/мин (рис. 1.16). Силы, создаваемые грузами, прижимают абразивные круги к образцу. После заданного числа циклов испытания прекращают. Массу потерь на истирание определяют как массу частиц, которые были удалены с образца: эту массу выражают в миллиграммах на 1000 циклов. Абразивные круги фактически представляют собой точильные камни в форме круга. Используются различные типы этих кругов.

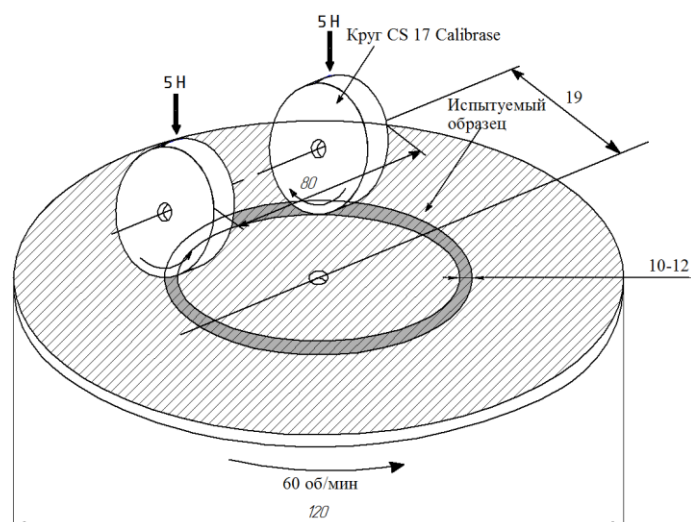


Рис. 1.16. Схема испытания образца на износостойкость при помощи абразиметра Табера

Контрольные вопросы

1. Что такое износостойкость?
2. Какими методами можно определить износостойкость изделия?
3. Какой метод определения износостойкости лежит в основе данной методики?
4. Какие приборы используются для определения износостойкости в данной методике?
5. Опишите данную методику определения износостойкости.

1.5. Определение плотности полимерных материалов

1.5.1. Определение плотности методом обмера и взвешивания (по объему и массе)

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 15139-69. Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы);
- DIN 53479. Пластмассы и эластомеры. Определение плотности;
- ASTM D792-08. Стандартные методы определения плотности и удельного веса (относительной плотности) из пластмасс.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.17



Рис. 1.17. Приборы для обмера образцов: а – электронный микрометр; б – прибор для определения объема образцов (ГОСТ 15139-69); в – аналитические весы

Метод применяется для определения плотности (объемной массы) изделий и полуфабрикатов (стержни, бруски, трубы) и обеспечивает точность измерения плотности до 0,5 % при точности измерения объема 0,3 % и массы 0,2 %. Образцы для испытания должны иметь объем не менее 1 см³ и массу не более 180 г.

Для образцов правильной геометрической формы определяют его линейные размеры с точностью до 0,1 % от минимального размера образца. По результатам обмера определяется объем образца.

Для образцов неправильной или трудно измеряемой формы допускается измерять объем другими методами, например, по вытесненному объему жидкости. Для этого прибор, находящийся в вертикальном положении узким горлышком вверх, наполняют жидкостью до нижнего деления шкалы или немного выше, закрывают пробкой и переворачивают на 360° , после этого отсчитывают уровень жидкости. Затем прибор переворачивают так, чтобы большая пробка находилась вверху, после этого взвешенный образец объемом не более 5 см^3 вводят в прибор, плотно закрывают пробкой и, переворачивая, приводят в первоначальное положение. Новый уровень жидкости отсчитывают, следя за тем, чтобы не было прилипших к образцу воздушных пузырьков. Объем образца определяют по разности между уровнями жидкости.

Массу образца находят путем взвешивания с точностью до $0,0001 \text{ г}$. Плотность материала при температуре измерения вычисляют по формуле, $\rho_t = \frac{M_1}{V}$, г/см^3 , где M_1 – масса образца, г ; V – объем образца при температуре измерения, см^3 .

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны быть более $0,005 \text{ г/см}^3$, если нет других указаний в нормативно-технической документации на материал.

1.5.2. Исследование плотности методом гидростатического взвешивания

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 15139-69. Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы);
- DIN 53479. Пластмассы и эластомеры. Определение плотности;
- ISO 1183-1:2004. Пластмассы. Методы определения плотности непористых пластмасс. Часть 1. Метод погружения, метод жидкостного пикнометра и метод титрования;
- ASTM D792-08. Стандартные методы определения плотности и удельного веса (относительной плотности) из пластмасс.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.18.

Метод предназначен для определения плотности (объемной массы) формованных изделий (стержни, бруски, трубки) и обеспечивает точность измерения плотности до 6,1 %. Для испытания применяют образцы массой 0,2 – 5,0 г. Определяют массу образца M_1 , взвешивая его с точностью до 0,0001 г.

Устанавливают подставку со стаканом, наполненным рабочей жидкостью, на столик весов; испытуемый образец с помощью проволоки-подвески подвешивают к коромыслу весов. После этого образец опускают в стакан с жидкостью до полного его погружения, не касаясь стенок и дна сосуда и следя за тем, чтобы на нем не было пузырьков воздуха, и проводят взвешивание, определяя массу M_2 . Если образец в жидкости всплывает, к подвеске подвешивают дополнительный груз.

Образец снимают с подвески, подвеску (с грузом, если он применялся) опускают в стакан с жидкостью (подвеска при этом не должна касаться стенок и дна стакана) и взвешивают, таким образом определяют массу M_3 . По данным взвешивания массу жидкости известной плотности (M_7), объем которой равен объему образца, вычисляют по формуле, г,

$$M_7 = M_1 - (M_2 - M_3),$$

где M_1 – масса образца в воздухе, г; M_2 – масса образца с подвеской в жидкости, г; M_3 – масса подвески (с грузом, если он применялся) в жидкости, г.

Плотность испытуемого образца вычисляют по формуле, г/см³,

$$\rho_i = \frac{M_1}{M_7}.$$

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны быть более 0,0005 г/см³. Результаты округляют до третьего десятичного знака.



Рис. 1.18. Комплект для гидростатического взвешивания

1.5.3. Пикнометрический метод определения плотности

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 15139-69. Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы);
- DIN 53479. Пластмассы и эластомеры. Определение плотности;
- ISO 1183-1:2004. Пластмассы. Методы определения плотности непористых пластмасс. Часть 1. Метод погружения, метод жидкостного пикнометра и метод титрования;
- ASTM D792-08. Стандартные методы определения плотности и удельного веса (относительной плотности) из пластмасс.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.19.



Рис. 1.19. Приборы для определения плотности пикнометрическим методом:
а – высокоточный лабораторный термостат; б – лабораторный вакуумный насос

Метод применяется для определения плотности формованных изделий, пресс-порошков, гранул, хлопьев и обеспечивает точность измерения до 0,05 %. Образцы для испытания должны иметь массу от 1 до 5 г.

Пустой и сухой пикнометр наполняют водой и помещают в термостат на 30 мин при температуре, выбранной из значений $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$, $23 \pm 0,1^\circ\text{C}$ или $27 \pm 0,1^\circ\text{C}$. Затем, не вынимая пикнометр из термоста-

та, удаляют избыток воды из капиллярной трубки при помощи свернутой фильтровальной бумаги. После чего пикнометр вытирают снаружи, взвешивают и определяют массу M_6 .

Пикнометр освобождают от воды, высушивают, помещают в него образец и взвешивают вместе с ним. По разности этих двух измерений определяют массу образца M_1 .

В пикнометр заливают воду так, чтобы она покрывала образец, и удаляют воздух, поместив пикнометр в вакуумный эксикатор, присоединенный к вакуум-насосу. После вакуумирования пикнометр с рабочей жидкостью и образцом помещают в термостат, где выдерживают в течение 30 мин при температурах, указанных выше. Жидкость доводят до метки, затем снаружи пикнометр вытирают, взвешивают и определяют массу M_{11} .

Плотность образца вычисляют по формуле, г/см^3 ,

$$\rho_t = \frac{M_1 \cdot \rho_{\text{ж}}}{M_6 - M_{11}},$$

где M_1 – масса образца в воздухе, г; M_6 – масса пикнометра с водой, г; M_{11} – масса пикнометра с рабочей жидкостью и образцом, г; $\rho_{\text{ж}}$ – плотность воды при температуре термостатирования, г/см^3 .

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны быть более $0,0002 \text{ г/см}^3$. Результаты округляют до четвертого знака после запятой.

1.5.4. Определение плотности флотационным методом (изменением плотности рабочей жидкости)

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 15139-69. Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы);
- DIN 53479. Пластмассы и эластомеры. Определение плотности.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.20.



Рис. 1.20. Приборы для определения плотности флотационным методом:
а – циркуляционный термостат; б – магнитная мешалка

Метод применяется для определения плотности пластмасс (преимущественно полиолефинов) в виде гранул и любых формованных изделий. Метод пригоден для определения плотности полиолефинов плотностью менее 1 г/см^3 . Схема установки для определения плотности полимеров флотационным методом изображена на рис. 1.21.

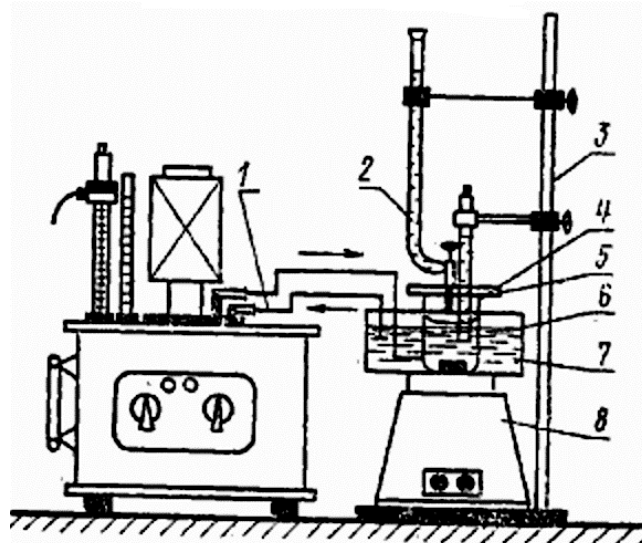


Рис. 1.21. Схема установки для определения плотности флотационным методом

В стакан 6 наливают пипеткой 50 см^3 водного раствора этилового спирта плотностью $0,9100 \text{ г/см}^3$, помещают в него ротор магнитной мешалки 8 и три гранулы материала или три образца, вырезанных из разных мест одной и той же пластины полимера.

Стакан помещают в водяную ванну 7, присоединенную к ультратермостату 1, и закрывают крышкой 5, через отверстие которой в стакан вводят термометр 4 и носик бюретки 2 с дистиллированной водой, закрепленные на штативе 3. Для достижения температурного равновесия содержимое стакана термостатируют при перемешивании в течение 15 мин. Затем порциями по 1 см^3 добавляют из бюретки воду до тех пор, пока образцы не проявят склонности к переходу во взвешенное состояние.

После этого воду прибавляют по $0,2 \text{ см}^3$, а затем по каплям до тех пор, пока образец не поднимется не менее чем на 1 см под мениском раствора. В этот момент прекращают подачу воды и испытание заканчивают. Плотность образцов определяют по количеству добавленной дистиллированной воды с помощью кривой на градуировочном графике (рис. 1.22).

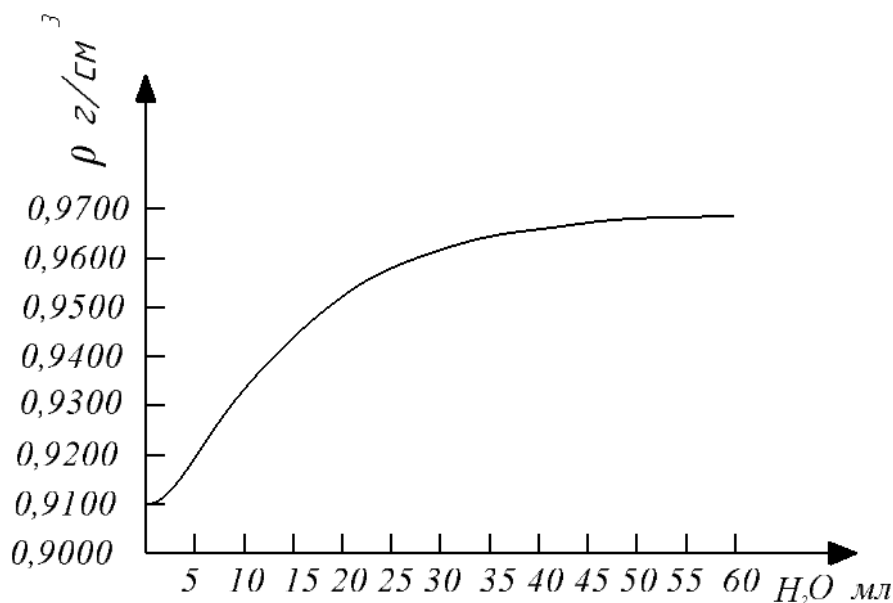


Рис. 1.22. Градуировочный график для определения плотности

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов расчета плотности по градуировочному графику для каждого образца, допускаемые расхождения между которыми не должны отличаться более чем на $0,0004 \text{ г/см}^3$. Результаты округляют до четвертого десятичного знака. Точность метода до $0,0002 \text{ г/см}^3$.

1.5.5. Определение плотности методом градиентной колонки

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 15139-69. Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы);
- DIN 53479. Пластмассы и эластомеры. Определение плотности;
- ISO 1183-2:2004. Пластмассы. Методы определения плотности непористых пластмасс. Часть 2. Определение плотности с помощью градиентной колонки.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.23.



Рис. 1.23. Цифровое устройство для автоматического определения плотности методом градиентных колонок

Метод применяется для определения плотности пластмасс в виде пленок, гранул, волокон, а также любых формованных изделий.

Проверяют стабильность градиента плотности раствора, заполняющего колонку, по высоте расположения в ней эталонных поплавков. Образцы исследуемого полимера смачивают менее плотной из двух составляющих рабочий раствор колонки жидкостей. Затем вводят образцы в колонку и оставляют там до достижения равновесия. После этого измеряют глубину погружения трех образцов, расположенных друг от друга не более чем на 1,5 мм.

Испытанные образцы удаляют из колонки при помощи проволочной корзиночки, подвешенной на тонкой нити. Скорость подъема и опускания корзиночки приблизительно 1 см/мин.

Плотность образца определяют посредством интерполяции между значениями двух плотностей эталонных поплавков, между которыми расположен образец, по формуле

$$\rho_t = \rho_1 + \frac{(h - h_1)(\rho_2 - \rho_1)}{h_2 - h_1},$$

где h_1 и h_2 – глубина погружения обоих эталонных поплавков, мм; ρ_2 и ρ_1 – плотности обоих эталонных поплавков, г/см³; h – глубина погружения образца, мм.

За результат испытания принимают среднее арифметическое параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны быть более $0,0002 \text{ г/см}^3$. Результаты округляют до четвертого десятичного знака.

Контрольные вопросы

1. Дайте определение понятию «плотность».
2. Какие методы определения плотности полимерных материалов вам известны?
3. Какие приборы используются для определения плотности полимерных материалов?
4. Опишите методику определения плотности полимерных материалов для каждого метода.

1.6. Определение водопоглощения

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 4650-2014. Пластмассы. Методы определения водопоглощения;

– ISO 62:2008. Пластмассы. Определение поглощения воды;

– ASTM D570. Метод испытания пластмасс на водопоглощение.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 1.24.

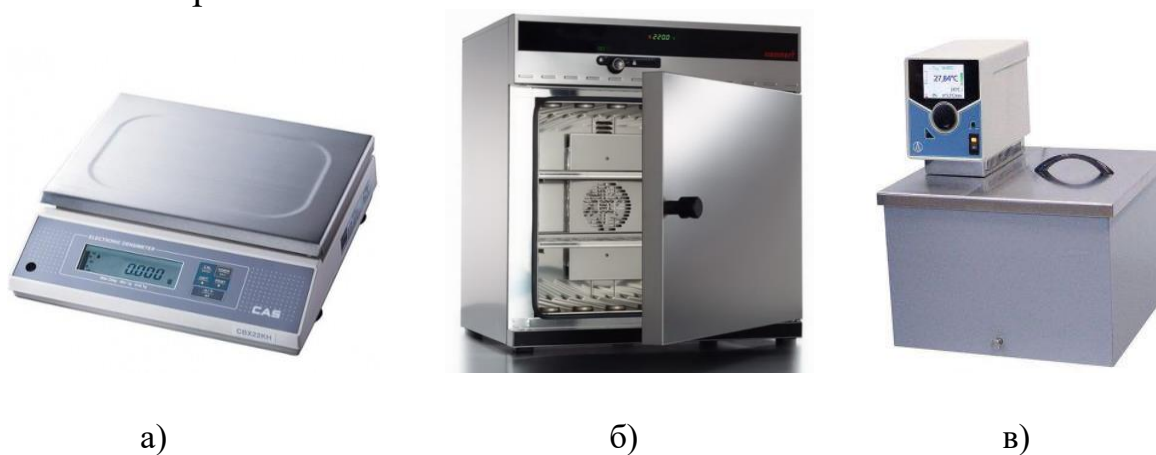


Рис. 1.24. Оборудование для определения водопоглощения:
а – лабораторные весы; б – сушильный шкаф; в – жидкостной термостат

Испытания проводят не менее чем на трех образцах. Перед испытанием образцы тщательно высушивают до постоянной массы. Каждый набор из трех образцов помещают в жидкостный термостат и полностью погружают в дистиллированную воду. Образцы не должны касаться друг друга и стенок термостата.

В случае, если температура воды составляет 23 ± 2 °С, их выдерживают в термостате в течение 24 ч. Затем образцы извлекают из воды, протирают их снаружи и взвешивают не позднее чем через минуту после извлечения с точностью до 0,1 г.

Возможно помещение образцов в кипящую дистиллированную воду так, чтобы они опирались на один край. В этом случае их извлекают через 30 мин и охлаждают в дистиллированной воде до температуры окружающей среды в течение 15 мин. Затем их извлекают по одному, протирают снаружи и взвешивают не позднее чем через 1 мин после извлечения с точностью до 0,1 г.

Водопоглощение образцов определяют по формуле

$$c = \frac{m_2 - m_1}{m_1},$$

где m_1 – масса высушенного образца перед погружением в воду, г;
 m_2 – масса образца после выдержки в воде, г.

Контрольные вопросы

1. Что такое водопоглощение?
2. От чего зависит величина водопоглощения?
3. Какие методы определения водопоглощения вы можете перечислить?
4. Какие приборы используются для определения водопоглощения?
5. Опишите методику определения водопоглощения для метода, применяемого в данной работе.

2. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Поведение полимерных материалов в электрическом поле оценивается следующими свойствами:

- удельная электрическая проводимость;
- диэлектрическая проницаемость;
- диэлектрические потери;
- электрическая прочность.

Рассмотрим перечисленные характеристики электрических свойств полимеров в указанной последовательности.

Электрической проводимостью полимера называется способность его пропускать электрический ток при приложении к нему напряжения. Эта проводимость описывается тремя механизмами: электронным, ионным, биполярным. В большинстве случаев электропроводность диэлектриков носит ионный характер. Так, присутствие ионов в полимерах обусловлено электролитической диссоциацией ионогенных участков макромолекул, а также холодной эмиссией ионов в полимер из электродов. Источником ионов, химически не связанных с макромолекулой, являются низкомолекулярные примеси. В полях высокой напряженности (более 10 кВ) возможен вклад и электронной проводимости вследствие инжекции электронов вблизи электродов. Такая проводимость характерна для полимеров, содержащих сопряженные двойные связи. Кроме того, электронная проводимость в полимерных материалах осуществляется также электронными проводимостями электропроводящих ингредиентов, специально вводимых в полимерный материал (например, порошок никеля серебра и других металлов), а также под воздействием тепла, сильного электрического поля может происходить ионизация даже макромолекул.

В большинстве случаев электропроводность полимерных материалов оценивают величиной обратной проводимости по физическому смыслу, т. е. удельным объемным сопротивлением ρ_v . Это сопротивление между электродами, приложенными к противоположным граням единичного куба с размерами сторон 1 м, удельное объемное сопротивление имеет единицу измерения Ом на метр. Для большинства полимеров оно равно от 10^{-3} до 10^8 Ом · м. Удельное поверхностное электрическое сопротивление ρ_s – это сопротивление меж-

ду противоположными сторонами единичного квадрата со сторонами 1 м на поверхности полимерного образца, единица измерения удельного поверхностного электрического сопротивления Ом. Значения ρ_s от 10 до 10^6 Ом.

Измерения ρ_s и ρ_v проводят методом измерения токов, проходящих через образец ρ_v или по поверхности образца ρ_s при приложении к нему постоянного по напряжению электрического тока. Измерительная ячейка состоит из трех электродов, которые присоединяются к измерительному прибору в зависимости от вида измерения. Например, для определения ρ_v схему собирают по рис. 2.1, а для измерения ρ_s – нижний измерительный электрод 2 подключают к клемме «минус», а охранный электрод 3 – к клемме «плюс». В этом случае поверхностное сопротивление измеряется по падению напряжения тока, проходящего по кольцевой поверхности образца полимера. Электрическая проводимость существенно зависит от следующих факторов:

- напряженность электрического поля;
- температура;
- полярность полимера;
- состав полимерной композиции.

Например, с повышением температуры увеличивается и электрическая проводимость.

При кристаллизации неполярных полимеров происходит снижение проводимости тем больше, чем выше степень кристаллизации. Повышение полярности полимера приводит к росту вклада в общую проводимость электронной составляющей и увеличению суммарной проводимости.

Под действием электрического поля наступает поляризация диэлектрика. Количественно поляризацию диэлектрика характеризуют вектором, равным электрическому моменту единицы объема полимера. Величина поляризации P равна сумме двух составляющих: деформационной и ориентационной поляризации. Вследствие возникновения поляризации заряженных частиц происходит увеличение напряженности электрического поля, действующего на атомы или молекулы, на величину, пропорциональную поляризации. Поэтому емкость конденсатора C между обкладками которого помещен диэлектрик, выше емкости того же конденсатора, у которого между обкладками находится вакуум C_0 . Тогда отношение C/C_0 называется диэлектриче-

ской проницаемостью ϵ . Для измерения диэлектрической проницаемости используют метод добротности. Под добротностью понимают отношение энергии, запасенной в колебательной системе, к энергии, теряемой системой вследствие ее рассеяния за один период колебаний. Величину добротности определяют прибором Q -метр. На рис. 2.1 представлена схема для оценки диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь $\operatorname{tg}\delta$. Величина ϵ существенно зависит от температуры, что видно из рис. 2.2.

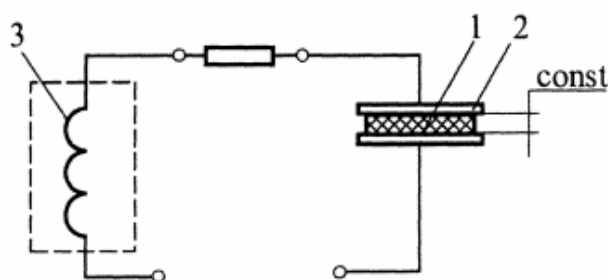


Рис. 2.1. Измерительная схема для оценки ϵ' и $\operatorname{tg}\delta$:
1 – диэлектрик; 2 – измерительная ячейка; 3 – катушка

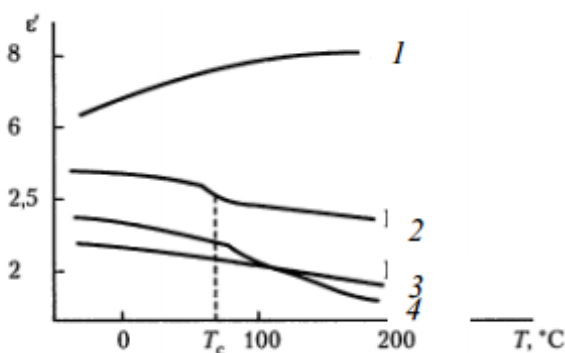


Рис. 2.2. Зависимость ϵ' от температуры:
1 – полярный полимер; 2 – полистирол;
3 – полиэтилен высокой плотности; 4 – полипропилен

У кристаллического полипропилена и слабополярного полистирола значение ϵ' убывает (кривые 2 и 4) почти равномерно с повышением температуры, в то время как диэлектрическая проницаемость полярного полимера с увеличением температуры возрастает. Зависимость величины диэлектрической проницаемости от частоты электрического поля у всех полимеров понижается. Так, значение снижается с увеличением частоты электрического поля следующим образом

(данные для метилметакрилата): 50 Гц $\epsilon = 3,5$; 10 Гц $\epsilon = 2,6$. При прохождении через диэлектрик электрического тока возникающая энергия рассеивается в нем, т. е. диссипирует. Эти потери учитываются величиной, называемой диэлектрическими потерями. Они численно равны количеству тепла, выделяющегося в единице объема диэлектрика при прохождении через него электрического тока. В идеальном диэлектрике, где часть энергии рассеивается, угол между вектором меньше 90° на величину δ . Этот угол называют углом диэлектрических потерь. Однако на практике значение этих потерь оценивают тангенсом угла диэлектрических потерь.

При определенном значении напряжения, подведенному к полимеру, последний теряет свои электроизоляционные свойства, в нем образуется проводящий электрический ток – канал, т. е. наступает разрушение диэлектрика – его пробой. При этом выделяется большое количество энергии, полимер в области пробоя разогревается настолько, что он расплавляется или загорается. Физический смысл прочности $E_{пр}$ заключается в сопротивлении диэлектрика и разрушении его в электрическом поле. Механизм разрушения полимеров в электрическом поле (механизм пробоя) различен для разных полимеров. Различают следующие виды пробоя: электронный, тепловой, пробой вследствие газовых разрядов, электрохимический и др. Величина $E_{пр}$ связана с напряжением пробоя следующей зависимостью: $E_{пр} = U/Eh$, где U – напряжение пробоя, МВ; h – толщина полимера.

На рис. 2.3 представлена зависимость электрической прочности $E_{пр}$ от температуры T .

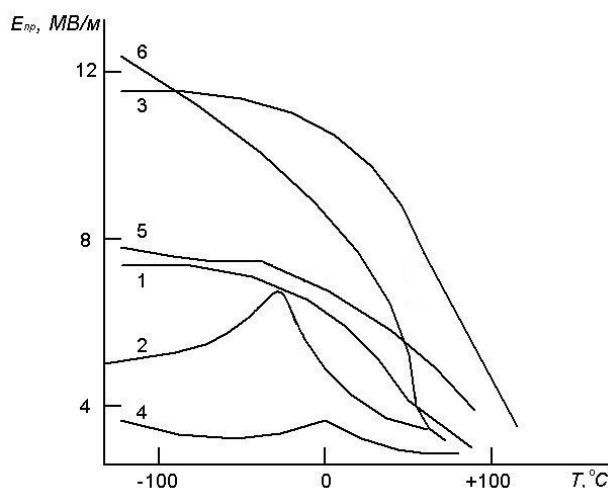


Рис. 2.3. Зависимость $E_{пр}$ от температуры T : 1 – полиметилметакрилат; 2 – поливиниловый спирт; 3 – полистирол; 4 – полиизобутилен; 5 – кремнийорганический каучук; 6 – полиэтилен

2.1. Поверхностное и объемное сопротивление пластмасс

Методика определения разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 6433.2-71. Материалы электроизоляционные твердые. Методы определения электрического сопротивления при постоянном напряжении;

– IEC 60093(1980). Материалы электроизоляционные твердые. Методы измерения удельного объемного и поверхностного сопротивления;

– ASTM D257-1999. Методы определения сопротивления при постоянном токе или проводимости изоляционных материалов.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 2.4.

Образцы для испытаний не должны иметь видимых невооруженным глазом короблений, препятствующих плотному прилеганию электродов, а также трещин, сколов, вмятин, заусенцев, загрязнений. Поверхности образцов, подвергавшиеся механической обработке, должны быть гладкими, без выбоин и царапин, а плоскости образцов – параллельными.

Для определения сопротивления изоляции применяют образцы следующих размеров:

- минимальные размеры плоских образцов 60×150 мм;
- трубчатые, цилиндрические и стержневые образцы длиной 60 мм, минимальным диаметром 50 мм;
- листовые и ленточные материалы толщиной менее 1 мм, шириной не более 25 мм, длиной не менее 50 мм.

Предпочтительные минимальные размеры образцов 50×75 мм. Внутреннее сопротивление, как правило, определяют при толщине материалов более 8 мм.



Рис. 2.4. Прибор для определения поверхностного и удельного объемного сопротивления

Толщину испытываемых образцов принимают как среднее арифметическое измерений в пяти точках в предполагаемой области расположения измерительного электрода. Погрешность измерения толщины не должна превышать $\pm(1\% + 0,002 \text{ мм})$.

Для проведения испытаний образец помещают на рабочий стол прибора и на двух его противоположных поверхностях размещают электроды. Внутреннее сопротивление определяют на образцах с двумя сквозными отверстиями для электродов, просверленными с противоположных сторон образца (рис. 2.5).

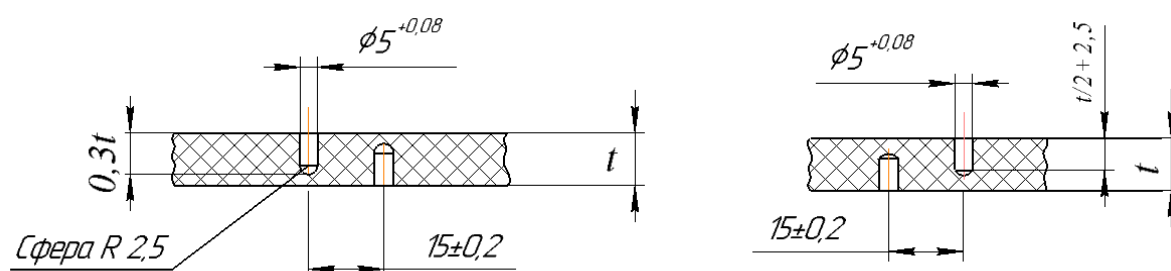


Рис. 2.5. Схемы образцов для определения объемного сопротивления

Сопротивления измеряют при постоянном напряжении, нестабильность которого должна быть не более 1 % при токе не более 1 мА. Величину напряжения следует измерять с погрешностью не более 2 %.

Перед началом испытаний электроды на образце должны быть замкнуты не менее 1 мин до подачи испытательного напряжения. Измерение проводится при одном из следующих напряжений: 50, 100, 250, 500, 1000 В. Отсчет осуществляется по истечении 60 с после подачи напряжения или после истечения времени, указанного в нормативной документации на материал.

При повторении измерения испытываемый образец следует деполяризовать. Деполяризацию осуществляют путем заземления электродов через измерительный прибор.

Удельные сопротивления рассчитывают по формулам, приведенным в табл. 2.1.

Таблица 2.1

Расчетные формулы удельных сопротивлений

Наименование показателя	Обозначение	Расчетная формула	Единица измерения
Удельное объемное сопротивление 1. Для плоских образцов: - круглые электроды - прямоугольные электроды 2. Для трубчатых и цилиндрических образцов	ρ_v	$\rho_v = \pi \frac{D_0^2}{4t} R_v$ $\rho_v = \frac{(a+g)(c+g)}{t} R_v$ $\rho_v = \frac{\pi(d_2-t)(l+g)}{t} R_v$	Ом · м
Удельное поверхностное сопротивление 1. Для плоских образцов: - круглые электроды - прямоугольные электроды 2. Для трубчатых и цилиндрических образцов	ρ_s	$\rho_s = \pi \frac{D_0}{g} R_s$ $\rho_s = \frac{2(a+c+2g)}{t} R_s$ $\rho_s = 2\pi \frac{d_2}{g} R_s$	Ом

Примечание. R_v , R_s – измеренные сопротивления, Ом; $D_0 = \frac{d_1 + d_2}{2}$;

d_1 – диаметр измерительного электрода для плоского образца или внутренний диаметр трубок, м; d_2 – наружный диаметр трубок или внутренний диаметр охранного кольца для плоского образца, м; g – ширина зазора между измерительным и охраняемым электродами, м; t – толщина образца, м; a – длина измерительного электрода, м; c – ширина измерительного электрода, м.

Контрольные вопросы

1. Что такое поверхностное сопротивление?
2. Что такое объемное сопротивление?
3. Перечислите методы определения поверхностного и объемного сопротивления.
4. Какие приборы используются для определения поверхностного и объемного сопротивления пластмасс?
5. Какие требования предъявляются к изделиям, применяемым в качестве образцов?
6. Опишите методику определения поверхностного и объемного сопротивления пластмасс для метода, применяемого в данной работе.

2.2. Электрическая прочность диэлектрика

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 6433.3-71. Материалы электроизоляционные твердые. Методы определения электрической прочности при переменном (частоты 50 Гц) и постоянном напряжении;

– IEC 60243-1(2013). Материалы изоляционные. Методы определения электрической прочности. Часть 1. Испытания на промышленных частотах;

– ASTM D149-09(2013). Стандартный метод испытаний напряжения пробоя диэлектриков и электрической прочности твердых электроизоляционных материалов на промышленных частотах.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 2.6.

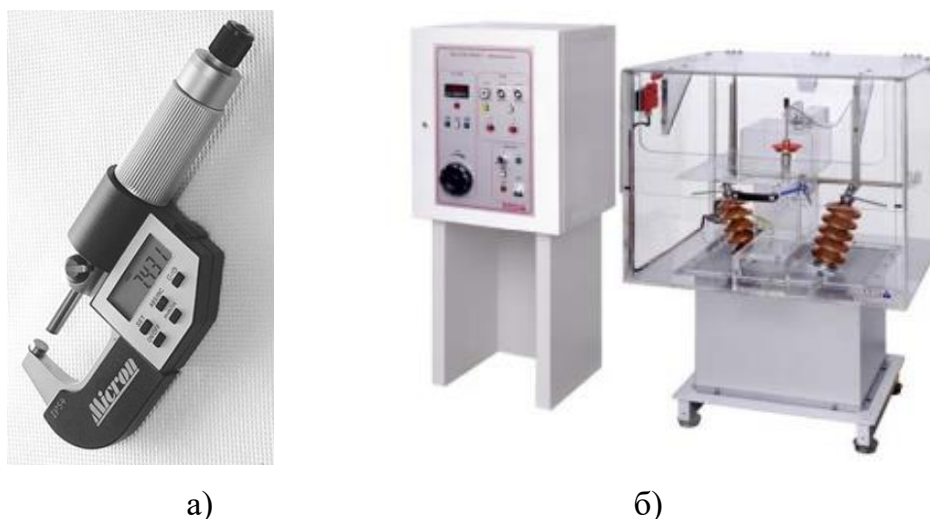


Рис. 2.6. Приборы для определения электрической прочности диэлектрика:
а – электронный микрометр; б – лабораторная установка для измерения электрической прочности

Образцы для испытаний не должны иметь видимых невооруженным глазом короблений, препятствующих плотному прилеганию электродов, а также трещин, сколов, вмятин, загрязнений. Поверхности образцов, подвергавшиеся механической обработке, должны быть гладкими, без выбоин и царапин, а плоскости образцов – параллельными.

Форма и размеры образцов должны соответствовать требованиям, представленным в табл. 2.2.

Таблица 2.2

Параметры образцов для измерения электрической прочности

Форма образцов	Размер образца (диаметр круга, сторона квадрата, длина трубы или стержня, ширина ленты или полосы), мм
Плоская (круг, квадрат)	От 25 до 150
Трубчатая (цилиндрическая)	От 100 до 300
Лента, полоса	От 15 до 35

Испытания проводят на образцах с двумя несквозными отверстиями для электродов, просверленными с противоположных сторон образца (рис. 2.7).

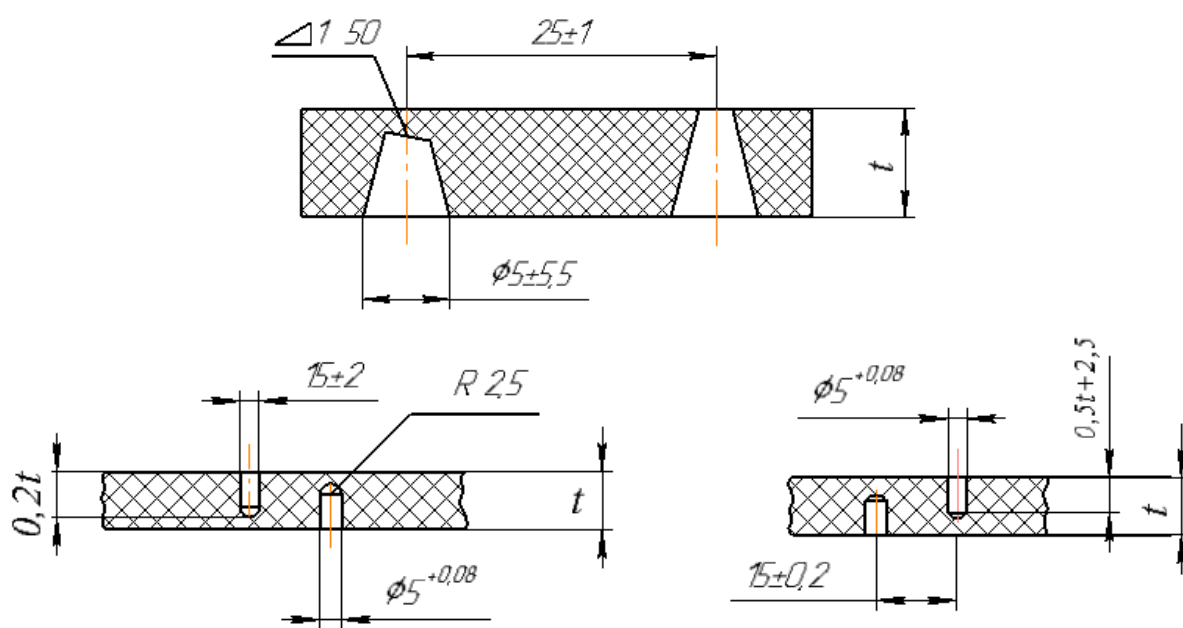


Рис. 2.7. Схемы образцов для определения электрической прочности

Толщину испытываемых образцов принимают как среднее арифметическое измерений в пяти точках в предполагаемой области расположения измерительного электрода. Погрешность измерения толщины не должна превышать $\pm(1\% + 0,002 \text{ мм})$.

Электрическую прочность определяют при плавном или ступенчатом подъеме напряжения. При плавном подъеме напряжение должно повышаться с нуля равномерно таким образом, чтобы пробой происходил в диапазоне от 10 до 20 с после начала подъема напряжения. Необходимо, чтобы среднее арифметическое значение времени находилось в указанном диапазоне, хотя некоторые значения времени пробоя будут находиться и вне приведенного диапазона.

При ступенчатом подъеме напряжения электрическую прочность определяют двумя вариантами:

Вариант А. Напряжение должно повышаться ступенями с выдержкой на каждой ступени 20 с. Испытательное напряжение первой ступени выбирают близким к 40 % вероятного пробивного напряжения, полученного при плавном подъеме. Если образец выдерживает в течение 20 с испытательное напряжение, то переходят на следующее напряжение согласно табл. 2.3 (см. ASTM D149-09(2013)). Продолжительность перехода от одной ступени к другой должна быть в пределах 1 – 2 с. Время повышения напряжения прибавляется ко времени испытания при более высоком напряжении. Если пробой наступает в течение более короткого времени чем 2 мин, желательно понизить величину исходного напряжения.

Таблица 2.3

Значения испытательных напряжений
при ступенчатом определении электрической прочности

0,50	1,3	3,2	7,0	17	40	90
0,55	1,4	3,4	7,5	18	42	95
0,60	1,5	3,6	8,0	19	44	100
0,65	1,6	3,8	8,5	20	46	110
0,70	1,7	4,0	9,0	22	48	120
0,75	1,8	4,2	9,5	24	50	130
0,80	1,9	4,4	10	26	55	140
0,85	2,0	4,6	11	28	60	150
0,90	2,2	4,8	12	30	65	160
0,95	2,4	5,0	13	32	70	170
1,0	2,6	5,5	14	34	75	180
1,1	2,8	6,0	15	36	80	190
1,2	3,0	6,5	16	38	85	200

Вариант Б. Напряжение должно повышаться ступенями с выдержкой на каждой ступени 1 мин. Испытательное напряжение на первой ступени должно составлять 50 % пробивного напряжения, полученного при плавном подъеме напряжения. Напряжение на первой ступени подают на образец плавным подъемом. Испытательное напряжение на каждой следующей ступени должно повышаться на 10 % от испытательного на первой ступени. Продолжительность перехода от данной ступени к другой не должна превышать 10 с.

В обоих вариантах, если пробой произойдет в момент повышения напряжения, пробивным должно считаться напряжение, соответствующее предыдущей ступени. Число пробоев должно быть не менее пяти. За величину пробивного напряжения при испытании на переменном напряжении принимают его эффективное значение.

Контрольные вопросы

1. Что такое электрическая прочность диэлектрика?
2. Какие методы определения электрической прочности диэлектрика вы можете перечислить?
3. Какие приборы используются для определения электрической прочности диэлектрика?
4. Какие требования предъявляются к образцам?
5. Опишите методику определения электрической прочности диэлектрика.

2.3. Диэлектрическая проницаемость и тангенс угла диэлектрических потерь

Методика определения разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 22372-77. Материалы диэлектрические. Методы определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь в диапазоне частот от 100 до 5×10^6 в ст. 6 Гц;
- ИЕС 60250(1969). Материалы электроизоляционные. Рекомендуемые методы определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь при промышленных частотах, звуковых и радиочастотах, включая метровый диапазон волн.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 2.8

Образцы для испытаний твердых диэлектрических материалов следует изготавливать в виде круглых, квадратных пластин или цилиндрических трубок. Поверхность образца должна быть ровной, гладкой, без трещин, складок, вмятин, царапин, посторонних включений и других дефектов.

Толщина и площадь испытываемых образцов должны быть такими, чтобы емкость конденсатора, полученная после нанесения электродов на испытываемый образец, была достаточной для определения диэлектрической проницаемости с погрешностью не более $\pm 4\%$. При этом диаметр или ширина плоского образца должны быть от 2,5 до 15 см, а длина трубчатого образца – от 10 до 30 см. Во всех случаях отношение диаметра образца к его толщине – не менее 10. Толщина образца определяется как среднеарифметическое результатов его измерений не менее чем в пяти точках, равномерно расположенных по поверхности образца.

Образец помещается внутрь измерительной ячейки прибора, и к его поверхности прикладывают электроды (рис. 2.9).



Рис. 2.8. Прибор для определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь

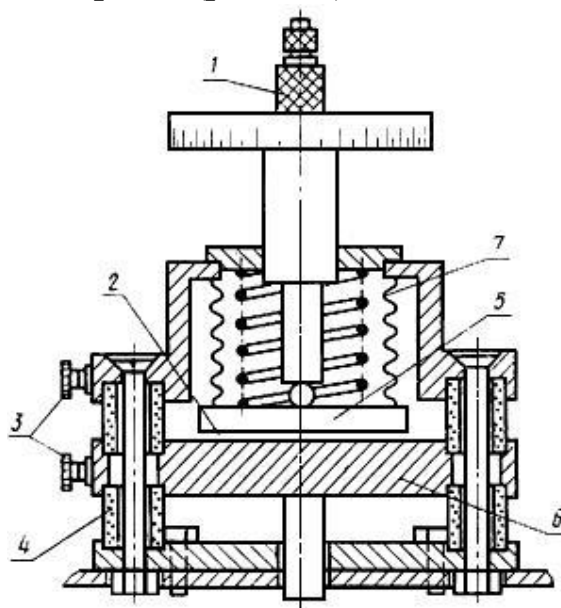


Рис. 2.9. Измерительная ячейка прибора: 1 – микрометрическая головка; 2 – пространство для образца; 3 – металлические клеммы; 4 – плавленный кварц; 5 – подвижный электрод; 6 – неподвижный электрод; 7 – металлический щитфон

Испытания образцов проводят при температуре окружающей среды 15 – 35 °С и относительной влажности воздуха 45 – 80 %. При непрерывном изменении температуры образца максимальная скорость подъема (понижения) температуры не должна превышать 2 °С в минуту.

При ступенчатом методе повышения (понижения) температуры максимальная скорость её изменения в камере не должна превышать 15 °С в минуту. Жидкость выдерживают 20 мин при заданной температуре, а образцы твердых диэлектрических материалов по 10 мин на каждый миллиметр толщины образца.

Диэлектрическую проницаемость твердых образцов рассчитывают по формуле

$$\varepsilon = \frac{t'}{t''},$$

где t' – толщина образца; t'' – расстояние между пластинами конденсатора без образца.

Тангенс угла диэлектрических потерь для плоских образцов вычисляют по формуле

$$\operatorname{tg}\delta = \frac{C_1}{C_x} (\operatorname{tg}\delta_1 - \operatorname{tg}\delta_2),$$

где $\operatorname{tg}\delta_1$ – тангенс угла диэлектрических потерь конденсатора с образцом; $\operatorname{tg}\delta_2$ – тангенс угла диэлектрических потерь конденсатора без образца; C_1 – полная емкость конденсатора с образцом, пФ; C_x – емкость образца, пФ, определяемая по формуле $C_x = 0,0695 \frac{d^2}{t'}$, где d – диаметр электрода.

Контрольные вопросы

1. Что такое диэлектрическая проницаемость?
2. Что такое угол диэлектрических потерь?
3. Какие приборы используются для определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь?
4. Какие требования предъявляются к образцам?
5. Опишите методику определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь.

2.4. Определение дугостойкости

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 10345.2-78. Материалы электроизоляционные твердые. Метод определения стойкости к действию электрической дуги постоянного тока низкого напряжения;

– ASTM D495. Метод испытания твердых электроизоляционных материалов на сопротивление электрической дуге при высоком напряжении и малой силе тока.



Рис. 2.10. Прибор для определения дугостойкости

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 2.10.

Дугостойкость определяется на трех образцах размерами не менее $80 \times 80 \times 6$ мм или на образцах в форме диска диаметром не менее 80 мм той же толщины. Допускается использовать несколько образцов, сложенных стопкой, при этом они должны плотно прилегать друг к другу. На одном образце или одной стопке образцов производится только одно испытание.

Электроды располагают в одной плоскости, находящейся под углом $60 \pm 2^\circ$ к горизонтальной плоскости. Угол между осями электродов при испытании должен быть равным от 90 до 95° , а электроды должны располагаться симметрично относительно вертикальной плоскости, перпендикулярной плоскости расположения электродов (рис. 2.11).

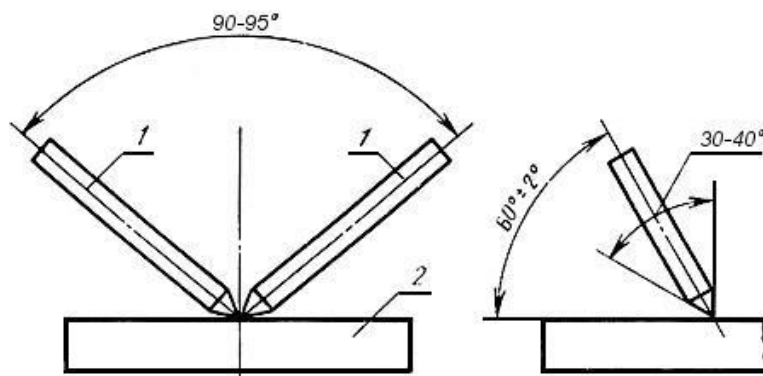


Рис. 2.11. Схема расположения электродов:
1 – электрод; 2 – образец испытываемого материала

Перед каждым испытанием электроды очищают от легкоудаляемых продуктов горения и при необходимости затачивают. Испытуемый образец устанавливают горизонтально плоской поверхностью к электродам. Электроды перед включением установки должны прижиматься к образцу заостренными концами и касаться друг друга.

Установка включается, при этом начинается перемещение отрицательного электрода, и между электродами должна возникнуть дуга. Во время испытания необходимо визуально наблюдать за дугой с целью определения момента прекращения горения дуги и установления факта образования токопроводящей перемычки.

В момент прекращения горения дуги или при ее горении, но при раздвижении электродов на расстояние более 20 мм перемещение электрода прекращают и фиксируют образование токопроводящей перемычки или ее отсутствие, после чего напряжение выключают, а образец остается на месте испытания для охлаждения.

По истечении 60 с на электроды снова подается напряжение на 1 – 3 с и определяется наличие или отсутствие токопроводящей перемычки; электроды при этом должны оставаться на своих местах.

Если при повторной подаче напряжения между электродами возникнет дуга, испытание считается недействительным и повторяется на другом образце. Если получают результаты, которые не дают возможности однозначно оценить класс стойкости материала, то испытывают дополнительно три новых образца. Если повторные испытания дают тот же результат, что и предыдущие, то за результат испытания принимают класс стойкости для расстояния более 20 мм.

По стойкости к действию электрической дуги постоянного тока низкого напряжения электроизоляционные материалы разделяются на классы по следующим критериям:

Класс L1: Горение дуги не прекращается при расстоянии между электродами менее или равном 20 мм. В материале образуется токопроводящая перемычка, которая сохраняется и после охлаждения образца. Материал обугливается или горит.

Класс L2: Горение дуги прекращается при расстоянии между электродами менее или равном 20 мм. В материале образуется токопроводящая перемычка, которая после охлаждения образца не сохраняется. Материал растрескивается.

Класс L3: Горение дуги прекращается при расстоянии между электродами менее или равном 20 мм. В материале образуется токопроводящая перемычка, которая после охлаждения образца не сохраняется. Деструкции материала не наблюдается.

Класс L4: Горение дуги прекращается при расстоянии между электродами менее или равном 20 мм. Токопроводящая перемычка не образуется. Материал плавится и испаряется или воспламеняется без науглероживания.

Класс L5: Горение дуги не прекращается при расстоянии между электродами менее или равном 20 мм. Токопроводящая перемычка не образуется. Деструкции материала не наблюдается.

Класс L6: Горение дуги прекращается при расстоянии между электродами менее или равном 20 мм. Токопроводящая перемычка не образуется. Деструкции материала не наблюдается.

Контрольные вопросы

1. Что такое дугостойкость?
2. На какие классы и по каким критериям разделяются электроизоляционные материалы по стойкости к действию электрической дуги постоянного тока низкого напряжения?
3. Какие приборы используются для определения дугостойкости?
4. Какие требования предъявляются к образцам?
5. Опишите методику определения дугостойкости.

3. ИССЛЕДОВАНИЕ ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Оптические свойства полимерных материалов в значительной степени зависят как от природы полимера, так и типа наполнителя. К оптическим характеристикам относят следующие:

– коэффициент поглощения, характеризующий прозрачность материала. Определение обычно ведут на фотокалориметре;

– коэффициент преломления. По нему можно судить о возможности использования материала для создания оптических изделий – светорассеивателей и др. Исследуют данную характеристику на рефрактометре.

Цветовые характеристики пластмасс определяют как по специализированным эталонам, так и с помощью спектрофотометров. В научном понимании фотопроводимость – это изменение электропроводности конденсированных сред при поглощении света. Для того чтобы понять, в чем именно проявляется это действие света, напомним, что все тела по своим электрическим свойствам делятся на две категории: проводники и диэлектрики. Так, проводники характеризуются возможностью свободного перемещения по объему тела заряженных частиц (электронов или ионов), что обуславливает их сравнительно низкое удельное сопротивление прохождению электрического тока под воздействием электрического поля. Диэлектрики, наоборот, почти не имеют свободных электронов, ввиду чего перемещение электричества по всему объему тела под действием сил поля практически невозможно.

Однако имеется еще одна группа тел, называемых полупроводниками. В полупроводниках, так же как и в диэлектриках, почти отсутствуют свободные электроны, но они могут появиться под действием внешних факторов, а именно: тепла, сильного электрического поля и т. п. При этом удельное сопротивление уменьшается во много раз, и полупроводник становится способным проводить электрический ток. Так, возбуждение под действием света электронов и их переход в свободную зону проводимости имеет своим следствием то, что полупроводники получают некоторую добавочную электропроводность, называемую фотопроводимостью. При исследовании фотопроводимости полимеров изучают зависимость фототока от

длины волны возбуждающего его света (спектральное распределение), интенсивность света (люксамперная характеристика) и напряжение (вольтамперная характеристика). Фоточувствительность характеризуют отношением фототока к темновому току (кратностью) или отношением энергии или интенсивности света к площади, необходимой для достижения фиксированного значения фототока, выражающегося в джоулях на сантиметр квадратный или в вольтах на сантиметр квадратный. Первичный акт любого фотоэлектрического процесса – поглощение света, энергия которого приводит к появлению возбужденных состояний в конденсированной среде и образованию носителей заряда. Основную информацию о фотоэлектрических свойствах полимеров получают с помощью двух методов: измерения времен пролета носителей и электрографического (метода разряда). При этом основными параметрами, характеризующими фотопроводимость, считаются следующие:

- квантовый выход генерации носителей;
- знак носителей;
- подвижность;
- чувствительность;
- величина поверхностной объемной проводимости.

Среди фоточувствительных полимеров известны:

- полимеры с насыщенными связями в основной цепи, имеющие боковые хромофорные группы с развитым π -сопряжением;
- донорно-акцепторные комплексы с переносом заряда (КПЗ), образующиеся при введении соответствующих допантов в полимеры;
- сенсibilизированные красителями полимеры и их комплексы;
- полимеры с насыщенными связями, не имеющие боковых групп с развитым сопряжением.

Поглощение света в перечисленных группах веществ обычно связано с возбуждением соответствующих хромофорных групп и передачей энергии или переносом заряда на невозбужденные светом участки молекул. Наиболее изученными из перечисленных полимеров являются поли-9-винилкарбазол (ПВК) и его аналоги. При этом достаточно хорошо изучены КПЗ этих полимеров с тринитрофлуореноном (ТФН) и др. Поли-9-винилкарбазол состоит из макромолекул с насыщенными углерод-углеродными связями, в которых к каждому второму атому углерода присоединены боковые карбазольные группы.

3.1. Определение мутности и светопропускания

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 15875. Пластмассы. Методы определения коэффициента пропускания и мутности;
- ASTM D1003. Метод определения мутности и светопропускания прозрачных пластмасс.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 3.1.



Рис. 3.1. Приборы для определения мутности и светопропускания: а – спектрофотометр однолучевой; б – автоматизированный двухлучевой спектрофотометр

Образцы для испытаний должны быть плоскими и полностью перекрывать входное отверстие шара, разнотолщинность образцов – не более 10 %. Образцы не должны содержать посторонних включений, пузырей и трещин, а на поверхности видимых дефектов.

Допускается использование однолучевого или двухлучевого шарового фотометра, работающего по принципу компенсации фото-токов, возникающих в измерительном и компенсационном плечах фотометра. Схемы данных устройств изображены на рис. 3.2 и 3.3 соответственно.

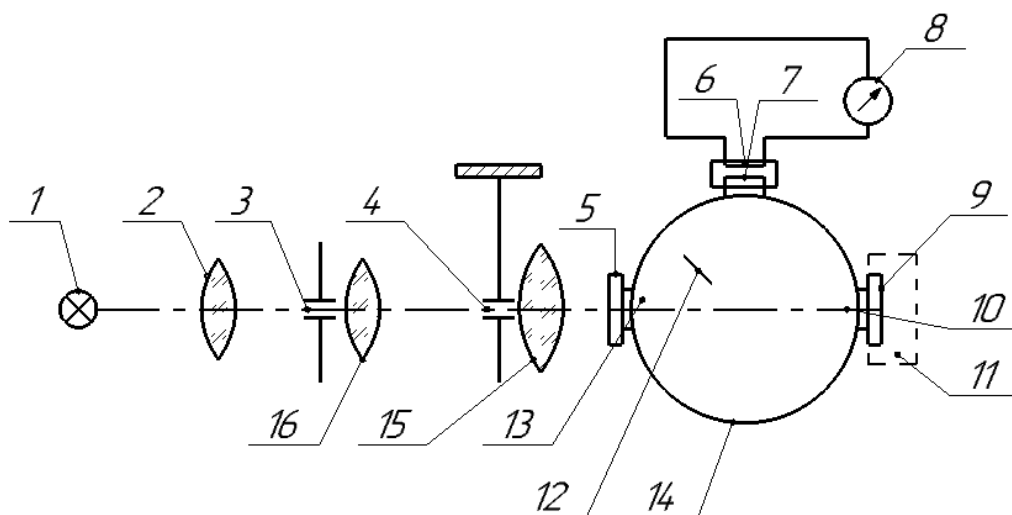


Рис. 3.2. Однолучевой шаровой фотометр: 1 – источник света; 2 – конденсор; 3, 4 – диафрагмы; 5 – образец; 6 – фотоэлемент; 7 – молочное стекло; 8 – измерительный прибор; 9 – белая пластина; 10 – выходное отверстие; 11 – световая ловушка; 12 – экран; 13 – входное отверстие; 14 – фотометрический шар; 15, 16 – линзы

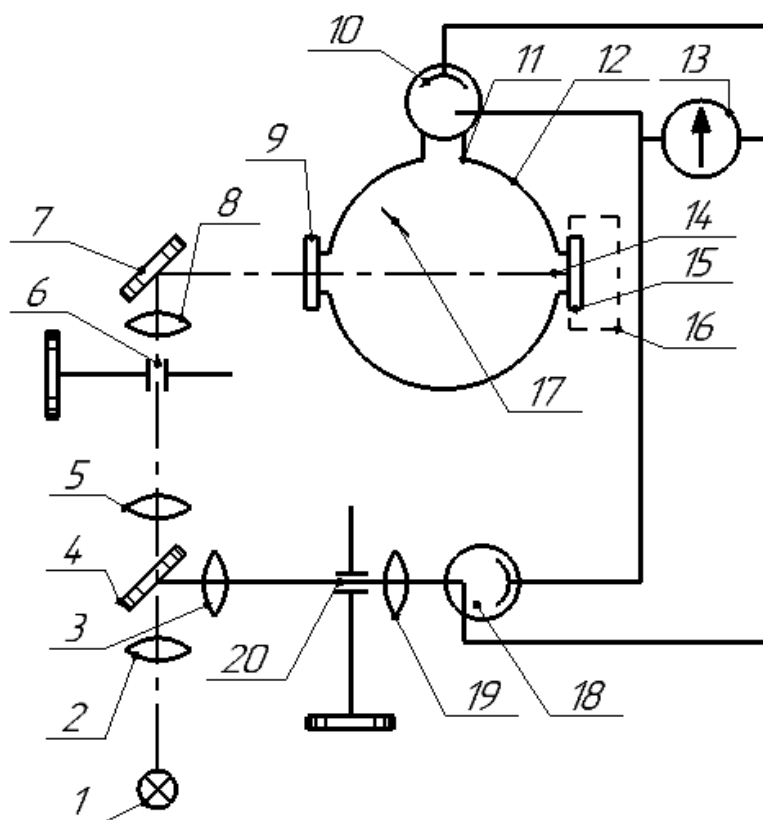


Рис. 3.3. Двухлучевой шаровой фотометр: 1 – источник света; 2 – конденсор; 3, 5, 8, 19 – линзы; 4 – светоделительная пластина; 6 – измерительная диафрагма; 7 – поворотное зеркало; 9 – образец; 10, 18 – фотоэлементы; 11 – молочное стекло; 12 – фотометрический шар; 13 – нуль-гальванометр; 14 – выходное отверстие; 15 – белая пластина; 16 – световая ловушка; 17 – экран; 20 – компенсационная диафрагма

Перед испытанием фотометр выдерживают включенным 20 – 30 мин. При перекрытом световом пучке (свет не падает на фотоэлемент) устанавливают указатель измерительного прибора или нуль-гальванометра на нуль.

Коэффициент пропускания измеряют на фотометре абсолютным или относительным методом:

1. Абсолютный метод:

– на однолучевом фотометре перекрывают выходное отверстие фотометрического шара белой пластиной. Указатель измерительного прибора устанавливают на деление 100 изменением диафрагмы или чувствительности. Затем в пучок вводят испытуемый образец. Отсчет по шкале измерительного прибора дает значение коэффициента пропускания образца τ в процентах;

– на двухлучевом фотометре выходное отверстие фотометрического шара перекрывают белой пластиной. В измерительное плечо прибора вводят испытуемый образец. Измерительную диафрагму устанавливают на полное раскрытие (100 %). Регулируя раскрытие компенсационной диафрагмы, приводят стрелку гальванометра к нулю. Затем вынимают испытуемый образец. Нарушенное равновесие электрической схемы восстанавливают раскрытием измерительной диафрагмы. Отсчет по шкале измерительной диафрагмы дает значение коэффициента пропускания τ в процентах.

2. Относительный метод:

– на однолучевом фотометре в пучок света вводят контрольный образец и устанавливают известное значение его коэффициента пропускания на измерительном приборе. Вынимают контрольный образец и вводят в пучок испытуемый образец. Отсчет по шкале измерительного прибора дает значение коэффициента пропускания τ в процентах;

– на двухлучевом фотометре в измерительное плечо прибора вводят испытуемый образец. Измерительную диафрагму устанавливают на такое раскрытие, которое соответствует известному значению коэффициента пропускания контрольного образца. Регулируя раскрытие компенсационной диафрагмы, приводят стрелку гальванометра к нулю. Затем вынимают испытуемый образец и на его место вводят контрольный образец. Нарушенное равновесие электрической схемы восстанавливают раскрытием измерительной диафрагмы. Отсчет по шкале измерительной диафрагмы дает значение коэффициента пропускания τ в процентах.

Затем измеряют коэффициент рассеянного светопропускания.

Измерение на однолучевом фотометре: выходное отверстие шара перекрывают белой пластиной. В отсутствие испытуемого образца устанавливают указатель измерительного прибора на деление 100. Вводят в пучок испытуемый образец, а белую пластину против выходного отверстия заменяют световой ловушкой. Отсчет по шкале измерительного прибора дает значение $\tau_s + \tau'_p$.

Устанавливают показание измерительного прибора на 100 при выведенном из пучка образце и выходном отверстии, перекрытом белой пластиной. Затем заменяют белую пластину световой ловушкой. Отсчет по шкале измерительного прибора дает значение поправки τ_p в процентах.

Измерение на двухлучевом фотометре: вводят в световой пучок образец, перекрывают выходное отверстие световой ловушкой, измерительную диафрагму устанавливают на полное раскрытие и, регулируя раскрытие компенсационной диафрагмы, добиваются компенсации электрической схемы. Затем вынимают образец, заменяют световую ловушку белой пластиной и восстанавливают равновесие электрической схемы изменением измерительной диафрагмы. Отсчет по шкале измерительной диафрагмы дает значение $\tau_s + \tau'_p$ в процентах.

Для измерения τ_p в отсутствие образца перекрывают выходное отверстие шара световой ловушкой, устанавливают измерительную диафрагму на полное раскрытие и, регулируя раскрытие компенсационной диафрагмы, добиваются равновесия электрической схемы. Заменяют световую ловушку белой пластиной и с помощью измерительной диафрагмы восстанавливают электрическое равновесие. Отсчет по шкале измерительной диафрагмы соответствует значению τ_p .

Поправку на количество рассеянного прибором света, попадающего в фотометрический шар во время измерения коэффициента рассеянного пропускания, рассчитывают по формуле $\tau'_p = \frac{\tau_p \cdot \tau}{100}$.

Затем определяют коэффициент рассеянного светопропускания. Мутность образца в процентах вычисляют по формуле

$$H = \frac{\tau_s}{\tau} 100 = \frac{(\tau_s + \tau'_p) - \frac{\tau_p \cdot \tau}{100}}{\tau} 100 = \frac{\tau_s + \tau'_p}{\tau} 100 - \tau_p,$$

где τ – коэффициент пропускания, %; τ_s – коэффициент рассеянного пропускания, %; τ'_p – поправка на рассеяние прибора в присутствии образца, %; τ_p – поправка на рассеяние прибора в отсутствии образца, %.

Контрольные вопросы

1. Что такое мутность?
2. Что такое светопропускание?
3. Какие приборы используются для определения мутности и светопропускания?
4. Перечислите и опишите методы измерения коэффициента пропускания на фотометре.
5. Какие требования предъявляются к образцам?
6. Какая методика применяется для определения мутности и светопропускания?

3.2. Определение глянца

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 896-69. Фотоэлектрический метод определения блеска;
- DIN 67530-1982. Рефлектометры как вспомогательное средство для определения глянца поверхности пленок красок и пластмасс;
- ASTM D523. Стандартный метод определения глянца;
- ISO 2813:2014. Краски и лаки. Определение показателя блеска под углом 20, 60 и 85 град.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 3.4.



а)



б)

Рис. 3.4. Оборудование для определения глянца: а – блескомер; б – глянецмер

Минимальные размеры поверхности образца для измерения блеска – 40×60 мм. Образцы должны иметь ровную, гладкую и однородную поверхность, без пропусков, подтеков, морщин, посторонних включений и механических повреждений.

Блескомер перед испытанием настраивают на приложенной к прибору поверочной пластинке из увиолевого стекла таким образом, чтобы показание шкалы прибора было «65». Правильность показаний прибора проверяют периодически по поверочной пластинке. Измерения проводят на горизонтальной поверхности по схеме, показанной на рис. 3.5.

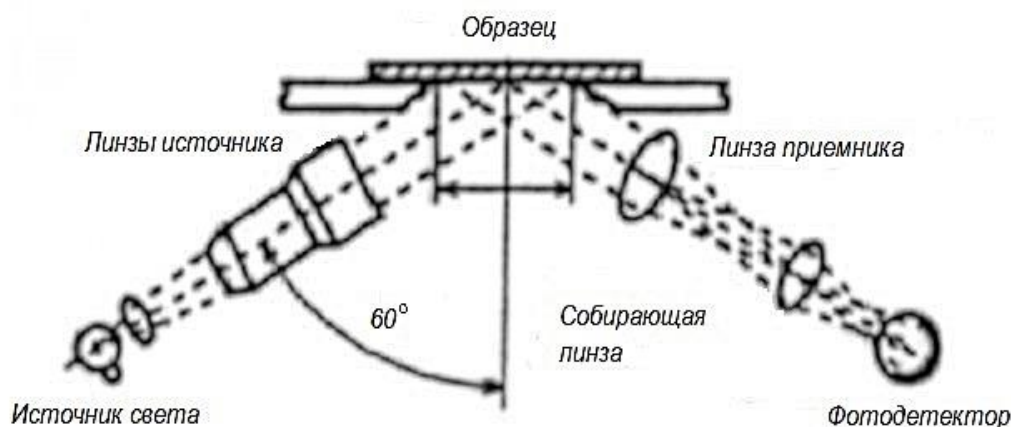


Рис. 3.5. Схема прибора для измерения глянца

Наиболее часто используют угол 60°. Более блестящие материалы можно измерять под углом 20°, а матовые поверхности – под углом 85°.

Величину блеска образца определяют на различных участках его поверхности. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение трех определений, расхождения между которыми не должны превышать 2 %.

Контрольные вопросы

1. Какие приборы используются для определения глянца?
2. Какие требования предъявляются к образцам?
3. Опишите методику определения глянца.

3.3. Методика определения коэффициента преломления

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 19679-74. Пластмассы. Изготовление образцов литьем под давлением и прессованием для оптических испытаний термопластов;

– ГОСТ 19927-74. Пластмассы. Методы определения показателя преломления;

– DIN 53491-1955. Пластмассы. Определение показателя преломления и дисперсии;

– ASTM D542. Методы определения показателя преломления прозрачных органических пластмасс.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 3.6.



Рис. 3.6. Приборы для определения коэффициента преломления: а – рефрактометр; б – автоматический рефрактометр; в – рефрактометр ручной цифровой

Образцы для определения показателя преломления прозрачных термопластов изготавливают по ГОСТ 19679-74 в виде прямоугольных параллелепипедов на литьевой машине (рис. 3.7).

Перед испытанием к образцам испытуемого термопласта необходимо подобрать контактную жидкость с показателем преломления большим, чем у испытуемого термопласта, но не больше показателя

преломления измерительной призмы. Перед испытанием измерительная аппаратура должна быть проверена на точность показания с помощью эталонов.



Рис. 3.7. Литьевая машина для изготовления образцов

Показатель преломления определяют при $20 \pm 0,5$ °С. Схема рефрактометра (а) и вид поля зрения трубы рефрактометра (б) приведены рис. 3.8.

На горизонтальную поверхность призмы рефрактометра пипеткой или стеклянной палочкой, не касаясь призмы, наносят каплю контактной жидкости. Испытуемый образец большей гранью помещают на призму рефрактометра и плотно к ней прижимают.

В контактирующем слое жидкости не должно быть пузырьков воздуха. Отсутствия пузырьков воздуха можно добиться, дополнительно притирая нажатием пальцев образец к призме или вновь нанося жидкость на призму.

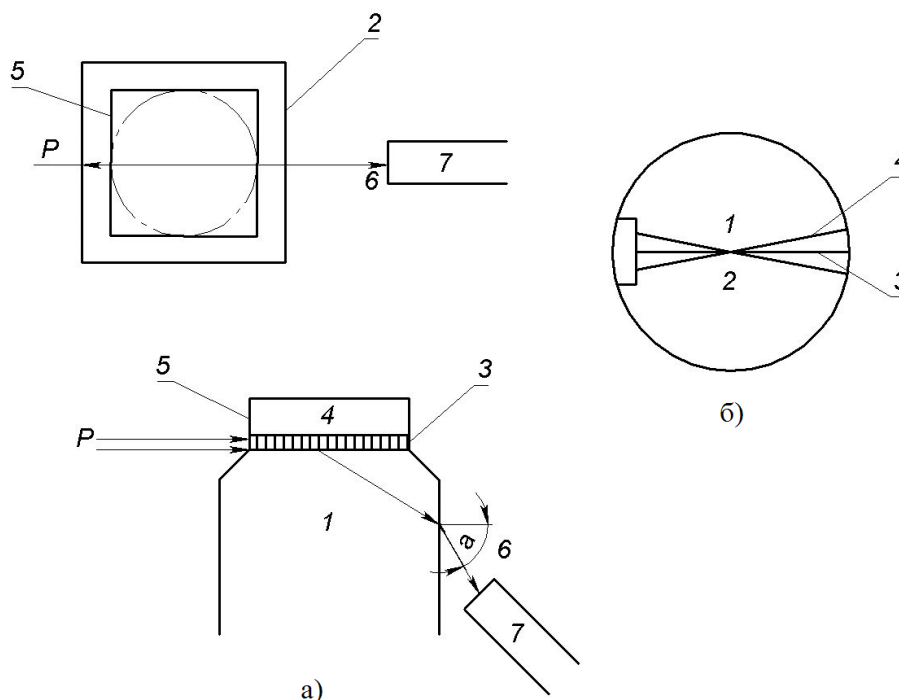


Рис. 3.8. Определение показателя преломления: а) 1 – призма; 2 – преломляющее ребро призмы; 3 – контактная жидкость; 4 – образец; 5 – входная грань образца; Р – луч света, входящий в образец; б – луч света, выходящий из призмы; 7 – зрительная труба рефрактометра; α – предельный угол полного внутреннего отражения; б) 1 – темная часть поля зрения; 2 – светлая часть поля зрения; 3 – граничная линия; 4 – визирный крест окуляра зрительной трубы рефрактометра

Боковую грань образца направляем в сторону источника света. Грань образца, на которую падает свет, необходимо установить параллельно преломляющему ребру призмы, как можно ближе к краю призмы. Избыток контактной жидкости, выступающий за грань образца и мешающий проникновению луча света в образец, устраняют фильтровальной бумагой.

Перемещением зрительной трубы рефрактометра находят такое положение, при котором видны два поля зрения – светлое и темное. Граничная линия этих полей должна быть четкой, резкой и прямолинейной.

Далее проводят проверку на отсутствие клина контактной жидкости между призмой рефрактометра и испытуемым образцом. Клин образуется при избытке контактной жидкости и вносит ошибку в измерения показателя преломления. Наличие клина определяют по интерференционным полосам. Для этого зрительную трубу рефрактометра устанавливают на светлую часть поля зрения и рассматривают через лупу изображение верхней поверхности призмы. Число интерференционных полос должно быть не более двух. Притирая образец к призме, можно менять число полос и добиться полного их исчезновения.

Затем совмещают визирный крест окуляра с граничной линией и снимают показания по измерительной шкале рефрактометра. Измерения повторяют пять раз. За окончательный результат принимают среднее арифметическое из пяти измерений.

Контрольные вопросы

1. Что такое коэффициент преломления?
2. Какие приборы используются для определения коэффициента преломления?
3. Какие требования предъявляются к образцам?
4. Опишите методику определения коэффициента преломления.

4. ИССЛЕДОВАНИЕ ГОРЮЧЕСТИ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Основная проблема применения полимерных материалов – это достаточно высокая горючесть. В связи с этим в настоящее время проводятся многочисленные исследования по изучению возможности снижения горючести и воспламеняемости. Наибольшее распространение получили антипирены.

Антипирены – вещества, снижающие воспламеняемость и горючесть полимерных материалов. В настоящее время в качестве антипиренов обычно используют следующие соединения.

Галогенсодержащие органические вещества. Предполагается, что механизм их действия основан на изменении состава газов в виде разбавления инертным галоидводородным соединением, попадающим в пламя. Наблюдается образование значительного количества кокса, снижающего распространение пламени.

Эффективность галогенсодержащих антипиренов возрастает в ряду фтор < хлор < бром < иод. Наиболее часто в качестве антипиренов применяются хлор- и бромсодержащие соединения, так как они обеспечивают наилучшее соотношение цена – качество. Номенклатура и объем использования бромсодержащих антипиренов больше, чем хлорсодержащих. Бромсодержащие антипирены намного более эффективны, чем хлорсодержащие, так как продукты их горения менее летучи. Кроме того, хлорсодержащие антипирены выделяют хлор в широком интервале температур, поэтому содержание его в газовой фазе низкое, а бромсодержащие антипирены разлагаются в узком интервале температур, обеспечивая, таким образом, оптимальную концентрацию брома в газовой фазе.

Было доказано, что при сжигании бромсодержащих антипиренов не выделяются токсичные соединения (диоксины и фураны). Также следует обратить внимание на такой немаловажный фактор, как вторичная переработка материалов, содержащих антипирены. Пластмассы, содержащие в качестве антипиренов соединения брома, легко подвергаются вторичной переработке благодаря высокой термостабильности таких антипиренов.

Фосфорсодержащие соединения. Фосфорсодержащие соединения могут быть органическими и неорганическими. Они активны в га-

зовой или конденсированной фазе, а иногда и в обеих. Полагают, что соединения фосфора действуют в газовой фазе через образование радикалов PO^* , поглощающих активные радикалы H^* и HO^* , которые способствуют распространению пламени. Действие в конденсированной фазе заключается в том, что при разложении антипирена образуются остатки фосфорной кислоты, которые действуют как дегидратирующий агент, способствуя образованию карбонизированных структур. Номенклатура фосфорсодержащих соединений довольно широка, и для начала можно разделить их на две группы – галогенсодержащие и не содержащие галогенов. Достоинство соединений, содержащих галоген и фосфор, заключается в том, что они, во-первых, отщепляя при разложении галогенрадикалы, дезактивируют по обычному для галогенов механизму активные радикалы H^* и HO^* и, во-вторых, способствуют образованию карбонизированных структур по описанному выше механизму.

Ко второй группе относятся красный фосфор, водорастворимые неорганические фосфаты, нерастворимый фосфат аммония и полифосфаты, органофосфаты и фосфонаты, а также фосфин оксиды.

Гидроксиды металлов. Гидроксиды алюминия и магния занимают первое место среди антипиренов по объему применения. Неорганические гидроксиды легки в обращении и нетоксичны. Правильно подобранная система на основе гидроксида металла позволяет получить дешевый негорючий материал с небольшим количеством дыма, выделяющегося при разложении.

Гидроксиды металлов под воздействием высоких температур разлагаются с выделением воды. Реакция разложения является эндотермической, что приводит к охлаждению субстрата до температур ниже точки воспламенения. Образование воды способствует разбавлению горючих газов, выделяющихся при разложении, ослабляет действие кислорода и уменьшает скорость горения. Эффективность гидроксидов прямо пропорциональна их содержанию в полимере.

Применение гидроксидов в качестве антипиренов постоянно возрастает, что обусловлено давлением экологических организаций, обеспокоенных влиянием галогенсодержащих соединений на окружающую среду по причине их более низкой стоимости по сравнению с антипиренами других типов.

4.1. Определение воспламеняемости полимерных материалов

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 21207-81. Пластмассы. Метод определения воспламеняемости;
- UL 94. Стандарт испытания частей устройств и приборов из пластмассовых материалов на стойкость к воспламенению;
- CSA C22.2 No.0.6-M1982. Испытание полимерных материалов на воспламеняемость.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 4.1.

Для испытания применяют образцы в форме бруска длиной не менее 100 мм, шириной от 10 до 15 мм, толщиной от 3 до 5 мм и площадью поперечного сечения от 40 до 50 мм². Предельные отклонения по толщине и ширине образцов не должны превышать $\pm 0,5$ мм. На образцы наносят линию – метку по ширине перпендикулярно оси образца на расстоянии 80 мм от того конца, который будут поджигать. Количество образцов для испытания должно быть не менее пяти.

Образец закрепляют по ширине в горизонтальном положении так, чтобы длина незакрепленной части образца была не менее 80 мм (рис. 4.2).



Рис. 4.1. Стенд для определения воспламеняемости

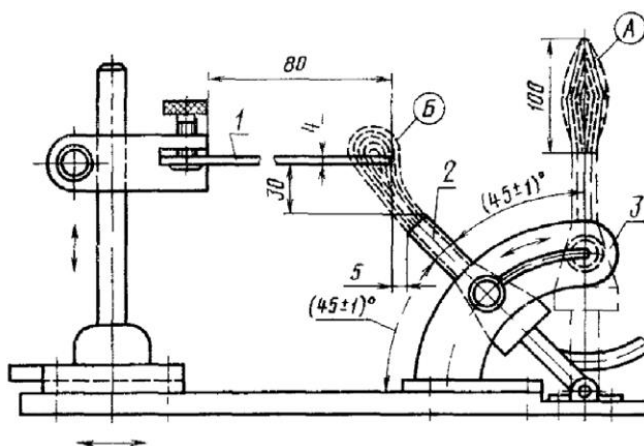


Рис. 4.2. Схема проведения испытания:
1 – образец; 2 – горелка Бунзена;
3 – поворотное приспособление

Горелку Бунзена устанавливают в вертикальном положении А, поджигают газ, регулируя так, чтобы высота пламени составляла около 100 мм. Затем горелку перемещают в рабочее положение Б и включают секундомер. Через 60 с после поджога образца горелку выключают, одновременно включают секундомер и измеряют время горения образца.

Если передний край пламени достигнет метки на образце, то секундомер останавливают, испытание прекращают и пламя гасят. Если образец гаснет раньше достижения переднего края пламени метки на образце, то испытание прекращают не ранее чем через 30 с после выключения горелки.

После окончания испытания включают вентиляцию для удаления продуктов сгорания. Измеряют наименьшее расстояние между меткой и обуглившейся кромкой на обеих сторонах образца по его ширине. В дальнейший расчет принимают наименьшее из этих двух измерений.

Длину обуглившейся части образца L в миллиметрах вычисляют по формуле

$$L = \frac{\sum_{i=1}^n (90 - l)}{n},$$

где l – наименьшее расстояние между меткой и обуглившейся частью отдельного образца, мм; n – количество испытываемых образцов.

Время горения определяют как среднее арифметическое время горения не менее пяти образцов.

Контрольные вопросы

1. Что такое воспламеняемость?
2. Какие полимерные материалы стойки к воспламенению?
3. Опишите установку, используемую для определения воспламеняемости полимерных материалов.
4. Какие требования предъявляются к образцам?
5. Какая существует методика определения воспламеняемости полимерных материалов.

4.2. Испытание стойкости к горению

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 28157-89. Пластмассы. Методы определения стойкости к горению;
- UL 94. Стандарт испытания частей устройств и приборов из пластмассовых материалов на стойкость к воспламенению;
- CSA C22.2 No.0.6-M1982. Испытание полимерных материалов на воспламеняемость.

Методика предполагает использование стандартного оборудования (штатив, горелка Бунзена) согласно схемам, изображенным на рис. 4.3 – 4.5. Испытания проводят на пяти образцах, имеющих форму брусков длиной 125 ± 5 , шириной 10 – 13 и толщиной 1 – 13 мм. Испытаниям подвергают образцы, не имеющие вздутий, трещин, сколов, раковин, зазубрин, заусенцев и отверстий. Края образцов должны быть гладкими, радиус закругления углов не должен превышать 1,3 мм.

Испытания проводят по трем различным вариантам.

1. Испытания на горение горизонтально закрепленного образца

На образцы наносят метки перпендикулярно к оси образца на заданном расстоянии от того конца образца, который будет подвергнут воздействию пламени (25 мм и 100 мм по ГОСТ 28157-89; 25,4 мм и 101,6 мм для UL 94).

Образец закрепляют в зажиме за конец, наиболее удаленный от метки 25 мм (25,4 мм), и располагают таким образом, чтобы его продольная ось находилась в горизонтальном положении, а поперечная ось – под углом 45° к горизонтали (рис. 4.3).

Пламя горелки подносят к нижней кромке свободного конца образца. Центральная ось патрубка горелки должна находиться в той же вертикальной плоскости, что и продольная ось образца, и под углом 45° к горизонтали. Пламя подносят на 30 с без изменения положения горелки так, чтобы торец образца был погружен в пламя на глубину около 6,5 мм, и затем удаляют от образца.

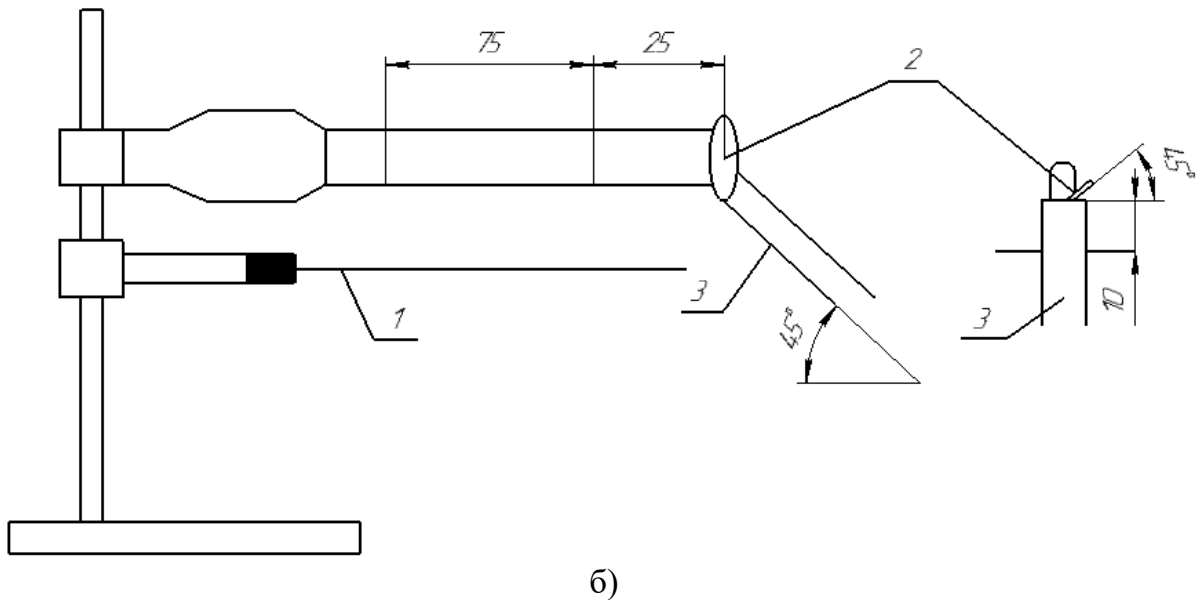
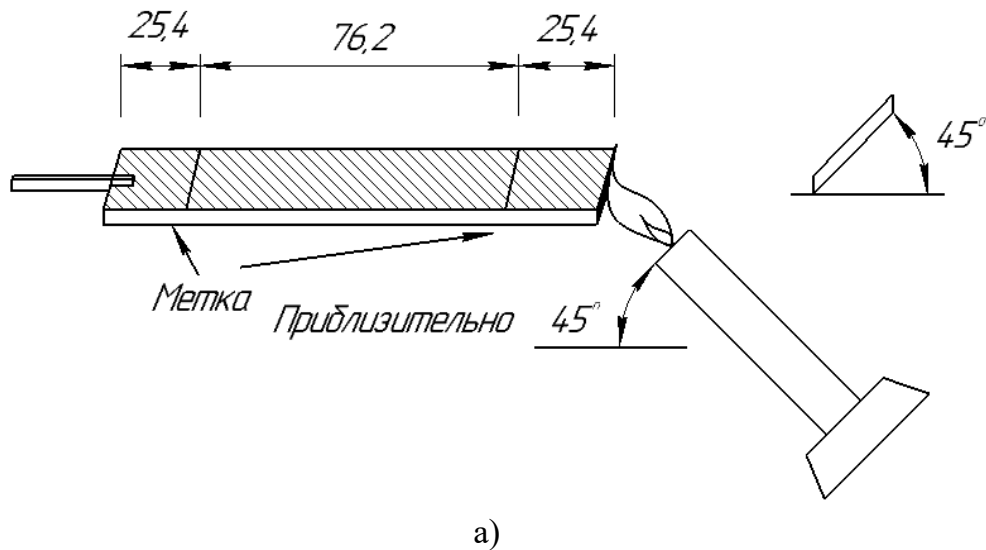


Рис. 4.3. Схема испытания на горение горизонтально закрепленного образца:
а – по ГОСТ 28157-89: 1 – металлическая (проволочная) сетка;
2 – образец; 3 – горелка; б – по UL 94

Если образец сгорает до метки 25 мм менее чем за 30 с, то горелку удаляют от образца как только пламя достигает метки 25 мм. Если образец продолжает гореть после удаления горелки, то фиксируют время t горения образца между метками и рассчитывают скорость горения v , м/мин,

$$v = \frac{60L}{t},$$

где L – длина сгоревшей части, мм; t – время горения, с.

Если фронт пламени распространяется от метки 25 мм, но не достиг метки 100 мм, фиксируют время горения и длину L в миллиметрах поврежденной части образца между меткой 25 мм и местом на образце, до которого распространился фронт пламени.

Материал соответствует категории ПГ по ГОСТ 28157-89 и НВ по UL 94, если при его горении выполняются следующие условия:

- для образцов толщиной от 3 до 13 мм скорость горения не должна превышать 40 мм/мин по ГОСТ 28157-89 и 38 мм/мин по UL 94 на участке между метками;

- для образцов толщиной менее 3 мм скорость горения не должна превышать 75 мм/мин по ГОСТ 28157-89 и 76 мм/мин по UL 94 на участке между метками;

- горение прекращается до того, как пламя достигнет метки 100 мм.

2. Испытания на горение вертикально закрепленного образца

Образец закрепляют в зажиме так, чтобы его продольная ось располагалась вертикально и нижний конец находился на расстоянии 300 мм от слоя гигроскопической хирургической ваты (хлопковой подкладки) площадью 50×50 мм и толщиной 6 мм (рис. 4.4).

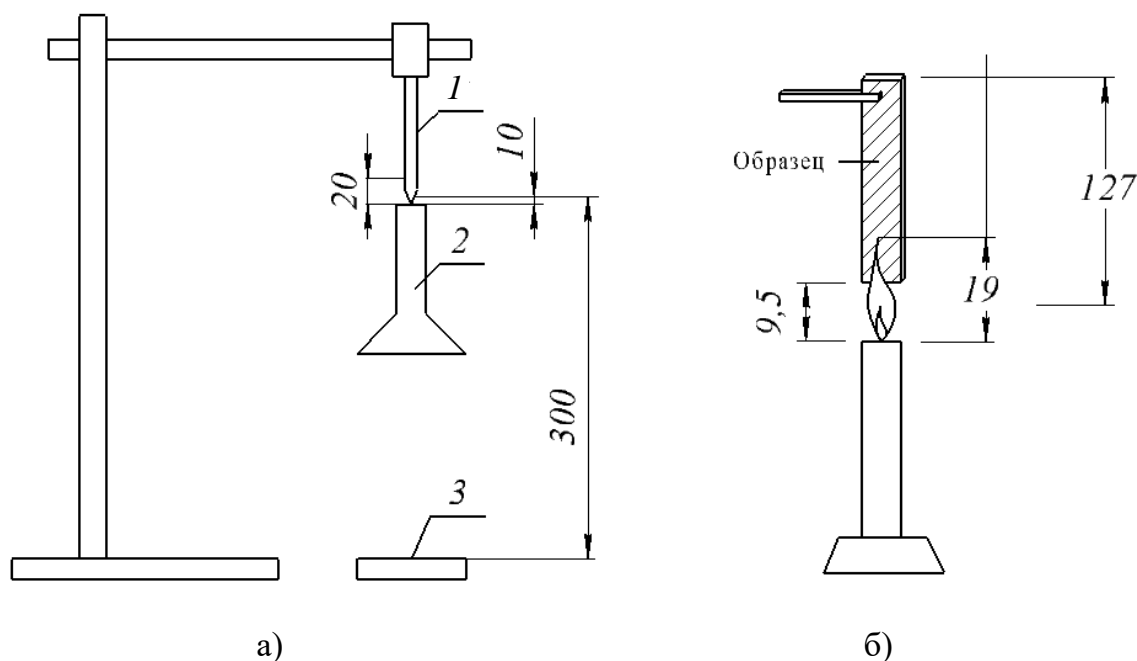


Рис. 4.4. Схема испытания на горение вертикально закрепленного образца:
а – по ГОСТ 28157-89: 1 – образец; 2 – горелка; 3 – вата; б – по UL 94

Пламя горелки подносят к центру свободного конца образца на 10 с. Затем горелку удаляют от образца не менее чем на 150 мм и регистрируют время горения образца. Когда горение образца прекратится, пламя подносят к образцу повторно. Через 10 с пламя снова удаляют от образца и регистрируют время горения и тления.

Если при горении образца наблюдается падение расплавленных и горящих частиц материала, то горелку следует установить под углом 45° и сместить ее от центра влево или вправо по ширине образца, чтобы исключить попадание капель материала в горелку. Расстояние между нижним концом образца и концом патрубка горелки во время испытания следует поддерживать равным 10 мм.

Вычисляют суммарное время горения $t_r = t_1 + t_2$, суммарное время горения пяти образцов после двукратного приложения пламени

$$t_{\text{сг}} = \sum_{i=1}^5 t_{\text{г}}.$$

Время горения и тления для каждого образца после второго приложения пламени вычисляют по формуле $t_{\text{гт}} = t_2 + t_3$.

Материалы, отнесенные к категории ПВ-0 по ГОСТ 28157-89 или V-0 по UL 94, должны удовлетворять следующим требованиям:

- время горения образца не должно превышать 10 с после каждого приложения пламени без образования капель;
- суммарное время горения серии из пяти образцов после двукратного приложения пламени не должно превышать 50 с;
- ни один из образцов не должен гореть или тлеть до зажима;
- ни один из образцов не должен гореть и тлеть более 30 с после второго удаления пламени.

Материалы, отнесенные к категории ПВ-1 по ГОСТ 28157-89 или V-1 по UL 94, должны удовлетворять следующим требованиям:

- время горения образца не должно превышать 30 с после каждого приложения пламени без образования капель;
- суммарное время горения пяти образцов после двукратного приложения пламени не должно превышать 250 с;
- ни один из образцов не должен гореть или тлеть до зажима;
- ни один из образцов не должен гореть и тлеть более 60 с после второго удаления пламени.

Материалы, отнесенные к категории ПВ-2 по ГОСТ 28157-89 или V-1 по UL 94, должны удовлетворять следующим требованиям:

- время горения образца не должно превышать 30 с после каждого приложения пламени;

- суммарное время горения серии из пяти образцов после двукратного приложения пламени не должно превышать 250 с;
- ни один из образцов не должен гореть или тлеть до зажима;
- допускается образование капель;
- ни один из образцов не должен гореть и тлеть более 60 с после второго удаления пламени.

3. Дополнительные испытания на воспламенение вертикального образца по UL-94 и CSA C22.2 No.0.6-M1982

Проводятся в два этапа. На первом этапе (рис. 4.5, а) образцы закрепляют вертикально и подвергают пятикратному воздействию пламени с высотой факела 127 мм каждый раз в течение 5 с для UL 94 и 15 с для CSA C22.2 No.0.6-M1982. При этом ни один образец не должен гореть с появлением пламени или тления более 60 с после пятого воздействия пламени. Кроме того, не допускается образование горящих капель, которые воспламеняют хлопковую подкладку под образцами. Вся процедура повторяется с пятью образцами. При испытаниях по CSA C22.2 No.0.6-M1982 во время первых четырех воздействий пламени образец должен погаснуть в пределах 30 с.

На втором этапе широкая пластина той же толщины, что и пластинчатые образцы, испытывается в горизонтальном положении таким же пламенем (рис. 4.5, б). Вся процедура повторяется с тремя пластинами.

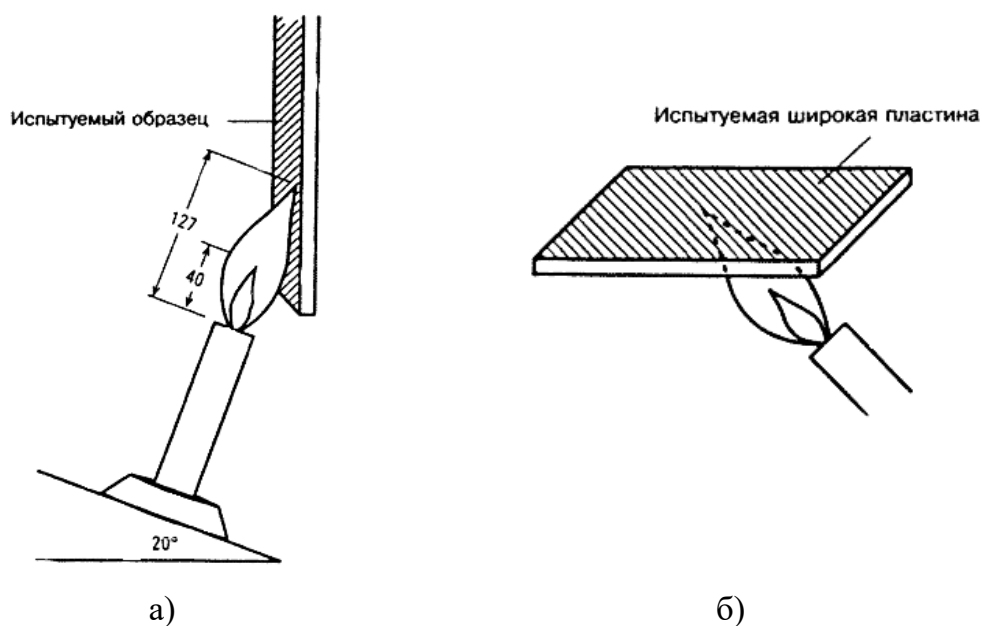


Рис. 4.5. Дополнительные испытания на воспламенение вертикального образца: а – 1-й этап; б – 2-й этап

По этим горизонтальным испытаниям определяют две классификационные категории:

5VB – допускает сквозное прогорание (с образованием отверстий).

5VA – не допускает образование отверстий.

Контрольные вопросы

1. Чем определяется стойкость к горению?
2. Какие полимерные материалы стойки к горению?
3. Какая существует классификация материалов по стойкости к горению?
4. Какая установка используется для определения стойкости к горению?
5. Какие варианты испытаний вы можете перечислить?
6. Какие требования предъявляются к образцам?
7. Опишите методику определения стойкости к горению.

4.3. Определение кислородного индекса

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 21793-76. Пластмассы. Метод определения кислородного индекса;

– ISO 4589-2:1996. Пластмассы. Определение характеристик горения по кислородному индексу. Часть 2. Испытание при температуре окружающей среды;

– ASTM D 2863. Стандартный метод испытания для определения минимальной концентрации кислорода для поддержания горения пластмасс (кислородный индекс).

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 4.6.

Для испытания отбирают не менее десяти образцов без вздутий, трещин, сколов, раковин, зазубрин и заусенцев.

Испытание проводят при 23 ± 2 °С. Образец закрепляют за основание в вертикальном положении в центре колонки так, чтобы верхний край образца находился на расстоянии не менее 100 мм от верхнего открытого края колонки (рис. 4.7).

При неизвестном значении кислородного индекса поджигают один образец на воздухе и наблюдают за горением. Если образец горит, то испытание начинают с концентрации кислорода около 18 %, если образец на воздухе не горит – с концентрации около 25 %.



Рис. 4.6. Прибор для определения кислородного индекса

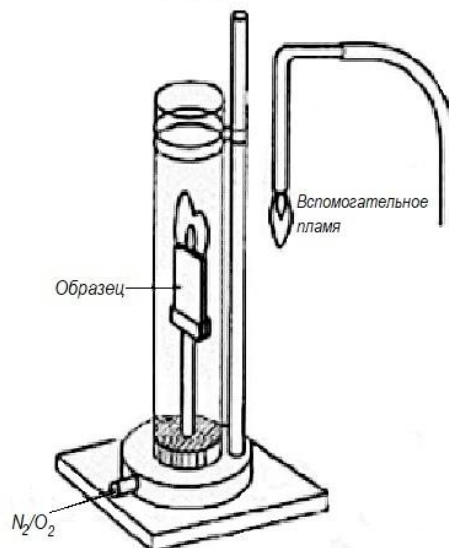


Рис. 4.7. Испытание на определение кислородного индекса

Определенная объемная доля кислорода в смеси кислорода и азота внутри колонки обеспечивается соотношением между расходами каждого газа, суммарный расход которых должен создать скорость потока смеси в трубе 4 ± 1 см/с.

В течение не менее 30 с систему продувают газовой смесью, затем в течение не более 30 с с короткими перерывами примерно через каждые 5 с воздействуют пламенем горелки на верхний конец образца до его загорания.

Поджигая образцы, пламя направляют на верхний торец образца. Если пламенем охвачен весь торец, поджигание прекращают. Начальную концентрацию кислорода в смеси с азотом изменяют до тех пор, пока не установится минимальная концентрация кислорода в смеси с азотом, которая поддерживает горение образца в течение 180 ± 3 с или при которой за время менее 180 ± 3 с сгорает 50 ± 1 мм.

При горении образца более 183 с или, если длина сгоревшей части более 50 ± 1 мм, объемную долю кислорода уменьшают. При горении образца менее 177 с или, если длина сгоревшей части менее 50 ± 1 мм, объемную долю кислорода увеличивают.

Кислородный индекс вычисляют по формуле

$$КИ = \frac{V_k}{V_k + V_a} 100,$$

где V_k – объемный расход кислорода, $\text{дм}^3/\text{мин}$ или $\text{см}^3/\text{с}$; V_a – объемный расход азота, $\text{дм}^3/\text{мин}$ или $\text{см}^3/\text{с}$.

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее трех определений.

Контрольные вопросы

1. Что такое кислородный индекс?
2. Какой прибор используется для определения кислородного индекса?
3. Какие требования предъявляются к образцам?
4. Опишите методику определения кислородного индекса.

4.4. Испытание стойкости к тепловым нагрузкам

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 27483-87. Испытания на пожароопасность. Методы испытаний. Испытания нагретой проволокой.

– ИЕС 60695-2-1(1991). Испытания на пожароопасность. Часть 2. Методы испытаний. Раздел 1. Испытание раскаленной проволокой и руководство.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 4.8.

Для испытания образец располагают так, чтобы поверхность, находящаяся в контакте с концом проволочной петли, располагалась вертикально; конец петли находился в контакте с той частью образца, которая в обычных условиях подвергается воздействию тепловых нагрузок (рис. 4.9).



Рис. 4.8. Прибор для испытаний раскаленной проволокой

Если такие части точно не определены, конец проволочной петли прикладывают к части образца с наименьшим сечением на расстоянии не менее 15 мм от верхнего края образца. Конец петли прикладывают к плоским поверхностям, не имеющим выбоин, прорезей или острых кромок. Средства для закрепления образца при испытании не должны вызывать значительных тепловых потерь.

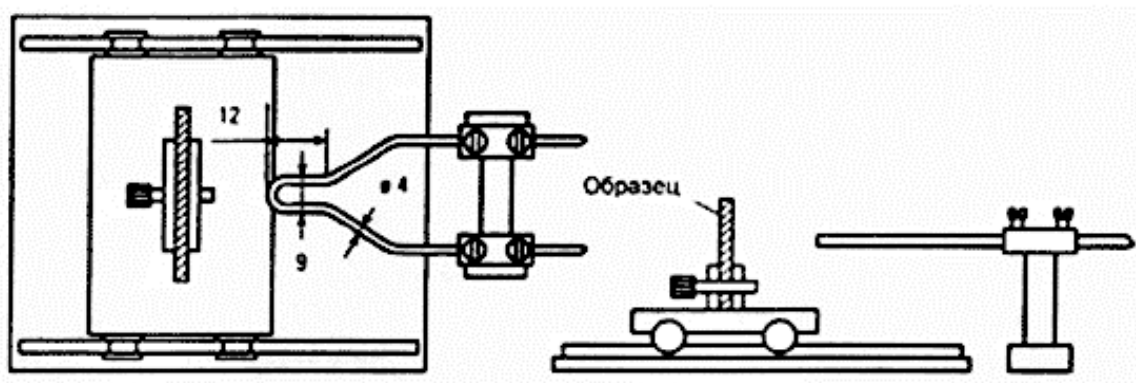


Рис. 4.9. Испытание раскаленной проволокой

Проволока нагревается током установленной величины до определенной температуры из ряда 550 ± 10 , 650 ± 10 , 750 ± 10 , 850 ± 15 , 960 ± 15 °С. Температура и ток должны оставаться постоянными не менее 60 с до начала испытания, при этом следует исключить воздействие теплового потока на образец. Этого можно достичь, например, установив образец на достаточном расстоянии от нагретой проволоки или используя экран.

Конец проволочной петли приводят в соприкосновение с образцом с усилием 1 Н и выдерживают в таком положении в течение 30 ± 1 с. Затем проволоку и образец разъединяют, избегая дальнейшего нагрева образца и перемешивания воздуха, которые могут повлиять на результат испытания. Проникновение проволоки в образец должно ограничиваться в пределах 7 мм.

Обычно испытывают один образец. Если результаты испытания вызывают сомнения, то испытание повторяют на других образцах.

Перед началом каждого испытания необходимо очистить конец проволочной петли от остатков ранее испытанного материала. В ходе испытания необходимо зафиксировать время от начала воздействия проволоки до момента воспламенения образца или слоя под ним; максимальную высоту пламени, исключая начало воспламенения, в течение 1 с; время от начала воздействия проволоки до момента затухания пламени в процессе испытания или после его окончания.

По окончании испытания осматривают образец для выявления степени его повреждения, а также измеряют оговоренные заранее механические и/или электрические параметры образца.

Образец считают выдержавшим испытание раскаленной проволокой, если после разъединения с проволокой:

- отсутствуют пламя или тление;
- пламя или тление образца, окружающих его деталей и нижнего слоя гаснет в пределах 30 с после удаления раскаленной проволоки, а также если окружающие детали и нижний слой не выгорели полностью.

В случае использования тонкой бумаги в качестве нижнего слоя она не должна загораться или не возникать подпаливания сосновой доски, используемой в качестве подложки.

Реальные детали под напряжением или кожухи испытывают аналогичным способом. Если испытанию не может быть подвержен весь образец, то испытывают соответствующую его часть.

Контрольные вопросы

1. Как классифицированы полимерные материалы по стойкости к тепловым нагрузкам?
2. Какая установка, используется для определения стойкости к тепловым нагрузкам?
3. Опишите методику определения стойкости к тепловым нагрузкам.

5. ИССЛЕДОВАНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

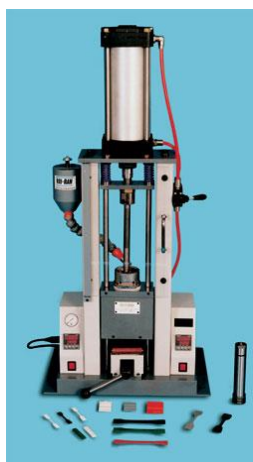
5.1. Определение усадки при формовании

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 18616-80. Пластмассы. Метод определения усадки;
– ISO 2577:2007. Пластмассы. Термореактивные формовочные материалы. Определение усадки;

– ASTM D955. Метод измерения усадки при литье пластмасс.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 5.1.



а)



б)



в)



г)

Рис. 5.1. Оборудование для определения усадки при формовании: а – литьевая машина для изготовления образцов; б – высокоточный лабораторный термостат; в – электронный микрометр; г – индикаторная измерительная головка

Испытания проводят не менее чем на трех образцах, полученных последовательным формованием в одном и том же гнезде пресс-формы. Допускается использование многогнездных пресс-форм, обеспечивающих сопоставимые результаты.

При определении усадки устанавливают размеры матрицы пресс-формы и образца в направлении, перпендикулярном направлению формования для термореактивных формовочных масс и перпендикулярном и параллельном направлению формования для термопластов.

Для термореактивных формовочных масс длину полости пресс-формы определяют на высоте 5 мм для образца размерами 120×15×10 мм и 2 мм для образца размерами 80×10×4 мм, а для термопластичных формовочных масс длину и ширину полости формы определяют между выгравированными на форме фиксированными точками. Размеры пресс-формы, а также образцов измеряют по одним и тем же меткам. Числовое значение измерений пресс-формы L_0 используют в качестве постоянной величины при подсчете усадки.

Образцы из термореактивных формовочных масс после извлечения из пресс-формы охлаждают до комнатной температуры, помещая их под груз на конкретный материал с низкой теплопроводностью во избежание коробления.

Размеры образцов после их прессования измеряют через 16 – 72 ч, включая время кондиционирования. Кондиционирование проводят по условиям, указанным в нормативной документации на материал, или выдерживают образцы при 23 ± 2 °С в течение 3 ч.

Перед определением длины для обнаружения деформаций и прогибов образцы помещают на гладкую металлическую или стеклянную поверхность или на опоры той стороной, которая была обращена к пуансону во время прессования. Расстояние между опорами должно быть 115 – 118 мм для образца размерами 120×15×10 мм и 75 – 78 мм для образца размерами 80×10×4 мм.

Прогиб измеряют индикаторной головкой по ГОСТ 577-68. Величина прогиба не должна превышать 0,5 % длины образца. Образцы с прогибом более 0,5 % для испытаний не применяют.

Длину образца после прессования измеряют от торца до торца по оси образца на высоте 5 мм для образца размерами 120×15×10 мм и 2 мм для образца размерами 80×10×4 мм.

Длину образца из термопластов измеряют между метками при температуре 23 ± 2 °С после выдержки их с момента изготовления не менее 16 ч и не более 24 ч при температуре 296 ± 2 °С, включая время на кондиционирование, которое проводят аналогично образцам из реактопластов. За ширину образца принимают среднее арифметическое трех измерений ширины вдоль образца.

Для определения дополнительной усадки измерение производят таким же образом, как и при определении усадки. Для проведения термообработки образцы помещают в термостат. Условия термообработки должны быть указаны в нормативной документации на материал. После окончания термообработки образцы из термореактивных формовочных масс вынимают из термостата, охлаждают до температуры 23 ± 2 °С и выдерживают при этой температуре и относительной влажности воздуха 50 ± 5 % не менее 3 ч, после чего снова измеряют образцы при той же температуре.

Усадку вычисляют по выражению $MS = \frac{L_0 - L_1}{L_0} 100$, где L_0 –

размер пресс-формы, мм; L_1 – размер образца, мм.

Дополнительную усадку рассчитывают по формуле

$$PS = \frac{L_1 - L_2}{L_1} 100,$$

где L_1 – размер образца перед термообработкой, мм; L_2 – размер образца после термообработки, мм.

Анизотропию усадки a или дополнительной усадки a' вычисляют по формулам

$$a = \frac{MS_b}{MS_1}; \quad a' = \frac{PS_b}{PS_1},$$

где MS_b, PS_b – величина усадки или дополнительной усадки перпендикулярно направлению литья, %; MS_1, PS_1 – величина усадки или дополнительной усадки вдоль направления литья, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое всех определений.

Контрольные вопросы

1. В чем сущность явления усадки при формовании?
2. Какая установка используется для определения усадки при формовании?
3. Опишите методику определения усадки при формовании.

5.2. Определение скорости течения расплава/индекса расплава

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

– ГОСТ 11645-73. Пластмассы. Метод определения показателя текучести расплава термопластов;

– ISO 1133-1:2011. Пластмассы. Определение индекса текучести расплава термопластов по массе (MFR) и по объему (MVR). Часть 1. Стандартный метод;

– DIN 53735. Испытания пластмасс. Определение показателя текучести расплава термопластов;

– ASTM D1238-13. Стандартный метод определения скоростей истечения расплава термопластиков с помощью экструзионного пластометра.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 5.2.

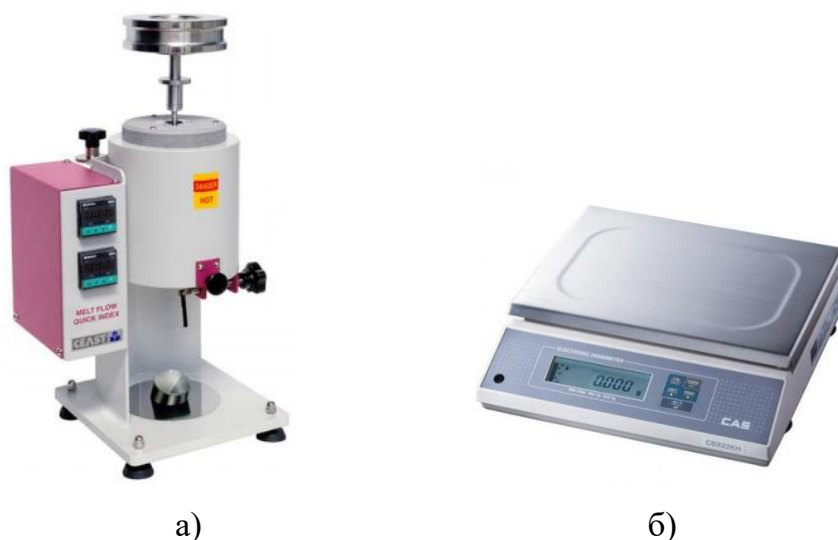


Рис. 5.2. Приборы и оборудование: а – лабораторный прибор для измерения индекса расплава; б – лабораторные весы

Прибор (рис. 5.2, а) устанавливают по уровню, нагревают без образца до соответствующей температуры испытаний и выдерживают его при этой температуре в течение не менее 15 мин.

В капилляр вставляют плотно входящую медную развертку для предотвращения вытекания материала во время прогрева, вынимают

поршень, загружают в экструзионную камеру материал массой от 4 до 8 г и вручную уплотняют его. Чтобы исключить попадание воздуха в испытуемый материал, время загрузки его не должно превышать 1 мин.

В камеру вставляют поршень и помещают на втулку добавочный груз. После выдержки под давлением в течение времени, рекомендуемого для испытуемого материала, вынимают из капилляра развертку и дают полимеру стечь. Время предварительного прогрева материала не менее 4 мин. Время от момента освобождения капилляра до начала измерений не должно превышать 1 мин.

Для измерения показателя текучести расплава отбирают отрезки экструдированного материала, последовательно отсекаемые через определенные интервалы времени, соответствующие указанным в таблице.

Параметры испытания на определение показателя текучести расплава

Показатель текучести расплава, г/10 мин	Масса образца, г	Интервалы времени между двумя отсечениями экструдированного материала, с
До 0,5	4 – 5	240
От 0,5 до 1,0	4 – 5	120
Св. 1,0 до 3,5	4 – 5	60
Св. 3,5 до 10,0	6 – 8	30
Св. 10,0 до 25,0	6 – 8	10 – 15
Св. 25,0	6 – 8	5 – 15

Отрезки, имеющие пузырьки воздуха, отбрасывают. После охлаждения полученные отрезки взвешивают каждый в отдельности. Масса отрезка определяется как среднее арифметическое результатов взвешивания всех отрезков.

Показатель текучести расплава термопластов в граммах на 10 мин вычисляют с точностью до двух значащих цифр по формуле

$$\text{ПТР}_{(T, P)} = \frac{tm}{\tau},$$

где T – температура испытания, °С; P – нагрузка, Н; t – стандартное время, равное для большинства полимеров 600 с; m – средняя масса экструдированных отрезков, г; τ – интервал времени между двумя последовательными отсечениями отрезков, с.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений на трех отрезках материала, допускаемые расхождения по массе между которыми не должны превышать 5 %.

Контрольные вопросы

1. Что такое индекс течения расплава?
2. Чем определяется скорость течения расплава?
3. Какие приборы используются в данной работе?
4. Опишите методику определения скорости течения расплава/индекса расплава.

5.3. Определение объемного расхода расплава/объемного индекса расплава

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 11645-73. Пластмассы. Метод определения показателя текучести расплава термопластов;
- ISO 1133-1:2011. Пластмассы. Определение индекса текучести расплава термопластов по массе (MFR) и по объему (MVR). Часть 1. Стандартный метод;
- DIN 53735. Испытания пластмасс. Определение показателя текучести расплава термопластов;
- ASTM D1238-13. Стандартный метод определения скоростей истечения расплава термопластиков с помощью экструзионного пластометра.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 5.3.



а)



б)

Рис. 5.3. Приборы для определения объемного расхода расплава:
а – прибор для определения объемного расхода; б – лабораторные весы

Оборудование применяется для определения скорости истечения расплавленных термопластических смол с помощью экструзионного пластометра. После специально выбранного времени предварительного нагрева смолу подвергают экструзии через фильеру определенной длины и диаметра отверстия при заданных температуре, давлении и положении поршня в цилиндре.

Применяются следующие методики испытания:

Процедура А применяется для определения скорости течения расплава (MFR) термопластических материалов. Она основана на измерении массы материала, экструдированного через фильеру в течение заданного промежутка времени. Эту процедуру в основном используют для материалов, обладающих скоростями плавления в диапазоне от 0,15 до 50 г/10 мин. Процедура А соответствует определению ПТР по ГОСТ 11645-73.

Процедура В основана на автоматически устанавливаемом времени измерения, используемом для определения скорости течения расплава (MFR), а также объемной скорости течения расплава (MVR) термопластических материалов. Результаты MFR-измерений с помощью процедуры В указывают в протоколе испытаний в граммах на 10 мин, а результаты MVR-измерений – в сантиметрах кубических на 10 мин. Измерения в процедуре заключаются в определении объема материала, экструдированного через фильеру в течение заданного промежутка времени, причем измеренный объем преобразуют в массу материала путем его умножения на значение плотности расплава. Эту процедуру в основном используют для материалов, обладающих показателями MFR в диапазоне от 0,50 до 1500 г/10 мин.

Процедура С основана на автоматически устанавливаемом времени измерения, используемом для определения показателя MFR полиолефиновых материалов, ее обычно применяют в качестве альтернативы процедуре В в случае испытания образцов, имеющих показатели MFR более 75 г/10 мин. В процедуре С применяют модифицированный фильер, обычно называемый «половинным» (half-die), поскольку он имеет половинный размер по высоте и половинный внутренний диаметр по сравнению с размерами стандартного фильера, используемого в процедурах А и В, тем самым сохраняя соотношение между его длиной и диаметром. Сама процедура испытаний остается неизменной по сравнению с процедурой В.

Процедура D связана с испытанием при нескольких нагрузках, обычно называется FRR-испытанием (т. е. испытанием для определения отношения скоростей истечения расплава) и предназначена для MFR-измерений, которые должны проводиться при двух-трех различных испытательных нагрузках (либо нарастающих, либо снижающихся) при одном и том же заполнении установки. При этом показатель FRR является безразмерной величиной, получаемой путем деления показателя MFR, получаемого при повышенной испытательной нагрузке, на таковой, полученный при пониженной испытательной нагрузке. Результаты, получаемые при подобных испытаниях, не могут напрямую сравниваться с результатами испытаний, выполненных с помощью процедуры А или В.

Контрольные вопросы

1. Что такое объемный расход расплава?
2. Что такое объемный индекс расплава?
3. Чем определяется объемный расход расплава?
4. Какие приборы используются в данной работе?
5. Опишите методику определения объемного расхода расплава/объемного индекса расплава.

5.4. Определение вязкости расплава

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 18249-72. Пластмассы. Метод определения вязкости разбавленных растворов полимеров;
- ISO 1628-1:2009. Пластмассы. Определение вязкости полимеров в разбавленном растворе с применением капиллярных вискозиметров. Часть 1. Общие принципы;
- DIN 54811-1984. Пластмассы. Определение текучести расплавов с помощью капиллярного реометра.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 5.4.

Для приготовления растворов полимеров используют растворители марок х.ч., ч.д.а. Полимер не должен содержать влаги, остатков мономеров, инициатора, катализатора и добавок.

Концентрацию приготавливаемого раствора полимера вычисляют по формуле $C = \frac{G}{V}$, где G – навеска полимеров, г; V – объем рас-



Рис. 5.4. Термостат для капиллярных вискозиметров

твора при температуре измерения, см³. При этом объем раствора в миллилитрах рассчитывают следующим образом:

$$V = \frac{m}{\rho},$$

где m – масса раствора, равная сумме массы растворителя и полимера, г; ρ – плотность раствора полимера, г/см³.

Для приготовления растворов полимеров с молекулярной массой менее 10 концентрацию раствора определяют по измерению плотности готового раствора. Относительная ошибка концентрации раствора полимера не должна превышать

1 %. При определении вязкости концентрацию раствора полимера выбирают так, чтобы отношение времени истечения раствора ко времени истечения растворителя составляло 1,2 – 1,6.

Полимер предварительно измельчают, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака и помещают в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см³. Затем в колбу с полимером наливают небольшое количество растворителя при температуре 20 ± 3 °С. Колбу периодически встряхивают до полного растворения полимера, после этого добавляют растворитель до метки.

Растворы не должны содержать нерастворившихся частиц полимера, поэтому их фильтруют. Колбы с растворами плотно закрывают пробками во избежание изменения концентрации за счет испарения. Необходимо избегать деструкции полимера при растворении и измерении вязкости.

Вискозиметр устанавливают вертикально в термостат с термостатирующей жидкостью. Проверку вертикального положения вискозиметра проводят по отвесу. Уровень термостатирующей жидкости должен быть на 3 – 4 см ниже верхнего конца колена вискозиметра.

Чистый сухой вискозиметр заполняют растворителем или раствором. После 15-минутного термостатирования вискозиметра с растворителем или раствором полимера определяют время истечения

растворителя или растворов различных концентраций, после чего вискозиметр необходимо промыть несколько раз чистым растворителем и высушить.

За результат измерения времени истечения раствора или растворителя принимают среднее арифметическое не менее трех определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,4 с.

Динамическую вязкость разбавленных растворов полимеров η или растворителя η_0 вычисляют по формулам

$$\eta = K \cdot \rho \cdot \tau; \quad \eta_0 = K \cdot \rho_0 \cdot \tau_0,$$

где K – постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}^2$; ρ , ρ_0 – плотность раствора полимера или растворителя при температуре испытания, $\text{г}/\text{см}^3$; τ , τ_0 – время истечения раствора полимера и растворителя, с.

Строят график зависимости числа вязкости от концентрации раствора (рис. 5.5).

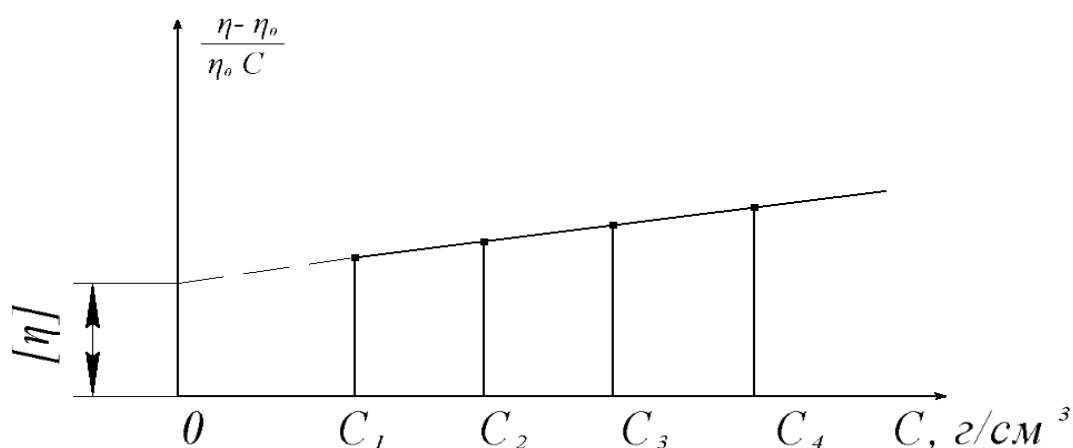


Рис. 5.5. Зависимость числа вязкости от концентрации раствора

Через экспериментальные точки проводят прямую, экстраполируя ее на нулевую концентрацию, и находят по отсекаемой ординате предельное число вязкости.

Контрольные вопросы

1. Что такое вязкость расплава?
2. Чем определяется вязкость расплава?
3. Какие приборы используются в данной работе?
4. Опишите методику определения вязкости расплава.

6. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Важнейшими теплофизическими характеристиками полимерных материалов являются теплоемкость и теплопроводность. Теплоемкость измеряется либо при постоянном объеме C_v , либо при постоянном давлении C_p . Значения теплоемкости при постоянном давлении больше, чем при постоянном объеме, но для полимерных материалов эта разница незначительна и принято считать что $C_p = C_v$.

Теплоемкость полимерного материала зависит от числа внутренних степеней свободы макромолекулы. В вязкотекучем состоянии теплоемкость полимера возрастает, так как появляются дополнительные степени свободы поступательного и вращательного движения. Для аморфных полимеров теплоемкость C_p прямо пропорционально возрастает с ростом температуры и скачкообразно увеличивается при температуре перехода в высокоэластическое состояние.

При переходе в высокоэластическое состояние теплоемкость для аморфных полимеров возрастает скачкообразно, для кристаллических полимеров скачка не обнаруживается.

Исследования теплоемкости проводят обычно с помощью сканирующей калориметрии. В процессах переработки реактопластов происходит сшивка макромолекул и соответственно изменение теплоемкости в сторону уменьшения. Поэтому теплоемкостью в этом случае является функция степени отверждения P : $C = f(P)$. В последнее время по изменению теплоемкости с помощью сканирующего калориметра проводят контроль, определяя полноту отверждения для ответственных деталей, используемых в авиации, судостроении, дорожном транспорте.

Теплопроводность тела характеризует его способность проводить тепло. В металлах теплопередача осуществляется за счет движения электронов, а в диэлектриках – за счет атомных и молекулярных движений.

Считается, что для полимерной цепи коэффициент теплопроводности анизотропен. Это происходит вследствие того, что теплопередача вдоль главной цепи приводит к более незначительным потерям, чем от цепи к цепи через вторичные связи. Но так как в макрообъеме эти связи расположены случайным образом как в твердом состоянии, так и в расплавах, то анизотропными свойствами можно пренебречь.

Коэффициент теплопроводности полимеров зависит от температуры. У аморфных полимеров в стеклообразном состоянии с ростом температуры коэффициент теплопроводности возрастает до определенного уровня, где он сохраняется постоянным или незначительно изменяется в ту или другую сторону. У кристаллических полимеров в этих же условиях наблюдается отрицательный коэффициент теплопроводности, причем эффект возрастает с увеличением степени кристалличности. Значение теплопроводности большинства промышленных полимеров составляют от 0,12 до 0,50 Вт/м·К.

Однако, как известно, в большинстве случаев в процессах переработки используют полимеры с различными добавками. При использовании тонкодисперсных наполнителей теплопроводность может быть вычислена так: $\lambda = \lambda_{св}(1 - \varphi) + \lambda_{н}\varphi$, где $\lambda_{св}$, $\lambda_{н}$ – коэффициенты теплопроводности связующего и наполнителя соответственно; φ – объемная доля наполнителя.

В настоящее время существует теория перколяции, рассматривающая вероятность образования проводящих каналов из касающихся друг друга частиц. В этом случае теория перколяции предсказывает характерные критические концентрации наполнителей (предел перколяции), при которых происходит резкое, практически скачкообразное изменение теплопроводности. На практике используют как динамические методы определения коэффициента теплопроводности, так и стационарные.

Кроме того, при решении задач теплопередачи используется коэффициент температуропроводности α : $\alpha = \lambda/\rho C_p$. На практике более часто используют экспериментальные значения α , так как они имеют более точные значения, чем при определении λ .

6.1. Определение температуры размягчения по методу Вика

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ Р ИСО 306-2012. Пластмассы. Термопластичные материалы. Определение температуры размягчения по методу Вика;
- DIN 53460. Испытания пластмасс. Определение температуры размягчения по Вика;

– ASTM D1525. Метод Вика для определения температуры размягчения.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 6.1.



Рис. 6.1. Приборы для определения температуры размягчения по методу Вика: а – автоматический прибор Вика; б – прибор для определения теплостойкости

Температура размягчения определяется по одному из следующих методов:

- метод А50 – величина прилагаемой силы 10 Н, скорость повышения температуры 50 °С/ч;
- метод В50 – величина прилагаемой силы 50 Н, скорость повышения температуры 50 °С/ч;
- метод А120 – величина прилагаемой силы 10 Н, скорость повышения температуры 120 °С/ч;
- метод В120 – величина прилагаемой силы 50 Н, скорость повышения температуры 120 °С/ч.

При использовании нагревающей ванны испытуемый образец размещают горизонтально под индентор ненагруженного стержня перпендикулярно к индентору (рис. 6.2).

Индентор располагают на расстоянии не менее 3 мм от края испытуемого образца. Поверхность испытуемого образца, контактирующая с основанием испытательной установки, должна быть плоской.

При использовании нагревающей ванны поместите стержень/раму в сборе в ванну. Температура нагревательного оборудова-

ния должна быть не более $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ в начале каждого испытания, если предыдущие испытания не показали погрешности при другой температуре. При использовании нагревающей ванны элемент прибора измерения температуры должен находиться на одном уровне с испытуемым образцом и как можно ближе к нему.

Добавляют достаточный груз на пластину, располагая его так, чтобы осевое усилие, оказываемое индентором на испытуемый образец, соответствовало 10 или 50 Н. Через 5 мин после приложения нагрузки записывают показания прибора для измерения проникновения или обнуляют его.

Равномерно увеличивают температуру со скоростью $50 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{ч}$ или $120 \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{ч}$. При использовании нагревающей ванны жидкость во время испытания должна эффективно перемешиваться.

Отмечают температуру нагревающей ванны, когда индентор проникнет в испытуемый образец на глубину $1 \pm 0,01\text{ мм}$ от начальной позиции, и записывают ее как температуру размягчения испытуемого образца по методу Вика.

Выражают температуру размягчения по методу Вика испытуемого материала как среднее арифметическое значение не менее двух испытуемых образцов, если диапазон отдельных результатов не превышает $2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Значение температуры размягчения по методу Вика, занесенное в протокол испытаний, должно содержать до трех значащих цифр.

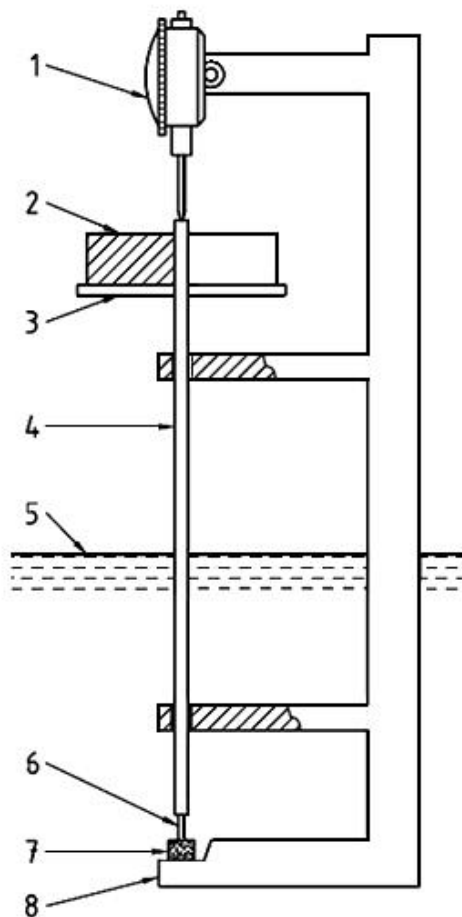


Рис. 6.2. Схема прибора с жидкостно-наполненной нагревающей ванной: 1 – микрометр с круговой шкалой; 2 – сменный груз; 3 – пластина для расположения груза; 4 – стержень с индентором; 5 – приблизительный уровень жидкости; 6 – индентор; 7 – испытуемый образец; 8 – опора для испытуемого образца

Контрольные вопросы

1. Что такое температура размягчения?
2. Какие методы для определения температуры размягчения вам известны?
3. Какие приборы используются в данной работе?
4. Опишите методику определения температуры размягчения по методу Вика.

6.2. Температура изгиба под нагрузкой

Методика определения разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 12021-84. Пластмассы и эбонит. Метод определения температуры изгиба под нагрузкой;
- ISO 75. Пластмассы. Определение температуры изгиба под нагрузкой;
- DIN 53461. Испытания пластмасс. Определение теплостойкости при прогибе под нагрузкой;
- ASTM D648. Метод испытания пластмасс на изгиб при температуре под изгибающей нагрузкой.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 6.3.



Рис. 6.3. Прибор для определения теплостойкости

Перед испытанием измеряют ширину и высоту образца с погрешностью не более 0,1 мм. Нагрузку вычисляют по формуле

$$F = \frac{2\sigma \cdot b \cdot h^2}{3L},$$

где σ – напряжение, величина которого указывается в нормативно-технической документации на конкретный материал, МПа; b – ширина образца, мм; h – высота образца, мм; L – расстояние между опорами, мм.

Допускаемые отклонения нагрузки от расчетной величины должны составлять $\pm 2,5\%$. Образец помещают в камеру на опоры так, чтобы его высота находилась в вертикальной плоскости (рис. 6.4). Уровень теплопередающей среды (жидкости), которой наполнена камера, должен быть на 50 мм выше верхней плоскости образца. Начальная температура испытания – 25 ± 5 °С.

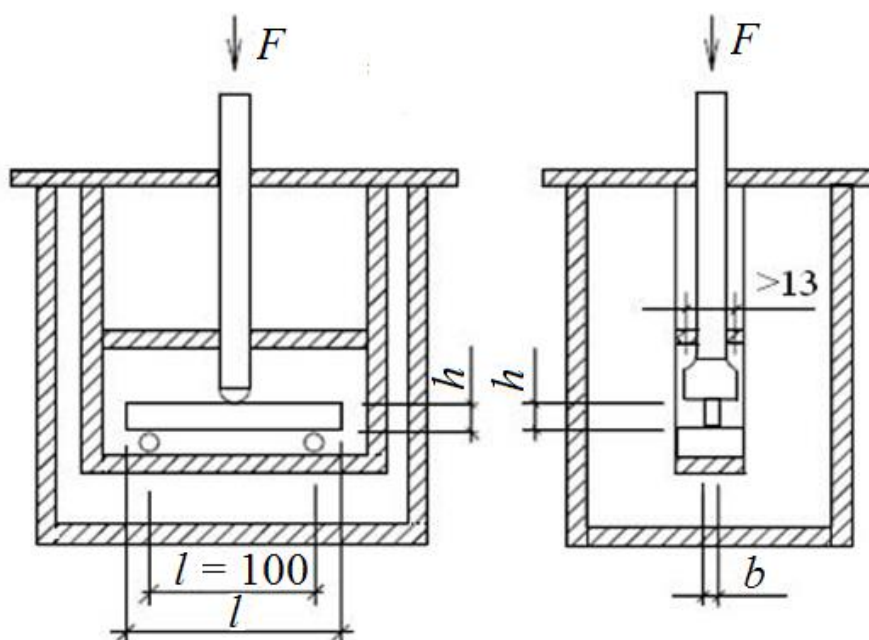


Рис. 6.4. Определение температуры изгиба под нагрузкой

Нагрузку плавно прилагают к образцу и через 5 мин отмечают показания измерительного устройства или устанавливают устройство на нулевую отметку. Если испытуемый материал за указанный период времени не обнаруживает ползучести, нагрузку не выдерживают. Включают обогрев и равномерно повышают температуру теплопередающей среды, интенсивно ее перемешивая. Во время испытаний фиксируют температуру, при которой прогиб образца достигает величины, указанной в таблице.

Контрольные величины прогибов при разной высоте образцов

Высота образца, мм	Прогиб, мм
От 9,8 до 9,9	0,33
От 10,0 до 10,3	0,32
От 10,4 до 10,6	0,31
От 10,7 до 10,9	0,30
От 11,0 до 11,4	0,29
От 11,5 до 11,9	0,28
От 12,0 до 12,3	0,27
От 12,4 до 12,7	0,26
От 12,8 до 13,2	0,25
От 13,3 до 13,7	0,24
От 13,8 до 14,1	0,23
От 14,2 до 14,6	0,22
От 14,7 до 15,0	0,21

Если во время испытания на одном из образцов появятся значительные изменения (например, образование трещин, вспучивание), которые могут повлиять на результат, испытание повторяют.

За температуру изгиба под нагрузкой принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, округленное до целого градуса Цельсия, при условии, что ни одно из отдельных значений не отличается от среднего арифметического более чем на 2 °С для аморфных пластмасс и эбонита и на 5 °С для кристаллических пластмасс. При несоблюдении данного требования испытание повторяют. Температуру изгиба под нагрузкой обозначают в соответствии с напряжением $T_{(0,45)}$ или $T_{(1,80)}$.

Образцы, используемые в испытаниях ISO 75 и ASTM D648, бывают отпущенные (annealed) и неотпущенные (unannealed). Отпуск представляет собой процесс, при котором образец нагревают до определенной температуры, некоторое время выдерживают при ней, а затем постепенно понижают температуру до уровня окружающей среды. Такие действия позволяют снизить или полностью удалить внутренние напряжения в теле образца, возникшие, например, в момент ускоренной полимеризации в термопластавтомате.

Испытания проводят при низких (0,45 МПа) и высоких (1,8 МПа для ISO 75 и 1,82 МПа для ASTM D648) напряжениях.

Нагруженный испытуемый образец погружают в нагревательную ванну, заполненную силиконовым маслом (рис. 6.5). Если образцы в первые 5 мин после подачи нагрузки проявляют ползучесть, то в течение этого времени проводят так называемый допуск силы. После проведения допуска исходную температуру ванны 23 °С повышают с равномерной скоростью 2 °С/мин.

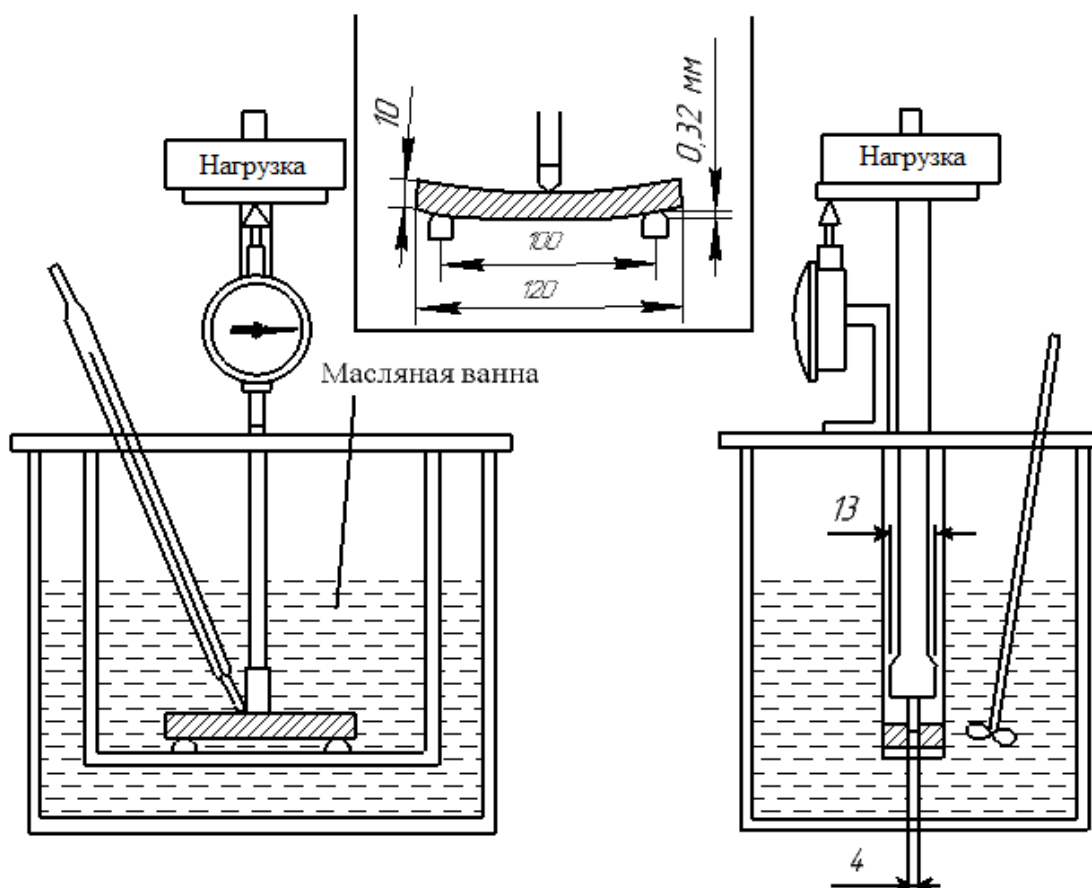


Рис. 6.5. Определение деформационной теплостойкости (HDT)

За температуру деформационной теплостойкости под нагрузкой (температуру деформационной стойкости, или температуру тепловой деформации) принимают температуру, при которой прогиб образца составит 0,32 мм для ISO 75 или 0,25 мм для ASTM D648. Искомая величина по методу ISO 75 обозначается HDT – деформационная теплостойкость, или теплостойкость при изгибе, а по методу ASTM D648 как DTUL – деформационная теплостойкость под нагрузкой. В зависимости от созданного поверхностного напряжения к сокращению HDT добавляют буквы А или В: HDT/А для нагрузки 1,80 МПа; HDT/В для нагрузки 0,45 МПа.

Контрольные вопросы

1. Какие приборы используются в данной методике?
2. Опишите методику определения температуры изгиба под нагрузкой.

6.3. Определение теплопроводности

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 23630.2-79. Пластмассы. Метод определения теплопроводности;
- ISO 22007-2:2015. Определение теплопроводности и температуропроводности. Часть 2. Метод передачи от горячего источника (горячий диск);
- ASTM C 177. Стандартный метод испытания для установившегося теплового потока и измерения теплопроводности от нагреваемой плиты.



Рис. 6.6. Прибор для определения теплопроводности вспененных материалов

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 6.6.

Для испытания применяют образцы в виде широких пластин, которые устанавливают по обе стороны от небольшой нагревательной плиты, находящейся в термоизолированной испытательной камере. К свободным поверхностям пластин прикрепляют теплоотводы. Включают нагрев плиты и через каждые 25 °С непосредственно измеряют тепловой поток, идущий через пластины.

Контрольные вопросы

1. Что такое теплопроводность?
2. В соответствии с какими нормативными документами выполняется данная работа?
3. Какие факторы влияют на теплопроводность?
4. Какие приборы используются в данной работе?
5. Опишите методику определения теплопроводности.

6.4. Методика определения относительного теплопроводного индекса

Методика разработана в соответствии с нормативным документом UL 746В. Стандарт безопасности для полимерных материалов. Определение длительности сохранения свойств. Она предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 6.7.

Материал проверяется на принадлежность к одному из относительных температурных индексов (RTI):

Электрический – посредством измерения электрической прочности диэлектрика.

Ударный механический – посредством измерения ударной прочности при растяжении.

Безударный механический – посредством измерения прочности на растяжение.

Тепловые характеристики материала в течение длительного времени испытывают в сравнении со вторым контрольным материалом, для которого уже определен индекс RTI и который показал хорошие характеристики.

Образцы испытуемого и контрольного материалов помещают в печи, где поддерживается заданная постоянная температура. Образцы испытуемого и контрольного материалов извлекают в заданные моменты времени, а затем испытывают на сохранение основных свойств. П посредством измерения трех упомянутых свойств в зависимости от времени и температуры можно математически вычислить «конец срока эксплуатации» для каждой температуры. «Конец срока эксплуатации» определяют как время, за которое свойства материала ухудшились на 50 % по сравнению с исходными показателями.



Рис. 6.7. Лабораторная печь

Контрольные вопросы

1. Что такое относительный теплопроводный индекс?
2. Какая классификация относительных температурных индексов вам известна?
3. Какие приборы используются в данной работе?
4. Опишите методику определения относительного теплопроводного индекса.

6.5. Определение коэффициента линейного теплового расширения

Методика разработана в соответствии со следующими нормативными документами:

- ГОСТ 32618.2-2014 (ISO 11359-2:1999). Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 2. Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования;
- DIN 53752-1980. Пластмассы. Определение коэффициента термического линейного расширения;
- ASTM D696. Метод испытания коэффициента линейного теплового расширения пластмасс.

Методика предполагает использование оборудования, изображенного на рис. 6.8.



Рис. 6.8. Прибор для определения коэффициента линейного теплового расширения

Испытывают не менее трех образцов, желательно образцы с различной ориентацией по отношению к направлению термообработки.

После очистки поверхностей образца, измерительного зонда и держателя образца образец помещают в держатель с измерительным зондом как можно ближе друг к другу. Ненагруженный измерительный зонд устанавливают на верхнюю поверхность образца. Прикладывают нагрузку к измерительному зонду. Рекомендуется нагрузка, которая создает давление на образец $4,0 \pm 0,1$ кПа. При условии, что влияние нагрузки на измеряемый показатель невелико, можно использовать другие нагрузки.

При испытании образцов, изготовленных из пленки, волокна или мягкого материала, проводят определение в режиме растяжения с захватом обеих сторон образца.

Устанавливают постоянный поток газа, расход газа – от 50 до 100 мл/мин. Рекомендуется использовать сухой воздух. Нагревают образец со скоростью не более 5 °С/мин. Записывают кривую термомеханического анализа (ТМА) для испытуемого образца (зависимость изменения длины испытуемого образца от температуры).

При тех же условиях записывают кривую ТМА для эталонного образца с известным средним коэффициентом линейного теплового расширения и длиной, равной длине испытуемого образца. Начальная длина должна быть одинаковой для испытуемого и эталонного образцов.

В качестве эталонного образца рекомендуется использовать кварц или алюминий.

В том случае, если испытания проводят без эталонного образца, средний коэффициент линейного теплового расширения в установленном интервале температур вычисляют, используя ТМА-кривую (рис. 6.9), по формуле

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta L}{\Delta T} \frac{1}{L_0},$$

где ΔL – изменение длины испытуемого образца в границах интервала температур, мкм; $\Delta T = T_2 - T_1$ – приращение температуры от T_1 к T_2 , К (°С); L_0 – длина испытуемого образца при температуре 23 °С, мкм.

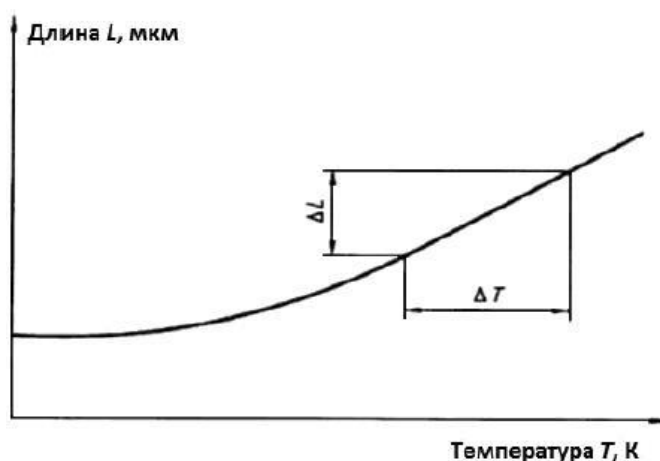


Рис. 6.9. Кривая термомеханического анализа (ТМА-кривая)

Выбирают два значения температуры T_1 и T_2 , вычисляют α . Определяют соответствующее изменение длины испытуемого образца ΔL , используя ТМА-кривую.

Вычисляют значение α для каждого испытуемого образца с точностью до $1 \cdot 10^{-7} \text{K}^{-1}$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$), а также среднеарифметическое значение α для отдельных образцов, округлив его до $1 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$). В случае проявления стеклования испытуемого образца вычисляют средний коэффициент линейного теплового расширения до и после стеклования.

При определении с эталонным образцом средний коэффициент линейного теплового расширения в установленном интервале температур рассчитывают по формуле

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta L_{Spm} - \Delta L_{Ref}}{L_0(T_2 - T_1)} + \bar{\alpha}_{Ref},$$

где ΔL_{Spm} – изменение длины испытуемого образца в границах интервала температур, мкм; ΔL_{Ref} – изменение длины эталонного образца в границах интервала температур, мкм; L_0 – длина испытуемого образца при температуре $(23 \pm 1) ^{\circ}\text{C}$, мкм; T_2 – верхняя граница интервала температур, К ($^{\circ}\text{C}$); T_1 – нижняя граница интервала температур, К ($^{\circ}\text{C}$); α_{Ref} – вычисленное значение среднего коэффициента линейного теплового расширения эталонного образца в интервале температур, $\text{K}^{-1} (^{\circ}\text{C}^{-1})$.

Точность вычисления аналогична определению коэффициента линейного теплового расширения без использования эталонного образца. В случае проявления стеклования испытуемого образца вычисляют средний коэффициент линейного теплового расширения до и после стеклования.

Контрольные вопросы

1. Что такое коэффициент линейного теплового расширения?
2. Какой материал берется в качестве эталонного образца?
3. Методы изучения коэффициента термического расширения полимерных материалов и приборов.
4. Каково влияние коэффициента термического расширения на эксплуатационные свойства пластмасс?
5. Какие приборы используются в данной работе?
6. Опишите методику определения коэффициента линейного теплового расширения.
7. На чем основан метод построения кривой термомеханического анализа (ТМА-кривой)?

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ

1. Дайте определение понятия «эксплуатационные свойства».
2. Какие физико-механические свойства определяются у полимерных материалов?
3. Какие задачи решаются при исследовании эксплуатационных свойств полимерных материалов?
4. Какие эксплуатационные свойства должны быть у строительных полимерных материалов?
5. От чего зависят эксплуатационные свойства полимерных материалов?
6. Какие эксплуатационные свойства должны быть у упаковочных полимерных материалов?
7. Какие физико-механические свойства относятся к прочностным?
8. Какие виды прочности полимерных материалов вам известны?
9. Какие существуют методы определения прочности при сжатии полимерных материалов?
10. Какие существуют методы определения прочности при растяжении полимерных материалов.
11. Назовите методы определения прочности при изгибе полимерных материалов.
12. В чем особенности определения ударной вязкости по Изоду и Шарпи?
13. В чем особенности определения твердости по Бринеллю, Роквеллу и Шору?
14. Как связаны между собой структура полимерных материалов и их эксплуатационные свойства?
15. Как связаны между собой структура полимерных материалов и их физико-механические свойства?
16. В чем отличие физико-механических свойств от эксплуатационных?
17. Какова максимальная скорость растяжения при определении прочности на растяжение полимерных материалов?
18. Какие образцы применяются при определении плотности полимерных материалов пикнометрическим методом?

19. Какие существуют приборы для определения твердости по Роквеллу?
20. Что такое водопоглощение?
21. Какие методы используют для определения водопоглощения и какое оборудование применяется?
22. От каких факторов зависит электрическая проводимость полимерных материалов?
23. В чем особенность категории горючести полимерных материалов?
24. Какие требования предъявляются к образцам при определении поверхностного и удельного объемного сопротивления?
25. Что такое поверхностное сопротивление?
26. Что такое объемное сопротивление?
27. Перечислите методы определения поверхностного и объемного сопротивления.
28. Какие приборы используются для определения поверхностного и объемного сопротивления пластмасс?
29. Какие требования предъявляются к изделиям, применяемым в качестве образцов?
30. Какие виды инденторов применяют при определении твердости полимерных материалов?
31. Как определяют коэффициент линейного теплового расширения по кривой термомеханического анализа?
32. Что такое электрическая прочность диэлектрика?
33. Перечислите методы определения электрической прочности диэлектрика.
34. Какие приборы используются для определения электрической прочности диэлектрика?
35. Какие требования предъявляются к образцам?
36. Опишите методику определения электрической прочности диэлектрика.
37. Что такое температура размягчения?
38. Перечислите методы для определения температуры размягчения.
39. Какие приборы для определения температуры размягчения используются в данной работе?

40. Опишите методику определения температуры размягчения по методу Вика.

41. Что такое износостойкость?

42. Какими методами можно определить износостойкость изделия?

43. Какой метод определения износостойкости применяется в данной работе?

44. Какие приборы используются для определения износостойкости в данной работе?

45. Опишите методику определения износостойкости, применяемого в данной работе.

46. Какие свойства полимерных материалов относятся к оптическим?

47. Какие свойства определяют при исследовании пожароопасности полимерных материалов?

48. Как изменяется проводимость полярных полимеров при их кристаллизации?

49. Какими величинами оценивают электропроводность полимерных материалов?

50. Какие нормативные документы используют при определении свойств полимерных материалов?

51. Как зависит число вязкости от концентрации раствора полимера?

52. Что можно определить по диаграмме напряжений полимерного материала?

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Материал учебного пособия освещает современные методики исследования эксплуатационных свойств полимерных систем, освоение которых согласно Федеральному государственному образовательному стандарту высшего образования является неизменным условием формирования следующих компетенций бакалавра по направлению «Химическая технология»:

– способность и готовность осуществлять технологический процесс в соответствии с регламентом и использовать технические средства для измерения основных параметров технологического процесса, свойств сырья и продукции;

– умение проводить анализ сырья, материалов и готовой продукции;

– способность планировать и проводить физические и химические эксперименты;

– готовность проводить стандартные и сертификационные испытания материалов, изделий и технологических процессов.

Пособие составлено в рамках учебно-методического комплекса дисциплины «Технологические и эксплуатационные свойства полимерных материалов» основной образовательной программы бакалавриата по направлению «Химическая технология».

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	4
1.1. Определение прочностных характеристик полимерных материалов	4
1.1.1. Прочность при растяжении.....	4
1.1.2. Прочность при изгибе	6
1.1.3. Прочность при сжатии.....	8
1.2. Определение ударной вязкости полимерных материалов.....	10
1.2.1. Ударная вязкость полимерных материалов по Изоду.....	10
1.2.2. Ударная вязкость полимерных материалов по Шарпи	13
1.3. Определение твердости полимерных материалов.....	14
1.3.1. Твердость полимерных материалов по Бринеллю.....	14
1.3.2. Твердость полимерных материалов по Роквеллу	16
1.3.3. Твердость полимерных материалов по Шору	18
1.4. Определение износостойкости	20
1.5. Определение плотности полимерных материалов	23
1.5.1. Определение плотности методом обмера и взвешивания (по объему и массе)	23
1.5.2. Исследование плотности методом гидростатического взвешивания	24
1.5.3. Пикнометрический метод определения плотности	26
1.5.4. Определение плотности флотационным методом (изменением плотности рабочей жидкости)	27
1.5.5. Определение плотности методом градиентной колонки	30
1.6. Определение водопоглощения	31

2. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	33
2.1. Поверхностное и объемное сопротивление пластмасс	37
2.2. Электрическая прочность диэлектрика.....	40
2.3. Диэлектрическая проницаемость и тангенс угла диэлектрических потерь.....	43
2.4. Определение дугостойкости.....	46
3. ИССЛЕДОВАНИЕ ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	49
3.1. Определение мутности и светопропускания	51
3.2. Определение глянца	55
3.3. Методика определения коэффициента преломления	57
4. ИССЛЕДОВАНИЕ ГОРЮЧЕСТИ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ	60
4.1. Определение воспламеняемости полимерных материалов	62
4.2. Испытание стойкости к горению	64
4.3. Определение кислородного индекса	69
4.4. Испытание стойкости к тепловым нагрузкам	71
5. ИССЛЕДОВАНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	74
5.1. Определение усадки при формовании	74
5.2. Определение скорости течения расплава/индекса расплава	77
5.3. Определение объемного расхода расплава/объемного индекса расплава.....	79
5.4. Определение вязкости расплава	81

6. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	84
6.1. Определение температуры размягчения по методу Вика	85
6.2. Температура изгиба под нагрузкой	88
6.3. Определение теплопроводности	92
6.4. Методика определения относительного теплопроводного индекса	93
6.5. Определение коэффициента линейного теплового расширения	94
 ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ.....	 97
 ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	 100

Учебное издание

ЧУХЛАНОВ Владимир Юрьевич
ЕРМОЛАЕВА Елена Вадимовна
ЧИЖОВА Лариса Анатольевна

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ
СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Учебное пособие к лабораторным и практическим занятиям

Редактор А. П. Володина
Технический редактор С. Ш. Абдуллаева
Корректор О. В. Балашова
Компьютерная верстка Л. В. Макаровой
Выпускающий редактор А. А. Амирсейидова

Подписано в печать 21.10.19.
Формат 60×84/16. Усл. печ. л. 6,05. Тираж 50 экз.

Заказ

Издательство

Владимирского государственного университета
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых.
600000, Владимир, ул. Горького, 87.