

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Кузбасский государственный технический университет  
имени Т. Ф. Горбачева»

Кафедра химической технологии твердого топлива

Составители  
Е. В. Васильева  
А. В. Неведров  
А. В. Папин  
С. П. Субботин

## **ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

### **Методические материалы**

Рекомендовано учебно-методической комиссией  
направления подготовки 18.04.01 Химическая технология  
в качестве электронного издания  
для использования в образовательном процессе

Кемерово 2020

## Рецензенты

Кошелев Е. А. – кандидат химических наук, доцент кафедры химической технологии твердого топлива.

Пучков С. В. – кандидат химических наук, заведующий кафедрой технологией органических веществ и нефтехимии, председатель учебно-методической комиссии направления подготовки 18.04.01 Химическая технология.

**Васильева Елена Вячеславовна**  
**Неведров Александр Викторович**  
**Папин Андрей Владимирович**  
**Субботин Сергей Павлович**

**Технология получения углеродных волокон и композиционных материалов** : методические материалы для обучающихся направления подготовки 18.04.01 Химическая технология, профиля Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов, всех форм обучения / сост.: Е. В. Васильева, А. В. Неведров, А. В. Папин, С. П. Субботин ; Кузбасский государственный технический университет имени Т. Ф. Горбачева. – Кемерово, 2020. – Текст : электронный.

Содержит основные теоретические положения дисциплины, основные методы аналитического контроля качества сырья для получения углеродных волокон, а также готовых волокон и изготовленных на их основе композиционных материалов. Предназначено для закрепления теоретических знаний, полученных на лекционных занятиях, развития и закрепления практических навыков анализа качества сырья для производства углеродных волокон, самих волокон и изготовленных на их основе композиционных материалов, а также выработке навыков самостоятельной работы, в том числе со специальной литературой.

© Кузбасский государственный  
технический университет  
имени Т. Ф. Горбачева, 2020

© Васильева Е. В., Неведров А. В.,  
Папин А. В., Субботин С. П.,  
составление, 2020

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1</b>	
<b>АНАЛИЗ КАМЕННОУГОЛЬНОЙ СМОЛЫ</b>	6
1. Цель работы	6
2. Теоретические положения	6
3. Порядок выполнения работы	13
4. Правила техники безопасности	20
5. Требования к отчету	21
6. Контрольные вопросы	21
Список рекомендуемой литературы	22
<b>ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2</b>	
<b>ТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПЕКА</b>	22
1. Цель работы	22
2. Теоретические положения	22
3. Порядок выполнения работы	28
4. Правила техники безопасности	30
5. Требования к отчету	31
6. Контрольные вопросы	31
Список рекомендуемой литературы	32
<b>ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3</b>	
<b>ЭЛЕМЕНТАРНЫЕ ВОЛОКНА</b>	32
1. Цель работы	32
2. Теоретические положения	32
3. Порядок выполнения работы	44
4. Правила техники безопасности	57
5. Требования к отчету	57
6. Контрольные вопросы	58
Список рекомендуемой литературы	59
Приложение 3.1. Значения угла смачивания $\Theta$ , определенного методом «сидячей капли»	60
<b>ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4</b>	
<b>ОДНОНАПРАВЛЕННЫЕ ВОЛОКНИСТЫЕ НАПОЛНИТЕЛИ</b>	63
1. Цель работы	63
2. Теоретические положения	63
3. Порядок выполнения работы	64
4. Правила техники безопасности	66
5. Требования к отчету	67

6. Контрольные вопросы	67
Список рекомендуемой литературы	68
<b>ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5</b>	
<b>ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ТКАНЫХ</b>	
<b>НАПОЛНИТЕЛЕЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА</b>	
<b>КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ</b>	68
1. Цель работы	68
2. Теоретические положения	68
3. Порядок выполнения работы	71
4. Правила техники безопасности	81
5. Требования к отчету	82
6. Контрольные вопросы	82
Список рекомендуемой литературы	83
<b>ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6</b>	
<b>КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ</b>	
<b>И ИХ КЛАССИФИКАЦИОННЫЕ ПРИЗНАКИ</b>	83
1. Цель работы	83
2. Теоретические положения	83
3. Порядок выполнения работы	86
4. Правила техники безопасности	87
5. Требования к отчету	88
6. Контрольные вопросы	88
Список рекомендуемой литературы	88
<b>ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7</b>	
<b>ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ</b>	
<b>НА ОСНОВЕ ТЕРМОРЕАКТИВНЫХ СВЯЗУЮЩИХ</b>	
<b>И ОРИЕНТИРОВАННЫХ АРМИРУЮЩИХ</b>	
<b>НАПОЛНИТЕЛЕЙ</b>	89
1. Цель работы	89
2. Теоретические положения	89
3. Порядок выполнения работы	99
4. Правила техники безопасности	109
5. Требования к отчету	109
6. Контрольные вопросы	110
Список рекомендуемой литературы	110
Приложение 7.1. Состав и режимы отверждения полимерных связующих	111

<b>САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА СТУДЕНТОВ</b>	111
<b>ДОМАШНИЕ ЗАДАНИЯ</b>	111
<b>ПОДГОТОВКА К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ И ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТОВ</b>	112
Письменный опрос	113
Отчет по лабораторной работе	114
Контрольные вопросы для защиты лабораторных работ	114
<b>ВОПРОСЫ К ЗАЧЕТУ</b>	118
<b>ПЕРЕЧЕНЬ ОСНОВНОЙ И ДОПОЛНИТЕЛЬНОЙ УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ, НЕОБХОДИМОЙ ДЛЯ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ «ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ»</b>	119
Основная литература	119
Дополнительная литература	119
Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»	120

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

### АНАЛИЗ КАМЕННОУГОЛЬНОЙ СМОЛЫ

#### 1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Работа предназначена для выработки у студентов навыков выполнения анализов качественных характеристик каменноугольной смолы и закрепления теоретических знаний, полученных при изучении курса «Технология получения углеродных волокон и композиционных материалов».

#### 2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Каменноугольная смола – уникальный сырьевой источник, покрывающий более 95 % мировой потребности в конденсированных ароматических углеводородах и гетероциклических соединениях. Формирование смолы высокотемпературного коксования проходит через стадию образования «первичной» смолы в области температур 300–500 °С. Выход и состав первичной смолы связан с вещественным составом органической массы исходных углей, определяемым генезисом и условиями их метаморфизма. В табл. 1.1 приведены данные выхода первичной смолы из углей различных марок по результатам лабораторных коксований.

Таблица 1.1

Выход смолы и марочный состав углей, % на сухую массу

Марка угля	Д	Г	Ж	К	ОС
Выход смолы	~17,0	11,5–12,0	~8,5	6,8–7,5	~3,0

Для углей буроугольной стадии зрелости выход первичной смолы колеблется в пределах 5–16 %. Сапропелиты и липтобиолиты дают выход первичной смолы в количестве 24–68 %.

В состав первичных смол входят предельные и непредельные углеводороды – парафины, нафтены, олефины; ароматические углеводороды – бензол, нафталин, антрацен и их алкилгомологи; органические основания – гомологи пиридина и хинолина; кислородсодержащие соединения – фенолы, карбоновые кислоты, кетоны и спирты.

Общий выход смолы высокотемпературного коксования и ее химический состав зависят от химической природы и степени метаморфизма угля. С повышением степени химической зрелости углей выход смолы уменьшается; в составе смолы уменьшается относительное содержание масел и кислых компонентов. При нагреве до 650 °С в условиях минимального пиролиза первичной смолы получены следующие результаты (табл. 1.2).

Таблица 1.2

Выход смолы при нагревании углей до 650 °С, % на сухую массу						
Марка угля	Д	Г	Ж	К	ОС	Т
Выход смолы	20,5	19,7	12,9	10,7	4,8	4,4

В зависимости от петрографического состава углей выход смолы высокотемпературного коксования составляет (% от сухой беззольной массы углей): из дюрена – 5,2–5,6; из кларена – 3,4–4,9; из витрена – 3,0–4,4.

Химический состав смолы высокотемпературного коксования связывают с температурным режимом коксования, условиями пиролиза парогазовых продуктов в подсводовом пространстве печной камеры и в меньшей мере – с марочным составом угольной шихты.

Смола высокотемпературного коксования представляет собой черную, маслянистую, вязкую жидкость с характерным запахом нафталина. Образование высокотемпературной смолы связано главным образом с пирогенетическим разложением первичной смолы в процессе коксования. Свойства смолы регламентируются ГОСТ 1462–80 и техническими условиями (табл. 1.3).

Главными компонентами каменноугольной смолы являются ароматические, гетероциклические, а также серо-, кислород-, и азотсодержащие углеводороды. По химическим свойствам все соединения смолы делят на три группы: нейтральные, кислые и основные.

Главными представителями нейтральных соединений являются полиароматические углеводороды – нафталин  $C_{10}H_8$ , фенантрен и антрацен  $C_{14}H_{10}$ , хризен  $C_{18}H_{12}$ . Спутниками ароматических углеводородов являются также многоядерные гетероатомные соединения – индол, карбазол, дифениленоксид и др.

Из непредельных соединений в смоле содержатся стирол, инден, кумарон и их производные.

Таблица 1.3

## Характеристика сырой каменноугольной смолы

Показатель	ГОСТ 1462–80	ТУ 14–6–171–80			
		Марка А		Марка Б	
		I сорт	II сорт	I сорт	II сорт
Плотность при 20 °С, кг/м <sup>3</sup> , не более	1220	1220	1220	1220	1240
Массовая доля воды, %, не более	4	3	4	3	4
Массовая доля веществ, не растворимых в толуоле (α-фракция), %, не более	9	8	10	Не нормируется	
Зольность, %, не более	0,2	0,08	0,10	0,08	0,10
Массовая доля нафталина, %, не более	10	–	–	–	–
Вязкость условная при 80 °С, °Е	2,5–4,2	–	–	–	–

Серосодержащие соединения представлены тиофеном  $C_4H_4S$ , тионафеном  $C_8H_6S$  и их метилпроизводными, дифенилсульфидом и др.

Основная масса этих соединений сосредоточена в поглоительной, нафталиновой и антраценовой фракциях. Общее содержание нейтральных соединений в смоле достигает 43 %. Наиболее ценными из них являются нафталин и антрацен, которые выделяют из смолы в виде фракций – нафталиновой и антраценовой.

Кислая часть смолы представлена соединениями, содержащими кислород в боковой цепи: фенолом  $C_6H_5OH$ , крезолом  $C_6H_4CH_3OH$ , ксиленолом  $C_6H_3(CH_3)_2OH$  и многоядерными фенолами, общее содержание которых достигает 1,2–2 %. Наибольшую ценность представляют фенол и о-, п-, м-крезолы. Основная часть этих соединений выделяется из смолы в виде фенольной фракции, а оставшая часть распределяется по другим фракциям.

Основными свойствами обладают азотсодержащие соединения смолы – пиридин  $C_5H_5N$ , хинолин  $C_8H_7N$  и их производные, а также высококипящие основания. Общее содержание оснований в смоле достигает 0,8–3,0 %. При фракционировании смолы они распределяются по фракциям в зависимости от температуры кипения. В табл. 1.4 приведены последовательность и температурные пределы



отбора фракций, усредненная характеристика и химический состав смолы отечественных предприятий.

Таблица 1.4

Характеристика фракций усредненной каменноугольной смолы

Фракция	Пределы отбора, °С	Выход к смоле, %	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Содержание, %		
				фенолов	оснований	непредельных соединений
Легкая	до 170	0,4–1,0	0,92–0,93	3–6	0,5–1,0	5–10
Фенольная	170–210	1,5–2,5	0,95–0,98	38–45	1,8–2,5	12–18
Нафталиновая	210–230	9–12	1,015–1,02	6–8	1,2–1,8	2–4
Поглотительная	230–300	9–13	1,04–1,06	3–4	3,5–4,5	3–5
Антраценовая	300–360	19–24	1,11–1,14	0,8–1,2	2,3	–

Важнейшим показателем, характеризующим качество смолы и ее фракций, является плотность. Повышение или понижение плотности смолы определяется содержанием в ней веществ, не растворимых в толуоле. Чем больше в смоле этих веществ, тем выше ее плотность и тем меньше выход масел и фенолов при переработке.

Процесс переработки каменноугольной смолы осуществляется в смолоперерабатывающих цехах и включает следующие основные стадии: подготовку смолы к переработке; окончательное обезвоживание; ректификацию (или дистилляцию) с получением фракций; химическую очистку фракций и масел от фенолов и пиридиновых оснований; обработку среднетемпературного пека; получение высокотемпературного пека и его коксование; получение очищенного нафталина, антрацена и других продуктов.

Подготовка смолы к ректификации включает следующие технологические операции: прием и хранение смолы, усреднение ее состава, обезвоживание, обессоливание и обеззоливание.

Обезвоживание является важнейшим технологическим процессом. Повышение содержания воды в смоле на 1 % приводит к увеличению расхода топлива, охлаждающей воды и поверхности конденсационной аппаратуры на 3–4 %. Перед обезвоживанием смолу отстаивают при повышенной температуре; в результате при 65–75 °С удается снизить содержание воды за счет испарения до 3–4 %. Одновременно в виде фусов отделяется до 70 % зольных примесей. В зависимости от принятой схемы дистилляции (перио-

дической или непрерывной) смола обезвоживается либо в трубчатых обезвоживателях непрерывного действия, либо в конвекционной секции трубчатой печи при 125–135 °С. Испарением удастся достичь содержания воды в смоле 0,3–0,5 %.

Для предотвращения коррозирующего действия некоторых солей, остающихся в смоле после ее отстаивания в хранилищах, используют раствор кальцинированной соды. Действие соды ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) основано на переводе солей аммония в термостойкие соли натрия и выделении свободного аммиака:



В настоящее время для разделения смолы на фракции на отечественных коксохимических заводах внедрены непрерывные атмосферные одно- и двухколонные схемы с однократным испарением смолы. Наибольшее распространение получила схема, в которой ректификация испаряемой части смолы осуществляется в одноколонном агрегате (рис. 1.1). В этой схеме все фракции, кроме легкого масла, отводятся в виде боковых отборов в жидкой фазе.

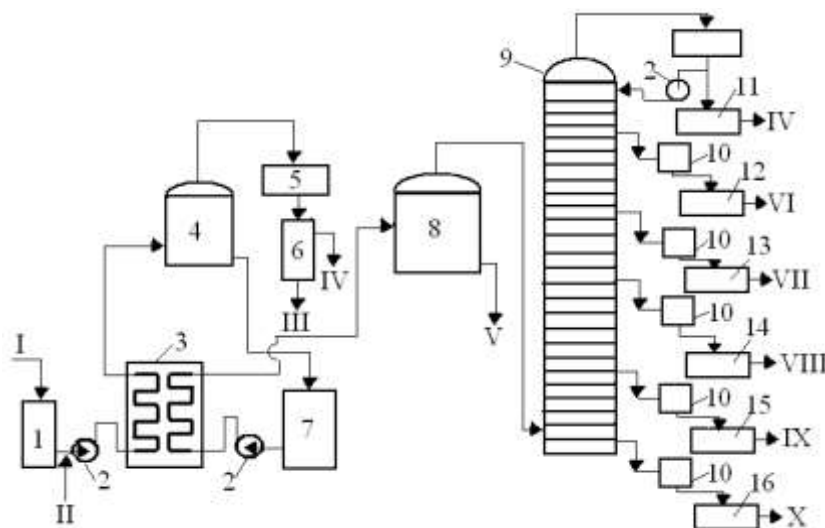


Рис. 1.1. Принципиальная схема одноколонного трубчатого агрегата: I – смола; II – раствор соды; III – вода; IV – легкое масло; V – пек; VI, VII, VIII, IX, X – фенольная, нафталиновая, поглотительная, I и II антраценовые фракции соответственно; 1, 7, 11–16 – сборники; 2 – насос; 3 – трубчатая печь; 4 – испаритель I ступени; 5 – конденсатор воздушного охлаждения; 6 – сепаратор; 8 – испаритель II ступени; 9 – ректификационная колонна; 10 – холодильник

Подобная технологическая схема используется и при переработке нефти и многих других смесей высококипящих продуктов. От традиционных схем ректификации эта схема отличается следующим:

- для нагревания многокомпонентной смеси используют трубчатую печь, в которой осуществляется однократное испарение;

- традиционные ректификационные схемы предполагают подачу питания на колонну в виде жидкой фазы на одну из средних тарелок колонны (тарелка питания, разделяющая ректификационную колонну на две секции – укрепляющую и исчерпывающую), тогда как в предлагаемой схеме питание подается в виде паровой фазы на нижнюю тарелку колонны;

- во всех схемах ректификационная колонна орошается сверху, а избыточное тепло, необходимое для испарения этого орошения, подается снизу. При ректификации смол отсутствует специальный подвод избыточного тепла. Тепло, необходимое для проведения процесса ректификации, подводится лишь с каменноугольной смолой, которая поступает в колонну из трубчатой печи;

- обычно при разделении методом ректификации любых смесей продукты отводятся либо в паровой фазе (сверху колонны), либо в жидкой фазе (снизу колонны), причем их качество можно регулировать, изменяя либо орошение, либо подачу тепла. При этом для разделения смеси из  $N$  компонентов необходимо использовать  $(N - 1)$  колонну. Здесь же из одной колонны отбирают шесть различных продуктов, причем четыре наиболее представительные фракции отводятся в виде жидкой фазы путем бокового отбора.

Применение одноколонного агрегата с боковым отводом фракций при ректификации смолы связано с тем, что ресурсы легкого масла и фенольной фракции невелики, и они относительно легко отделяются от наиболее ценной нафталиновой фракции.

Использование многоколонной схемы фракционной конденсации связано с определенными трудностями, так как требуется несколько подогревателей типа трубчатых печей.

Совершенствование существующих схем ректификации каменноугольной смолы предусматривает: использование тепла фракций и пека для предварительного подогрева смолы; осуществление подвода дополнительного тепла в колонны (подачей горячего орошения и рециркуляции теплоносителя), что позволяет сосредоточить в нафталиновой фракции до 90 % нафталина и улучшить качество по-

глотительной и антраценовой фракций; применение усовершенствованных тарелок; снижение расхода острого пара; применение двукратного испарения смолы (на первой и на второй ступенях нагрева смолы под атмосферным или повышенным давлением).

Полученные при ректификации смолы фракции подвергаются переработке для выделения содержащихся в них индивидуальных продуктов. Нафталиновая и I антраценовая фракции содержат значительное количество веществ, выделяющихся при охлаждении в твердом виде, и поэтому перерабатываются методом кристаллизации. Легкое масло, фенольная, поглотительная фракции перерабатываются с целью выделения из них фенолов, пиридиновых оснований и получения масел.

Выделение из фракций фенолов и пиридиновых оснований производится химическим методом, заключающимся в обработке фракций водными растворами щелочи и серной кислоты. Эти процессы носят название обесфеноливание и обеспиридинивание.

Остаток, полученный при фракционировании каменноугольной смолы, называется каменноугольным пеком. Это продукт черного цвета, однородный по внешнему виду. Пек застывает в определенном температурном интервале в твердую хрупкую массу, имеет раковистый излом. По своей химической природе каменноугольный пек представляет многокомпонентную смесь многоядерных и гетероциклических углеводородов. По физической природе – это переохлажденная система истинных и коллоидных растворов.

В зависимости от температуры размягчения пеки разделяются на мягкие, средние и твердые. Мягкие пеки имеют температуру размягчения 40–55 °С (плотность 1,286 г/см<sup>3</sup>), средние 65–90 °С (плотность 1,290 г/см<sup>3</sup>) и твердые 135–150 °С (плотность 1,320 г/см<sup>3</sup>). Пек является самым многотоннажным продуктом переработки смолы.

Области применения продуктов переработки смолы разнообразны. В синтезе красителей используются антрацен, карбазол и аценафтен. Разработан синтез новых видов фенольных смол на основе высших фенолов и ионообменных смол на базе пиридиновых оснований. Сырьем для синтеза некоторых лекарственных веществ являются пиридиновые и хинолиновые основания, а также флуорен и кумарон. Из некоторых соединений смолы изготавливают поверхностно-активные вещества – детергенты, эмульгаторы, смачивающие и гидрофобные вещества. Соединения смолы используются

в изготовлении ядохимикатов, в парфюмерной промышленности, в производстве различных видов клеев, дубителей, взрывчатых веществ, теплоносителей и т. д. Каменноугольный пек используется для производства пекового кокса, изготовления электродов, нужд строительства, изготовления мастик, дегтя, красок, смазок и т. д.

### **3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ**

#### **3.1. Обезвоживание смолы перед анализом**

##### **3.1.1. Описание оборудования**

Реактивы: смола каменноугольная.

Посуда и оборудование: фарфоровый или стеклянный стакан вместимостью 1,5 л; водяная баня высокая для нагрева стакана.

##### **3.1.2. Ход работы**

Перед анализом смолу отделяют от содержащейся в ней надсмольной воды. Для этого около 1200 г смолы нагревают в течение 2 ч в высоком стакане при температуре около 80 °С, погрузив стакан в водяную баню. Выделившуюся над смолой воду сливают.

Обезвоженную таким образом смолу используют для анализа.

#### **3.2. Определение плотности смолы**

##### **3.2.1. Описание оборудования**

Реактивы: смола каменноугольная.

Посуда и оборудование: ареометр на 1,0–1,2 г/см<sup>3</sup>; цилиндр объемом 200–250 мл; фарфоровый стакан или железная кружка вместимостью около 500 мл; термометр с пределом измерения до 100 °С с делениями 1 °С.

##### **3.2.2. Ход работы**

Около 400 мл смолы подогревают в стакане или кружке до 40–50 °С, выливают в цилиндр и погружают в нее ареометр, доливают смолой почти доверху и отмечают, какого деления ареометра

достигает смола (величина  $a$ ). Одновременно измеряют температуру находящейся в цилиндре смолы ( $T$ ).

Плотность смолы при 20 °С находят по формуле

$$d_{20} = a + 0,0007 \cdot (T - 20), \quad (1.1)$$

где 0,0007 – величина поправки к плотности на 1 °С.

Плотность безводной смолы  $d$  вычисляют по формуле

$$d_{\text{безв}} = \frac{(100-W) \cdot d_{20}}{100-W \cdot d_{20}}, \quad (1.2)$$

где  $d_{20}$  – плотность водной смолы при 20 °С, г/см<sup>3</sup>;  $W$  – содержание воды в смоле, масс. %.

### **3.3. Определение содержания воды**

#### **3.3.1. Оборудование и реактивы**

Реактивы: смола каменноугольная; толуол марки х.ч.; насыщенный раствор хлорида натрия; кусочки неглазурованного фарфора.

Посуда и оборудование: круглодонная колба объемом 500 мл; стеклянный обратный холодильник; градуированный приемник.

#### **3.3.2. Ход работы**

Содержание воды определяют ее отгонкой в присутствии толуола на установке (рис. 1.2), состоящей из круглодонной колбы (1), обратного холодильника (3) и специального градуированного приемника (2).

В колбу 1 прибора наливают 100 г исследуемой смолы и 100 мл чистого толуола; содержимое колбы тщательно перемешивают взбалтыванием и прибавляют несколько кусочков неглазурованного фарфора.

В приемник 2 наливают до определенной метки 1–2 мл насыщенного раствора хлорида натрия и соединяют приемник с колбой 1 и холодильником 3. Жидкость в колбе нагревают до кипения и равномерно кипятят, закрыв колбу асбестовым полотном так, чтобы конденсирующийся растворитель не накапливался в холодильнике, а

спокойно стекал навстречу поднимающимся парам жидкости. В этих условиях отгоняющаяся вода падает на дно приемника 2.

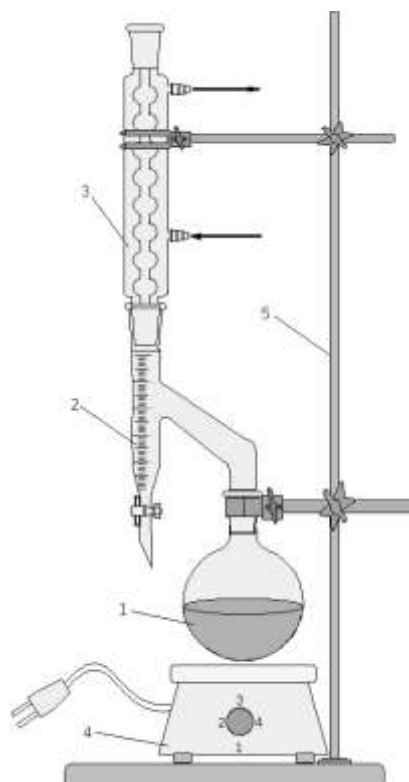


Рис. 1.2. Прибор для определения воды в каменноугольной смоле:  
1 – колба; 2 – приемник; 3 – холодильник;  
4 – электроплитка; 5 – штатив

Кипячение прекращают, когда объем воды в приемнике 2 перестанет увеличиваться. Отсчет объема воды производят после полного охлаждения жидкости в приемнике.

Содержание воды в смоле определяют по замеру нижнего водного слоя в приемнике за вычетом налитого ранее раствора хлорида натрия и вычисляют в процентах от смолы.

### **3.4. Определение содержания не растворимых в толуоле веществ**

#### **3.4.1. Оборудование и реактивы**

Реактивы: смола каменноугольная; толуол марки х.ч.; беззольные фильтры (белая лента).

Посуда и оборудование: электрическая плитка с песчаной баней; коническая колба объемом 500 мл; обратный водяной холодильник с

внутренней трубкой длиной 600 мм; воронка для фильтрования; стаканчик для взвешивания; весы аналитические; сушильный шкаф.

### 3.4.2. Ход работы

Отбирают навеску около 5 г каменноугольной смолы (с точностью до 0,0002 г) в хорошо высушенную и взвешенную коническую колбу емкостью 500 мл. К навеске с помощью мерного цилиндра прибавляют 200 мл толуола, соединяют колбу с обратным холодильником и нагревают до слабого кипения на песчаной бане в течение 1 ч (рис. 1.3).

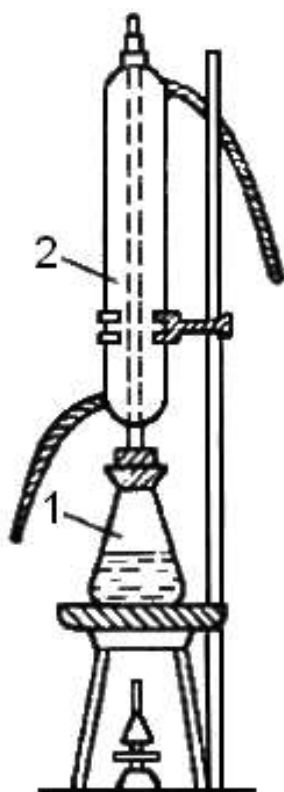


Рис. 1.3. Установка для определения веществ, не растворимых в толуоле: 1 – колба; 2 – холодильник

Затем содержимое колбы в горячем состоянии быстро отфильтровывают через предварительно промытые толуолом, высушенные и взвешенные 2 фильтра. Остаток в колбе смывают на фильтры из промывалки горячим толуолом, частицы продукта, приставшие к стенкам колбы, снимают стеклянной палочкой и также смывают на фильтры. Осадок на фильтрах промывают 200 мл подогретого толуола (пока растворитель не будет стекать совершенно прозрачным и



бесцветным) и сушат в сушильном шкафу при 120 °С до постоянной массы. Взвешиванием определяют массу углеродистого остатка.

Привес фильтров показывает количество во взятой навеске смолы веществ, не растворимых в толуоле. Результат анализа выражают в процентах (%) от смолы.

$$X = \frac{H_{oc} \cdot 100}{b}, \quad (1.3)$$

где  $H_{oc}$  – масса веществ, не растворимых в толуоле, г;  $b$  – масса навески смолы, г.

### **3.5. Определение зольности смолы**

#### **3.5.1. Оборудование и реактивы**

Реактивы: смола каменноугольная.

Посуда и оборудование: весы аналитические; фарфоровый тигель; муфельная печь с нагревом до 900 °С.

#### **3.5.2. Ход работы**

Фильтр с высушенным углеродистым остатком, образовавшимся после определения содержания не растворимых в толуоле веществ, помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель, осторожно сжигают фильтр при постепенном продвижении тигля в зону наивысшего накала муфеля и прокаливают до постоянной массы при температуре  $800 \pm 20$  °С при открытой дверце муфеля.

Тигель с зольным остатком взвешивают после полного охлаждения в эксикаторе с хлористым кальцием. Взвешивание проводят с точностью до 0,0002 г.

Содержание золы в смоле определяют по формуле

$$A = \frac{b \cdot 100}{e}, \%, \quad (1.4)$$

где  $A$  – содержание золы в смоле, масс. %;  $b$  – масса полученного зольного остатка, г;  $e$  – навеска смолы, взятой для определения содержания нерастворимых в толуоле веществ, г.

Полученный результат пересчитывают на безводную смолу по формуле

$$A_1 = \frac{A \cdot 100}{100 - W}, \%, \quad (1.5)$$

где  $A_1$  – содержание золы в безводной смоле, масс. %;  $W$  – содержание воды в смоле, масс. %.

### **3.6. Определение фенолов рефрактометрическим методом**

#### **3.6.1. Оборудование и реактивы**

Реактивы: фенольная фракция каменноугольной смолы; едкий натр, 15 % раствор; серная кислота 30 %-й раствор; бензол марки химически чистый; хлористый натрий прокаленный.

Посуда и оборудование: рефрактометр лабораторный универсальный марки РЛУ; делительная воронка на 250 мл; стаканчики для взвешивания; стаканчики объемом 50 мл; стеклянные палочки.

#### **3.6.2. Ход работы**

До взятия навески пробу освобождают от влаги путем взбалтывания ее в течение 5 мин с прокаленным хлористым натрием; расход высушивающего вещества – около 5 % от нафталиновой фракции.

Для анализа в стаканчик берут навеску около 5–6 г испытуемой жидкости. Навеску из стаканчика для взвешивания переводят в делительную воронку на 100–250 мл. Стаканчик ополаскивают бензолом, который также переводят в делительную воронку. Количество бензола должно быть примерно равно объему взятой навески, но не менее 20 мл. К содержимому воронки добавляют точно отмеренные пипеткой 5 мл стандартного раствора 15 % щелочи и тщательно взбалтывают смесь в течение 5 мин. После полного отстаивания спускают феноляты (нижний слой) в другую делительную воронку, в которую добавляют 20 мл бензола, и тщательно взбалтывают для извлечения из фенолятов оставшихся в них масел.

После полного расслаивания из нижнего слоя спускают в стаканчик 1 мл жидкости и отбирают по несколько капель для определения показателя преломления.

Согласно табл. 1.6 по найденному показателю преломления определяют процентное содержание фенолов в смеси щелочь – фенолы.

Таблица 1.6

Таблица для определения содержания фенолов  
рефрактометрическим методом в 15 %-ном растворе NaOH

Показатель преломления	Фенол, %	Показатель преломления	Фенол, %	Показатель преломления	Фенол, %
1,373*	0,0	1,396	10,80	1,419	21,60
1,374	0,50	1,397	11,28	1,420	22,05
1,375	0,95	1,398	11,75	1,421	22,55
1,376	1,40	1,399	12,20	1,422	23,00
1,377	1,90	1,400	12,68	1,423	23,45
1,378	2,35	1,401	13,15	1,424	23,95
1,379	2,80	1,402	13,60	1,425	24,40
1,380	3,30	1,403	14,10	1,426	24,85
1,381	3,70	1,404	12,55	1,427	25,35
1,382	4,25	1,405	15,00	1,428	25,80
1,383	4,70	1,406	15,50	1,429	26,28
1,384	5,18	1,407	15,98	1,430	25,75
1,385	5,62	1,408	16,45	1,431	27,21
1,386	6,10	1,409	16,92	1,432	27,70
1,387	6,59	1,410	17,38	1,433	28,15
1,388	7,05	1,411	17,85	1,434	28,60
1,389	7,53	1,412	18,32	1,435	29,10
1,390	8,00	1,413	18,80	1,436	29,55
1,391	8,45	1,414	19,25	1,437	30,00
1,392	8,95	1,415	19,71	1,438	30,50
1,393	9,40	1,416	20,20	1,439	30,95
1,394	9,88	1,417	20,65	1,440	31,45
1,395	10,35	1,418	21,10	—	—

\*1,373 =  $n_D^{20}$  15 %-ного раствора NaOH

Содержание фенолов в исходной фракции вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot K \cdot 100}{(100 - A) \cdot B}, \%, \quad (1.6)$$

где  $X$  – содержание фенолов во фракции, %;  $A$  – содержание фенолов в фенолятном слое, %;  $K$  – масса 5 мл щелочи (5,8 г), г;  $B$  – навеска фракции, г.

Найденное содержание фенолов  $X$  в фенольной фракции каменноугольной смолы пересчитывают в процентах по массе ( $\phi$ ) от исходной смолы по формуле

$$\phi = \frac{X \cdot P}{100}, \%, \quad (1.7)$$

где  $X$  – содержание фенолов во фракции, %;  $P$  – выход фенольной фракции от смолы, %.

#### 4. ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Студенты допускаются к работе после прохождения инструктажа по технике безопасности, изучения инструкций и росписи в журнале инструктажа.

Применяемые в работе реактивы (толуол, каменноугольная смола) являются легковоспламеняющимися жидкостями (ЛВЖ). При работе с ЛВЖ следует придерживаться следующих принципов:

- не допускать попадания паров в атмосферу;
- исключить возможность воспламенения при случайном образовании пожаро- и взрывоопасной концентрации паров;
- заранее принимать меры, чтобы последствия аварии, если она все же произойдет, были минимальными.

Поэтому запрещается:

- производить какие-либо работы с ЛВЖ вне вытяжного шкафа;
- выливать отходы ЛВЖ в канализацию;
- производить любые работы с ЛВЖ, не связанные с их нагреванием при включенных электрических приборах и других потенциальных источниках зажигания;
- использовать для нагрева ЛВЖ электроплитки с открытой спиралью;
- включать нагрев бани до пуска воды в рубашку холодильника;
- производить перегонку ЛВЖ досуха;
- повышать температуру масла в бане выше 200 °С;
- применять для тушения масла воду;
- оставлять установку без присмотра;
- находиться в лаборатории без халата.

## **5. ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ**

Отчет должен содержать:

- краткое изложение теоретических основ применяемого метода исследования;
- этапы работы и условия их выполнения;
- перечень применяемого в работе оборудования, посуды, реактивов и их особенности;
- запись результатов промежуточных и конечных измерений, их размерности, погрешности определения;
- промежуточные и конечные расчеты, вывод конечных формул для расчета и др.;
- расчет относительной ошибки определения и при необходимости статистическую обработку полученных результатов.

Оформленная работа должна быть проверена и подписана преподавателем.

## **6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Состав каменноугольной смолы. Влияние компонентов смолы на технологию ее переработки.
2. На какие фракции осуществляется разгонка каменноугольной смолы? В каком температурном интервале они отбираются?
3. Влияние влажности смолы на процесс ее переработки.
4. Особенности технологических схем ректификации смолы.
5. Как осуществляется переработка легкого масла, фенольной и поглотительной фракций? Какие продукты при этом получаются?
6. Сущность процесса получения каменноугольного пека. Область его использования.

## **СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Глузман, Л. Д. Лабораторный контроль коксохимического производства / Л. Д. Глузман, И. И. Эдельман. – Москва: Metallurgiya, 1968. – 472 с.
2. Коляндр, Л. Я. Улавливание и переработка химических продуктов коксования / Л. Я. Коляндр. – Москва: Metallurgizdat, 1962. – 468 с.

3. Лейбович, Р. Е. Технология коксохимического производства / Р. Е. Лейбович, Е. И. Яковлева, А. Б. Филатов. – Москва: Металлургия, 1982. – 359 с.

4. Справочник коксохимика / под ред. А. К. Шелкова. Т. 3. – Москва: Металлургия, 1966. – 392 с.

5. Брон, Я. А. Трубчатые агрегаты для перегонки каменноугольной смолы / Я. А. Брон, С. Я. Сатановский. – Москва: Металлургиздат, 1961. – 320 с.

6. Химические вещества из угля / под общ. ред. Ю. Фальбе; пер. с нем. под ред. И. В. Калечица. – Москва: Химия, 1980. – 611 с.

7. Химическая технология твердых горючих ископаемых / под ред. Г. Н. Макарова и Г. Д. Харламповича. – Москва: Химия, 1986. – 496 с.

8. ГОСТ 2177–99 (СТ СЭВ 758–77). Нефтепродукты. Метод определения фракционного состава. – Москва: Издательство стандартов, 1978. – 89 с.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2**

### **ТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПЕКА**

#### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Настоящая работа предназначена для ознакомления студентов с методами анализа качества различных видов пеков.

#### **2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**

Пеки – твердые в обычных условиях, но плавкие продукты термических превращений асфальто-смолистых веществ, получаемых из каменного угля, нефти или другого органического вещества. Цвет пеков обычно черный, при ударе они раскалываются с раковистым изломом, под постоянной нагрузкой проявляют пластичность.

Каменноугольный пек наиболее крупнотоннажный продукт переработки смолы – представляет собой смесь конденсированных ароматических углеводородов и гетероароматических соединений с числом колец в молекуле четыре и более. Каменноугольный пек составляет 57–60 % от общего количества перерабатываемой каменно-

угольной смолы. Пек представляет собой сложную полидисперсную систему, включающую переохлажденные истинные и коллоидные растворы. Этим объясняется отсутствие у пека четко выраженной температуры перехода в твердое состояние, а также очень резкое изменение вязкости пека при колебаниях температуры.

Существует несколько классификаций пеков. Так в зависимости от применения пеки классифицируются на следующие группы:

- пеки – связующие, применяемые при изготовлении самообжигающихся или обожженных анодов, графитированных электродов, электроугольных изделий и конструкционных материалов на основе графита;

- пеки пропитывающие;

- брикетные пеки – связующие (для частичного брикетирования углей перед их коксованием, литейных коксобрикетов, коксобрикетов для цветной металлургии);

- пеки волокнообразующие (для производства углеродных графитированных волокон);

- специальные пеки (для производства наноматериалов);

- пеки как сырье для коксования.

Важнейшей характеристикой каменноугольного пека является его температура размягчения ( $t_p$ ), определяемая в специальных приборах по ГОСТ 9950–83. Температура размягчения – температура, при которой нагреваемый пек приобретает вязкопластические, а затем и вязко-текучие свойства.

Этот показатель является основным для отнесения пека к тому или иному виду или марке (табл. 2.1). В зависимости от назначения каменноугольный электродный пек выпускают следующих марок:

- А (температура размягчения 65–70 °С) – пек для конструкционных углеродных материалов, допускается использовать для производства электродной продукции и изделий электротехнического назначения;

- Б (температура размягчения 67–73 °С, среднетемпературный пек) – пек для электродной продукции широкого назначения;

- Б и В – пек для алюминиевой промышленности.

Таблица 2.1

## Требования к каменноугольному пеку согласно ГОСТ 10200–2017

№ п/п	Наименование показателя	Норма для марки по ГОСТ 10200–2017			
		А	Б	Б <sub>1</sub>	В
1	Внешний вид	Расплавленный пек или твердый в виде гранул			
2	Температура размягчения по ГОСТ 9950–83, °С	65–70	67–73	72–76	85–90
3	Массовая доля веществ, нерастворимых в толуоле (α-фракция) по ГОСТ 7847–73, %	24–28	25–31	26–31	Не менее 31
4	Массовая доля веществ, нерастворимых в хинолине (α <sub>1</sub> -фракция) по ГОСТ 10200–83, %, не более	7	8	10	12
5	Выход летучих веществ по ГОСТ 9951–73, %	59–63	58–62	Не более 59	53–57
6	Зольность по ГОСТ 7846–73, %, не более	0,3	0,3	0,3	0,3
7	Массовая доля воды в твердом пеке, %, не более	4,0	4,0	4,0	4,0

Различают пек каменноугольный среднетемпературный (температура размягчения 65–90 °С; температура вспышки 200–250 °С; выход летучих веществ, образующихся при термодинамическом разложении, 53–63 % и высокотемпературный (соответственно 135–150 °С; 360–400 °С; 43–54 %), который подвергается коксованию для получения пекового кокса или используется для производства углеродных волокон. Также выделяют мягкий пек с температурой размягчения 40–55 °С, используемые в основном в качестве пропиточного пека. Для получения пека с температурой размягчения 140–150 °С в коксохимической промышленности получил применение метод обработки среднетемпературного пека воздухом. Сущность метода заключается в накоплении продуктов уплотнения и в повышении температуры размягчения пека в результате дегидрирования и последующих процессов конденсации – полимеризации многокольчатых ароматических соединений, находящихся в пеке.

Качество пеков оценивается такими показателями, как выход летучих веществ, зольность, температура размягчения, выход коксового остатка, а также групповой состав и др.



Пеки для получения углеродных волокон и других углеродных материалов должны характеризоваться как можно меньшей зольностью. Зольность различных видов пека в зависимости от условий получения составляет: каменноугольного – 0,1–0,3(0,4) %, нефтекаменноугольного – около 0,15 %, нефтяного – 0,05 %, экстрактивного 0,1–1,3 %.

Ввиду сложности химического состава каменноугольный пек, как и другие подобные вещества (например, каменноугольная смола, экстрактивный пек и нефтяной битум), характеризуется групповым составом, для изучения которого пек разделяют на фракции. Для этого используют или последовательное экстрагирование несколькими растворителями, каждый из которых добавляют после тщательного удаления предыдущего, или последовательное осаждение. Группы веществ, входящих в состав пеков и имеющих определенную молекулярную массу, растворяются в одних растворителях и не растворяются в других.

Нефтяные и каменноугольные пеки представляют собой концентрат смолисто-асфальтеновых веществ, который включает:

- нативные смолы и асфальтены;
- вторичные смолисто-асфальтеновые вещества, образующиеся в ходе нефте- и углехимических процессов;
- продукты термических, окислительных и каталитических превращений указанных выше веществ.

Данные о составе и структуре групп веществ достаточно противоречивы, что обусловлено полидисперсностью пеков и набором молекул с различным элементным и фрагментарным составом, отсутствием удовлетворительных методов их разделения. Основным компонентом в составе пеков являются ароматические соединения, преимущественно конденсированной структуры с различным числом бензольных или гетероциклических ядер. Они могут иметь алифатические, арильные или гетероатомные заместители. Фрагменты конденсированной ароматики могут быть соединены между собой мостиковыми связями. Средняя молекулярная масса пеков может достигать нескольких тысяч.

Принято следующее разделение пеков на фракции, отличающиеся по растворимости:

- нейтральные смолы или мальтены (по составу преимущественно полициклические соединения с 4–6 кольцами), растворимые в легком бензине, пентане, гексане, изооктане ( $\gamma$ -фракция);

– асфальтены (полициклические соединения с 8–10 кольцами и молекулярной массой 350–450), нерастворимые в петролейном эфире или изооктане, но растворимые в горячем бензоле или толуоле ( $\beta$ -фракция);

– карбены ( $\alpha_2$ -фракция, высококонденсированные соединения неуставленной структуры), нерастворимые в толуоле, но растворимые в хинолине (пиридине, сероуглероде);

– карбоиды ( $\alpha$ -фракция) – практически нерастворимый ни в каком растворителе твердый углеродный остаток термического разложения органических веществ ( $\alpha_1$ -фракция), который может содержать карбены ( $\alpha_2$ -фракцию);  $\alpha$ -фракция может быть разделена на две:  $\alpha_1$ , нерастворимую в хинолине и толуоле, и  $\alpha_2$ , растворимую в хинолине, но нерастворимую в толуоле.

– карбоиды ( $\alpha_1$ -фракция, высококонденсированные соединения неуставленной структуры с молекулярной массой в несколько раз большей, чем  $\alpha_2$ -фракции, кроме того, частицы графита, угля, кокса, полициклических ароматических углеводородов), нерастворимые в любом растворителе, т. е. нерастворимый остаток.

Пек – анизотропная жидкость, обладающая определенной внутренней структурой. При определенных условиях в пеках возможно зарождение и рост жидкокристаллической фазы (мезофазы), которая обеспечивает образование анизотропного графитирующегося кокса. В связи с этим различают пеки изотропные (немезофазные) и анизотропные (мезофазные). Мезофазные пеки могут быть получены при соответствующей подготовке (термообработке в определенных условиях) изотропных пеков. Наличие мезофазы в пеке является необходимым условием производства из него качественного углеродного волокна.

Результаты термических воздействий можно выразить следующей последовательностью превращений фракций:  $\gamma \rightarrow \beta \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_1$ . Эти превращения сопровождаются ростом молекулярной массы, увеличением отношения Н/С и ароматичности, то есть изменениями, характерными для процесса карбонизации. Наиболее представительной частью пековой системы являются асфальтены, так как в основном именно они определяют физико-химические характеристики пека. Спекаемость и коксуемость определяются, в основном,  $\alpha_2$ -фракцией, подвижность и вяжущие свойства –  $\gamma$  и  $\beta$ -фракциями. С увеличением содержания  $\alpha$ -фракции ( $\alpha = \alpha_2 + \alpha_1$ ) в пеке приходится увеличивать количество связующего в шихте для производства углеродных мате-

риалов, так как пластичность пека и его смачивающая способность снижаются.

Элементный состав пека и его фракций характеризуется высоким содержанием углерода и низким содержанием водорода. Максимальное содержание углерода, свидетельствующее о наиболее высокой степени ароматичности, имеет  $\alpha_1$ -фракция. Эта фракция, как и  $\alpha_2$ - и  $\beta$ -фракция, содержит по сравнению с исходным пеком повышенное количество кислорода, который, по-видимому, присоединяется в процессе их выделения из пека (растворения, фильтрования, сушки). Наибольшей активностью к кислороду отличается  $\alpha_1$ -фракция.

С повышением температуры размягчения содержание углерода как в пеке, так и в его фракциях заметно увеличивается (табл. 2.2).

Таблица 2.2

Элементный состав пеков с разной температурой размягчения ( $t_p$ )

Элемент	Элементный состав, %							
	$t_p = 70\text{ }^{\circ}\text{C}$				$t_p = 145\text{ }^{\circ}\text{C}$			
	пек	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	пек	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
C	91,94	92,48	90,81	90,92	92,93	93,20	92,10	92,46
H	4,66	3,49	4,63	5,43	4,25	3,58	4,27	4,84
S	1,43	1,53	1,52	1,18	1,35	1,72	1,68	1,32
N	0,82	0,95	0,82	0,79	0,70	0,76	0,60	0,53
O + потери*	1,16	1,55	2,19	1,68	0,76	0,74	1,35	0,85

\*кислород определен по разности

Химический состав пека до настоящего времени мало изучен. Групповой и элементный состав пека и его фракций, а в некоторых случаях выделенные из пека и идентифицированные отдельные соединения в определенной мере отражают химический состав пека, но не дают полного представления о типе, количественном содержании и свойствах соединений, в том числе кислород- и азотсодержащих, а также о характере связи гетероатомов с атомами углерода. Известно, что часть гетероатомов присутствует в пеке в составе полярных гетероциклических соединений и активных функциональных групп.

### 3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Сущность метода заключается в нагревании навески пека в тигле при температуре  $850 \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 10 мин, определении потери массы навески за это время (выхода летучих веществ), с по-

следующим прокаливанием остатка до постоянной массы и определении массы остатка после прокаливания (содержания золы).

### 3.1. Оборудование и реактивы

- печь муфельная электрическая с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры  $850 \pm 20$  °С. Печь должна обеспечивать свободный выход продуктов горения;
- тигель высокий фарфоровый № 3 (основные размеры: наибольший наружный диаметр 35 мм, диаметр дна 18 мм, высота 43 мм, объем 18 мл) с плотно притертой крышкой или из кварцевого стекла с плотно прилегающей крышкой;
- эксикатор с прокаленным хлористым кальцием, который должен обновляться при появлении признаков видимого увлажнения;
- подставка для установки тиглей в муфельную печь;
- щипцы тигельные.

### 3.2. Определение выхода летучих веществ и содержания золы

Перед проведением испытания тигли и крышки нумеруют, прокаливают до постоянной массы и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Прокаливание и взвешивание повторяют перед каждым анализом. Прокаленные тигли с крышками хранят в эксикаторе с хлористым кальцием.

**Ввиду возможности получения химического ожога запрещается брать пек голыми руками! Работа проводится в перчатках!**

Среднюю пробу пека, предварительно измельченную до зерен размером менее 3 мм и подсушенную (при содержании влаги более 0,2 %) тщательно перемешивают шпателем или ложечкой и из разных мест отбирают две навески (для параллельных определений) массой около 1 г каждая и взвешивают в тигле с погрешностью не более 0,0002 г. Легким постукиванием разравнивают навеску пека в каждом тигле и закрывают крышкой.

Муфельную печь нагревают до получения устойчивой температуры  $850 \pm 20$  °С.

Два тигля с навесками пека устанавливают на подставку, помещают в середину печи и закрывают дверцу. Температура, понизившаяся при установке тиглей в печь, снова должна повыситься до  $850 \pm 20$  °С

не более чем за 4 мин. В противном случае анализ повторяют.

Тигли выдерживают в муфельной печи в течение 10 мин с момента установки их в муфельную печь, включая время выравнивания температуры. Через 10 мин тигли вынимают из печи, устанавливают на асбестовый лист и охлаждают на воздухе в течение 10–15 мин, затем в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. После взвешивания тигли с остатком пека ставят снова в муфельную печь, нагретую до температуры  $850 \pm 20$  °С, и прокаливают до полного озоления в течение 1,5 ч.

После прокаливания тигли вынимают из муфельной печи, устанавливают на асбестовый лист и охлаждают на воздухе в течение 10–15 мин, затем в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

После взвешивания проводят контрольное прокаливание зольного остатка до постоянной массы продолжительностью 30 мин каждое до тех пор, пока разность массы при двух последовательных взвешиваниях не будет превышать 0,0005 г. Расчеты ведут по значениям, полученным при последнем взвешивании.

### 3.3. Обработка результатов

Выход летучих веществ ( $V$ , %) вычисляют по формуле

$$V = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100, \quad (2.1)$$

где  $m$  – масса пека, г;  $m_1$  – масса остатка после удаления летучих веществ, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать 1 %.

Зольность ( $A$ , %) вычисляют по формуле

$$A = \frac{m_2 - m_3}{m} \cdot 100, \quad (2.2)$$

где  $m$  – масса тигля с остатком пека после прокаливания, г;  $m_2$  – навеска пека, г;  $m_3$  – масса пустого тигля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать

0,002 % – при зольности пека до 0,3 %, 0,05 % – при зольности пека более 0,3 %.

Показатель выхода летучих веществ пека довольно хорошо коррелирует с показателем выхода коксового остатка при его коксовании. Поэтому показатель коксового остатка при коксовании пека может быть найден по формуле

$$K = 1,3 \cdot V. \quad (2.3)$$

Располагая данными о выходе летучих веществ и пользуясь коэффициентом пересчета, можно контролировать фактический расход высокотемпературного пека на 1 т пекового кокса (и другой продукции, например, углеграфитовой продукции, углеродного волокна) и дополнительно характеризовать его как сырье для коксования.

#### 4. ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Студенты допускаются к работе после прохождения инструктажа по технике безопасности, изучения инструкций и росписи в журнале инструктажа.

**Ввиду возможности получения химического ожога запрещается брать пек голыми руками! Работа проводится в только перчатках! Работать без халата запрещается!**

При определении показателей технического анализа используется муфельная печь, которая является опасной с точки зрения поражения электрическим током и получения травматических ожогов. Поэтому при выполнении анализа необходимо следить за исправностью заземления, вилок, розеток, соединительных проводов, выключателей. При обнаружении какой-либо неисправности электрооборудования необходимо немедленно его обесточить и сообщить преподавателю или лаборанту об обнаруженных недостатках. Оставлять установку без присмотра запрещается!

При установке и удалении тиглей из муфеля использовать специальные тигельные щипцы.

Запрещается применять для этой цели полотенца, тряпки, бумагу или тем более брать голыми руками горячие тигли.

## 5. ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ

Отчет должен содержать:

- краткое изложение теоретических основ применяемого метода исследования;
- этапы работы и условия их выполнения;
- перечень применяемого в работе оборудования, посуды, реактивов и их особенности;
- запись результатов промежуточных и конечных измерений, их размерности, погрешности определения;
- промежуточные и конечные расчеты, вывод конечных формул для расчета и др.;
- расчет относительной ошибки определения и при необходимости статистическую обработку полученных результатов.

Оформленная работа должна быть проверена и подписана преподавателем.

## 6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Дайте определение понятиям «пек», «каменноугольный пек». Какие еще виды пеков вы знаете?
2. Охарактеризуйте процессы получения пеков.
3. Назовите основные параметры, по которым производится классификация пеков. Как происходит классификация пеков по маркам?
4. Охарактеризуйте групповой состав каменноугольного пека.
5. Охарактеризуйте молекулярный и элементный состав различных групповых компонентов пека.
6. Влияние содержания различных групп компонентов пека на технологии его дальнейшего использования.
7. Охарактеризуйте основные направления использования каменноугольного пека. Как показатели качества пека влияют на область его применения?
8. Как показатели, определенные в рамках выполнения лабораторной работы, характеризуют качество пеков?

## **СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Глузман, Л. Д. Лабораторный контроль коксохимического производства / Л. Д. Глузман, И. И. Эдельман. – Москва: Металлургия, 1968. – 472 с.
2. Коляндра, Л. Я. Улавливание и переработка химических продуктов коксования / Л. Я. Коляндра. – Москва: Металлургиздат, 1962. – 468 с.
3. Справочник коксохимика / под ред. А. К. Шелкова. Т. 3. – Москва: Металлургия, 1966. – 392 с.
4. Химические вещества из угля / под общ. ред. Ю. Фальбе; пер. с нем. под ред. И. В. Калечица. – Москва: Химия, 1980. – 611 с.
5. Химическая технология твердых горючих ископаемых / под ред. Г. Н. Макарова и Г. Д. Харламповича. – Москва: Химия, 1986. – 496 с.
6. Привалов, В. Е. Каменноугольный пек / В. Е. Привалов, М. А. Степаненко. – Москва: Металлургия, 1981. – 208 с.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3**

### **ЭЛЕМЕНТАРНЫЕ ВОЛОКНА**

#### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Настоящая работа предназначена для ознакомления студентов с методами производства и анализа качества элементарных волокон различного происхождения.

#### **2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**

##### **2.1. Требования, предъявляемые к армирующим волокнам**

Армирующие волокна, применяемые в конструкционных материалах (КМ), должны удовлетворять комплексу эксплуатационных и технологических требований. К первым относятся требования, обуславливающие прочность, жесткость, плотность, стабильность в определенном температурном интервале, химическую стойкость и т. п. Ко вторым – технологичность волокон, определяющая возможность создания высокопроизводительных процессов изго-



товления силовых каркасов и изделий на их основе.

Армирующие компоненты используют в следующем виде: моноволокон, нитей, проволок, жгутов, сеток, тканей, лент, холстов.

В качестве армирующего наполнителя в КМ с матрицей из синтетических смол применяют стеклянные, арамидные, углеродные и борные, базальтовые, сапфировые волокна на основе карбида кремния, полиэтиленовые волокна.

В композитах на основе металлической матрицы применяют проволоки, выполненные из стали, вольфрама, бериллия, титана, ниобия и других металлов.

## **2.2. Технологические процессы производства армирующих материалов**

*Стеклянные волокна.* Это наиболее распространенные волокна, используемые при получении полимерных конструкционных материалов (ПКМ). На долю стеклопластиков приходится около 90 % волокнистых композитов, производимых в мире. Причина тому – их относительная дешевизна и ценное сочетание эксплуатационных свойств: при сравнительно малой плотности стеклянные волокна имеют высокую прочность, теплостойкость, устойчивы к химическому и биологическому воздействию, имеют низкую теплопроводность и высокие диэлектрические свойства.

Процесс получения стекловолокна заключается в том, что необходимые компоненты (кварцевый песок, известняк, борную кислоту, глину, уголь) перемешивают и плавят в высокотемпературных печах. Температура плавления в среднем составляет 1260 °С. Расплав стекла поступает непосредственно на аппарат для вытяжки стекловолокон, представляющий собой стеклоплавильный сосуд, изготовленный из платинового сплава. Под действием гидростатического давления расплав стекла вытекает через тонкие отверстия фильер диаметром 0,8–3,0 мм, расположенные в днище сосуда. Экструдруемые из каждого отверстия струи подвергают интенсивному механическому растяжению до диаметра 3–19 мкм, а после закалки в подфильерном холодильнике в потоке водяных брызг их собирают в нить и пропускают через зону, в которой на волокна наносят покрытие-засмазочник, повышающий компактность нити.

Собранные в единый пучок элементарные волокна называют

одиночной нитью. Скорость вытягивания нити составляет от 20 до 50 м/с.

*Органические волокна* обладают высокими прочностью при растяжении, модулем упругости, термостабильностью, хорошей защитной стойкостью при ударе, негорючестью, повышенными усталостными и диэлектрическими свойствами, которые позволяют эксплуатировать их в широком температурном интервале. Вследствие низкой плотности органические волокна превосходят по удельной прочности все известные в настоящее время армирующие волокна и металлические сплавы, уступая по удельному модулю упругости углеродным и борным волокнам.

Органические волокна получают из концентрированных арамидных волокнообразующих полимеров формованием через фильеры. При формовании волокон и нитей раствор очищенного полимера в концентрированной серной кислоте экструдируют через фильеру 3 (рис. 3.1) диаметром 50–500 мкм при повышенной температуре (51–100 °С) и после прохождения газовой прослойки 5 подают в осадительную ванну 7 с холодной (4 °С) водой. При этом удаляется основная часть растворителя из свежесформованных волокон, проводится подсушка и последующая термообработка в соответствии с непрерывным или периодическим способом.

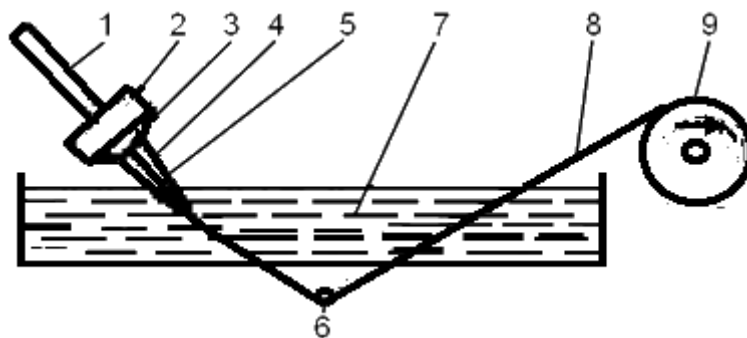


Рис. 3.1. Схема формования нити: 1 – исходный материал; 2 – прядильная головка; 3 – фильера; 4 – элементарные волокна; 5 – газовая прослойка; 6 – нитепроводник; 7 – осадительная ванна; 8 – упрочнённая формуемая нить; 9 – приемная бобина

Высокопрочные волокна подвергают дополнительной термовытяжке, в процессе которой происходит увеличение модуля упругости на 15–20 %.

*Углеродные волокна.* Углеродным волокнам (УВ) присущи высокая теплостойкость, низкие коэффициенты трения и термическо-

го расширения, высокая стойкость к атмосферным воздействиям и химическим реагентам, различные электрофизические свойства (от полупроводников до проводников). Углеродные волокна имеют высокие значения удельных механических характеристик.

Классификация углеродных волокон основывается, как правило, на величине конечной температуры термообработки при получении волокон путем термоллиза органического сырья и содержании углерода в составе продукта. Исходными материалами для получения углеродных волокон являются гидратцеллюлозные (вискозные) или полиакрилонитрильные химические волокна и углеродные пеки. В процессе производства волокон при низких температурах происходит частичное, затем более глубокое обогащение продукта углеродом и формируется карбонизованное в большей или меньшей степени углеродное волокно. Дальнейшее повышение температуры в ряде случаев сопровождается кристаллизацией и наступает фаза графита.

Углеродные волокна подразделяют три класса:

- 1) частично карбонизованные (обугливание, пиролиз), температура термообработки до 500 °С, содержание углерода до 90 %;
- 2) карбонизованные с температурой термообработки 800–1500 °С, содержание углерода 91–98 %;
- 3) графитированные с температурой термообработки выше 1500 °С и содержанием углерода выше 99 %.

По мере развития исследований и технологии производства были получены и выделились в отдельную группу важные для современной техники более высокопрочные и высокомодульные углеродные волокна. В связи с этим была предложена их классификация, основанная на физико-механических свойствах (табл. 3.1).

Технологический процесс получения углеродных волокон включает в себя стадии текстильной подготовки материала, окисления, карбонизации и графитизации.

Текстильная подготовка целлюлозного материала заключается в удалении влаги, неорганических примесей и органических веществ, включая замасливающие препараты, путем обработки их растворителями или поверхностно-активными веществами, и в последующей сушке при температуре не ниже 100 °С в течение 15 ч.

Таблица 3.1

Классификация углеродных волокон  
на основании физико-механических свойств

Классификационное наименование	Прочность на разрыв, МПа	Модуль Юнга, ГПа
Высокопрочные	3000–7000	200–300
Высокомодульные	2000–3000	350–700
Низкомодульные	500–1000	30–50
Средней прочности	1000–2000	50–150

Окисление целлюлозы (для получения ГЦВ) происходит при температуре, не превышающей 350–400 °С. На этой стадии протекают основные химические реакции, наблюдаются наибольшие потери массы материала. Остаток содержит не более 60–70 % углерода.

Карбонизация осуществляется при более высоких температурах, достигающих 900–1500 °С. На этой стадии продолжают химические процессы, в результате которых остаток обогащается углеродом. Помимо этого, при карбонизации изменяется комплекс физико-механических характеристик волокна, что особенно важно для практических целей. Большое значение при карбонизации имеют разнообразные добавки, характер среды в печах, температурно-временные и силовые режимы (вытягивание волокон). Добавки-катализаторы вводят либо в исходное волокно, либо подают в печь вместе с газом-носителем. Катализаторы в виде различных фосфатов, хлоридов, сульфатов повышают содержание углерода и снижают продолжительность карбонизации. Процесс карбонизации проводят в защитных средах нейтральных газов азота или аргона, которые предотвращают воздействие на целлюлозу кислорода воздуха.

*Волокна на основе полиакрилонитрила.* Полиакрилонитрил представляет собой линейный полимер, углеродная скелетная молекула которого содержит углерод-азотные боковые полярные группы. Этот материал не плавится без разложения, поэтому волокно из него может быть получено только методом формования из растворов. Технологический процесс переработки полиакрилонитрила в углеродные волокна включает следующие стадии (рис. 3.2):

- формование исходного полиакрилонитрильного волокна;
- предварительная вытяжка (вытягивание значительно улучшает прочностные и упругие свойства волокон);
- стабилизация при 220 °С на воздухе под натяжением;

- карбонизация при 1500 °С в атмосфере инертного газа;
- графитизация при 3000 °С в атмосфере инертного газа;
- повышение поверхностной активности углеродных волокон

достигается травлением или другими методами химической или электрохимической обработки. После травления волокна покрывают защитным слоем аппрегата, совместимого с матрицей (шлихтование). Такая обработка защищает волокно от повреждений в процессе переработки, улучшает пропитку связующим и увеличивает адгезию волокна с полимерной матрицей.

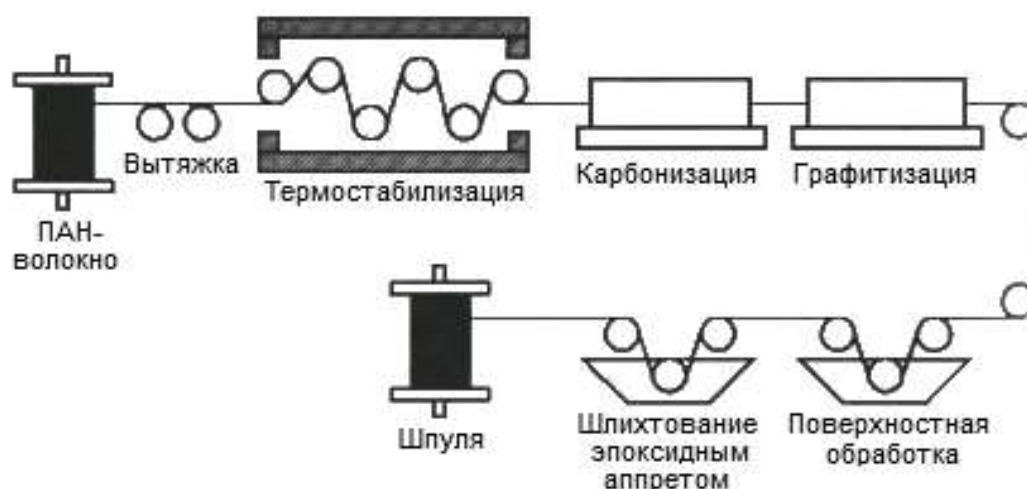


Рис. 3.2. Схема производства углеродных волокон из полиакрилонитрила

*Волокна на основе гидратцеллюлозы* были запатентованы Т. Эдисоном в 1880 г. для использования в лампах накаливания. Гидратцеллюлоза представляет собой одну из структурных модификаций целлюлозы, получаемую химической переработкой природной целлюлозы. Широкое применение имеют вискозные волокна, которые вырабатываются из природной целлюлозы по вискозному методу. Вискоза представляет собой раствор ксантогената целлюлозы в разбавленном водном растворе NaOH.

Технологический процесс получения углеродных волокон из гидратцеллюлозы начинают с удаления растворением из исходного волокна органических примесей, затем длительной сушкой удаляется влага при температуре не ниже 100 °С. При температуре выше 230 °С осуществляется частичное окисление волокон. В интервале температур 350–400 °С происходит пиролиз материала волокон.

Низкотемпературная стабилизационная термообработка волокон

на при 400 °С предназначена для стабилизации надмолекулярной структуры перед карбонизацией. В отличие от полиакрилонитрильных волокон стабилизация гидратцеллюлозных волокон под натяжением неэффективна. Остаток после пиролиза содержит не более 60–70 % углерода.

Карбонизацию углеродных волокон из гидратцеллюлозы в инертном газе осуществляют при температурах 900–1500 °С с применением определенного натяжения. Это увеличивает степень ориентации, что улучшает физико-механические свойства графитированных волокон. В существующих технологических процессах выход углерода находится в интервале 10–30 %.

Графитация проводится при температуре выше 2800 °С. Продолжительность процесса невелика, но за это время волокна могут быть вытянуты еще на 100 %. Благодаря приобретенной высокой степени ориентации структуры упругие свойства углеродного волокна заметно увеличиваются: модуль упругости может приближаться к 700 ГПа вместо 70 ГПа у невытянутого волокна.

*Пековые волокна.* В 1965 г. появилось первое сообщение об углеродном волокне, полученном из пека. В настоящее время технология производства углеродных волокон из пекового сырья осуществляется в следующем порядке (рис 3.3):

- прядение из расплава;
- длительное отверждение при сравнительно низких температурах;
- карбонизация в среде инертного газа;
- графитация под нагрузкой при экстремально высокой температуре.

Технологически наиболее сложным является процесс получения исходного волокна. Пеки представляют собой сложную смесь ароматических и алифатических соединений. Молекулярный вес соединений относительно небольшой, и только часть из них может быть отнесена к олигомерам. Из подобных систем может быть сформовано только грубое хрупкое волокно, из которого нельзя получить углеродное волокно хорошего качества. Для придания пеку волокнообразующих свойств из него предварительно удаляются низкомолекулярные летучие соединения и проводится процесс термической обработки для повышения молекулярной массы.

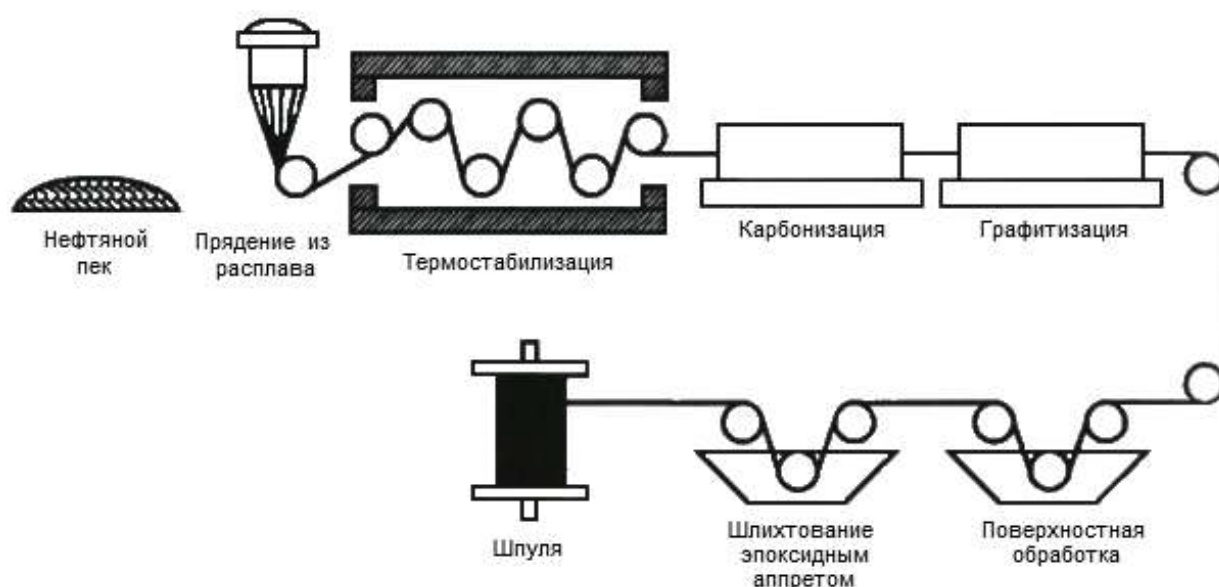


Рис. 3.3. Схема производства углеродных волокон из пека

Формование волокон из пеков производят через расплав. Незначительная вязкость расплава позволяет достичь скорости формования волокна до 800–900 м/мин. Температура формования зависит от содержания углерода в пеке и может достигать 300–330 °С. С целью улучшения технологических показателей процесса (снижения температуры формования, улучшения прядимости и т. д.) перед формованием в пек добавляют пластификаторы, волокнообразующие полимеры и отверждающие агенты.

Полученное в процессе формования волокно, как правило, отличается низкой прозрачностью. Производство углеродных волокон по такой технологии позволяет получить волокно с пределом прочности при растяжении 2,58 ГПа и модулем упругости 480 ГПа. Без стадии графитации модуль упругости таких волокон не превышает 35–70 ГПа.

Процесс производства пековых волокон, как и полиакрилонитрильных, завершается поверхностной обработкой волокна и шлихтованием эпоксидным аппретом.

Описанная технология применяется и к получению углеродных волокон из фенольного волокна, которые принято относить к пековым волокнам.

Поскольку изотропные пеки не имеют самостоятельного промышленного значения, более перспективным является производство углеродных волокон на основе жидкокристаллических (мезофазных) пековых структур. Процесс производства волокон из мезофазных пеков включает следующие этапы:

– нагревание пека в среде инертного газа при 400–450 °С в течение длительного времени для получения жидкокристаллического (мезофазного) состояния;

- формирование волокон из жидкокристаллических пеков;
- отверждение волокон;
- карбонизация волокон;
- графитация волокон.

При исключении этапа графитации и сокращении длительности отверждения могут быть получены достаточно дешевые углеродные волокна.

Образование высокоупорядоченной структуры в процессе формирования углеродного волокна из пеков под действием температуры из изотропного расплава сопровождается образованием зародыша, а затем всей жидкокристаллической структуры (рис. 3.4).

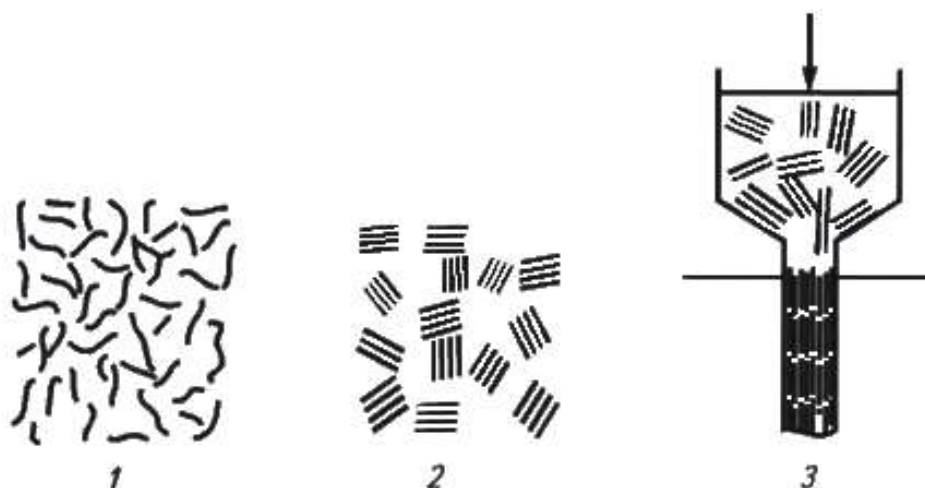


Рис. 3.4. Схема получения углеродного волокна из жидкокристаллических пеков: 1 – изотропный расплав; 2 – жидкокристаллическая (мезоморфная) фаза; 3 – ориентированное волокно

Сырьем производства обычно служат нефтяные пеки. Выдержка таких пеков при температуре 350–400 °С приводит к конденсации полициклических ароматических молекул, из которых они состоят, их молекулярная масса увеличивается и образуются сферолиты (мезофаза). Продолжение нагрева ведет к росту и сферолитов и молекулярной массы с образованием непрерывной жидкокристаллической фазы. Прядение осуществляют при температуре



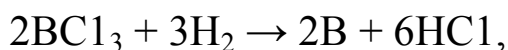
расплава 350–400 °С. Волокна из мезофазных пеков перед карбонизацией обрабатывают при температуре около 300 °С, чтобы провести сшивку пека в волокнах. Для производства углеродных волокон применяются и каменноугольные пеки.

Волокна на основе жидкокристаллических пеков хрупки и требуют осторожного обращения. В связи с этим разрабатывают специальную технологию, предотвращающую их повреждения в процессе производства, а также препятствующую склеиванию волокон при вытяжке.

Модуль упругости и прочность при растяжении пековых волокон непрерывно увеличиваются с ростом температуры. Поскольку прочность волокон оказывается недостаточно высокой, низким является и относительное удлинение при разрушении. Это ограничивает возможность использования таких волокон в композитах. Причина низкой прочности пековых волокон в их высокой макро- и микропористости.

*Борные волокна.* Использование борных волокон в композитах позволяет обеспечивать высокий уровень прочностных, усталостных характеристик и высокое значение модуля упругости.

Наиболее широко распространена технология получения борных волокон на основе количественного осаждения бора из газовой фазы. Обычно используют газовую смесь водорода  $H_2$  и трихлорида бора  $BCl_3$ . Химическая реакция, приводящая к выделению элементарного бора, протекает в соответствии со схемой:



при этом только 2 %  $BCl_3$  разлагается с осаждением бора на основу.

Боровольфрамовые волокна производят в реакторе (рис. 3.5). Бор осаждается на раскаленную пропускаемым током вольфрамовую нить диаметром 12,5 мкм при температуре вольфрамовой основы 1350 °С.

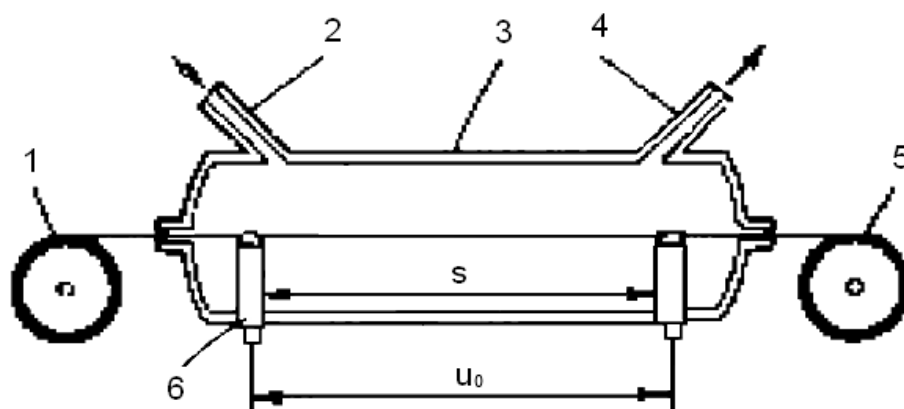


Рис. 3.5. Схема реактора для получения боровольфрамовых волокон одностадийным методом осаждения при нагревании: 1 – подающий намоточный барабан; 2 – штуцер для подачи газовой смеси; 3 – камера осаждения; 4 – штуцер для удаления газов; 5 – приемный намоточный барабан; 6 – электрод;  $u_0$  – потенциал, необходимый для нагревания нити;  $s$  – расстояние между электродами

Этот процесс осуществляется за одну или несколько стадий. Обычно внутренний диаметр реактора составляет около 10 мм, а его длина – около 2 м. Скорость получения борных волокон не превышает 900 г за неделю.

В промышленности выпускают волокна диаметром 100, 140 и 200 мкм. Чтобы получить продукцию с максимально высокими характеристиками и большим содержанием бора, необходимо строго выдерживать скорость осаждения. С целью повышения жаростойкости борных волокон их покрывают карбидом кремния, осажденным из парогазовой фазы в среде аргона и водорода. Такие волокна называют борсиком.

*Волокна карбида кремния.* Благодаря своим физико-механическим свойствам волокна этого типа обычно применяют в металлокомпозитах для эксплуатации при длительном воздействии высоких температур.

Получение волокон из SiC во многом сходно с процессом получения борного волокна. Вместо  $BCl_3$  в реактор аналогичного устройства подают смесь алкилсиланов с водородом. В настоящее время SiC-волокна предпочтительнее изготавливать с использованием в качестве основы углеродного волокна, а не вольфрамовой проволоки. Кроме того, процесс получения SiC-волокон более экономичен, так как для получения 1 кг SiC-волокон необходимо всего

8 кг силана, в то время как для получения 1 кг борного волокна необходимо 15 кг  $\text{BCl}_3$ . Скорость получения SiC-волокон в реакторе вдвое выше скорости получения борного волокна.

*Металлические волокна.* Для композитов, предназначенных для работы при пониженных температурах, используют стальные и бериллиевые волокна, а при высоких температурах – вольфрамовые и молибденовые.

Высокотемпературную прочность вольфрамовых волокон повышают за счет введения в вольфрам и его сплавы тугоплавких дисперсных карбидных частиц. Увеличение длительной прочности обеспечивается нанесением тонких (до 12 мкм) барьерных покрытий, причем наиболее эффективным является покрытие из карбида гафния  $\text{HfC}$ , которое позволяет избежать рекристаллизации вольфрамовых волокон при температуре 1400 К в течение 1000 ч.

*Короткие армирующие волокна.* Измельченные минеральные волокна получают при механической переработке минеральной ваты, в состав которой входят силикатный кальций (75 %) и легкие металлы (25 %). Их длина до 270 мм и диаметр от 1 до 10 мкм.

*Нитевидные кристаллы (усы)* – монокристаллические волокна, выращенные в специальных условиях. В настоящее время имеется более 100 типов усов из металлов, карбидов, оксидов металлов и других соединений. Усы имеют механическую прочность, эквивалентную прочности связи между атомами, что обеспечивается бездефектностью структуры нитевидных монокристаллов.

Монокристаллические волокна получают из оксидов. Они обладают прочностью, которая приближается к максимальной теоретической прочности материалов. Нитевидные кристаллы имеют диаметр от долей микрометра до нескольких микрометров и длину от долей миллиметра до нескольких сантиметров. Прочность усов заметно снижается с увеличением их диаметра и длины. Усы по сравнению с обычными поликристаллическими материалами обладают меньшей потерей прочности при увеличении температуры.

Усы обладают одновременно достоинствами стеклянных и борных волокон: их предельное удлинение как у стеклянного волокна (3–4 %), а модуль упругости – как у борного (более 500 ГПа). При этом разрушающее напряжение при растяжении усов в 5–10 раз больше, чем у стеклянных и борных волокон.

*Тканые армирующие материалы.* Тканые материалы на основе

различных типов высокопрочных волокон, используемые в качестве арматуры при изготовлении слоистых композитов, изготавливают на ткацком станке переплетением двух взаимно перпендикулярных систем нитей пряжи.

Наиболее распространенными являются ткани, ширина которых составляет 40–75 см – узкие, 75–100 см – средней ширины, 100–150 см – широкие, 150–200 см и более – очень широкие. Ткани шириной 0,5–7,5 см и более называют ткаными лентами.

Ткани массой до  $100 \text{ г/м}^2$  считают легкими, массой от 100 до  $500 \text{ г/м}^2$  – имеющими среднюю массу и ткани массой свыше  $500 \text{ г/м}^2$  – тяжелыми.

В отечественной промышленности наиболее широко распространены ткани на основе стеклянных, органических и углеродных волокон. Выпускаемые стеклоткани различаются составом стекла, характеристиками нитей, типом переплетения, толщиной, прочностью, плотностью укладки волокон и другими показателями.

Органоткани отличаются достаточно высокой термостойкостью, обладают малой усадкой по сравнению с тканями на основе других типов волокон. Тканые слоистые органопластики обладают по сравнению со стеклопластиковыми более высокими прочностными и жесткостными характеристиками.

Отличительная особенность тканей из углеродных волокон – их высокая термостойкость, жесткость и прочность. Для изготовления углеродных тканей применяют различные типы переплетений. Углеродные ткани в композиционных материалах используют в виде однонаправленных лент или они имеют полотняное либо сатиновое плетение.

### **3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ**

#### **3.1. Определение показателей механических свойств элементарных волокон (механический метод)**

##### **3.1.1. Оборудование и материалы**

Прибор для определения упругих и прочностных характеристик материалов со сменными динамометрами, катетометр, микроскоп, рамки из плотной бумаги для крепления образцов, ножницы, пинцет, клей, канифоль, стеклянные и углеродные волокна.

### 3.1.2. Подготовка к работе

Волокно – это форма материала, имеющая высокое отношение продольных размеров к поперечным (не менее 10–100) при небольших величинах площади поперечного сечения.

Определение механических характеристик элементарных волокон выполняется по ГОСТ 6943.5–79. Для испытаний применяют образцы из отрезков элементарных волокон, закрепленных в рамки. Рамки вырезают из плотной бумаги с длиной прорези (базой) 10 мм и шириной 5–6 мм (рис. 3.6, а, б).

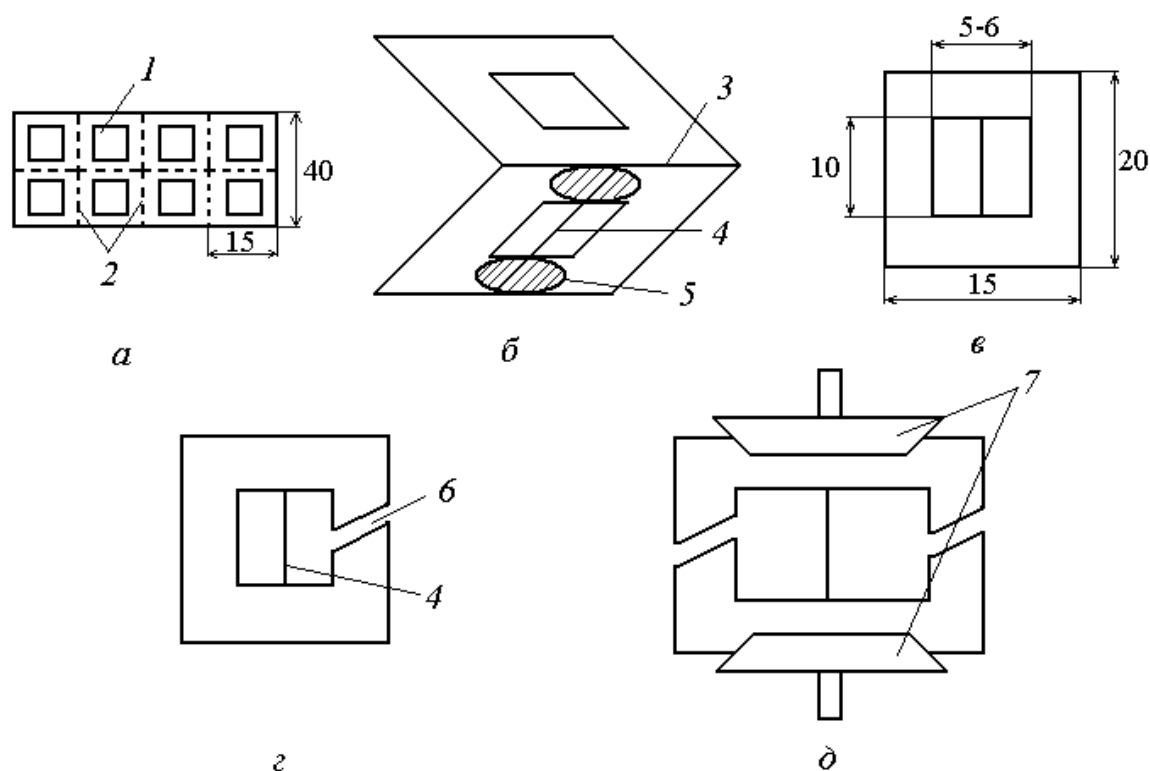


Рис. 3.6. Получение образцов для механических испытаний элементарных волокон (а – д – стадии изготовления): 1 – прорези; 2 – линии отреза; 3 – линия сгиба; 4 – элементарное волокно; 5 – клей; 6 – надрез; 7 – зажимы

Готовят образцы для испытаний следующим образом: на одну половинку рамки возле прорези наносят клей и пинцетом укладывают волокно параллельно краю рамки (рис. 3.6, б), не касаясь рабочей части волокна. Рамку складывают пополам и выдерживают под давлением до полного склеивания частей.

При помощи микроскопа определяют диаметр волокна, закрепленного в рамке, с точностью до 0,5 мкм. Диаметр замеряют в нескольких точках рабочей части (не менее пяти замеров) и определяют среднее значение.

Нагружение образцов до разрушения проводят на специальном приборе (рис. 3.7). Максимальную нагрузку  $F$  фиксируют по шкале динамометра, а изменение длины волокна  $\Delta l$  – по шкале деформации или с применением горизонтального микроскопа (катетометра). При необходимости строят диаграмму деформирования (зависимость  $F-\Delta l$ ).

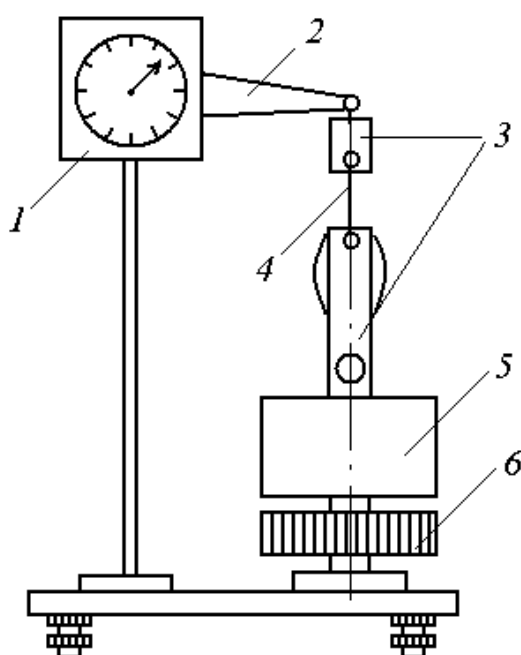


Рис. 3.7. Установка для определения разрушающего напряжения и модуля упругости элементарных волокон: 1 – динамометр; 2 – рычаг; 3 – зажимы; 4 – волокно; 5 – стойка; 6 – маховик со шкалой деформаций

Ниже приведены значения диаметров  $d$ , разрушающего напряжения  $\sigma_p$  и модуля упругости  $E_p$  при растяжении для некоторых типов элементарных волокон (табл. 3.2).

Таблица 3.2

Прочностные характеристики некоторых типов элементарных волокон

Тип волокна	$d$ , мкм	$\sigma_p$ , МПа	$E_p$ , ГПа
Стекловолоконное волокно из Е-стекла	6–20	3450	70–73
Углеродное волокно высокопрочное	7,5–8	2500–3500	200–250
Углеродное волокно высококомодульное	7,5–8	2000–2500	300–700

### 3.1.3. Определение разрушающего напряжения при растяжении элементарных волокон

Полученную рамку надрезают с одной стороны (рис. 3.6, *з*) и устанавливают в зажимы испытательного прибора (рис. 3.7), затем разрезают вторую сторону рамки (рис. 3.6, *д*).

Нагружение проводят вручную вращением маховика. В момент разрушения образца фиксируют максимальную нагрузку по показаниям динамометра.

Испытывают не менее пяти образцов каждого типа наполнителя.

Рассчитывают разрушающее напряжение волокна при растяжении  $\sigma_p$  (МПа) по формуле

$$\sigma_p = \frac{4 \cdot F}{\pi \cdot d_{cp}^2}, \quad (3.1)$$

где  $F$  – разрушающее усилие, Н;  $d_{cp}$  – среднее значение диаметра волокна, мм.

За результат принимают среднее арифметическое из всех значений разрушающего напряжения. Сравнивают полученное значение с известным разрушающим напряжением для соответствующего типа волокна, делают вывод.

### 3.1.4. Определение модуля упругости при растяжении элементарных волокон

Для определения модуля упругости применяют тот же прибор (рис. 3.7). Предварительно на рабочей части волокна для замера удлинения делают две метки на расстоянии 2–2,5 см ниже и выше середины образца, нанося капли расплава канифоли (чем меньше метка, тем точнее измерение удлинения).

После закрепления рамки в зажим и разрезания сторон дают предварительную нагрузку на образец (10–15 % от разрушающей) для равномерного натяжения. Замеряют расстояние между метками катетометром. Постепенно повышая нагрузку, регистрируют удлинение образца при соответствующих усилиях.

Рассчитывают модуль упругости волокна  $E_p$  (МПа) для каждого замера удлинения:

$$E_p = \frac{4 \cdot \Delta F \cdot l_0}{\pi \cdot \Delta l \cdot d_{cp}^2}, \quad (3.2)$$

где  $\Delta F$  – приращение нагрузки, Н;  $l_0$  – начальная длина, мм;  $\Delta l$  – приращение удлинения, мм;  $d_{cp}$  – среднее значение диаметра волокна, мм.

При проведении замеров по шкале удлинений, расположенной на маховике, предварительно проводят эксперимент по определению жесткости системы.

В зажимах закрепляют жесткий элемент (стальную проволоку) и определяют перемещение зажимов при увеличении нагрузки. По результатам эксперимента строят зависимость деформации приспособления от нагрузки.

Закрепляют образец в зажимах и проводят нагружение, как описано выше. По результатам эксперимента строят зависимость деформации системы от нагрузки. Удлинение образца определяют в виде графической разности кривых деформации системы и деформации приспособления.

Усредняют результаты, полученные для одного образца, и рассчитывают средний модуль упругости для волокон каждого типа по результатам испытаний не менее пяти образцов. Сравнивают полученное значение с известным модулем упругости при растяжении для соответствующего типа волокна, делают вывод.

Среднее квадратическое отклонение  $\sigma$  вычисляют по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{\Sigma(M - \bar{M})^2}{n - 1}}, \quad (3.3)$$

где  $M$  –  $i$ -й результат испытаний;  $\bar{M}$  – среднее арифметическое результатов испытаний;  $n$  – общее число испытаний.



Коэффициент вариации  $C$  (%) вычисляют по формуле

$$C = \frac{\sigma \cdot 100}{\overline{M}}. \quad (3.4)$$

Результаты испытаний заносят в таблицу 3.3.

Таблица 3.3

Определение модуля упругости  
при растяжении элементарных волокон

№ образца, характеристика	$l_0$ , мм	$F$ , Н	$l$ , мм	$\Delta F$ , Н	$\Delta l$ , мм	$\sigma_p$ , МПа	$E_p$ , МПа
1 (...)							
...							
Среднее арифметическое							
Среднее квадратическое отклонение $\sigma$							
Коэффициент вариации $C$							

### 3.2. Определение показателей механических свойств элементарных волокон (ручной метод)

#### 3.2.1. Оборудование и материалы

Установка для определения прочности армирующих волокон, разновесы.

#### 3.2.2. Ход работы

Работа состоит из экспериментальной и расчетной частей.

*Экспериментальная часть.* Отрез волокна длиной 50 мм и диаметром менее 100 мкм с помощью специальных зажимов закрепляют к стойке (рис. 3.8) и к чашечке с грузом. Далее чашечка постепенно нагружается до разрыва волокна. Опыт повторяется до тех пор, пока точность набора груза не составит 1 г. Для расчета удельной прочности волокна к весу груза на чашечке необходимо прибавить вес самой чашечки и вес нижнего зажима. Теоретические показатели для волокон из различных материалов приведены в табл. 3.4.

Таблица 3.4

## Теоретическая прочность армирующих волокон

Материал	Плотность $\rho \cdot 10^{-3}$ , кг/м <sup>3</sup>	Модуль упругости $E$ , ГПа	Средняя прочность на базе 10 мм, $\sigma^f$ , ГПа
Стекловолокно	2,58	95	4,2
Углеродное волокно	1,7	250 (диаметр 7 мкм)	2,5
Борное волокно	2,5	400 (диаметр 7 мкм)	3,4

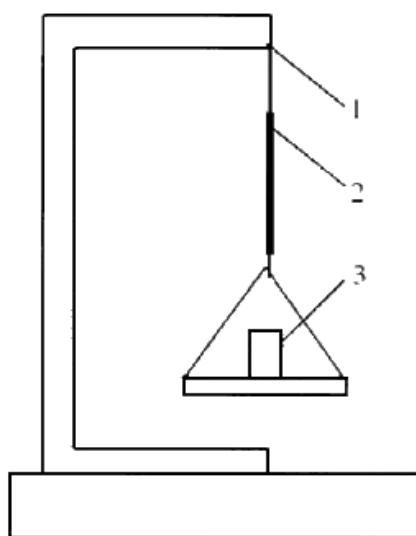


Рис. 3.8. Установка для определения прочности армирующих волокон: 1 – стойка; 2 – волокно для испытания; 3 – чашечка с грузом

*Расчетная часть*

1. Рабочее усилие натяжения нитевидного материала (по заданию преподавателя: вольфрамовая проволока, углеродные волокна, стекловолокно, борное волокно и др.) определяется по методу, рассмотренному в экспериментальной части.

Для определения удельной прочности  $\sigma_{уд}$  (м), исследуемого волокна используется следующая формула:

$$\sigma_{уд} = \frac{\alpha}{\gamma}, \quad (3.5)$$

где  $\alpha$  – напряжение растяжения в стержне, МПа;  $\gamma$  – значение расчетной плотности, кг/м<sup>3</sup>.

В ракетной технике широко пользуются терминами удельной прочности и удельного модуля, выраженных в километрах. Для сравнения нужно отметить, что удельная прочность лучших сталей и алюминиевых сплавов составляет не более 50 км.

Правда, разброс вышеуказанных показателей для углеродных волокон иногда достигает 20–25 %. Это обусловлено наличием дефектов внутренней и внешней структуры УВ. Залечивание внешних дефектов путем травления, ионной бомбардировки и нанесения покрытий, приводит к повышению прочности УВ и уменьшению разброса показателей.

Таким образом, для определения удельной прочности необходимо знать напряжение растяжения волокна и значение расчетной плотности.

Напряжение растяжения волокна  $\alpha$  (МПа) определяется по формуле

$$\alpha = \frac{P}{F}, \quad (3.6)$$

где  $P$  – рабочее усилие растяжения, Н (определяется экспериментально, 1 кг = 9,80665 Н);  $F$  – площадь поперечного сечения волокна, м<sup>2</sup>.

Расчетная плотность  $\gamma$ , кг/м<sup>3</sup>, элементарного волокна определяется по формуле

$$\gamma = \frac{m}{V} = \frac{m}{F \cdot l}, \quad (3.7)$$

где  $m$  – масса волокна, кг;  $V$  – объем волокна, м<sup>3</sup>;  $F$  – площадь поперечного сечения волокна, м<sup>2</sup>;  $l$  – длина волокна, м.

Различают теоретическую и техническую прочность. Теоретическая прочность является расчетной величиной для идеального бездефектного гомогенного материала, нагружаемого квазистатично при достаточно низких температурах. Теоретическая прочность является физически определенной величиной и во многом зависит от природы и прочности химических связей в веществе. Техническая прочность характеризует прочность реальных изделий. Фактическая прочность материалов всегда меньше (иногда на несколько порядков) теоретической из-за наличия на их поверхности и в самом материале различных дефектов (микротрещин, пор и др.)

Теоретическая прочность волокна определяется из соотношения

$$\sigma_{\max} = 0,1 \cdot E, \quad (3.8)$$

где  $E$  – модуль упругости, ГПа.

2. Полученные и теоретические данные заносятся в табл. 3.5.

Таблица 3.5

Расчетная прочность армирующих волокон (материал)

№ опыта	$l$ , м	$d$ , мкм	$P$ , кг	$P$ , Н	$\sigma_{уд}$ , М	$\sigma_{\max}$ , ГПа
1						
...						

По результатам расчета сделать вывод об отнесении волокна к той или иной группе по прочности (средней прочности, высокопрочные и др.).

### 3.3. Определение угла смачивания поверхности элементарного волокна

Цель работы: определить влияние характера обработки поверхности элементарных волокон на их смачивание жидкими полимерными связующими.

#### 3.3.1. Теоретическая часть

Эксплуатационные характеристики КМ существенно зависят от поверхностных взаимодействий в системе наполнитель – полимер.

Взаимодействие элементарных волокон с полимерными материалами определяется процессами смачивания их олигомерными композициями и характеризуется скоростью смачивания.

О способности к смачиваемости наполнителя судят по равновесному краевому углу смачивания  $\Theta$ . В зависимости от угла  $\Theta$  различают несмачивание, частичное и полное смачивание (рис. 3.9, а–в) поверхности.

Для получения качественных КМ краевой угол смачивания должен находиться в пределах от 0 до 80°, т. е. происходит частичное или полное смачивание. Чем угол меньше, тем лучше проходит

процесс смачивания и тем более качественной оказывается связь в системе наполнитель – полимер.

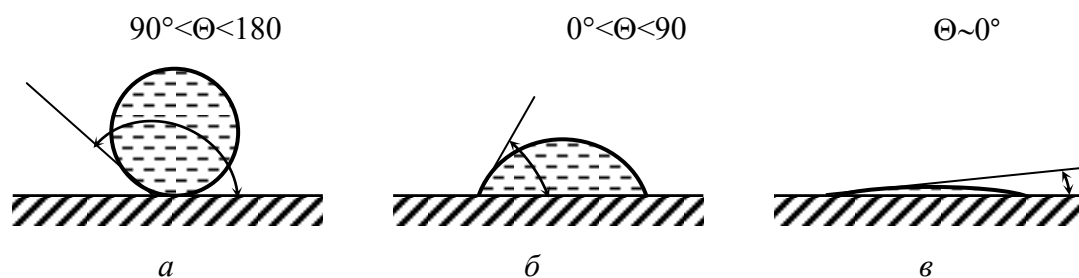


Рис. 3.9. Краевой угол при неполном (*а*), частичном (*б*) и полном (*в*) смачивании

Краевой угол смачивания наиболее полно изучен применительно к термореактивным системам из-за простоты и наглядности проведения эксперимента.

Для определения краевого равновесного угла смачивания элементарных волокон наибольшее распространение получили методы «сидячей» капли и Адама–Шютте.

Метод «сидячей капли» основан на определении геометрических параметров малой капли, находящейся на волокне. Капля считается малой, если она удовлетворяет условию

$$r_m^2 < \frac{2\gamma}{\rho g}, \quad (3.9)$$

где  $r_m$  – радиус капли;  $\gamma$  – поверхностное натяжение жидкости;  $\rho$  – плотность жидкости;  $g$  – ускорение свободного падения.

Радиус капли  $r_m$  должен находиться в пределах  $2r_0 < r_m < 3r_0$  (где  $r_0$  – радиус волокна). Малые размеры капли и незначительная протяженность периметра смачивания обеспечивают возможность быстрого достижения равновесия.

При проведении эксперимента используют специальную кювету (рис. 3.10, *а*). Геометрические размеры капли (рис. 3.10, *б*), необходимые для расчета угла смачивания, определяют по шкале микроскопа.

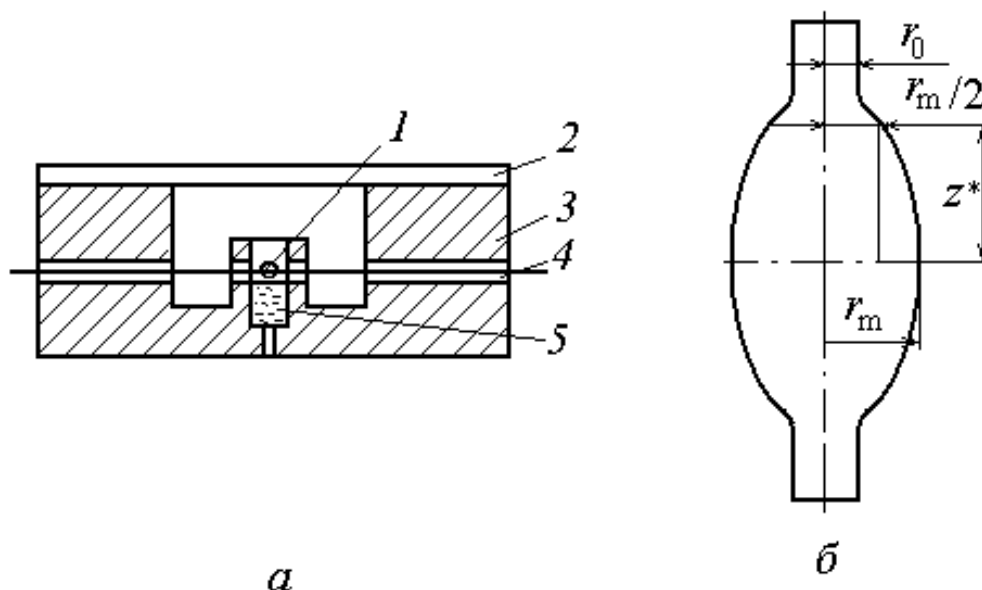


Рис. 3.10. Схема прибора для определения угла смачивания по методу «сидячей капли» (а) и геометрические параметры капли полимера на волокне (б): 1 – капля смачивающей жидкости; 2 – покрывное стекло; 3 – кювета; 4 – волокно; 5 – смачивающая жидкость;  $r_0$  – радиус волокна;  $r_m$  – радиус капли;  $z^*$  – расстояние между точками, определяющими радиус капли и половинное значение радиуса капли

Метод Адама–Шютте основан на явлении вырождения мениска у плоского или цилиндрического образца, наклонно погруженного в жидкость. Явление вырождения предполагает изменение формы мениска под воздействием внешних воздействий (рис 3.11, б). Для измерения углов смачивания жестких волокон (стеклянных, углеродных, борных и т. п.) применяется специальное устройство (рис. 3.11, а), позволяющее определять угол  $\Theta$  непосредственным отсчетом в пределах 25–120°.

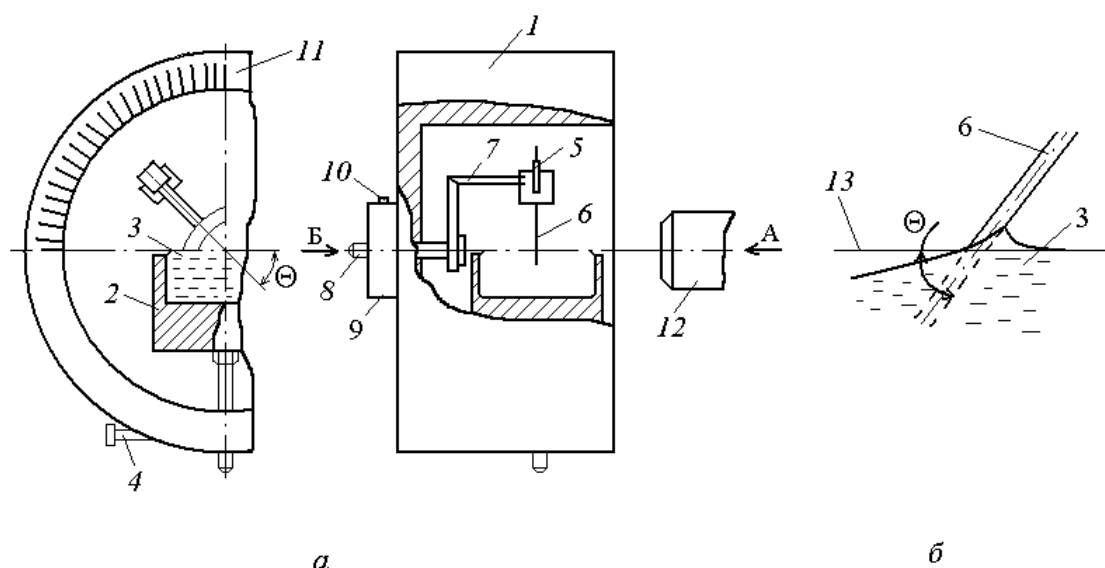


Рис. 3.11. Схема устройства для определения угла смачивания элементарных волокон по методу Адама–Шютте (а) и вид вырожденного мениска жидкости на волокне (б): 1 – корпус; 2 – кювета с исследуемой жидкостью; 3 – исследуемая жидкость; 4 – винт для фиксирования кюветы по вертикали; 5 – зажим; 6 – элементарное волокно; 7 – коленчатый держатель; 8 – валик; 9 – головка; 10 – стопорный винт; 11 – шкала отсчета; 12 – катетометр; 13 – линия горизонта

### 3.3.2. Определение угла смачивания по методу «сидячей капли»

*Оборудование и материалы:* стеклянные и углеродные волокна, термошкаф, кювета для определения смачиваемости по методу «сидячей» капли, пинцет, ножницы, шприц, проволока-захват, микроскоп, смачивающая жидкость (термореактивный олигомер).

*Ход работы.* В кювету при помощи шприца заливают смачивающую жидкость в углубление 3 (рис. 3.10, а). Элементарное волокно аккуратно проводят в пазы и для образования капли кювету встряхивают, чтобы смачивающая жидкость «осела» на волокне. Кювету устанавливают на предметный столик микроскопа и настраивают изображение.

Определив размеры капли, убеждаются, что выполняется соотношение  $2r_0 < r_m < 3r_0$  (где  $r_0$  – радиус волокна). Далее измеряют размеры  $z^*$ ,  $r_0$ ,  $r_m$  (рис. 3.10, б), вычисляют соотношения:

$$\frac{z^*}{r_m} = \xi^*, \quad (3.10)$$

$$\frac{r_m}{r_0} = x_m \quad (3.11)$$

и по таблицам (приложение 3.1) определяют значения угла смачивания. Так как в расчетные формулы входят безразмерные величины, увеличение микроскопа и размерности не важны.

Проводят не менее пяти измерений для каждого типа волокна.

### 3.3.3. Определение угла смачивания по методу Адама–Шютте

*Оборудование и материалы:* стеклянные и углеродные волокна, термошкаф, катетометр, прибор для определения угла смачивания методом Адама–Шютте, пинцет, ножницы, шприц, смачивающая жидкость (термореактивный олигомер).

*Ход работы.* От каждой партии отбирают неискривленные образцы волокон длиной 2 см. Кювету (рис. 3.11, а) предварительно промывают спиртом, водой и высушивают. Смачивающую жидкость 3 заливают в кювету 2, чтобы образовался выпуклый мениск по краю.

Элементарное волокно 6 закрепляют в зажиме 5 и погружают в связующее 3. Зажим с волокном закреплен в держателе 7, который жестко связан с валиком 8, способным плавно поворачиваться. Вращение держателя осуществляют при помощи головки 9, застопоренной на валике винтом 10. Прибор крепят на штативе. Наблюдение за мениском ведут через катетометр 12. Вращение головки производят до момента вырождения мениска (рис. 3.11, б).

Отсчет угла смачивания проводят в жидкой фазе от линии горизонта до оси волокна по показаниям шкалы 11 на устройстве. За определяемый угол принимается среднее арифметическое значение из 10–15 измерений. Отклонение от средних значений не должно превышать 5°.

Полученные экспериментальные данные заносят в табл. 3.6.

Сравнивают значения краевого угла смачивания, определенные по двум методикам. По результатам эксперимента делают вывод о влиянии обработки волокон на способность наполнителя к смачиванию.



Таблица 3.6

## Результаты определения угла смачивания

№ п/п	Материал	Метод «сидячей капли»					Метод Адама–Шютте
		Геометрические параметры капли			Расчетные параметры		Угол смачивания
		$z^*$	$r_0$	$r_m$	$\xi^*$	$x_m$	$\Theta, ^\circ$
1							
...							
Среднее арифметическое значение							

#### 4. ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Студенты допускаются к работе только после прохождения инструктажа по технике безопасности, изучения инструкций и росписи в журнале инструктажа.

Студенты обязаны:

- работать в халатах, используя средства индивидуальной защиты (очки, резиновые перчатки);
- соблюдать чистоту, работать аккуратно, чтобы химические вещества не попадали на кожу, в глаза;
- строго соблюдать инструкцию по работе со стеклом и стеклянной посудой;
- беречь посуду, реактивы, оборудование, вовремя выключать электроприборы.

В случае пожара рекомендуется немедленно отключить электроприборы, вентиляцию, унести находящиеся поблизости горючие вещества, сообщить о случившемся преподавателю или лаборанту и помочь тушить пламя подходящими средствами: водой, песком, огнетушителем. В случае невозможности ликвидации пожара своими силами вызвать пожарную команду по телефону 01 или 112.

Запрещается оставлять установку без присмотра.

#### 5. ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ

Материалы лабораторной работы должны быть оформлены в рабочем журнале с указанием фамилии студента и группы. Рабочий журнал должен содержать:

- название работы и дату ее выполнения;

- цель работы;
- краткое изложение теоретических основ применяемого метода анализа;
- этапы работы и условия их выполнения;
- четкую запись промежуточных результатов и конечных взвешиваний;
- промежуточные и конечные расчеты;
- расчет относительной ошибки определения и при необходимости статистическую обработку результатов анализа.

Оформленная работа должна быть проверена и подписана преподавателем.

## **6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Какие наполнители относят к волокнистым? Чем отличается волокнистый наполнитель от дисперсного?
2. В каком виде используются армирующие компоненты?
3. Назовите и охарактеризуйте основные виды армирующих компонентов конструкционных материалов.
4. Какие требования предъявляются к армирующим волокнам?
5. В чем заключаются основные технологические процессы производства наиболее часто применяемых армирующих волокон?
6. На чем основана классификация углеродных волокон?
7. Охарактеризуйте технологию получения пековых волокон. Чем она отличается от технологий получения других видов углеродных волокон?
8. Назовите основные параметры качества армирующих волокон. Как они определяются?
9. Охарактеризуйте армирующие волокна по показателям их прочности и краевого угла смачивания на основании результатов экспериментов, проведенных при выполнении лабораторной работы.
10. При каком равновесном краевом угле смачивания качество КМ будет наилучшим и почему?
11. Какие факторы и как влияют на величину равновесного краевого угла смачивания?

## СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ 6943.5–79. Материалы текстильные стеклянные. Метод определения разрывного напряжения элементарной нити. – Москва: Издательство стандартов, 1986. – 8 с.

2. СТБ ИСО 11566–2004. Волокно углеродное. Определение свойств при растяжении образцов элементарных нитей. – Минск: Госстандарт: БелГИИС, 2005. – 8 с.

3. Наполнители для полимерных композиционных материалов: справ. пособие / Дж. Миплевски, Г. Кац, Т. Х. Ферригно и др. ; под ред. Г. С. Каца, Д. В. Милевски ; пер. с англ. С. В. Бухарова [и др.] ; под ред. П. Г. Бабаевского. – Москва: Химия, 1981. – 736 с.

4. Дмитриева, И. А. Физико-механические испытания химических волокон / И. А. Дмитриева, Л. О. Михайловская. – Москва: Высшая школа, 1970. – 102 с.

# Приложение 3.1

## Значения угла смачивания $\Theta$ , определенного методом «сидячей капли»

$\xi^*$	$X_m$																
	2,1	2,2	2,3	2,4	2,5	2,6	2,7	2,8	2,9	3,0	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5	3,6	3,7
0,90	58,9	60,2	61,3	62,3	63,2	64,0'	64,7	65,4	66,0	66,5	67,0	67,5	67,9	68,3	68,6	69,0	69,3
0,91	58,2	59,4	60,4	61,4	62,2	63,0	63,7	64,3	64,9	65,4	65,8	66,2	66,6	67,0	67,3	67,5	67,8
0,92	57,4	58,6	59,6	60,5	61,3	62,0	62,7	63,2	63,8	64,2	64,6	65,0	65,3	65,6	65,9	66,1	66,4
0,93	56,7	57,8	58,8	59,6	60,4	61,1	61,7	62,2	62,7	63,1	63,4	63,8	64,1	64,3	64,6	64,7	64,9
0,94	56,0	57,0	58,0	58,8	59,5	60,1	60,7	61,2	61,6	62,0	62,3	62,6	62,8	62,0	63,2	63,4	63,5
0,95	55,3	56,3	57,2-	57,9	58,6	59,2	59,7	60,1	60,5	60,8	61,1	61,4	61,6	61,8	61,9	62,0	62,1
0,96	54,6	55,5	56,4	57,1	57,7	58,3	58,7	59,1	59,5	59,8	60,0	60,2	60,4	60,5	60,6	60,7	60,7
0,97	53,8	54,8	55,6	56,3	56,8	57,3	57,8	58,1	58,5	58,7	58,9	59,0	59,1	59,2	59,3	59,3	59,3
0,98	53,1	54,0	54,8	55,4	56,0	56,4	56,8	57,1	57,4	57,6	57,7	57,8	57,9	58,0	58,0	57,9	57,9
0,99	52,5	53,3	54,0	54,6	55,1	55,5	55,8	56,1	56,3	56,5	56,6	56,7	56,7	56,7	56,7	56,6	56,9
1,00	51,8	52,6	53,2	53,8	54,2	54,6	54,9	55,1	55,3	55,4	55,5	55,5	55,5	55,5	55,4	55,3	55,2
1,01	51,1	51,9	52,5	53,0	53,4	53,7	54,0	54,2	54,3	54,4	54,4	54,4	54,3	54,3	54,1	54,0	53,8
1,02	50,5	51,2	51,7	52,2	52,6	52,9	53,1	53,2	53,3	53,4	53,3	53,3	53,2	53,1	52,9	52,7	52,5
1,03	49,8	50,5	51,0	51,5	51,8	52,0	52,2	52,3	52,4	52,3	52,3	52,2	52,0	51,9	51,7	51,4	51,1
1,04	49,2	49,8	50,3	50,7	51,0	51,2	51,3	51,4	51,4	51,3	51,2	51,1	50,9	50,7	50,4	50,1	49,8
1,05	48,6	49,1	49,6	49,9	50,2	50,4	50,4	50,5	50,4	50,3	50,2	50,0	49,8	49,5	49,2	48,9	48,5
1,06	47,9	48,5	48,9	49,2	49,4	49,5	49,6	49,6	49,5	49,3	49,2	48,9	48,7	48,3	48,0	47,6	47,2
1,07	47,3	47,8	48,2	48,5	48,6	48,7	48,7	48,6	48,5	48,3	48,1	47,8	47,5	47,3	46,7	46,3	45,8
1,08	46,7	47,2	47,5	47,7	47,9	47,9	47,9	47,8	47,6	47,4	47,1	46,8	46,4	46,1	45,5	45,1	44,5
1,09	46,1	46,5	46,8	47,0	47,1	47,1	47,0	46,9	46,7	46,4	46,1	45,7	45,3	44,9	44,3	43,8	43,2
1,10	45,5	45,9	46,2	46,3	46,3	46,3	46,2	46,0	45,7	45,4	45,1	44,6	44,3	43,7	43,1	42,5	41,9
1,11	44,9	45,3	45,5	45,6	45,6	45,5	45,4	45,1	44,8	44,5	44,0	43,6	43,1	42,5	41,9	41,3	40,6
1,12	44,4	44,7	44,8	44,9	44,9	44,7	44,5	44,2	43,9	43,5	43,0	42,5	41,9	41,3	40,7	40,0	39,2
1,13	43,8	44,0	44,2	44,2	44,1	43,9	43,7	43,4	43,0	42,5	42,0	41,4	40,8	40,1	39,4	38,7	37,8
1,14	43,2	43,4	43,5	43,5	43,4	43,2	42,9	42,5	42,1	41,6	41,0	40,4	39,7	39,0	38,2	37,4	36,5
1,15	42,7	42,8	42,9	42,8	42,7	42,4	42,1	41,7	41,2	40,6	40,0	39,3	38,6	37,8	37,0	36,1	35,1
1,16	42,1	42,3	42,3	42,2	42,0	41,7	41,3	40,8	40,3	39,7	39,0	38,3	37,5	36,6	35,7	34,8	33,7
1,17	41,5	41,7	41,6	41,5	41,2	40,9	40,5	39,9	39,4	38,7	38,0	37,2	36,3	35,4	34,5	33,4	32,3
1,18	41,0	41,1	41,0	40,8	40,5	40,1	39,6	39,1	38,5	37,7	37,0	36,1	35,2	34,2	33,2	32,0	30,8
1,19	40,5	40,5	40,4	40,1	39,8	39,4	38,9	38,2	37,6	36,8	35,9	35,0	34,1	33,0	31,9	30,7	29,4
1,20	39,9	39,9	39,8	39,5	39,1	38,6	38,1	37,4	36,7	35,8	34,9	34,0	32,9	31,8	30,6	29,3	27,9
1,21	39,4	39,4	39,2	38,8	38,4	37,9	37,3	36,6	35,8	34,9	33,9	32,9	31,8	30,5	29,2	27,8	26,3
1,22	38,9	38,8	38,6	38,2	37,7	37,2	36,5	35,7	34,9	33,9	32,9	31,8	30,6	29,3	27,9	26,3	24,7
1,23	38,4	38,2	38,0	37,6	37,0	36,4	35,7	34,9	34,0	33,0	31,9	30,7	29,4	28,0	26,5	24,8	23,0
1,24	37,8	37,7	37,4	36,9	36,4	35,7	34,9	34,0	33,1	32,6	30,8	29,6	28,2	26,7	—	—	—
1,25	37,3	37,1	36,8	36,3	35,7	35,0	34,1	33,2	32,2	31,0	29,8	28,4	26,9	25,3	—	—	—
1,26	36,8	36,6	36,2	35,7	35,0	34,2	33,4	32,4	31,3	30,1	28,7	27,3	25,7	23,9	—	—	—
1,27	36,3	36,0	35,6	35,0	34,3	33,5	32,6	31,5	30,3	29,1	27,6	26,1	24,4	22,5	20,3	17,9	15,0
1,28	35,8	35,5	35,0	34,4	33,6	32,8	31,8	30,7	29,4	28,1	26,5	24,9	23,0	21,0	18,6	15,9	12,4
1,29	35,4	35,0	34,5	33,8	33,0	32,1	31,0	29,8	28,5	27,1	25,5	23,7	21,7	19,4	16,8	13,6	9,3
1,30	34,9	34,5	33,9	33,2	32,3	31,3	30,2	29,0	27,6	26,0	24,3	22,4	20,3	17,8	14,8	10,9	4,4
1,31	34,4	33,9	33,3	32,6	31,7	30,6	29,4	28,1	26,6	25,0	23,2	21,1	18,7	15,9	12,5	7,4	—
1,32	33,9	33,4	32,8	31,9	31,0	29,9	28,6	27,2	25,7	23,9	22,0	19,7	17,1	14,0	9,7	—	—
1,33	33,5	32,9	32,2	31,3	30,3	29,2	27,9	26,4	24,7	22,9	20,8	18,3	15,4	11,8	6,0	—	—
1,34	33,0	32,4	31,6	30,7	29,7	28,4	27,0	25,5	23,7	21,7	19,4	16,8	13,5	8,9	—	—	—
1,35	32,5	31,9	31,1	30,1	29,0	27,7	26,2	24,6	22,7	20,6	18,1	15,1	11,3	4,8	—	—	—
1,36	32,0	31,4	30,5	29,5	28,3	26,9	25,4	23,6	21,6	19,4	16,6	13,3	8,6	—	—	—	—
1,37	31,6	30,9	30,0	28,9	27,6	26,2	24,6	22,7	20,6	18,1	15,1	11,3	4,7	—	—	—	—
1,38	31,1	30,4	29,4	28,3	27,0	25,5	23,8	21,8	19,5	16,9	13,5	8,9	—	—	—	—	—
1,39	30,7	29,9	28,9	27,7	26,3	24,7	22,9	20,8	18,4	15,4	11,7	5,6	—	—	—	—	—
1,40	30,2	29,3	28,3	27,0	25,6	23,9	22,0	19,8	17,2	13,9	9,5	—	—	—	—	—	—
1,41	29,8	28,9	27,7	26,4	24,9	23,2	21,1	18,8	15,9	12,3	6,8	—	—	—	—	—	—
1,42	29,3	28,4	27,2	25,8	24,3	22,4	20,3	17,7	14,6	10,5	5,9	—	—	—	—	—	—
1,43	28,9	27,9	26,7	25,2	23,6	21,6	19,4	16,6	13,2	8,4	—	—	—	—	—	—	—
1,44	28,4	27,4	26,1	24,6	22,9	20,8	18,4	15,5	11,7	6,5	—	—	—	—	—	—	—

Продолжение приложения 3.1

$\xi^*$	$X_m$																
	3,8	3,9	4,0	4,1	4,2	4,3	4,4	4,5	4,6	4,7	4,8	4,9	5,0	5,1	5,2	5,3	5,4
0,90	69,5	69,8	70,0	70,2	70,4	70,6	70,8	70,9	71,7	71,2	71,3	71,4	71,5	71,6	71,6	71,7	71,8
0,91	68,0	68,2	68,4	68,6	68,8	68,9	69,0	69,7	69,2	69,3	69,4	69,4	69,5	69,5	69,6	69,6	69,6
0,92	66,5	66,7	66,9	67,0	67,1	67,2	67,3	67,3	67,4	67,4	67,5	67,5	67,5	67,5	67,5	67,4	67,4
0,93	65,1	65,2	65,3	65,4	65,4	65,5	65,5	65,6	65,6	65,6	65,5	65,5	65,5	65,4	65,4	65,3	65,2
0,94	63,6	63,7	63,7	63,8	63,8	63,8	63,8	63,8	63,7	63,7	63,6	63,6	63,5	63,4	63,3	63,2	61,1
0,95	62,2	62,2	62,2	62,2	62,2	62,2	62,1	62,0	62,0	61,9	61,8	61,6	61,5	61,4	61,2	61,1	60,9
0,96	60,7	60,7	60,7	60,6	60,5	60,4	60,4	60,3	60,2	60,0	59,9	59,7	59,6	59,4	59,2	59,0	58,5
0,97	59,3	59,2	59,2	59,1	59,0	59,8	58,7	58,5	58,4	58,2	58,0	57,8	57,6	57,4	57,1	56,9	56,6
0,98	57,8	57,7	57,6	57,5	57,3	57,2	57,0	56,8	56,6	56,3	56,1	55,8	55,6	55,3	55,0	54,7	54,4
0,99	56,4	56,3	56,1	55,9	55,7	55,5	55,3	55,0	54,8	54,5	54,2	53,9	53,6	53,2	52,9	52,6	52,2
1,00	55,6	54,8	54,6	54,4	54,1	53,9	53,6	53,3	53,0	52,2	52,3	52,0	51,6	51,2	50,8	50,4	50,0
1,01	53,6	53,4	53,1	52,8	52,6	52,2	51,9	51,6	51,2	50,8	50,4	50,0	49,6	49,2	48,7	48,2	47,8
1,02	52,2	51,9	51,6	51,3	51,0	50,6	50,2	49,8	49,4	49,0	48,5	48,1	47,6	47,1	46,7	46,1	45,5
1,03	50,9	50,5	50,2	49,8	49,4	49,0	48,6	48,1	47,7	47,2	46,7	46,1	45,6	45,0	44,5	43,9	43,3
1,04	49,5	49,1	48,7	48,3	47,8	47,4	46,9	46,4	45,9	45,3	44,8	44,2	43,6	42,9	42,3	41,6	41,0
1,05	48,1	47,7	47,2	46,8	46,3	45,8	45,2	44,6	44,1	43,5	42,8	42,2	41,5	40,8	40,1	39,4	38,6
1,06	46,7	46,3	45,8	45,2	44,7	44,1	43,5	42,9	42,2	41,6	40,9	40,1	39,4	38,6	37,8	37,0	36,2
1,07	45,3	44,8	44,3	43,7	43,1	42,4	41,8	41,1	40,3	39,6	38,8	38,0	37,2	36,3	35,4	34,5	33,5
1,08	44,0	43,4	42,8	42,2	41,5	40,8	40,0	39,3	38,5	37,7	36,8	35,9	35,0	34,0	33,0	32,0	30,9
1,09	42,6	42,0	41,3	40,6	39,8	39,1	38,3	37,4	36,6	35,6	34,7	33,7	32,7	31,6	30,5	29,3	28,1
1,10	41,2	40,5	39,8	39,0	38,2	37,4	36,5	35,6	34,6	33,6	32,5	31,4	30,3	29,1	27,8	26,5	25,0
1,11	39,8	39,1	38,3	37,4	36,6	35,6	34,7	33,6	32,6	31,5	30,3	29,1	27,8	26,4	24,9	23,4	21,7
1,12	31,8	37,6	37,7	35,8	34,8	33,8	32,7	31,6	30,4	29,2	27,9	26,5	25,0	23,4	21,7	19,8	17,8
1,13	37,0	36,1	35,1	34,1	33,1	31,9	30,8	29,5	28,2	26,8	25,3	23,8	22,0	20,2	18,1	15,7	12,8
1,14	35,6	34,6	33,5	32,4	31,3	30,1	28,8	27,4	25,9	24,3	22,6	20,8	18,7	16,4	13,7	10,2	4,6
1,15	34,1	33,1	31,9	30,7	29,5	28,1	26,7	25,1	23,5	21,7	19,7	17,5	14,9	11,7	7,3	—	—
1,16	32,7	31,5	30,3	29,0	27,6	26,1	24,5	22,7	20,8	18,7	16,3	13,5	9,8	3,0	—	—	—
1,17	31,1	29,9	28,5	27,1	25,5	23,9	22,1	20,0	17,8	15,2	12,0	7,5	—	—	—	—	—
1,18	29,6	28,2	26,7	25,1	23,4	21,5	19,4	17,0	14,3	10,7	5,1	—	—	—	—	—	—
1,19	28,0	26,5	24,8	23,1	21,1	19,0	16,5	13,5	9,7	1,9	—	—	—	—	—	—	—
1,20	26,3	24,7	22,9	20,9	18,7	16,1	13,1	8,9	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1,21	24,6	22,8	20,8	18,5	15,9	12,8	8,4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1,22	22,8	20,8	18,5	15,9	12,7	8,2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
1,23	21,0	18,7	16,0	12,8	8,4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

## Окончание приложения 3.1

ξ*	X <sub>m</sub>																	
	5,5	5,6	5,7	5,8	5,9	6,0	6,1	6,2	6,3	6,4	6,5	6,6	6,7	6,8	6,9	7,0		
0,90	71,8	71,9	71,9	71,9	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	71,9	71,9		
0,91	69,6	69,6	69,6	69,6	69,6	69,5	69,5	69,5	69,4	69,4	69,3	69,3	69,2	69,2	69,1	69,6		
0,92	67,4	67,3	67,3	67,2	67,2	67,1	67,0	66,9	66,9	66,8	66,7	66,6	66,5	66,4	66,3	66,1		
0,93	65,2	65,1	65,0	64,9	64,8	64,7	64,5	64,4	64,3	64,2	64,0	63,9	63,7	63,6	63,4	63,3		
0,94	63,0	62,8	62,7	62,5	62,4	62,2	62,1	61,9	61,7	61,5	61,3	61,2	61,0	60,8	60,6	60,3		
0,95	60,8	60,6	60,4	60,2	60,0	59,8	59,6	59,4	59,1	58,9	58,7	58,4	58,2	57,9	57,7	57,4		
0,96	58,6	58,4	58,1	57,9	57,6	57,4	57,1	56,8	56,6	56,3	56,0	55,7	55,4	55,1	54,8	54,3		
0,97	56,3	56,1	55,8	55,5	55,2	54,9	54,6	54,3	53,9	53,6	53,3	52,9	52,6	52,2	51,8	51,5		
0,98	54,1	53,8	53,4	53,1	52,7	52,4	52,0	51,6	51,2	50,8	50,4	50,0	49,6	49,2	48,8	46,3		
0,99	51,8	51,4	51,0	50,6	50,2	49,8	49,4	49,0	48,5	48,1	47,6	47,1	46,6	46,1	45,6	45,1		
1,00	49,6	49,1	48,7	48,2	47,7	47,3	46,8	46,3	45,8	45,2	44,7	44,1	43,6	43,0	42,5	41,9		
1,01	47,3	46,8	46,3	45,7	45,2	44,7	44,1	43,5	42,9	42,3	41,7	41,1	40,5	39,8	39,1	38,4		
1,02	45,0	44,4	43,8	43,2	42,6	42,0	41,4	40,7	40,0	39,3	38,6	37,9	37,2	36,4	35,7	34,9		
1,03	42,7	42,0	41,4	40,7	40,0	39,3	39,6	37,8	37,1	36,3	35,5	34,6	33,8	32,9	32,0	32,0		
1,04	40,3	39,5	38,8	38,8	37,3	36,5	35,6	34,8	33,9	33,0	32,1	31,1	30,1	29,1	27,0	26,6		
1,05	37,8	37,0	36,2	35,3	34,4	33,5	32,6	31,6	30,6	29,0	28,4	27,2	26,0	24,8	23,4	22,0		
1,06	35,3	34,4	33,4	32,4	31,4	30,4	29,3	28,1	26,9	25,7	24,3	22,9	21,4	19,8	18,0	16,0		
1,07	32,5	31,5	30,4	29,3	28,1	26,9	25,6	24,2	22,8	21,2	19,5	17,6	15,5	13,1	10,1	5,6		
1,08	29,8	28,6	27,4	26,0	24,7	23,2	21,6	19,9	18,0	15,9	13,5	10,4	6,1	–	–	–		
1,09	26,8	25,4	23,9	22,4	20,7	18,8	16,8	14,4	11,5	7,7	–	–	–	–	–	–		
1,10	23,5	21,9	20,1	18,1	15,9	13,3	10,1	5,1	–	–	–	–	–	–	–	–		
1,11	19,9	17,8	15,5	12,8	9,2	2,7	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–		
1,12	15,4	12,6	8,8	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–		
1,13	9,2	1,5	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–		
ξ*	X <sub>m</sub>																	
	2,1	2,2	2,3	2,4	2,5	2,6	2,7	2,8	2,9	3,0	3,0	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5	3,6	3,7
1,45	28,0	26,9	25,6	24,0	22,1	20,0	17,4	14,2	9,9	–	–	–	–	–	–	–	–	–
1,46	27,5	26,4	25,0	23,4	21,4	19,2	16,4	12,9	7,8	–	–	–	–	–	–	–	–	–
1,47	27,1	25,9	24,5	22,7	20,7	18,3	15,4	11,5	5,0	–	–	–	–	–	–	–	–	–
1,48	26,7	25,4	23,9	22,1	20,0	17,4	14,3	9,9	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
1,49	26,3	25,0	23,4	21,5	19,3	16,6	13,1	8,1	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
1,50	25,8	24,5	22,8	20,9	18,5	15,7	11,9	5,9	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
1,51	25,4	24,0	22,3	20,2	17,8	14,7	10,5	1,5	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
1,52	25,0	23,5	21,7	19,6	17,0	13,7	9,0	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
1,53	24,5	23,0	21,1	18,9	16,1	12,6	7,1	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
ξ*	X <sub>m</sub>							ξ*	X <sub>m</sub>				ξ*	X <sub>m</sub>				
	2,1	2,2	2,3	2,4	2,5	2,6	2,7		2,1	2,2	2,3	2,4		2,1	2,2			
1,54	24,1	22*5	20,6	18,2	15,3	11,5	4,8	1,69	17,9	15,1	11,3	4,3	1,84	11,4	5,0			
1,55	23,7	22,0	20,0	17,6	14,5	10,2	–	1,70	17,5	14,6	10,5	0,9	1,85	11,0	3,7			
1,56	23,3	21,6	19,5	16,9	13,6	8,9	–	1,71	17,1	14,1	9,7	–	1,86	10,5	1,6			
1,57	22,9	21,1	18,9	16,2	12,7	7,3	–	1,72	16,7	13,5	8,8	–	1,87	10,0	–			
1,58	22,5	20,6	18,3	15,5	11,7	5,4	–	1,73	16,2	12,9	7,9	–	1,88	9,5	–			
1,59	22,1	20,1	17,7	14,7	10,6	1,9	–	1,74	15,8	12,4	6,8	–	1,89	9,0	–			
1,60	21,6	19,6	17,2	14,0	9,5	–	–	1,75	15,4	11,8	5,6	–	1,90	8,5	–			
1,61	21,2	19,1	16,5	13,2	8,2	–	–	1,76	15,0	11,2	4,1	–	1,91	8,0	–			
1,62	20,8	18,6	15,9	12,4	–6,7	–	–	1,77	14,6	10,6	1,8	–	1,92	7,4	–			
1,63	20,4	18,1	15,3	11,5	4,9	–	–	1,78	14,1	9,9	–	–	1,93	6,8	–			
1,64	20,0	17,7	14,7	10,6	1,6	–	–	1,79	13,7	9,3	–	–	1,94	6,1	–			
1,65	19,6	17,1	14,0	9,6	–	–	–	1,80	13,3	8,5	–	–	1,95	5,4	–			
1,66	19,1	16,6	13,4	8,5	–	–	–	1,81	12,8	7,8	–	–	1,96	4,6	–			
1,67	18,7	16,1	12,7	7,4	–	–	–	1,82	12,4	7,0	–	–	1,97	3,7	–			
1,68	18,3	15,6	12,0	6,0	–	–	–	1,83	11,9	6,1	–	–	–	–	–			

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4**

### **ОДНОНАПРАВЛЕННЫЕ ВОЛОКНИСТЫЕ НАПОЛНИТЕЛИ**

#### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Настоящая работа предназначена для ознакомления студентов с методами определения физических характеристик однонаправленных волокнистых наполнителей и их поведение под нагрузкой на цилиндрической поверхности.

#### **2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**

Армирующие элементы (волокна) вводят в матричную основу как разориентированными, так и придавая им определенную ориентацию. Одним из главных способов изготовления армирующих систем с требуемой ориентацией волокон является их текстильная переработка.

Элементарные волокна используются для получения однонаправленных волокнистых наполнителей – (нитей, ровингов). Нить получают при скручивании двух или более непрерывных элементарных волокон в один непрерывный пучок. Ровинг – это жгут, образованный пучками непрерывных нитей в виде некрученых элементарных жгутов или крученых нитей. Ровинг чаще всего используется с минимальной круткой. Дискретные волокна обычно перерабатывают в пряжу, длинные волокна, в идеале они квазинепрерывны, используют для получения ровингов(ровницы).

Пряжа – нить из дискретных волокон, соединенных при помощи скручивания в процессе прядения. Скручивание очень сильное, так как по-другому невозможно скрутить волокна, чтобы они не распадались. Пряжа может быть однородная и смешанная. Пряжа предназначена как для непосредственного армирования материалов, так и для последующей ткацкой или трикотажной переработки нитей.

Одними из основных характеристик однонаправленных материалов, наряду с диаметром элементарных волокон, являются линейная плотность и крутка.

Крутка придается нитям и пряже для повышения компактности путем вращения вокруг фиксированной точки в процессе намотки. Степень крутки оценивается количеством витков вокруг своей оси на единицу длины нити.

Линейная плотность нитей или ровингов непосредственно связана с диаметром и числом элементарных волокон в пучке. Единицей измерения данной величины является текс, который характеризует массу в граммах мотка нити или ровинга длиной 1000 м. Перечисленные показатели являются определяющими при выборе наполнителя для изготовления КМ и указываются в марке волокнистого материала.

Чаще всего нити и ровинги используют для изготовления изделий методом намотки или пултрузии. В этих случаях наполнитель наматывается или протягивается по неподвижной или вращающейся цилиндрической поверхности под нагрузкой. Для наилучшего проникновения связующего (особенно термопластичного) через систему элементарных волокон материал должен иметь как можно меньшую толщину и большую ширину.

Определение толщины и ширины наполнителя под нагрузкой производят с использованием нагружающего устройства, схема которого представлена на рис. 4.1.

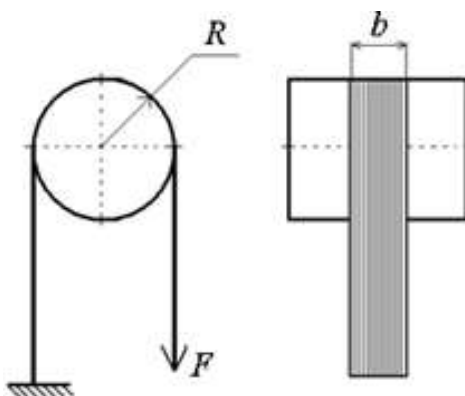


Рис. 4.1. Схема нагружения волокнистого слоя:  $R$  – радиус ролика;  $F$  – приложенное усилие;  $b$  – ширина ровинга

### **3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ**

#### **3.1. Определение линейной плотности однонаправленного наполнителя**

##### **3.1.1. Оборудование и материалы**

Оборудование и материалы: отрезки стеклонитей и стеклоровингов, весы с точностью до 0,001 г, металлическая линейка, ножницы.



### 3.1.2. Ход работы

Для определения линейной плотности наполнителя берут отрезки нитей, ровингов, длиной не менее 1 м и взвешивают их на электронных весах с точностью не менее 0,001 г.

Линейную плотность  $T$  (текс) определяют из соотношения

$$T = \frac{m}{l}, \quad (4.1)$$

где  $m$  – масса наполнителя определенной длины, г;  $l$  – длина исследуемого наполнителя, км.

За результат принимают среднее арифметическое не менее трех измерений. Все полученные данные заносят в табл. 4.1.

Таблица 4.1

Результаты определения линейной плотности  
однонаправленного наполнителя

№ п/п	Материал	$m$ , г	$l$ , м	$T$ , текс
1				
...				
Среднее арифметическое значение				
Среднее квадратическое отклонение				
Коэффициент вариации				

Сравнивают полученное значение линейной плотности с известной величиной для соответствующего типа волокнистого наполнителя, делают вывод.

## 3.2. Изучение поведения пучка волокнистого наполнителя под нагрузкой

### 3.2.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: отрезки стеклонитей и стеклоровингов, металлическая линейка, ножницы, нагружающее устройство, разновесы, катетометр.

### 3.2.1. Ход работы

Для определения изменения ширины пучка наполнителя под нагрузкой берут отрезок исследуемого материала длиной 1 м. Один конец закрепляют неподвижно на раме, а другой перебрасывают через ролик (рис. 4.2). К свободному концу, с использованием зажима, прикладывают заданную нагрузку  $F$ . Начальную ширину наполнителя  $b_0$  на ролике измеряют при помощи катетометра. Ступенчато увеличивая нагрузку (до значения не более 80 % от разрывной) фиксируют изменение ширины  $b_i$  и записывают диаграмму увеличения ширины от нагрузки.

Устанавливают зависимость ширины пучка наполнителя от нагрузки, диаметра ролика, вида наполнителя и делают вывод.

Полученные результаты заносят в табл. 4.2 и представляют в виде графиков.

Таблица 4.2

Результаты изменения ширины пучка  
однонаправленного волокнистого наполнителя под нагрузкой

№ п/п	Материал	$b_0$ , мм	$b_i$ , мм	$F$ , Н	$d$ , мм
1					
...					

## 4. ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Студенты допускаются к работе только после прохождения инструктажа по технике безопасности, изучения инструкций и росписи в журнале инструктажа.

Студенты обязаны:

- работать в халатах, используя средства индивидуальной защиты (очки, резиновые перчатки);
- соблюдать чистоту, работать аккуратно, чтобы химические вещества не попадали на кожу, в глаза;
- строго соблюдать инструкцию по работе со стеклом и стеклянной посудой;
- беречь посуду, реактивы, оборудование, вовремя выключать электроприборы.

В случае пожара рекомендуется немедленно отключить электроприборы, вентиляцию, унести находящиеся поблизости горючие

вещества, сообщить о случившемся преподавателю или лаборанту и помочь тушить пламя подходящими средствами: водой, песком, огнетушителем. В случае невозможности ликвидации пожара своими силами вызвать пожарную команду по телефону 01 или 112.

Запрещается оставлять установку без присмотра.

## **5. ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ**

Материалы лабораторной работы должны быть оформлены в рабочем журнале с указанием фамилии студента и группы. Рабочие журнал должен содержать:

- название работы и дату ее выполнения;
- цель работы;
- краткое изложение теоретических основ применяемого метода анализа;
- этапы работы и условия их выполнения;
- четкую запись промежуточных результатов;
- промежуточные и конечные расчеты;
- расчет относительной ошибки определения и при необходимости статистическую обработку результатов анализа.

Оформленная работа должна быть проверена и подписана преподавателем.

## **6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Назовите и опишите однонаправленные волокнистые наполнители.

2. Какими параметрами характеризуются физические свойства однонаправленных волокнистых наполнителей?

3. Для каких целей проводят изучение поведения волокнистых наполнителей под нагрузкой?

4. Что характеризует линейная плотность, от чего она зависит и как определяется?

5. Как отличаются показатели прочности при растяжении элементарных волокон и однонаправленных волокнистых наполнителей и почему?

6. Каковы особенности определения показателей прочности нитей и ровингов? Как готовят образцы для испытаний?

7. Как определяют общую площадь нагруженных волокон при определении предела прочности при растяжении нитей и ровингов?

## **СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. ГОСТ 6943.1–94. Стекловолоконное волокно. Нити и ровинги. Метод определения линейной плотности. – Минск: Белстандарт, 1996. – 7 с.

2. ГОСТ 10727–91. Нити стеклянные однонаправленные. Технические условия. – Москва: Изд-во стандартов, 1992. – 7 с.

3. ГОСТ 17139–2000. Стекловолоконное. Ровинги. Технические условия. – Москва: Стандартинформ, 2006. – 16 с.

4. ГОСТ 28008–88. Нить углеродная конструкционная. Технические условия. – Москва: Изд-во стандартов, 1986. – 11 с.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5**

### **ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ТКАНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

#### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Настоящая работа предназначена для ознакомления студентов с методами определения свойств тканых наполнителей для производства композиционных материалов.

#### **2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**

Элементарные волокна или однонаправленные наполнители (нити, ровинги) используются для получения листовых волокнистых наполнителей. К ним относят тканые или нетканые материалы: ткани, ленты, сетки, холсты, маты.

В результате ткацкой переработки пряжи (нитей, ровингов) получают ткани и сетки. Ткань образуется на ткацком станке из двух систем нитей, расположенных взаимно перпендикулярно и переплетенных друг с другом в определенной закономерности, определяющей их структуру и свойства. Нити, расположенные параллельно одна другой и идущие вдоль ткани, являются основанием

ткани и называются *основой*. Нити, расположенные поперек ткани называются *утком*. Нити продольной системы (основы) и поперечной (утка) переплетаются так, что их осевые линии изогнуты.

В зависимости от схемы переплетения нитей основы и утка образуются тканые наполнители различной структуры (рис. 5.1 *а–в*).

В тканях полотняного переплетения основа и уток взаимно переплетаются через одну нить (рис. 5.1, *а*). В тканях саржевой структуры основа и уток переплетаются через две нити (рис. 5.1, *в*). На поверхности такой ткани образуется характерный узор из диагональных полос. В тканях сатинового переплетения каждая из нитей основы (утка) огибает за один период неодинаковое число нитей утка (основы) – три, пять, семь или больше (рис. 5.1, *б*).

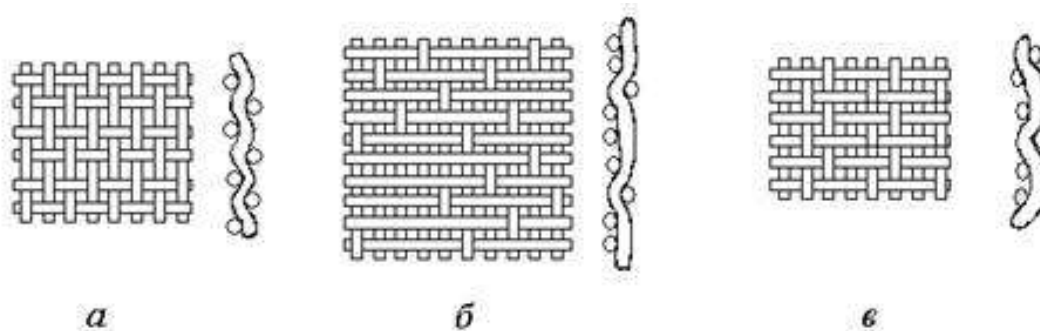


Рис. 5.1. Виды переплетений тканого наполнителя:  
*а* – полотняное; *б* – сатиновое; *в* – саржевое

Однако полотняные ткани и сетки обладают рядом существенных недостатков, главный из которых состоит в том, что их можно изготовить только из достаточно пластичных (податливых) пряж и волокон. Еще один недостаток состоит в том, что наличие контакта между продольными и поперечными нитями (проволоками, волокнами) приводит к их пережигам в процессе трансверсального уплотнения композиций.

Приведенных недостатков лишены трикотажные (вязанные) сетки или ткани. Сетка типа «Курлиная гладь» (рис. 5.2) состоит из петель, дающих петельные ряды и столбики, которые образуются из нанизанных друг на друга петель и располагаются в направлении перпендикулярном к петельным рядам. Более сложным строением обладают трикотажные ткани типа «ластик», в которых лицевые петельные столбики чередуются с изнаночными.

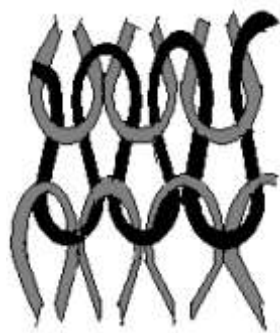


Рис. 5.2. Сетка «Курлиная гладь»

Волокна в полотняных сетках (рис. 5.1) начинают работать гораздо раньше, чем волокна в трикотажных сетках.

Существуют также: саржевое ломаное 3/1 переплетение, восьмиремизсковое сатиновое переплетение, ткани с гофрированными нитями, трехмерные ткани, однонаправленные ткани (высокопрочная основа и тонкий низкопрочный редкий уток), нетканые однонаправленно армированные системы.

Саржевое ломаное 3/1 переплетение – одна нить основы перекрывается тремя нитями утка сверху и одной снизу с образованием нерегулярного рисунка.

Восьмиремизсковое сатиновое переплетение – одна нить основы перекрыта семью нитями утка сверху и одной снизу, с образованием нерегулярного рисунка. Эта ткань обладает максимальной изотропной прочностью.

Волоконная пряжа может перерабатываться также в тесьму, контурные ткани, ткани с гофрированными нитями и трехмерные многослойные ткани.

- тесьма представляет собой узкую (до 30 см) ткань, которая может содержать распушенную кромку;

- контурные ткани – такие, у которых геометрия и форма совпадают с контуром изделия.

Ткани с гофрированными нитями состоят из двух слоев, соединенных вместе нитями так, что конфигурация соединений представляет собой треугольник или прямоугольник.

Трехмерные ткани – обычные плоскостные ткани, соединенные пряжей в третьем направлении (по сравнению с тканями с гофрированными нитями имеют большее количество слоев и более сложную систему сшивки): 3D («Звезда»), 4D, 5D...

Другим характерным параметром для описания тканых материалов является ее плотность, которая характеризует количество нитей на единицу ширины (по основе) или длины (по утку) ткани. Плотность ткани характеризует частоту расположения нитей в ткани. Чем дальше расположены нити одна от другой, тем плотность меньше, то есть ткань реже. Чем ближе расположены нити одна к другой, тем плотность больше, т. е. ткань плотнее.

Толщина ткани зависит от толщины нитей или от номера пряжи, из которой она выработана, и от ее строения. Толщина колеблется от десятых долей миллиметра до нескольких миллиметров.

### **3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ**

#### **3.1. Изучение строения тканых наполнителей**

##### **3.1.1. Оборудование и материалы**

Оборудование и материалы: ткани различной текстуры на основе волокон различной природы, весы, микроскоп, лупа, линейка, пинцет, игла, ножницы.

##### **3.1.2. Ход работы**

Перед началом анализа из полотнища ткани вырезают образцы и отделяют от кромок надрезанные нити, чтобы размер неповрежденного образца составил 100×100 мм.

1. *Определение лицевой и изнаночной стороны* проводят по следующим признакам:

- у тканей, имеющих основу и уток из волокон различного вида, лицевая сторона изготавливается из более дорогих нитей;
- у художественно-декоративных тканей лицевая сторона имеет ярко выраженный рисунок;
- ткани, у которых между лицевой и изнаночной стороной нет заметной разницы, считают двухсторонними, или двухлицевыми, поэтому любая из сторон может быть принята за лицевую.

2. *Определение нитей основы и утка* в образце производят по следующим признакам:

- кромки в образце указывают направление основы;

– при отсутствии кромок направление нитей основы в большинстве случаев можно определить по характеру рисунка переплетения, по роду волокон, по качеству и свойствам пряжи;

– по направлению и степени крутки основа имеет большую крутку чем уток.

3. *Определение типа переплетения ткани.* Для определения типа переплетения из полотнища ткани вырезают образец размером 100×100 мм и помещают на предметный столик микроскопа.

В образцах тканей, имеющих несложные и ясно видимые переплетения, как, например, полотняное, саржевое и производные этих переплетений, достаточно посмотреть на ткань через лупу и определить вид переплетения сравнивая с изображением на рис. 5.1, а–в.

В тканях, у которых по внешнему осмотру трудно определить вид переплетения, следует его определять путем разбора образца. Для этого у образца на двух смежных сторонах делают бахрому длиной по 5 мм. Затем на образец устанавливают лупу и при помощи двух игл от образца отодвигают к бахrome последовательно одну нить за другой и зарисовывают переплетение каждой нити.

4. *Определение толщины ткани.* Отрезки ткани складывают в несколько раз и микрометром измеряют толщину в нескольких местах. Определяют среднее значение толщины ткани путем деления полученного значения по микрометру на число слоев ткани.

5. *Определение плотности ткани.* Плотность ткани является важным фактором, влияющим на ее строение, и характеризует количество нитей на единицу ширины (по основе) или длины (по утку) ткани. За единицу ширины или длины в стандартах на ткани принято считать 1 см.

В образце ткани осторожно, не нарушая ее плотность и рисунок, отмеряют 5 см по направлению основы и определяют количество нитей на данном участке методом подсчета. Можно применять лупу или микроскоп с небольшим увеличением. Число нитей делят на 5 и получают число нитей на 1 см.

Эксперимент повторяют 3 раза для разных участков на образце. Определяют среднее значение плотности и сравнивают результат с известным значением из стандарта на данную ткань.

Аналогично проводят эксперимент для направления утка.

6. *Определение поверхностной плотности ткани.* Для определения поверхностной плотности (масса 1 м<sup>2</sup>) берут образцы ткани



размером 100×100 мм в количестве не менее 5 штук. В образцах по краям убирают надрезанные нити и обрезают бахрому. Замеряют размеры образца с точностью до 0,1 мм и взвешивают на лабораторных весах с точностью до 0,01 г. Поверхностную плотность  $\rho_{\text{п}}$  (г/см<sup>2</sup>) определяют по формуле

$$\rho_{\text{п}} = \frac{m}{b \cdot l \cdot n}, \quad (5.1)$$

где  $m$  – масса пакета из образцов, г;  $b$ ,  $l$  – ширина и длина одного образца соответственно, см;  $n$  – число образцов в пакете, шт.

Эксперимент повторяют не менее трех раз, за результат принимают среднее значение всех измерений. Полученное значение сравнивают с известным из стандарта на материал и делают выводы.

Полученные в результате всех экспериментов значения заносят в таблицу 5.1.

Таблица 5.1

#### Изучение строения тканых наполнителей

№ п/п	Материал	Тип переплетения	Толщина, мм	Плотность, нит/см <sup>2</sup>		$\rho_{\text{п}}$ , г/см <sup>2</sup>
				основа	уток	
1						
...						
Среднее арифметическое значение						
Среднее квадратическое отклонение						
Коэффициент вариации						

### 3.2. Изучение механических свойств тканых наполнителей

Ткань и нетканые материалы в зависимости от своего назначения должны иметь необходимые физико-механические свойства.

Физико-механические свойства ткани характеризуются разрушающим напряжением и удлинением. Разрушающую нагрузку, предел прочности определяют как по основе, так и по утку.

Удлинение – увеличение длины образца при действии на него растягивающей нагрузки. Обычно удлинение выражается в процентах от начальной длины образца.

Определение механических характеристик волокнистых наполнителей (нитей, жгутов, тканей) проводят по ГОСТ 6943.10–79. Для испытаний применяют образцы в виде отрезков, закрепленных в рамках.

Образец нагружают до разрушения на универсальной испытательной машине типа при скорости перемещения захватов 60–100 мм/мин. Значение приложенных усилий замеряют по шкале силоизмерителя, а для регистрации удлинения используют соответствующую шкалу на испытательной машине или непосредственное измерение удлинения пучков. При необходимости строят диаграмму деформирования.

### **3.2.1. Определение прочности листовых наполнителей**

#### **3.2.1.1. Оборудование и материалы**

Оборудование и материалы: отрезки стеклотканей и стеклома-тов, рамки для закрепления образцов, ножницы, клей, разрывная машина.

#### **3.2.1.2. Ход работы**

Для испытаний применяют образцы в виде отрезков тканей, упрочненных в одном направлении, лент и нетканых материалов длиной не менее 180 мм.

Для тканей вырезают полосы в направлении основы и утка. Ширина полосы должна быть не менее  $25 \pm 0,5$  мм после выдерживания крайних нитей, а оставшиеся нити не должны иметь обрывов.

Из нетканого материала вырезают полосы в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Ширина полосы должна быть не менее  $25 \pm 0,5$  мм при разрывной нагрузке свыше 500 Н и не менее  $50 \pm 0,5$  мм при величине разрывной нагрузки менее 500 Н.

Полученные отрезки закрепляют в рамках с длиной прорези 100 мм. Наклеенные полосы ткани разделяют на образцы, разрезают бумажные накладки и закрепляют в тисочных зажимах испытательной машины, чтобы проклеенная часть выступала на 8–10 мм, а расстояние между зажимами составляло  $100 \pm 1$  мм. Для предотвращения проскальзывания образцов в зажимах используют прокладки из наждачной бумаги, кожи, резины.

Нагружают образцы, включив нижний ход захвата испытательной машины со скоростью 60–100 мм/мин. В момент разрушения фиксируют нагрузку  $F_p$ . Разрушающее напряжение  $\sigma_p$  (МПа) находят из соотношения

$$\sigma_p = \frac{F_p}{A}, \quad (5.2)$$

где  $F_p$  – разрывная нагрузка, Н;  $A = \frac{T}{\rho} \cdot 10^{-3}$  – общая площадь нагружаемых волокон, мм<sup>2</sup>;  $T$  – линейная плотность волокон наполнителя по основе или утку, определяется экспериментально или берется из справочника, текс;  $\rho$  – плотность материала наполнителя, г/см<sup>3</sup>.

За результат принимают среднее арифметическое значение не менее десяти экспериментов. Данные по эксперименту заносят в таблицу 5.2.

### **3.2.2. Определение удлинения тканых наполнителей**

#### **3.2.2.1. Оборудование и материалы**

Оборудование и материалы: отрезки ткани, рамки для закрепления образцов, ножницы, клей, разрывная машина, катетометр, штангенциркуль с точностью измерений 0,1 мм.

#### **3.2.2.2. Ход работы**

На подготовленные образцы, закрепленные в рамках, наносят две метки с помощью краски на расстоянии около 25 мм вверх и вниз от середины образца. Нанесение меток и замеры образцов производят аккуратно, не касаясь рабочей поверхности волокон.

Определяют расстояние между метками (катетометром, штангенциркулем) при начальной нагрузке, составляющей 5 % от разрушающей. Нагружают образец и определяют расстояние между метками в момент разрушения.

Повторяют испытание 2–3 раза и определяют среднее удлинение  $\varepsilon$ , %, ткани или нетканого материала по формуле

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l} \cdot 100, \quad (5.3)$$

где  $l$ ,  $l_0$  – конечное и начальное расстояние между метками соответственно, мм.

Испытания проводят не менее чем на 10 образцах каждого типа исследуемых материалов. Данные по эксперименту заносят в таблицу 5.2.

Таблица 5.2

Изучение механических свойств тканых наполнителей

№ п/п	Материал	$F_p$ , Н	$l_0$ , мм	$l$ , мм	$A$ , мм <sup>2</sup>	$\sigma_p$ , МПа	$\varepsilon$ , %
Среднее арифметическое значение							
Среднее квадратическое отклонение							
Коэффициент вариации							

### 3.3. Изучение неуравновешенности тканых наполнителей

Ткани саржевого и сатинового переплетения неуравновешены по рисунку переплетения, так как на одной поверхности полотнища (лицевой стороне), например, в направлении основы, преобладают прямолинейные нити основы, на противоположной поверхности (изнаночной стороне) в том же направлении – поперечные уточные нити. Если ткань такой структуры пропитать связующим и отпрессовать из нее однослойную пластинку, то она после охлаждения и извлечения из под плит пресса изогнется, т. к. лицевая и изнаночная стороны пластинки имеют различные термоупругие свойства.

Для тканей любого переплетения, изготовленных из сильно крученых нитей, характерна неуравновешенность по крутке. Крутящие моменты, заложенные в каждую нить, вызывают закручивание ткани и приводят к потере плоскостности тонкостенных пластинок, изготовленных из материалов, наполненных такими тканями.

#### 3.3.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: полоски ткани с различной текстурой и типом волокон, связующее на основе полиэфирной смолы

(рецептура приведена в приложении 7.1), ножницы, линейка, жесткие металлические пластины, сушильный шкаф.

### **3.3.2. Ход работы**

От полотнищ ткани отрезают полосы с размерами 100×100 мм, помечая направление основы и утка.

Готовят связующее на основе полиэфирной смолы (рецептура приведена в приложении 7.2).

Ткань пропитывают связующим (не менее 30 % масс.) и отверждают между плитами при давлении не более 0,5 МПа и температуре 60 °С в течение 20–30 мин. Для предотвращения прилипания пропитанного материала к плитам последние покрывают промасленной бумагой.

После снятия давления отвержденные полосы извлекают и охлаждают до комнатной температуры между холодными металлическими пластинами.

Охлажденные тонкие пластинки анализируют и определяют характер потери плоскостности и ее зависимость от типа переплетения.

### **3.4. Изучение деформационных характеристик тканых наполнителей**

Тканые наполнители являются упругими пористыми материалами. При формовании наполнитель подвергается деформированию, при этом изменяется толщина пакета, его пористость, а в волокнах накапливаются упругие деформации и соответствующие им напряжения. Поэтому для получения изделий определенных размеров и монолитного материала с заданным соотношением компонентов необходимо знать о деформационных свойствах наполнителя.

Основной деформационной характеристикой тканых наполнителей является эффективная жесткость, которая зависит от типа использованных для изготовления тканей волокон и порядка их организации. Эффективную жесткость определяют при растяжении наполнителей в направлении основы или утка, а также при сжатии перпендикулярно плоскости наполнителя. Чаще всего величину жесткости определяют по экспериментальному графику давление–толщина. По данной деформационной кривой можно определить изменение пористости материала при увеличении давления.

### 3.4.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: полоски ткани с различной текстурой и типом волокон, ножницы, металлическая линейка, реверс, разрывная машина, индикатор часового типа с ценой деления 0,01 мм, жесткие металлические пластинки.

### 3.4.2. Ход работы

Из полотнища ткани вырезают одинаковые полоски с размерами 50×50 мм в направлении основы и укладывают в пакеты, состоящие из 5, 10, 15, 20 слоев. Длина полосок зависит от количества сложенных.

На разрывную машину устанавливают реверс и укладывают пакеты из наполнителя между жесткими металлическими пластинками, как показано на рис. 5.3.

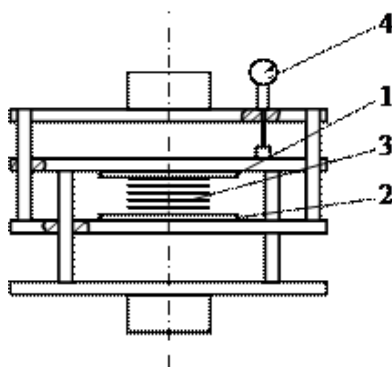


Рис. 5.3. Реверс для определения деформативных характеристик наполнителя: 1, 2 – металлические пластины; 3 – пакет наполнителя; 4 – индикатор часового типа

Перед проведением эксперимента проводят измерение жесткости приспособления, фиксируя его деформацию при нагрузках до 20 кН.

Результаты эксперимента выражают графически в координатах толщина – усилие.

Помещают пакет наполнителя между пластинами и создают начальную нагрузку в 100 Н, при которой измеряют высоту пакета  $H_0$ . Ступенчато повышают нагрузку и фиксируют соответствующую высоту пакета  $H_p$ .

Строят зависимость «высота пакета – усилие». Результаты изменения толщины пакета от усилия представляют в виде графической разности кривых деформации системы и деформации приспособления.

Выражают степень уплотнения пакета в относительных единицах  $H_p/H_0$ , а нагрузку – в единицах давления и строят кривую в координатах относительная толщина – давление.

Эффективную жесткость пакета наполнителя выражают из соотношения

$$C = \frac{p}{1 - H_p/H_0}, \quad (5.4)$$

где  $p$  – давление при сжатии пакета наполнителя, Па;  $H_p$ ,  $H_0$  – толщина пакета при давлении и в исходном состоянии соответственно, мм.

Полученную зависимость жесткости от давления представляют графически.

По кривой нагружения  $H_p$ – $p$  определяют изменение пористости пакета

$$П = 1 - \frac{m \cdot n}{\rho \cdot H_p}, \quad (5.5)$$

где  $П$  – относительная объемная пористость пакета;  $m$  – масса единицы площади тканого наполнителя, кг/м<sup>2</sup>;  $n$  – число слоев ткани в пакете;  $\rho$  – плотность волокна, из которого изготовлена ткань, кг/м<sup>3</sup>;  $H_p$  – толщина пакета при давлении  $p$ , мм.

Полученную зависимость пористости от давления представляют графически.

Анализируют влияние толщины пакета на жесткость и пористость при уплотнении, делают выводы.

### 3.5. Изучение поведения тканого материала при пропитке

Важнейшей особенностью листовых и объемных наполнителей, в первую очередь тканей, является резко выраженная зависимость их способности к пропитке и смачиванию жидкими композициями от текстуры и направления в плоскости (по утку или основе).

Для проведения эксперимента применяют специальную кювету (рис. 5.4).

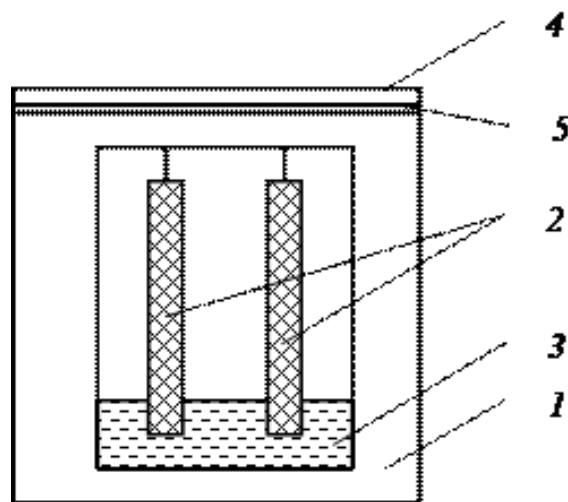


Рис. 5.4. Кювета для определения смачиваемости наполнителя:  
1 – кювета; 2 – полоски наполнителя; 3 – связующее;  
4 – крышка кюветы; 5 – уплотнительная прокладка

Способность к смачиванию характеризуется предельной высотой поднятия жидкости по наполнителю и временем достижения предельной высоты.

### 3.5.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: полоски ткани с различной текстурой и типом волокон, ножницы, линейка, кювета для определения способности пропитываться жидкими композициями наполнителей, весы, катетометр, связующее на основе полиэфирной смолы.

### 3.5.2. Ход работы

Готовят 100 г связующего на основе полиэфирной смолы и подкрашивают его несколькими каплями чернил.

Из полотнищ тканей различной текстуры и типа волокон вырезают по одной полоске размером 100×25 мм вдоль основы и утка.

В кювету (рис. 9.4) наливают связующее в таком количестве, чтобы обеспечить погружение конца полосок на 10–15 мм. Образцы подвешивают на крючки с внутренней стороны крышки кюветы. Для выпрямления образцов к их концам перед погружением подвешивают грузы (1–2 % от разрывной нагрузки). Погружают образцы



в связующее так, чтобы они не касались стенок кюветы и друг друга, плотно закрывают крышку.

Наводят катетометр на резкость и сразу после погружения начинают замеры подъема границ смачивания с интервалом 2–15 мин (в зависимости от скорости смачивания). Замеры прекращают после установления предельной высоты подъема раствора.

Строят кинетические кривые смачивания – зависимость высоты подъема границы смачивания (от уровня раствора)  $h$  от времени, определяют предельную высоту подъема раствора  $h_{\infty}$  и время достижения предельной высоты  $t_{\infty}$ .

Анализируют влияние текстуры ткани и направления на способность к смачиванию и делают выводы.

Полученные экспериментальные данные заносят в табл. 5.3.

Таблица 5.3

Изучение поведения тканого материала при пропитке

№ п/п	Материал	Направление	$h_{\infty}$ , мм	$t_{\infty}$ , с
1				
...				

#### 4. ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Студенты допускаются к работе только после прохождения инструктажа по технике безопасности, изучения инструкций и росписи в журнале инструктажа.

Студенты обязаны:

- работать в халатах, используя средства индивидуальной защиты (очки, резиновые перчатки);
- соблюдать чистоту, работать аккуратно, чтобы химические вещества не попадали на кожу, в глаза;
- строго соблюдать инструкцию по работе со стеклом и стеклянной посудой;
- беречь посуду, реактивы, оборудование, вовремя выключать электроприборы.

В случае пожара рекомендуется немедленно отключить электроприборы, вентиляцию, унести находящиеся поблизости горючие вещества, сообщить о случившемся преподавателю или лаборанту и помочь тушить пламя подходящими средствами: водой, песком, ог-

нетушителем. В случае невозможности ликвидации пожара своими силами вызвать пожарную команду по телефону 01 или 112.

Запрещается оставлять установку без присмотра.

## **5. ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ**

Материалы лабораторной работы должны быть оформлены в рабочем журнале с указанием фамилии студента и группы. Рабочий журнал должен содержать:

- название работы и дату ее выполнения;
- цель работы;
- краткое изложение теоретических основ применяемого метода анализа;
- этапы работы и условия их выполнения;
- четкую запись промежуточных результатов;
- промежуточные и конечные расчеты;
- расчет относительной ошибки определения и при необходимости статистическую обработку результатов анализа.

Оформленная работа должна быть проверена и подписана преподавателем.

## **6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Чем различаются ткани полотняного, саржевого и сатинового переплетения?

2. В какой последовательности и какие параметры определяют при структурном анализе тканых материалов?

3. Назовите особенности определения прочности тканых и нетканых наполнителей.

4. Как определяют общую площадь нагруженных волокон при испытании тканых материалов на прочность при растяжении?

5. Какие механические характеристики определяют для тканей?

6. Как связаны между собой давление уплотнения пакета, его толщина и пористость?

7. Назовите деформационные характеристики тканых наполнителей.

8. Назовите основные технологические характеристики связующего и наполнителя, определяющие скорость и качество пропитки.

## **СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. ГОСТ 6943.15–94. Стекловолоконные ткани. Нетканые материалы. Метод определения количества нитей на единицу длины основы и утка. – Минск: Белстандарт, 1997. – 8 с.
2. ГОСТ 6943.16–94. Стекловолоконные ткани. Нетканые материалы. Метод определения массы на единицу площади. – Минск: Белстандарт, 1997. – 8 с.
3. ГОСТ 6943.18–94. Стекловолоконные ткани. Нетканые материалы. Метод определения толщины. – Минск: Белстандарт, 1996. – 4 с.
4. ГОСТ 6943.10–79. Материалы текстильные стеклянные. Метод определения разрушающей нагрузки и удлинения при разрыве. – Москва: ИПК Изд-во стандартов, 1986. – 8 с.
5. Практикум по технологии переработки пластических масс / под ред. В. М. Виноградова, Г. С. Головкина. – Москва: Химия, 1980. – 240 с.
6. Практикум по полимерному материаловедению / под ред. П. Г. Бабаевского. – Москва: Химия, 1980. – 255 с.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6**

### **КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ИХ КЛАССИФИКАЦИОННЫЕ ПРИЗНАКИ**

#### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Настоящая работа предназначена для ознакомления студентов с различными композиционными материалами, их отличительными признаками и методами классификации.

#### **2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**

Композиционные материалы (КМ) – материалы, состоящие из двух или более компонентов (отдельных волокон или других армирующих составляющих и связующей их матрицы) и обладающие следующими признаками:

- не встречаются в природе, так как созданы человеком;

- состоят из двух или более компонентов, различающихся по своему составу, и разделены выраженной границей (не должны растворяться или иными способами поглощать друг друга);

- имеют новые свойства, отличные от свойств составляющих их компонентов;

- неоднородны в микромасштабе и однородны в макромасштабе;

- состав, форма и распределение компонентов запроектированы заранее;

- свойства КМ определяются из взаимодействия компонентов;

Компонент КМ, непрерывный во всем объеме, называется матрицей (связующим), компонент прерывистый, разъединенный в объеме композиции называется армирующим элементом (наполнителем). Понятие «армирующий» означает введенный материал с целью изменения свойств. Изменение свойств может быть в ту или иную сторону, не обязательно упрочняющую.

КМ – материал неоднородный. Деление материалов на композиционные и некомпозиционные определяется объективной необходимостью применения тех или иных моделей.

КМ классифицируются по следующим признакам:

- материалы матрицы и армирующих элементов;

- геометрия компонентов;

- методы получения;

- назначение.

Общее название КМ как правило происходит от *материала матрицы*:

- материал называется полимерным КМ (ПКМ), если одна из фаз (один из компонентов) этого материала – полимер, а другие фазы (другие компоненты) твердые, жидкие или газообразные вещества;

- если матрицей является металл, то это металлокомпозит или МКМ;

- если связующим является углерод, то композит является УКМ, а если армирующим компонентом (наполнителем) является углеродный волокнистый материал, то имеем С-С КМ, то есть УУКМ;

- если матрица состоит из керамического материала, то это керамический КМ или ККМ.

*По виду армирующего наполнителя* КМ делятся на:

- КМ с дисперсными частицами (гранулированными, объемными);
- КМ с поверхностными и плоскостными армирующими частицами;
- волокнистые КМ.

В соответствии с классификацией КМ по структуре расположения компонентов разделяются на группы с каркасной, матричной, слоистой и комбинированной структурой. *Трансверсально изотропные конструкционные материалы* – КМ, имеющие плоскость изотропии и перпендикулярную ей ось симметрии бесконечного порядка (однонаправленные КМ, слоистые КМ с так называемой «звездной» укладкой волокон, при условии, что угол между направлениями укладки волокон в смежных слоях меньше  $72^\circ$ ).

Методы получения КМ разделяют на:

- твердофазные;
- жидкофазные;
- газофазные + методы осаждения, напыления;
- комбинированные методы.

К *твердофазным* методам относят прессование, прокатку, ковку, штамповку, уплотнение взрывом, диффузионную сварку, волочение, экструзию и т. п.

К *жидкофазным* методам относят пропитку, направленную кристаллизацию сплавов, мокрую намотку, экструзию (жидкую), выплавку.

*Газофазные методы (осаждения – напыления)*: матрица наносится на волокна из технологической среды растворов солей или других соединений, из парогазовой фазы, из плазмы и др.

К некоторым КМ понятие «матрица» и «арматура» не применимо. К таким материалам относятся слоистые КМ, состоящие из чередующихся слоёв двух металлических сплавов, или псевдосплавов, имеющих каркасное строение, которые, в основном, получают пропиткой пористой заготовки более легкоплавким компонентом. Их структура представляет собой два взаимопроникающих непрерывных каркаса.

Волокнистые КМ можно классифицировать в зависимости от дисперсности или непрерывности волокон, а также от их ориентации на:

- однонаправленные КМ с непрерывными волокнами;
- КМ с дискретными волокнами;

– КМ с непрерывными волокнами, ориентированными во многих направлениях.

В зависимости от геометрии армирующих компонентов и их взаимного расположения композиты бывают (рис. 6.1):

- изотропными;
- анизотропными.

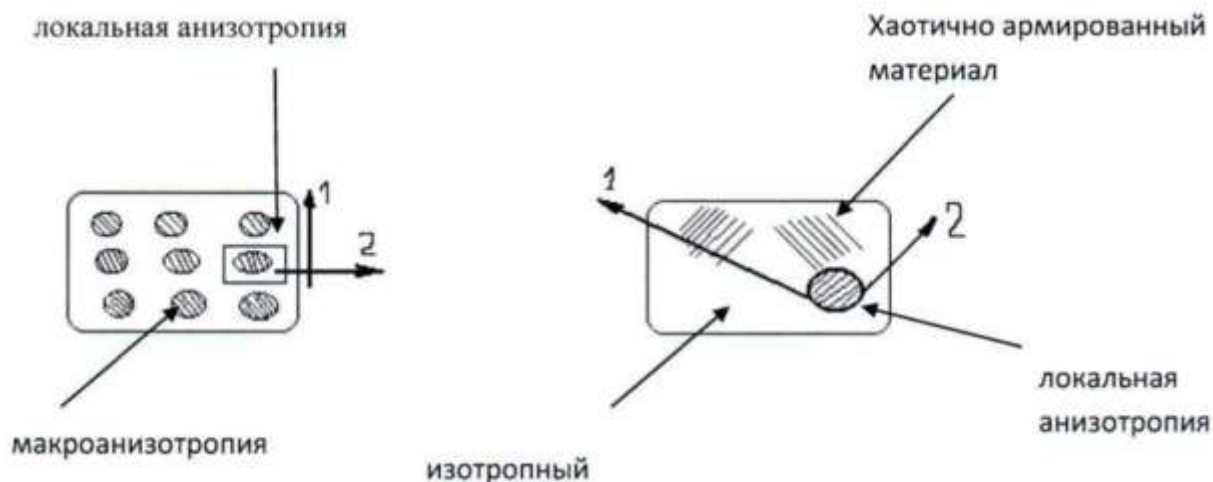


Рис. 6.1. Изотропные и анизотропные армирующие компоненты

К макроскопически изотропным композитам относят дисперсно упрочненные сплавы, псевдосплавы и хаотично армированные КМ.

*Ортотропные (ортогонально изотропные) КМ* характеризуются наличием в каждом элементарном объеме трех взаимно перпендикулярных плоскостей симметрии свойств (КМ, армированные последовательно чередующимися слоями волокон в двух взаимно перпендикулярных направлениях, КМ, армированные тканями с продольно-поперечной укладкой).

### 3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

#### 3.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: линейка, лупа, сотовый телефон с камерой разрешением 13 мегапикселей и более.

#### 3.2. Ход работы

При выполнении работы необходимо:

- ознакомиться с образцами КМ (например, однонаправленный органопластик, слоистый КМ, углепластик, УУКМ и др.)
- зафиксировать внешний вид и особенности образцов КМ;
- описать образцы КМ;
- сформулировать классификационные признаки образца.

Результаты исследований заносятся в табл. 6.1. По результатам работы делается вывод о свойствах исследуемых КМ и предполагаемых областях их применения.

Таблица 6.1

Результаты исследований образцов  
конструкционных материалов

№ п/п	Эскиз	Описание	Классификационные признаки

#### 4. ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Студенты допускаются к работе только после прохождения инструктажа по технике безопасности, изучения инструкций и росписи в журнале инструктажа.

Студенты обязаны:

- работать в халатах, используя средства индивидуальной защиты (очки, резиновые перчатки);
- соблюдать чистоту, работать аккуратно, чтобы химические вещества не попадали на кожу, в глаза;
- строго соблюдать инструкцию по работе со стеклом и стеклянной посудой;
- беречь посуду, реактивы, оборудование, вовремя выключать электроприборы.

В случае пожара рекомендуется немедленно отключить электроприборы, вентиляцию, унести находящиеся поблизости горючие вещества, сообщить о случившемся преподавателю или лаборанту и помочь тушить пламя подходящими средствами: водой, песком, огнетушителем. В случае невозможности ликвидации пожара своими силами вызвать пожарную команду по телефону 01 или 112.

Запрещается оставлять установку без присмотра.

## **5. ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ**

Материалы лабораторной работы должны быть оформлены в рабочем журнале с указанием фамилии студента и группы. Рабочий журнал должен содержать:

- название работы и дату ее выполнения;
- цель работы;
- краткое изложение теоретических основ применяемого метода анализа;
- этапы работы и условия их выполнения;

Оформленная работа должна быть проверена и подписана преподавателем.

## **6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Что такое «композиционный материал»?
2. Какими отличительными признаками обладает композиционный материал?
3. Что такое «полимерная матрица» композиционного материала? Что такое «армирующий компонент» композиционного материала?
4. Назовите основные признаки, по которым происходит классификация композиционных материалов.
5. Какие композиционные материалы вы знаете? Где они применяются?
6. На основании чего происходит проектирование конструктивных материалов?

## **СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Бобрышев, А. Н. Полимерные композиционные материалы: учебное пособие / А. Н. Бобрышев, В. Т. Ерофеев, В. Н. Козомазов; Ассоциация строительных вузов. – Москва: Изд-во АСВ, 2013. – 474 с.
2. Полимерные композиционные материалы. Прочность и технология / С. Л. Баженов [и др.]. – Долгопрудный: Интеллект, 2010. – 347 с.
3. Специальные полимерные композиционные материалы / Ю. А. Михайлин. – Санкт-Петербург: Науч. основы и технологии, 2009. – 658 с.



4. Конструкционные полимерные композиционные материалы / Ю. А. Михайлин. – Санкт-Петербург: Науч. основы и технологии, 2008. – 820 с.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7**

### **ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТЕРМОРЕАКТИВНЫХ СВЯЗУЮЩИХ И ОРИЕНТИРОВАННЫХ АРМИРУЮЩИХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ**

#### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Настоящая работа предназначена для ознакомления студентов с методами контроля качества получаемых композиционных материалов и исследованию структуры полученных материалов, что в конечном счете определяет свойства материала при его эксплуатации.

#### **2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**

Основным классом материалов, удовлетворяющих таким жестким, часто противоречивым друг другу требованиям, как обеспечение минимальной массы конструкций, максимальной прочности, жесткости, долговечности при работе в тяжелых условиях нагружения, при высоких температурах, и в агрессивных средах являются композиционные материалы. Термин «композиционные материалы» появился в то время, когда потребовалось наиболее емкое название нового класса материалов, состоящих из армирующего компонента и связующего. Современные композиционные материалы не только имеют широкий спектр физико-механических свойств, но и способны к направленному их изменению, например повышению вязкости разрушения, регулированию жесткости, прочности и т. д.

В качестве полимерной матрицы при производстве полимерных конструкционных материалов применяют эпоксидные, полиэфирные, фенольные, кремнийорганические и полиамидные смолы. Эпоксидные смолы в неотвержденном состоянии представляют собой полимеры линейного строения.

Вязкость эпоксидных смол составляет 0,001–20 Па·с. Для получения необходимой технологической вязкости в смолы вводят разбавители или растворители. Разбавители одновременно повышают пла-

стичность отвержденной эпоксидной смолы. В качестве растворителей используют ацетон, бензол, толуол, метиловый спирт и другие, в качестве разбавителей – низковязкие эпоксидные смолы, например, глицериновый эфир Н-бутанола, глицидиловый эфир фенола и др.

Отвердителями эпоксидной смолы служат полиэтиленполиамин, гексаметилендиамин, триэтаноламин, фталевый и янтарный ангидриды и др. Температура плавления фталевого ангидрида 130 °С.

Фталевый ангидрид применяют при горячем отверждении эпоксидной смолы, а диэтилентриамин, являющийся отвердителем аминного типа, используют при холодном отверждении эпоксидной смолы. Его вязкость при 75 °С составляет 0,005–0,0085 Па·с, строение молекулы имеет следующий вид:  $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$ .

Эпоксидные смолы технологичны, обладают малой усадкой, хорошей адгезией к различным наполнителям, высокими механическими свойствами, низким влагопоглощением.

Полиэфирные смолы – это продукт поликонденсации ненасыщенных дикарбоновых кислот с многоатомными или ненасыщенными спиртами. В качестве отвердителей полиэфирных смол используют триэтаноламин, фталевый ангидрид, полиэтиленполиамин и др. В результате полимеризации образуется твердый нерастворимый полимер трехмерной структуры. Типичные свойства полиэфирных и эпоксидных смол приведены в табл. 7.1.

Повышают свойства полиэфирных смол модифицированием кремний-органическими и эпоксидными смолами.

Таблица 7.1.

Свойства эпоксидных и полиэфирных смол

Показатель	Эпоксидные смолы	Полиэфирные смолы
Плотность, кг/м <sup>3</sup>	1100–1200	1100–1400
Предел прочности при растяжении, МПа	30–100	35–70
Предел прочности при сжатии, МПа	80–140	70–250
Модуль Юнга, МПа	2400–4200	2100–4600
Относительное удлинение, %	2–9	1–5
Температура деструкции, °С	190–200	60–205
Усадка при отверждении, %	1–5	5–12

Особенность волокнистой композиционной структуры заключается в равномерном распределении высокопрочных, высокомо-

дульных волокон в пластичной матрице. Материалы с волокнистыми наполнителями подразделяются на пластики с короткими волокнами, в том числе штапельными, рублеными нитями или жгутами и с непрерывными элементарными волокнами, жгутами, прядями, нитями, лентами. У слоистых материалов матрица армирована последовательно чередующимися слоями наполнителя.

Наполнители влияют на самые разнообразные свойства полимерных композиционных материалов и определяют возможные способы переработки полимерных композиционных материалов в изделия. Характер и степень влияния наполнителя на свойства полимерных композиционных материалов зависят от природы, структуры, содержания наполнителя в полимерных композиционных материалах, формы, размера, взаимного расположения частиц или волокон, их пространственной ориентации, прочности сцепления со связующим.

Содержание компонентов характеризуется объемной или массовой долей. При теоретических расчетах обычно используют объемную долю, а при технологических расчетах или в эксперименте – массовую долю.

Характерным размером волокон наполнителя является диаметр, для элемента слоистой структуры – толщина слоя; характерным размером связующего является толщина прослойки.

Как известно, пространственная ориентация для изометрических частиц не имеет значения, а для анизометрических – имеет важное значение, так как от ориентации зависят свойства полученного композиционного материала.

Наполнение полимеров позволяет практически неограниченно направленно регулировать технологические и эксплуатационные свойства материалов. Свойства наполненных полимерных материалов конструкционного назначения, способы их получения и переработки в изделия в значительной мере определяются природой полимерной матрицы и наполнителя, их объемным соотношением, характером взаимного распределения и взаимодействием на границе раздела.

При изготовлении изделий из композиционных материалов предварительно определяются технологические свойства полимерных связующих: вязкость, время гелеобразования.

Определение времени гелеобразования является одним из важных параметров – оно характеризует продолжительность хранения пропитанного материала (препрега) и температуры переработки материала в изделия. Общая продолжительность процесса получе-

ния композиционного материала от момента получения замеса связующего не должна превышать утроенного времени гелеобразования при комнатной температуре.

## **2.1. Технология получения изделий из полимерных композитов**

Технология получения изделий из полимерных КМ включает следующие основные операции:

- подготовка армирующего материала;
- приготовление связующего;
- пропитка армирующего материала;
- формование изделия;
- отверждение;
- контроль качества изделия.

Подготовка армирующего материала включает удаление замасливателя (расшлихтовка) бензином или другими растворителями, нанесение на поверхность гидрофобных покрытий (аппретирование), перемотку и др.

Процесс приготовления связующего заключается в смешивании компонентов со связующими и получении заданной вязкости. Вязкость контролируют вискозиметром или по величине плотности, которую измеряют ареометром или пикнометром.

Пропитка – операция совмещения наполнителя со связующим путем нанесения связующего на поверхность армирующего материала и заполнения им объема между волокнами.

Пропитку наполнителя можно осуществлять непосредственно перед формованием изделия. В этом случае способ изготовления полимерных конструкционных материалов (ПКМ) называют «мокрым». При «сухом» методе получения изделий пропитка выделена в самостоятельную операцию. Связующим пропитывают ткань – волокно ленты, нити, жгуты подсушивают и частично отверждают. Полученные полуфабрикаты называют препрегами. Их можно хранить длительное время. При формовании изделий препреги обрабатывают соответствующими растворителями (ацетоном, спиртом, толуолом и др.).

Пропитку наполнителя осуществляют различными способами:

- формованием;
- напылением;
- протягиванием арматуры через жидкое связующее;
- вакуумной пропиткой;

– принудительной пропиткой (гидравлической, механической).

Формование – операция придания изделиям заданной формы и размеров. Формование осуществляют на прессах, контактном, вакуумным, автоклавным методами и намоткой.

На прессах получают листовые многослойные полуфабрикаты и изделия сложной конфигурации. В последнем случае используют соответствующие пресс-формы и штампы. Перед загрузкой наполнителя поверхность формы смазывают пленкообразующими водными растворами, растворами поливинилового спирта, ацетилцеллюлозы в ацетоне, полиизобутилена и воска в бензине, олеиновой кислотой и др.

*Контактным формованием (КФ)* называют процесс прикатывания роликами слоев арматуры к поверхности формы и друг к другу.

При КФ используют открытую форму без применения давления. Форма может быть позитивной или негативной в зависимости от требуемой гладкости внутренней или внешней поверхности изделия.

Негативная форма точно воспроизводит наружный контур формуемого изделия, а позитивная – внутренний контур. Типовой способ укладки материала на негативную форму показан на рис. 7.1. Характерная особенность этого способа – получение точных размеров и гладкости только той поверхности изделия, которая непосредственно прилегает к форме.

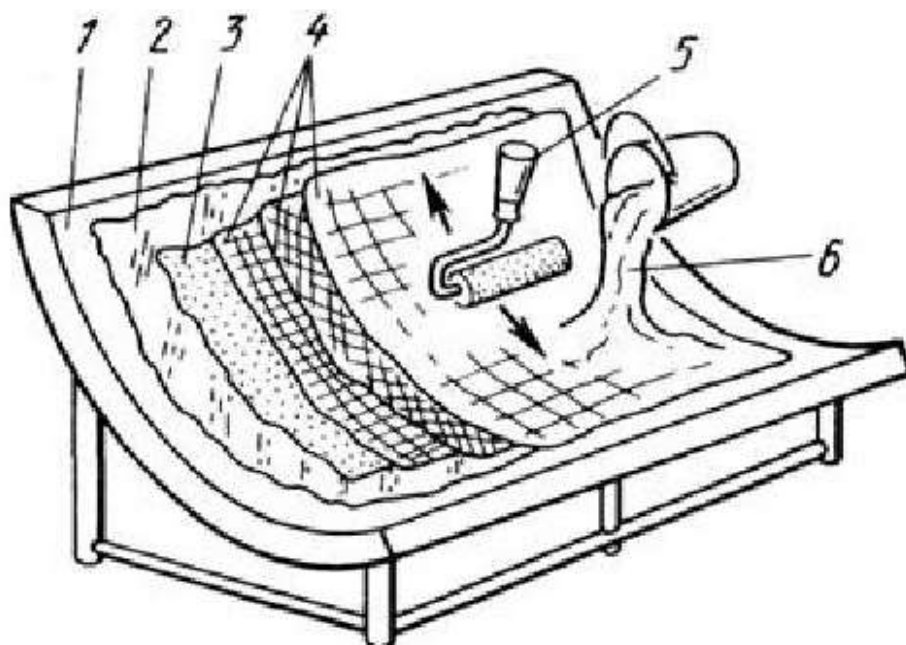


Рис. 7.1. Элементы конструкции формы и изделия при формовании ручной укладкой (негативная форма): 1 – форма; 2 – разделительная пленка; 3 – наружный смоляной слой; 4 – стекловолокно; 5 – ручной валик; 6 – смола в смеси с катализатором

В зависимости от типа армирующего материала в изделиях, полученных способом контактного формования, содержание волокна в материале составляет 35–50 %.

*Напыление.* Схема напыления рубленого короткого волокна с наружным смешением компонентов связующего показана на рис. 7.2. Измельченное волокно и смола одновременно вводятся в открытую форму или на нее. Ровинг волокна проходит через рубильное устройство и вдувается в поток смолы, который направляется в форму распылительной системой с наружным или внутренним смешением компонентов.

В обоих случаях полимерная композиция предварительно покрывает волокно и объединенный поток равномерно распыляется в форме в соответствии с заданной схемой.

После введения в форму смеси смолы с волокном образовавшийся слой прикатывают вручную для удаления воздуха, уплотнения волокон и получения гладкой поверхности.

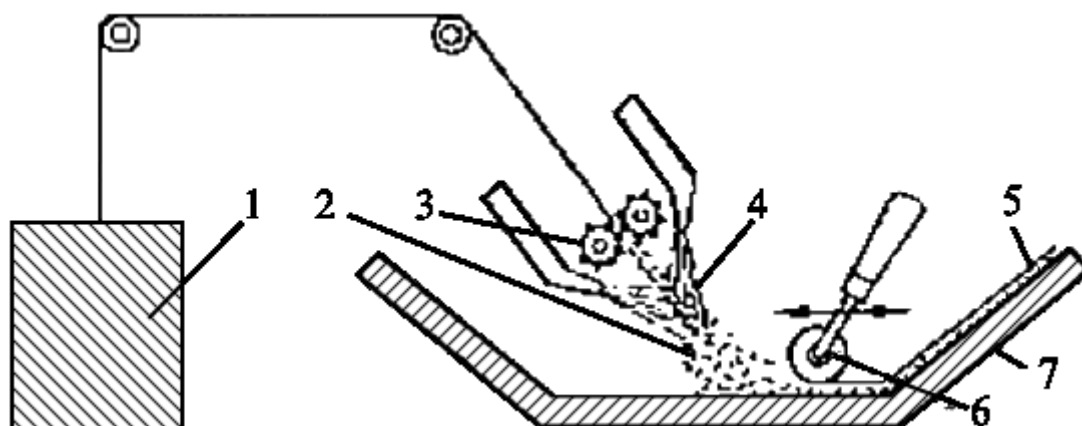


Рис. 7.2. Безвоздушная система напыления с двумя емкостями:  
1 – ровинг; 2 – смола с катализатором; 3 – рубильное устройство;  
4 – смола с ускорителем; 5 – уплотненный слой; 6 – валик; 7 – форма

*Вакуумное формование* изделий осуществляют за счет разности давлений в форме и вне ее (рис. 7.3). Метод позволяет получать изделия высокого качества, так как давление на формируемый материал распределяется равномерно во всех направлениях.

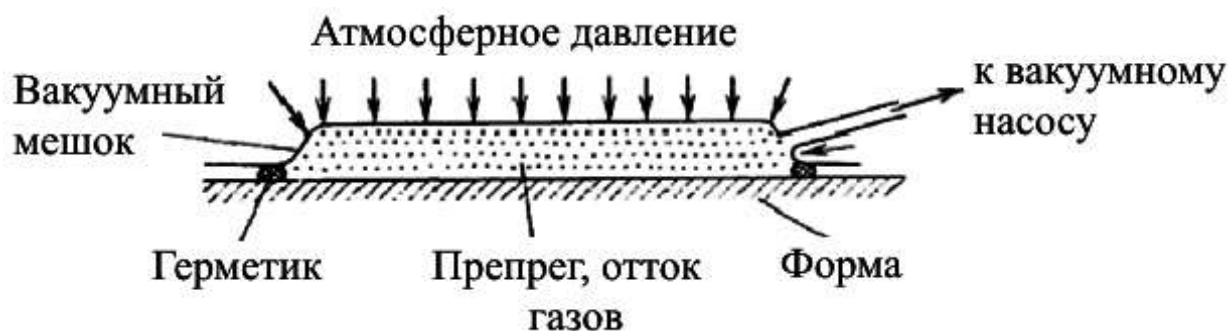


Рис. 7.3. Вакуумное формование

Приложенное внешнее давление, воздействуя на материал заготовки через эластичную диафрагму, должно выполнить следующие функции:

- уплотнить последовательные слои армирующего материала, выложенные на форме;
- обеспечить качественную глубокую пропитку волокна связующим;
- выдавить из пустот летучие побочные продукты реакции и пузырьки воздуха;
- выдавить избыток смолы из слоев материала.

Поэтому в качестве матрицы выбирают связующие холодного или горячего отверждения, при полимеризации не выделяющие побочных газообразных продуктов, которые могут создать в материале значительно большее противодействие, чем давление формования, и вызвать тем самым расслоение материала детали.

В последние годы в качестве матрицы используют термопластичные связующие типа полисульфон, полиамид, поликапроамид и др.

Вследствие невысокого давления формования существенно ограничивается выбор армирующих материалов. В основном это стекловолоконные материалы, так как их плотность и прочность сравнительно мало зависят от давления прессования. Тем не менее возможно применение любых волокнистых материалов.

*Формование прессованием.* В общем случае метод формования изделий прессованием – это процесс, при котором материал в пресс-форме принимает заданную конфигурацию, определяемую матрицей и пуансоном, причем отверждение его происходит в форме.

В настоящее время около 50 % всех изделий из армированных пластмасс получают этим методом. Его применяют в том случае, когда требуются высокая производительность, точность и воспро-

изводимость деталей. При этом достигается высокое качество изделий при минимальной стоимости. Но даже если объем производства невелик, например, при получении деталей аэрокосмических аппаратов и других изделий с высокими эксплуатационными свойствами, требования к точности и воспроизводимости деталей заставляют использовать методы формования в пресс-формах.

В зависимости от применяемого армирующего материала, конструкции формы, способа загрузки материала в форму различают три основных метода формообразования изделий из ПКМ: прямое прессование; литьевое прессование; термокомпрессионное прессование.

*Прямое прессование.* Этот метод прессования является одним из наиболее распространенных в производстве изделий прессованием. Метод прямого прессования армированных композиций существенно отличается от формования пластмасс. Главное различие заключается в природе самого материала, из которого прессуется деталь. Вместо свободно текущих смол или порошков на формование поступает липкая волокнистая масса, таблетированные ПКМ, пропитанные маты, ткани или предварительно отформованные заготовки из ПКМ либо премиксы.

Премикс – армированная волокном термореактивная композиция, которая после получения не нуждается в дальнейшем отверждении и может быть отформована при приложении давления, достаточного только для течения и уплотнения материала.

Для прессования изделий из ПКМ в большинстве случаев применяют гидравлические прессы, так как они обеспечивают постоянное давление на прессуемую деталь в течение всего времени прессования и, кроме того, они проще и надежнее в эксплуатации, чем механические прессы.

На рис. 7.5 показана схема устройства гидравлического прессы с нижним расположением рабочего цилиндра.

Верхняя плита и станина прессы, связанные между собой колоннами, воспринимают усилие прессы, развиваемое плунжером рабочего цилиндра. Установленная на нижнюю подвижную плиту пресс-форма с загруженным в нее материалом при подъеме плунжера прижимается к верхней неподвижной плите и материал в пресс-форме подвергается прессованию. При прекращении подачи воды в рабочий цилиндр и сообщении его со сливной магистралью



плунжер пресса и подвижная плита силой своего веса вытесняют жидкость из рабочего цилиндра и опускаются.

Прессы с нижним давлением чаще всего используют для прессования изделий в съемных пресс-формах. Такие прессы иногда имеют промежуточные подвижные плиты, которые называют этажными.

Для нагревания съемных пресс-форм на нижней подвижной плите и верхней неподвижной плите пресса закрепляют обогревательные плиты, изолированные с опорной поверхности теплоизоляционными прокладками. Промежуточные подвижные плиты этажных прессов также имеют обогрев.

Основным элементом технологического оснащения процесса прессования является пресс-форма, сложность и стоимость которой определяют качество и себестоимость изделий.

Основными параметрами процессов прессования являются температура, давление, время.

*Термокомпрессионное прессование.* С увеличением размеров или усложнением конфигурации и конструкции изделий из термопластичных композиционных материалов резко возрастают трудности по обеспечению требуемого качества, так как возможности традиционных методов формования и соответствующей технологической оснастки ограничены. Жесткие пресс-формы с увеличением габаритных размеров изделия становятся нерентабельными, повышаются их стоимость и трудоемкость изготовления, кроме того, зачастую отсутствуют прессы со столами необходимых размеров. Процесс формования с помощью эластичных мембран при температурах свыше 180 °С затруднен за счет их недостаточной надежности, ограниченного числа циклов формования (как правило, 1–3 цикла) и, как следствие, увеличения брака. По этим причинам большой интерес представляет термокомпрессионный метод формования изделий из ТКМ. Технологическая оснастка для осуществления этого метода (рис. 7.5) состоит из ограничительной части, изготавливаемой, например, из металлов и эластичного формующего элемента (ЭФЭ), характеризуемого коэффициентом линейного термического расширения (КЛТР) в диапазоне  $(250\text{--}500) \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ . Собранный пакет формуется в ограничительной части оснастки за счет температурного расширения ЭФЭ при нагревании. Вследствие значительного различия КЛТР материалов ограничительной части

оснастки  $(10-25) \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  и ЭФЭ возникает давление формования, под действием которого пакет из ТКМ уплотняется.

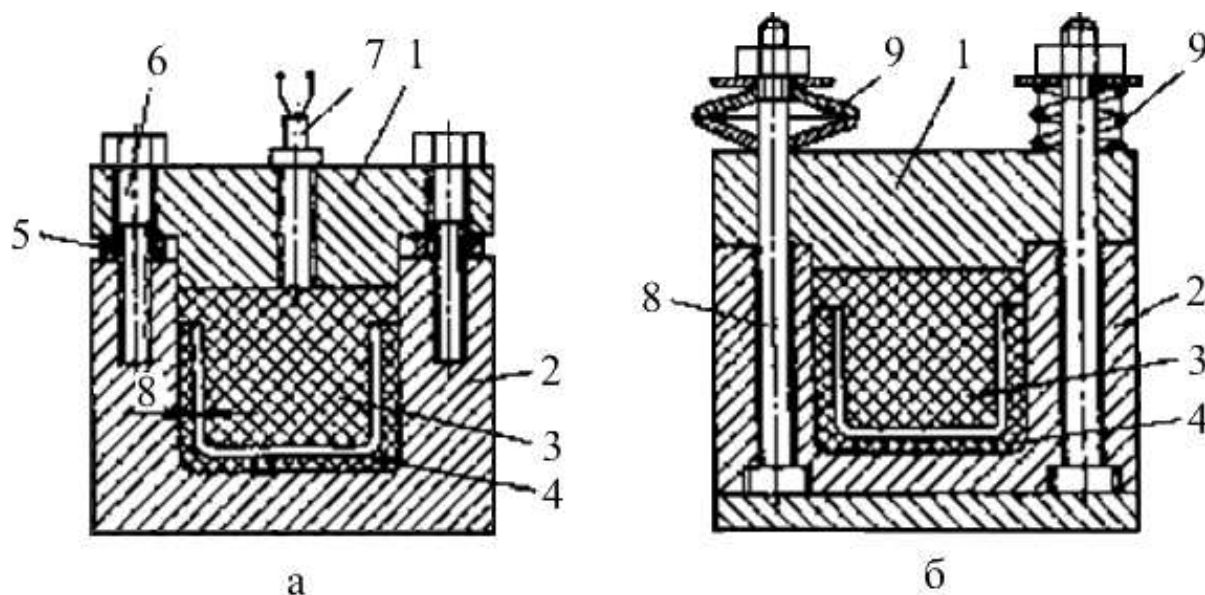


Рис. 7.5. Оснастка для термокомпрессионного формования с постоянным (а) и переменным (б) объемами: 1 – металлический пуансон; 2 – металлическая матрица; 3 – эластичный формующий элемент; 4 – уплотняемый пакет; 5 – опорные планки; 6 – фиксирующие элементы; 7 – датчик давления; 8 – направляющие колонки-фиксаторы; 9 – упругие тарированные элементы

Метод термокомпрессионного прессования можно осуществить с использованием двух основных типов технологической оснастки: с постоянным (рис. 7.5, а) и переменным (рис. 7.5, б) объемами формования.

*Технология автоклавного формования* заключается в том, что давление на формируемый материал передают жидкостью или газом. При этом можно обеспечить необходимую технологическую температуру формования и последующего отверждения. Процесс формования осуществляется под действием высоких давлений сжатых газов или жидкости на формируемое изделие, вакуумируемое на форме эластичным мешком и помещенное в автоклав. Схема вакуумного автоклавного формования показана на рис. 7.6.

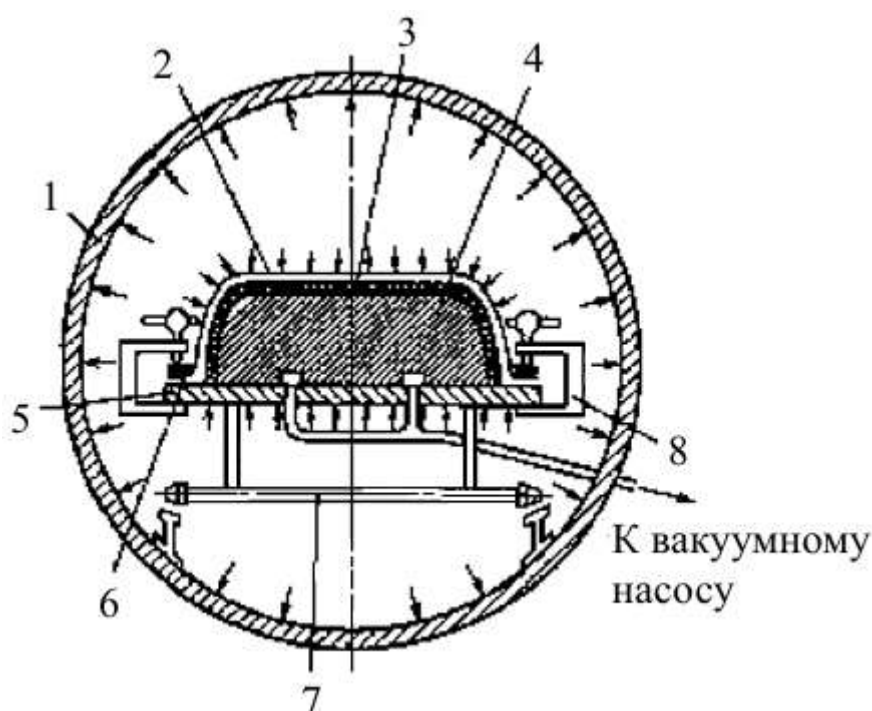


Рис. 7.6. Схема формования в автоклавах и гидроклавах:  
 1 – автоклав; 2 – резиновый чехол; 3 – формируемое изделие;  
 4 – форма; 5 – плита; 6 – прижимное устройство; 7 – тележка;  
 8 – винтовой зажим

Автоклавы являются наиболее универсальным оборудованием при изготовлении изделий из композитов. Автоклав – герметичный сосуд большого объема, в котором можно создавать значительные избыточные давления рабочего тела (воздуха, инертного газа, азота) в диапазоне от 1 до 3,0 МПа при температурах 150–380 °С.

Автоклавный способ формования применяют для изготовления конструкций любой формы и габаритов (если позволяют размеры автоклава и не происходит разрушения эластичной диафрагмы под действием внешнего давления).

### 3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

#### 3.1. Определение количества компонентов и изготовление пластин композиционного материала

Один из основных компонентов армированных пластиков – связующее – представляет собой полимер с различными добавками. Связующим пропитывается армирующий волокнистый наполнитель.

После отверждения связующее склеивает между собой волокна или слои наполнителя, обеспечивая их совместную работу в пластике.

Для получения армированных пластиков широко применяются связующие на основе полиэфирных, эпоксидных и модифицированных фенолоформальдегидных смол. В качестве наполнителей применяются ориентированные материалы: ленты, ткани, нити, ровинги.

Процесс изготовления пластин композиционного материала состоит из последовательных стадий:

- определение типа связующего и наполнителя;
- расчет соотношения компонентов композиционного материала;
- изготовление связующего – смешивание компонентов в заданных пропорциях;
- разрезка наполнителя на заготовки в соответствии с размерами формы;
- нанесение связующего на слои наполнителя и последовательное соединение пропитанных слоев;
- укладка набранного пакета между плитами пресса и отверждение в соответствии с заданными режимами.

### 3.1.1. Расчет массы компонентов в композиционном материале

Первоначально определяют необходимый объем  $V_{\text{км}}$  (м<sup>3</sup>) пластины композиционного материала:

$$V_{\text{км}} = l \cdot b \cdot h, \quad (7.1)$$

где  $l$ ,  $b$ ,  $h$  – длина, ширина, толщина пластины композиционного материала. Толщину выбирают в зависимости от стандарта на испытание композиционного материала ( $h = 2\text{--}8$  мм).

Зная объем материала, определяют его массу  $m_{\text{км}}$  (кг):

$$m_{\text{км}} = \rho_{\text{км}} \cdot V_{\text{км}}, \quad (7.2)$$

где  $\rho_{\text{км}}$  – плотность композиционного материала, кг/м<sup>3</sup>.

Плотность материала  $\rho_{\text{км}}$  (кг/м<sup>3</sup>) определяют осреднением, зная соотношение компонентов (задано преподавателем):

$$\rho_{\text{км}} = \rho_a \cdot P_a + \rho_c \cdot P_c, \quad (7.3)$$

где  $\rho_a$  – плотность арматуры, кг/м<sup>3</sup>;  $\rho_c$  – плотность связующего, кг/м<sup>3</sup> (определяется по правилу смеси);  $P_a, P_c$  – объемное содержание арматуры и связующего в композиционном материале соответственно, %.

Степень наполнения для технологического процесса задается в массовых долях, а для расчетов – в объемных долях. Связь между массовым  $C$  и объемным  $P$  содержанием компонентов выражается соотношениями

$$C_a = \frac{P_a \cdot \rho_a}{P_a \cdot \rho_a + P_c \cdot \rho_c}, \quad (7.4)$$

$$C_c = 1 - C_a, \quad (7.5)$$

$$P_a = \frac{C_a \cdot \rho_c}{C_a \cdot \rho_c + C_c \cdot \rho_a}. \quad (7.6)$$

Предполагают, что пористость отсутствует, т. е. равна нулю.

Массу компонентов (г) для изготовления пластины композиционного материала определяют из их массового соотношения:

$$m_a = m_{\text{КМ}} \cdot C_a, \quad (7.7)$$

$$m_c = m_{\text{КМ}} \cdot C_c, \quad (7.8)$$

где  $m_a, m_c$  – масса наполнителя и связующего соответственно, кг;  $C_a, C_c$  – массовое содержание наполнителя и связующего соответственно; доли ед.

Далее определяют число слоев тканого наполнителя  $N_a$  для изготовления композиционного материала

$$N_a = \frac{m_a}{m_{1c}}, \quad (7.9)$$

где  $m_a$  – масса арматуры, г;  $m_{1c} = \gamma_a \cdot l \cdot b$  – масса одного слоя арматуры, г, определяется расчетным путем или взвешиванием;  $\gamma_a$  – поверхностная плотность слоя армирующего материала, г/м<sup>2</sup>.

Полученное значение  $N_a$  округляют до целого (ближайшего большего).

Пересчитывают массу связующего для поддержания заданной степени наполнения.

После расчета учитывают технологические отходы, например остатки связующего на инструменте, для чего количество связующего увеличивают примерно на 20 %.

Аналогично проводят расчет компонентов для всех видов композиционных материалов. По результатам расчетов заполняют технологическую карту получения композиционного материала (табл. 7.2).

Таблица 7.2

Технологическая карта на изготовление композиционного материала

Материал	Изделие, образец, заготовка			$V_{\text{KM}}, \text{см}^3$	Масса, г
	Размеры, мм				
	$l$	$b$	$h$		

Компоненты	Норматив	Состояние, размеры	Содержание, %	Количество, г
Наполнитель				
Связующее				

### 3.1.2. Изготовление пластины композиционного материала

#### 3.1.2.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: компоненты для приготовления связующего (по заданию преподавателя), тканый наполнитель, ножницы, весы, жесткие пластины для укладки слоев, муфельная печь.

#### 3.1.2.2. Ход работы

Из компонентов изготавливают плиту композиционного материала с размерами 100×100 мм методом послойной укладки по технологической карте на изготовление композиционного материала (табл. 7.2).

Разрезанный наполнитель послойно пропитывают полученным связующим, тщательно прокатывают роликком для удаления воздушных пузырей и укладывают на пластину, смазанную антиадгезивом или покрытую слоем масляной бумаги.

Связующее равномерно распределяют по поверхности наполнителя, не допуская его отжима. После набора необходимого пакета

из пропитанных слоев сверху укладывают жесткую пластину и, при необходимости, грузы. Отверждение проводят по режимам, как для отверждения соответствующего типа связующего (приложение 7.1).

### **3.2. Определение соотношения компонентов в полученном материале**

Одним из основных показателей структуры композиционного материала, который влияет на свойства полученного изделия, является соотношение компонентов. Массовое содержание компонентов в композиционных материалах на основе термореактивного связующего определяется методами выжигания, растворения или гравиметрическим методом.

Метод растворения основан на удалении из образца композиционного материала связующего под воздействием растворителя, а метод выжигания – под воздействием повышенных температур (для высокотемпературостойких наполнителей). Расчеты по данным методам предполагают отсутствие пор в исходном материале. Если материал пористый, то необходимо проводить расчеты с учетом этого параметра. Наиболее быстрым и неразрушающим методом контроля степени наполнения является гравиметрический.

#### **3.2.1. Определение соотношения компонентов по методу выжигания**

##### **3.2.1.1. Оборудование и материалы**

Оборудование и материалы: образцы композиционного материала, весы с точностью до 0,001 г, муфельная печь, эксикатор, тигли.

##### **3.2.1.2. Ход работы**

Готовят не менее трех образцов композиционного материала любой формы и размеров. Масса образца не должна превышать 5 г.

Тигли прокаливают в муфельной печи при температуре  $650 \pm 5$  °С в течение 20 мин и охлаждают в эксикаторе.

Образцы композиционного материала взвешивают на электронных весах с точностью до 0,001 г и помещают в предварительно взвешенные с такой же точностью тигли. Тигли с материалом переносят в муфельную печь при температуре  $650 \pm 5$  °С на

15–20 мин, чтобы выжечь связующее. Затем тигли помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры, после чего взвешивают с той же точностью.

Массовые доли наполнителя и связующего в процентах определяют из соотношений

$$C_a = \frac{m_a}{m_{\text{КМ}}}, \quad (7.10)$$

$$C_c = 1 - C_a, \quad (7.11)$$

где  $m_a$  – масса остатка после прокаливания, г;  $m_{\text{КМ}}$  – исходная масса образца композиционного материала, г.

Для определения объемного содержания арматуры  $P_a$  необходимо знать плотность композиционного материала и арматуры

$$P_a = \frac{m_a/\rho_{\text{КМ}}}{m_{\text{КМ}}/\rho_a}, \quad (7.12)$$

где  $\rho_{\text{КМ}}$ ,  $\rho_a$  – плотности композиционного материала и арматуры соответственно, г/см<sup>3</sup>.

Приведенные расчеты предполагают отсутствие пор в исходном материале. Если материал пористый, то необходимо проводить расчеты с учетом пористости. Если известна плотность матрицы, то можно определить объемное содержание пор:

$$P_p = 1 - \frac{m_a/\rho_a + (m_{\text{КМ}} - m_a)/\rho_c}{m_{\text{КМ}}/\rho_{\text{КМ}}}, \quad (7.13)$$

$$P_p = 1 - (P_a + P_c), \quad (7.14)$$

где  $\rho_{\text{КМ}}$ ,  $\rho_a$ ,  $\rho_c$  – плотности композиционного материала, арматуры и связующего соответственно, г/см<sup>3</sup>.

Полученные результаты заносят в табл. 7.3. За результат принимают среднее арифметическое значение всех экспериментов. Сравнивают полученное значение степени наполнения с заданной изначально, делают вывод.



Таблица 7.3

Определение соотношения компонентов по методу выжигания

Материал	№ образца	$m_T$ , г	$m_{KM}$ , г	$m_a$ , г	$C_a$	$P_a$	$C_c$	$P_c$	$P_p$
Среднее арифметическое значение									
Среднее квадратическое отклонение									
Коэффициент вариации, %									

### 3.2.2. Определение соотношения компонентов гравиметрическим методом

#### 3.2.2.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: образцы композиционного материала, весы с точностью до 0,001 г.

#### 3.2.2.2. Ход работы

Берут образцы композиционного материала любой формы и размеров. Определяют плотность композита по одной из стандартных методик: гидростатическим взвешиванием или методом прямого обмера и взвешивания. Плотности исходных компонентов берут из справочника или определяют экспериментально.

Объемное содержание арматуры рассчитывают по соотношению

$$P_a = \frac{\rho_{KM} - \rho_c}{\rho_a - \rho_c}, \quad (7.15)$$

где  $\rho_{KM}$ ,  $\rho_a$ ,  $\rho_c$  – плотности композиционного материала, арматуры и связующего соответственно, г/см<sup>3</sup>.

Гравиметрический метод является точным только в случае полного отсутствия в композите пустот.

Полученные результаты заносят в табл. 7.4. За результат принимают среднее арифметическое не менее трех результатов эксперимента. Сравнивают полученное значение степени наполнения с заданной изначально, делают вывод.

Сравнивают результаты определения соотношения компонентов по предлагаемым методикам и делают вывод.

Таблица 7.4

Определение соотношения компонентов гравиметрическим методом

Материал	№ образца	$\rho_{\text{км}}, \text{г/см}^3$	$\rho_a, \text{г/см}^3$	$\rho_c, \text{г/см}^3$	$C_a$	$P_a$	$C_c$	$P_c$
Среднее арифметическое значение								
Среднее квадратическое отклонение								
Коэффициент вариации, %								

### 3.3. Изучение структуры композиционного материала на основе терморезактивного связующего и армирующего наполнителя

Качество композиционного материала описывают расположением наполнителя, отклонением слоев от заданной ориентации и толщиной прослойки связующего.

#### 3.3.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: пластины композиционного материала, изготовленного в задании 3.1.2 данной работы.

#### 3.3.2. Ход работы

Изучают, описывают и зарисовывают структуру полученного материала по следующим параметрам:

- наличие непропитанных участков;
- наличие областей с избытком связующего;
- наличие пузырей и раковин;
- искривление волокон наполнителя;
- отклонение от прямолинейности волокон;
- толщина прослоек связующего.

Для непропитанных участков, областей с избытком связующего, пузырей и раковин определяют их суммарную площадь и отношение к общей площади поверхности материала. Материал счита-

ется качественным, если дефекты составляют не более 5 % от общей площади поверхности материала.

При определении толщин прослоек проводят исследование торцевых поверхностей под микроскопом. Толщина прослоек и распределение наполнителя должны быть равномерными, без искривлений.

Результаты исследования заносят в табл. 7.5 и делают вывод о качестве полученного материала.

Таблица 7.5

Результаты изучения структуры композиционного материала на основе термореактивного связующего и армирующего наполнителя

Соотношение компонентов				$\rho_{\text{км}},$ кг/м <sup>3</sup>	Пори- стость, %	Средний угол отклонения от осевой линии, град	Толщина прослоек связующего, мм
Теорети- ческое		Эксперимен- тальное					
$C_a$	$C_c$	$C'_a$	$C'_c$				

### 3.4. Изучение адгезии наполнителя к матичному полимеру

Адгезия – это сцепление приведенных в контакт жидкостей, твердых тел или фаз. Важная характеристика адгезии – адгезионная прочность – характеризует удельное усилие разрушения адгезионного контакта.

Адгезия связующих к волокнам является одним из важнейших факторов, определяющих прочностные и деформационные свойства композиционных материалов.

Существуют различные методы определения адгезионной прочности, которые требуют специального оборудования и высокой точности при изготовлении образцов.

#### 3.4.1. Определение адгезии по характеру поверхности разрушения

О качестве адгезии на поверхности раздела для однонаправленных композитов можно судить по характеру разрушения при нагружении вдоль оси волокон. При сильной, средней и слабой адгезиях наблюдаются различные поверхности разрушения (рис. 7.7, а–в).

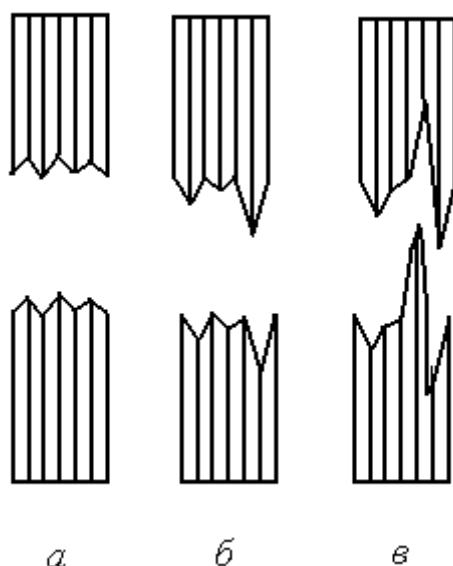


Рис. 7.7. Схематичное изображение поверхности разрушения в однонаправленных образцах:  
*а* – сильная; *б* – средняя; *в* – слабая адгезия

При сильной адгезии поверхность разрушения в поперечном сечении довольно гладкая. Такие композиты обладают высокой статической прочностью и чувствительны к надрезу (рис. 7.8, *а*).

При средней адгезии поверхность разрушения имеет неровности и углубления из-за продольного смещения волокон относительно матрицы. Происходит вытягивание волокна из матрицы (рис. 7.8, *б*).

#### 3.4.1.1. Оборудование и материалы

Оборудование и материалы: образцы однонаправленного материала – ленты, испытательная машина.

#### 3.4.1.2. Ход работы

Для проведения испытаний применяют пластину, полученную в опыте 3.1. Пластины закрепляют в захватах испытательной машины и нагружают до разрушения со скоростью 60–100 мм/мин.

По виду разрушения определяют качество адгезионных связей в композиционном материале. Вид разрушения зарисовывают и описывают.

При слабой адгезии происходит разрушение адгезионного слоя или разрушение матрицы. Поверхность разрушения характе-

ризуется большой неровностью из-за большого числа волокон, смещенных относительно матрицы (рис. 7.8, в).

#### **4. ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ**

Студенты допускаются к работе после прохождения инструктажа по технике безопасности, изучения инструкций и росписи в журнале инструктажа.

Применяемые в работе реактивы являются легковоспламеняющимися жидкостями (ЛВЖ). При работе с ЛВЖ следует придерживаться следующих принципов:

- не допускать попадания паров в атмосферу;
- исключить возможность воспламенения при случайном образовании пожаро- и взрывоопасной концентрации паров;
- заранее принимать меры, чтобы последствия аварии, если она все же произойдет, были минимальными.

Поэтому запрещается:

- производить какие-либо работы с ЛВЖ вне вытяжного шкафа;
- выливать отходы ЛВЖ в канализацию;
- производить любые работы с ЛВЖ, не связанные с их нагреванием при включенных электрических приборах и других потенциальных источниках зажигания;
- использовать для нагрева ЛВЖ электроплитки с открытой спиралью;
- оставлять установку без присмотра;
- находиться в лаборатории без халата.

#### **5. ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ**

Отчет должен содержать:

- краткое изложение теоретических основ применяемого метода исследования;
- этапы работы и условия их выполнения;
- перечень применяемого в работе оборудования, посуды, реактивов и их особенности;
- запись результатов промежуточных и конечных измерений, их размерности, погрешности определения;

– промежуточные и конечные расчеты, вывод конечных формул для расчета и др.;

– расчет относительной ошибки определения и при необходимости статическую обработку полученных результатов.

Оформленная работа должна быть проверена и подписана преподавателем.

## **6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Что такое «композиционный материал»?
2. Что такое «полимерная матрица» композиционного материала? Какие вещества применяются в качестве полимерной матрицы?
3. Зачем необходимо при производстве композиционных материалов добавлять и разбавители и отвердители?
4. Как наполнитель влияет на свойства полимерных конструкционных материалов?
5. В чем особенность композиционных материалов с волокнистыми наполнителями?
6. Назовите и охарактеризуйте основные промышленные способы производства изделий из полимерных композитов.
7. Каким образом рассчитывают массы компонентов в композиционном материале?
8. Из каких последовательных операций состоит процесс изготовления композиционного материала методом послойной укладки?
9. Каким основным параметром структуры характеризуются армированные пластики?
10. Каковы особенности методов определения соотношения компонентов в композиционном материале?
11. Какими параметрами характеризуется структура термореактивных композиционных материалов и как они определяются?

## **СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Композиционные материалы: справочник / под ред. В. В. Васильева. – Москва: Машиностроение, 1990. – 510 с.
2. Композиционные материалы: справочник / под ред. Д. М. Карпиноса. – Киев: Наукова думка, 1985. – 591 с.
3. Любин, Дж. Справочник по композиционным материалам: в 2 т. / под ред. Дж. Любина. – Москва: Машиностроение, 1989. – 2 т.

## Приложение 7.1

### Состав и режимы отверждения полимерных связующих

№ п/п	Смола, масс. ч.	Ускоритель, масс. ч.	Пластификатор, масс. ч.	Отвердитель, масс. ч.	Отверждение
1	ЭД-20 100		ПН-1 20	ПЭПА 10–20	24 ч
2	КЕ 100	ДБФ 20	–	ПЭПА 10	1 ч
3	ЭД-20 (КЕ) 100	–	ПН-1 20	ТЭАТ 10	1,5–2 ч при 100 °С
4	КЕ 100	–	ПН-1 20	МА 20	5 ч
5	ПН-1 100	НК 8–10	Гипериз 3–5	–	1 ч при 60°С
6	ПН-1 100	НК 0,4–0,5	ПМЭК 1	–	2–2,5 ч при 20 °С
7	ПН-1 100	НК-1 1–8	ПМЭК 3	–	2–2,5 ч при 20 °С
8	ФФС 100	–	–	МА 3	Ступенчатое: 1 ч при 50–95 °С; 1 ч при 90–110 °С; 1 ч при 105–98 °С

## САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА СТУДЕНТОВ

Самостоятельная работа студентов включает в себя выполнение домашних заданий, подготовку к лабораторным работам и оформление отчетов по ним.

### ДОМАШНИЕ ЗАДАНИЯ

Домашние задания ДЗ посвящены подготовке студентов к текущему контролю знаний ТК. Текущий контроль проводится в виде письменного опроса Т. Подготовка домашнего задания проверяется при проверке отчетов к лабораторным работам.

ДЗ1: углеродные волокна. История создания, структура, морфология, свойства, типы, классификация, применение. Подготовка к лабораторной работе № 1 и оформление отчета Л<sub>зп</sub>.

Д32: углеродные волокна. Сырье для получения углеродных волокон. Подготовка к лабораторной работе № 2 и оформление отчета Лзп.

Д33: производство углеродных волокон из различных видов сырья. Сырье для получения углеродных волокон. Общие закономерности производства углеродных волокон из различных видов сырья. Подготовка к лабораторной работе № 3 и оформление отчета Л<sub>зп</sub>.

Д34: производство углеродных волокон из различных видов сырья. Получение углеродных волокон на основе полиакрилонитрила. Получение углеродных волокон на основе гидратцеллюлозы. Пиролитические углеродные волокна. Подготовка к лабораторной работе № 4 и оформление отчета Л<sub>зп</sub>.

Д35: производство углеволоконистых материалов из пекового сырья. Виды сырья для получения пековых волокон. Основные методы получения пека. Теоретические основы процесса получения углеволоконистых материалов из пеков. Подготовка к лабораторной работе № 5 и оформление отчета Л<sub>зп</sub>.

Д36: производство углеволоконистых материалов из пекового сырья. Основы технологии и аппаратного оформления процессов получения углеволоконистых материалов на основе пеков. Подготовка к лабораторной работе № 6 и оформление отчета Л<sub>зп</sub>.

Д37: композиционные материалы на основе углеродных волокон и способы их получения. Исходные материалы для получения композитов. Армирующие компоненты и полимерные связующие. Подготовка к лабораторной работе № 7 и оформление отчета Л<sub>зп</sub>.

Д38: композиционные материалы на основе углеродных волокон и способы их получения. Технологии получения композиционных материалов на основе углеродных материалов. Углерод-углеродные композиционные материалы. Свойства композитов и их применение.

## ПОДГОТОВКА К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ И ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТОВ

Подготовка к лабораторной работе и оформление отчета Л<sub>зп</sub> производится для проведения текущего контроля знаний ТК по выполненной лабораторной работе после 4, 8, и 12 недель. Текущий контроль проводится в виде устной защиты лабораторной работы.



Студенты готовятся к устной защите по литературным источникам и лекциям.

### **Письменный опрос**

Для текущего контроля знаний студентов ТК в виде письменного опроса Т разработаны контрольные вопросы.

Текущий контроль по разделу «Углеродные волокна. История создания, структура, морфология, свойства, типы, классификация, применение. Сырье для получения углеродных волокон» будет заключаться в представлении студентом результатов самопознания и опрос по контрольным вопросам. Например:

1. История создания углеродных волокон.
2. Структурные модели углеродного волокна.
3. Основные формы поперечного сечения и характеристика поверхности химических волокон.
4. Дефекты углеродных волокон.
5. Физико-механические свойства углеродных волокон.
6. Химическая стойкость углеродных волокон.
7. Термические и теплофизические свойства углеродных волокон.
8. Электрические свойства углеродных волокон.
9. Сорбционные свойства углеродных волокон.
10. Классификация углеродных волокон.
11. Применение углеродных волокон.

Текущий контроль по разделу «Производство углеродных волокон из различных видов сырья» будет заключаться в представлении студентом результатов самопознания и опрос по контрольным вопросам. Например:

1. Основное сырье для получения углеродных волокон.
2. Общие закономерности производства углеродных волокон из различных видов сырья.
3. Получение углеродных волокон на основе полиакрилонитрила.
4. Технология получения углеродных волокон из ПАН-волокна.
5. Получение углеродных волокон на основе гидратцеллюлозы.
6. Карбонизация ГЦВ-волокна.
7. Пиролитические углеродные волокна.

Текущий контроль по разделу «Производство углеволокнистых материалов из пекового сырья» будет заключаться в представ-

лении студентом результатов самопознания и опрос по контрольным вопросам. Например:

1. Виды сырья для получения пековых волокон. Их сравнительная характеристика.

2. Основные методы получения пекового сырья для производства углеродных волокон.

3. Получение изотропного пека.

4. Получение мезофазного пека.

5. Теоретические основы процесса получения углеволокнистых материалов из изотропных пеков.

6. Теоретические основы процесса получения углеволокнистых материалов из мезофазных пеков.

7. Основы технологии и аппаратного оформления процессов получения углеволокнистых материалов на основе пеков.

Текущий контроль по разделу «Композиционные материалы на основе углеродных волокон и способы их получения» будет заключаться в представлении студентом результатов самопознания и опрос по контрольным вопросам. Например:

1. Виды композиционных материалов на основе углеродных волокон.

2. Способы получения композиционных материалов на основе углеродных волокон.

3. Исходные материалы для получения композитов. Армирующие компоненты и полимерные связующие.

4. Технологии получения композиционных материалов на основе углеродных волокон.

5. Свойства композитов и их применение.

### **Отчет по лабораторной работе**

Отчет по лабораторной работе должен содержать наименование, цель, основные теоретические положения, экспериментальные данные, обработку результатов, выводы.

### **Контрольные вопросы для защиты лабораторных работ**

#### Лабораторная работа № 1

1. Состав каменноугольной смолы. Влияние компонентов смо-

лы на технологию ее переработки.

2. На какие фракции осуществляется разгонка каменноугольной смолы? В каком температурном интервале они отбираются?

3. Влияние влажности смолы на процесс ее переработки.

4. Особенности технологических схем ректификации смолы.

5. Как осуществляется переработка легкого масла, фенольной и поглотительной фракций? Какие продукты при этом получаются?

6. Сущность процесса получения каменноугольного пека. Область его использования.

### Лабораторная работа № 2

1. Дайте определение понятиям «пек», «каменноугольный пек». Какие еще виды пеков вы знаете?

2. Охарактеризуйте процессы получения пеков.

3. Назовите основные параметры, по которым производится классификация пеков. Как происходит классификация пеков по маркам?

4. Охарактеризуйте групповой состав каменноугольного пека.

5. Охарактеризуйте молекулярный и элементный состав различных групповых компонентов пека.

6. Влияние содержания различных групп компонентов пека на технологии его дальнейшего использования.

7. Охарактеризуйте основные направления использования каменноугольного пека. Как показатели качества пека влияют на область его применения?

8. Как показатели, определенные в рамках выполнения лабораторной работы, характеризуют качество пеков?

### Лабораторная работа № 3

1. Какие наполнители относят к волокнистым? Чем отличается волокнистый наполнитель от дисперсного?

2. В каком виде используются армирующие компоненты?

3. Назовите и охарактеризуйте основные виды армирующих компонентов конструкционных материалов.

4. Какие требования предъявляются к армирующим волокнам?

5. В чем заключаются основные технологические процессы производства наиболее часто применяемых армирующих волокон?

6. На чем основана классификация углеродных волокон?

7. Охарактеризуйте технологию получения пековых волокон. Чем она отличается от технологий получения других видов углеродных волокон?

8. Назовите основные параметры качества армирующих волокон. Как они определяются?

9. Охарактеризуйте армирующие волокна по показателям их прочности и краевого угла смачивания на основании результатов экспериментов, проведенных при выполнении лабораторной работы.

10. При каком равновесном краевом угле смачивания качество КМ будет наилучшим и почему?

11. Какие факторы и как влияют на величину равновесного краевого угла смачивания?

#### Лабораторная работа № 4

1. Назовите и опишите однонаправленные волокнистые наполнители.

2. Какими параметрами характеризуются физические свойства однонаправленных волокнистых наполнителей?

3. Для каких целей проводят изучение поведения волокнистых наполнителей под нагрузкой?

4. Что характеризует линейная плотность, от чего она зависит и как определяется?

5. Как отличаются показатели прочности при растяжении элементарных волокон и однонаправленных волокнистых наполнителей и почему?

6. Каковы особенности определения показателей прочности нитей и ровингов? Как готовят образцы для испытаний?

7. Как определяют общую площадь нагруженных волокон при определении предела прочности при растяжении нитей и ровингов?

#### Лабораторная работа № 5

1. Чем различаются ткани полотняного, саржевого и сатинового переплетения?

2. В какой последовательности и какие параметры определяют при структурном анализе тканых материалов?

3. Назовите особенности определения прочности тканых и нетканых наполнителей.

4. Как определяют общую площадь нагруженных волокон при испытании тканых материалов на прочность при растяжении?
5. Какие механические характеристики определяют для тканей?
6. Как связаны между собой давление уплотнения пакета, его толщина и пористость?
7. Назовите деформационные характеристики тканых наполнителей.
8. Назовите основные технологические характеристики связующего и наполнителя, определяющие скорость и качество пропитки.

#### Лабораторная работа № 6

1. Что такое «композиционный материал»?
2. Какими отличительными признаками обладает композиционный материал?
3. Что такое «полимерная матрица» композиционного материала? Что такое «армирующий компонент» композиционного материала?
4. Назовите основные признаки, по которым происходит классификация композиционных материалов.
5. Какие композиционные материалы вы знаете? Где они применяются?
6. На основании чего происходит проектирование конструктивных материалов?

#### Лабораторная работа № 7

1. Что такое «композиционный материал»?
2. Что такое «полимерная матрица» композиционного материала? Какие вещества применяются в качестве полимерной матрицы?
3. Зачем необходимо при производстве композиционных материалов добавлять и разбавители и отвердители?
4. Как наполнитель влияет на свойства полимерных конструктивных материалов?
5. В чем особенность композиционных материалов с волокнистыми наполнителями?
6. Назовите и охарактеризуйте основные промышленные способы производства изделий из полимерных композитов.
7. Каким образом рассчитывают массы компонентов в композиционном материале?

8. Из каких последовательных операций состоит процесс изготовления композиционного материала методом послойной укладки?

9. Каким основным параметром структуры характеризуются армированные пластики?

10. Каковы особенности методов определения соотношения компонентов в композиционном материале.

11. Какими параметрами характеризуется структура терморезистивных композиционных материалов и как они определяются?

### ВОПРОСЫ К ЗАЧЕТУ

1. История создания углеродных волокон.
2. Структура и морфология углеродных волокон.
3. Свойства углеродных волокон.
4. Классификация углеродных волокон.
5. Применение углеродных волокон.
6. Сырье для получения углеродных волокон.
7. Получение углеродных волокон на основе полиакрилонитрила.
8. Получение углеродных волокон на основе гидратцеллюлозы.
9. Пиролитические углеродные волокна.
10. Виды сырья для производства пековых волокон, их сравнительная характеристика.
11. Получение нефтяного пека.
12. Получение каменноугольного пека.
13. Получение экстрактивного пека.
14. Получение изотропного пека.
15. Получение мезофазного пека.
16. Теоретические основы процесса получения углеволоконистых материалов из пеков.
17. Основы технологии и аппаратного оформления процессов получения углеволоконистых материалов на основе пеков.
18. Композиционные материалы и способы их получения.
19. Исходные материалы для получения композитов. Армирующие компоненты и полимерные связующие.
20. Технологии получения композиционных материалов на основе углеродных материалов.
21. Углерод-углеродные конструкционные материалы.
22. Свойства композиционных материалов и их применение.

# **ПЕРЕЧЕНЬ ОСНОВНОЙ И ДОПОЛНИТЕЛЬНОЙ УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ, НЕОБХОДИМОЙ ДЛЯ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ «ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ»**

## **Основная литература**

1. Красина, И. В. Натуральные текстильные волокна и методы их модификации / И. В. Красина, А. С. Парсанов, Е. А. Панкова; Министерство образования и науки России; Казанский национальный исследовательский технологический университет. – Казань: Казанский научно-исследовательский технологический университет (КНИТУ), 2018. – 84 с. – ISBN 9785788223988. –

URL: [http://biblioclub.ru/index.php?page=book\\_red&id=560569](http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=560569). –

Текст: электронный.

2. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология: учеб. пособие для студентов вузов, обучающихся по специальности «Технология переработки пластических масс и эластомеров» / М. Л. Кербер [и др.]; под общ. ред. А. А. Берлина. – Санкт-Петербург: Профессия, 2008. – 560 с. – ISBN 9785939131308. – Текст: непосредственный.

## **Дополнительная литература**

1. Перепелкин, К. Е. Армирующие волокна и волокнистые полимерные композиты / К. Е. Перепелкин. – Санкт-Петербург: Научные основы и технологии, 2009. – 380 с. – ISBN 5917030098. – Текст: непосредственный.

2. Химические волокна: сб. ст. / под ред. А. А. Конкина. – Москва: Химия, 1968. – 243 с. – Текст: непосредственный.

3. Буянов, А. Ф. Новые волокна / А. Ф. Буянов; редактор: Н. В. Михайлов. – Москва: Гос. изд-во техн.-теорет. лит., 1953. – 49 с. – URL: [http://biblioclub.ru/index.php?page=book\\_red&id=106798](http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=106798). – Текст: электронный.

4. Монкрифф, Р. У. Химические волокна / пер. с англ. Ю. В. Васильева, под ред. А. Б. Пакшвера. – Москва: Легкая индустрия, 1964. – 607 с. – Текст: непосредственный.

5. Батаев, А. А. Композиционные материалы: строение, получение, применение: учебник для вузов / А. А. Батаев, В. А. Батаев. – Новосибирск: Издательство НГТУ, 2002. – 383 с. – (Учебники НГТУ). – ISBN 5778203152. – Текст: непосредственный + электронный.  
<http://library.kuzstu.ru/meto.php?n=18695&type=nstu:common> – Текст: электронный.

**Перечень ресурсов  
информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»**

1. Официальный сайт Кузбасского государственного технического университета имени Т. Ф. Горбачева.  
Режим доступа: [www.kuzstu.ru](http://www.kuzstu.ru)