



УКРАЇНА

(19) UA (11) 38225 (13) U

(51) МПК (2006)

G01N 33/24

B05C 3/02

G01N 33/44

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ МАКСИМАЛЬНОЇ ВИСОТИ КАПІЛЯРНОГО ПІДЙОМУ ПРИ ПРОСОЧЕННІ ОРІЄНТОВАНИХ ВОЛОКНИСТИХ НАПОВНЮВАЧІВ

1

2

(21) u200810156

(22) 06.08.2008

(24) 25.12.2008

(46) 25.12.2008, Бюл.№ 24, 2008 р.

(72) КОЛОСОВ ОЛЕКСАНДР ЄВГЕНОВИЧ, UA

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
УКРАЇНИ "КІЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИ-
ТУТ", UA

(57) Спосіб визначення максимальної висоти капілярного підйому при просоченні орієнтованих волокнистих наповнювачів, переважно джгутового типу, зв'язаними полімерними зв'язуючими, що включає розміщення зразка в установці при фіксованому зусиллі його натягнення і занурення основи зразка у просочувальну ванну, вимірювання величин густини, крайового кута змочування і коефіцієнта поверхневого натягнення зв'язуючого, який відрізняється тим, що здійснюють твердіння просоченого орієнтованого волокнистого зразка за визначеного зусилля натягнення при його просочуванні і сушінні, отримують мікрошліф його перерізу у поперечному до волокон напрямі, у перерізі мікрошліфа експериментально досліджують розподіл довжин відстаней між суміжними волокнами при наперед заданій кількості вимірювань, отримуючи таким чином експериментальну гістограму або функцію розподілу $\varphi(\rho)$ пор за розмірами ρ , після чого знаходять співвідношення для

теоретичної кривої розподілу $\varphi(\rho)$ пор за розмірами ρ за умови найкращого наближення теоретичної кривої розподілу до експериментальної кривої розподілу, а максимальну висоту капілярного підйому зв'язуючого в наповнювачах визначають по співвідношенню:

$$H = \frac{k_0 b^{(1/c)}}{\beta_0 \sqrt{2}} \cdot \frac{\Gamma\left(\frac{2}{c}\right)}{\Gamma\left(\frac{1}{c}\right)} \cdot \frac{\sigma \cos \theta}{\gamma g},$$

де H - максимальна висота капілярного підйому зв'язуючого в наповнювачах, м;

Γ - гамма-функція Ейлера;

k_0 і β_0 - безрозмірні константи наповнювачів, що позначають відповідно шорсткість поверхні і коефіцієнт звивистості наповнювачів;

b і c - безрозмірні коефіцієнти експериментальної кривої розподілу $\varphi(\rho)$ пор наповнювача за розміром ρ ;

σ - коефіцієнт поверхневого натягнення зв'язуючого, Н/м;

θ - крайовий кут змочування зв'язуючого по наповнювачу, град;

γ - густина зв'язуючого, кг/м³;

g - прискорення вільного падіння, м/с².

Корисна модель відноситься до технології виробництва композиційних полімерних матеріалів, зокрема, до процесу просочення орієнтованих волокнистих наповнювачів (ОВН) джгутового полімерними зв'язуючими в технології "мокрого" намотування.

Як аналог вибраний спосіб визначення максимальної висоти капілярного підйому води в укріплених ґрунтах, що включає розміщення зразка в установці, підживлення його водою знизу, фіксацію верхньої межі капілярної облямівки в часі і визначення максимальної висоти капілярного підйому

води в укріплених ґрунтах, згідно якому зразок опромінюють гамма-випромінюванням до і після підживлення його водою, визначають відносне ослаблення гамма-випромінювання сухого і просоченого зразка, по якому встановлюють момент часу досягнення заданої висоти підйому капілярної облямівки, а максимальну висоту капілярного підйому води в укріплених ґрунтах визначають по формулі (1):

(13) U

(11) 38225

(19) UA

$$H = \frac{h}{\tau^{0.2}} \left[T_1 + \frac{1}{B} \left(\frac{k_1 \tau^{0.2} - h}{h} \right) \right] \quad (1)$$

де H - максимальна висота капілярного підйому води в укріплених ґрунтах, м;

h - поточна висота (задана) - виходячи з технічних можливостей радіоізотопного вимірювального пристрою, м;

$T_1 = 17520$ - час досягнення максимальної висоти капілярного підйому води в укріпленому ґрунті H , що має найбільшу висоту капілярного підйому, с;

$B = 2 \cdot 10^{-4}$ - параметр рівняння, одержаний експериментально, $1/c$;

$k_1 = 1,3384$ - параметр ґрунту з найбільшого заввишки капілярного підйому, одержаний експериментально, $м/год^{0.2}$.

T - час досягнення капілярної облямівки висоти h , год. [1].

Недолік відомого способу - складність його здійснення, а також неможливість використання для визначення максимальної висоти капілярного підйому при просоченні орієнтованих волокнистих наповнювачів.

Як найбільш близький аналог прийнятий спосіб визначення максимальної висоти капілярного просочення H ОВН, що трактується як капіляр радіусу $г$, полімерним зв'язуючим по формулі (2):

$$H = \frac{2\sigma \cos \theta}{\gamma g} \quad (2)$$

де σ - коефіцієнт поверхневого натягнення, $Н/м$;

θ - крайовий кут змочування зв'язуючого по наповнювачу, град;

γ - густина зв'язуючого, $кг/м^3$;

g - прискорення вільного падіння, $м/с^2$ [2].

Проте армуючий волокнистий наповнювач є системою елементарних волокон, переплєтених і сформованих у нитки, ровниці, джгути. При цьому волокнисту систему в загальному випадку не можна розглядати як просту суму лінійних капілярів з однаковим поперечним перетином. У загальному випадку капіляр не буде круглим, а його стінки гладкими. До того ж радіус змінюється по довжині капіляра.

Тому співвідношення (2) не враховує реальну структуру орієнтованого волокнистого наповнювача джгутового при просоченні що полімерними пов'язують. Внаслідок цього практично неможливо оцінити максимальну висоту підйому зв'язуючого в наповнювачі, тобто забезпечити якісне просочення при дискретно-кроковому методі, методі просочення шинкою капілярного насичення і ін., при просоченні джгутових наповнювачів високов'язкими зв'язуючими.

Задачею корисної моделі є підвищення точності визначення.

Вказана задача вирішується тим, що в спосіб визначення максимальної висоти капілярного підйому при просоченні орієнтованих волокнистих наповнювачів, переважно джгутового типу, в'язкими полімерними зв'язуючими, що включає розміщення зразка в установці при фіксованому зусиллі

його натягнення і занурення основи зразка у просочувальну ванну, вимірювання величин густини, краевого кута змочування і коефіцієнта поверхневого натягнення зв'язуючого, згідно корисної моделі, здійснюють твердіння просоченого орієнтованого волокнистого зразка за визначеного зусилля натягнення при його просочуванні і сушінні, отримують мікрошліф його перетину у поперечному до волокон напрямі, у перетині мікрошліфа експериментально досліджують розподіл довжин відстаней поміж суміжними волокнами при наперед заданій кількості вимірювань, отримуючи таким чином експериментальну гістограму або функцію розподілу $\varphi(\rho)$ пор за розмірами ρ , після чого знаходять співвідношення для теоретичної

кривої розподілу $\varphi(\rho)$ пор за розмірами ρ за умови найкращого наближення теоретичної кривої розподілу до експериментальної кривої розподілу, а максимальну висоту капілярного підйому зв'язуючого в наповнювачах визначають по співвідношенню

$$H = \frac{k_0 b^{(1/c)}}{\beta_0 \sqrt{2}} \cdot \frac{\Gamma\left(\frac{2}{c}\right)}{\Gamma\left(\frac{1}{c}\right)} \cdot \frac{\sigma \cos \theta}{\gamma g},$$

де H - максимальна висота капілярного підйому зв'язуючого в наповнювачах, м,

Γ - гамма-функція Ейлера,

k_0 і β_0 - безрозмірні константи наповнювачів,

що позначають відповідно шорсткість поверхні і коефіцієнт звивистості наповнювачів,

b і c - безрозмірні коефіцієнти експериментальної кривої розподілу $\varphi(\rho)$ пор наповнювача за розміром ρ ,

σ - коефіцієнт поверхневого натягнення зв'язуючого, $Н/м$,

θ - крайовий кут змочування зв'язуючого по наповнювачу, град,

γ - густина зв'язуючого, $кг/м^3$,

g - прискорення вільного падіння, $м/с^2$.

Перераховані вище ознаки складають сутність корисної моделі.

Нааявність причинно-наслідного зв'язку між сукупністю істотних ознак корисної моделі і технічним результатом, що досягається, полягає в наступному.

З аналізу літературних джерел невідомо використання детермінації (визначення) диференціальної кривої розподілу відстаней між суміжними волокнами в площині шліфа затвердженого мікропластика для визначення максимальної висоти капілярного підйому при просоченні орієнтованих волокнистих наповнювачів.

При розробці підходу до визначення кінетики подовжнього просочення ОВН полімерними зв'язуючими було встановлено, що найбільш адекватним представленням структури ОВН служить система паралельно-звивистих капілярів різних радіусів, яку можна детермінувати за допомогою функції розподілу $\varphi(\rho)$ капілярів по радіусах ρ .

Якщо під порами розуміти простір між суміжними волокнами, то шукана функція розподілу суть крива розподілу між суміжними волокнами в поперечному перетині ОВН джгутового типу. При цьому шукану криву розподілу можна одержати різними методами, наприклад, методом ртутної порометрії [3], а також, як було встановлено, структурним аналізом шліфів перетинів затверджених мікропластиків ОВН і ін. методами.

Як було експериментально встановлено, характерна крива розподілу для досліджуваних ОВН джгутового типу має вигляд, показаний на кресленні, для склопластика (о), органопластика (●) і вуглепластика (Δ). Крива одержана на підставі N = 2500 вимірів в площині шліфа на криву (усереднюванням п'яти однотипних кривих). При побудові експериментальних кривих для отримання репрезентативних результатів при проведенні вимірів в площині шліфа вільний член січної прямої був рівномірно розподіленою випадковою величиною в інтервалі (0,1).

Випадковість вибору січних реалізовувалася за допомогою алгоритму отримання випадкових чисел. Перевірка ідентичності характеру експериментальних і модельних (за допомогою ПЕОМ) кривих розподілів показала їх тотожність при більш, ніж N = 500 вимірах.

Для досліджених типів ОВН незалежно від типу зв'язуючого значення коефіцієнтів b і c кривої розподілу лежать відповідно в межах {0,108-0,134} і {0,912-1,093}. При цьому чим більше зусилля на-тягнення наповнювача при просоченні, тим менше приведений радіус r, визначуваний за (2). Відповідно змінюються значення коефіцієнтів b і c, а абсциса максимального значення щільності розподілу зрушується вліво, і навпаки.

На Фіг. показана експериментальна гістограма і криві розподілу $\Phi(r) = G(\ell)$ довжин відстаней і

поміж суміжними волокнами у площині шліфа орієнтованого волокнистого композиту. Було досліджено, що для практичних обчислень теоретичну функцію розподілу $G(\ell)$ пор за розмірами ℓ в структурі мікрошліфа затверділого волокнистого композита можна описати за допомогою рівняння (1)

$$G(\ell) = \Phi(r) = \frac{cb^{(1/c)}}{\Gamma(1/c)} \exp(-b\rho^c) \quad (4)$$

де ρ - випадкова величина, що характеризує відстані поміж суміжними волокнами (довжинами екстхорд), мкм,

$\Gamma(1/c)$ - гамма-функція Ейлера,

b і c - позитивні константи, які визначають з експериментальної гістограми розподілу довжин екстхорд за умови найкращого наближення теоретичної кривої розподілу до експериментальних ординат.

При цьому рівняння теоретичної кривої розподілу $\Phi(r) = G(\ell)$ пор за розмірами ℓ знаходять за умови найкращого наближення теоретичної кривої розподілу (4) до експериментальної кривої розподілу.

У таблиці 1 приведені порівняльні дані по прогнозуванню максимальної висоти поздовжнього просочення ОВН епоксидним зв'язуючим ЕДТ-10 (ГОСТ 1.0587-84) при температурі 50°C джгутових волокнистих наповнювачів трьох типів: скловолокнистого (ВМПС-6-7,2X1X2-270 по ТУ 6-11442-77) органоволокнистого (на основі волокна СВМ лінійною щільністю 29,4 текст по ТУ 8-76-341-83) і вуглеволокнистого (марки Thornel - 300 (США) з щільністю $\rho_v = 1772 \text{ кг/м}^3$, $\sigma_v = 2,24 \text{ ГПа}$, $E = 234 \text{ ГПа}$).

Таблиця 1

Порівняння способів визначення
максимальної висоти підйому зв'язуючого в ОВН

№ п/п	Способи	Приведений радіус r, мкм	Коеф-т b	Коеф-т c	Час досягнення висоти t_n с	Гранична висота просочення Н.103,м
1	Спосіб найбільш близького аналога*	4,97	-	-	-	1,08
		5,40	-	-	-	0,70
		7,15	-	-	-	0,68
2	Пропонуємий спосіб*	-	0,123	0,996	80	1,37
		-	0,129	1,018	90	1,07
		-	0,127	1,011	85	1,24
3	Експериментальне Дослідження	-	-	-	82	1,49
		-	-	-	93	1,00
		-	-	-	87	1,11

*Примітка: верхнє значення приведено склонаповнювача, середнє - органонаповнювача, нижнє - вугле-наповнювача; при цьому значення коефіцієнтів $k_0 i \beta_0$ для цих ОВН відповідно склали: 1,42 і 1,11 ; 1,35 і 1,03; 1,34 і 1,06.

Зусилля натягнення наповнювача при просочуванні (і сушінні) складало 3 Н/м. При прогнозуванні за способом прототипу капілярний радіус r вибирався як середнє значення радіусу при оптимальній (гексагональній) упаковці волокон в перетині рівновеликих волокон джгута [4].

При експериментальному дослідженні кінетики поздовжнього просочення переміщення верхньої межі капілярного підйому зв'язуючого реєструвалося катетометром типу КМ-6, напроти об'єктиву якого встановлювалось симетрично щодо скляного теплообмінника із зразком наповнювача всередині джерело стабілізованого світла.

Визначення максимальної висоти підйому зв'язуючого проводилося на підставі результатів усереднювання для п'яти значень.

Величину змочувальної здатності $\sigma \cos \theta$ визначали по максимальній висоті його затікання по капіляру, що калібрується, з ОВН матеріалу під дією сил поверхневого натягнення по формулі:

$$\sigma \cos \theta = LR^2 g/2,$$

де L - максимальна висота затікання, м;

R - радіус капіляра, що калібрується, м [5].

Для використовуваного зв'язуючого ЕДТ-10 величина змочувальної здатності по склонаповнювачу, органонаповнювачу і вугленаповнювачу відповідно складала $3,12 \cdot 10^{-2}$ Н/м, $2,2 \cdot 10^{-2}$ Н/м і $2,7 \cdot 10^{-2}$ Н/м. Густина зв'язуючого при 50°C складала $1,18 \cdot 10^3$ кг/м³ (ГОСТ 15139-69). Приведений капілярний радіус r для досліджуваних видів ОВН відповідно склав 4,97 мкм; 5,40 мкм, 7,15 мкм.

Як видно з табл. 1, при використанні способу найбільш близького аналога помилка при визна-

ченні H досягає до 30-40%, тоді як для пропонованого способу - не більше 10%.

При прогнозуванні граничної висоти поздовжнього просочення H для реального технологічного процесу досить провести експериментальні виміри в площині шліфів мікропластиків, одержаних при мінімальному і максимальному натягненні в процесі просочення і твердіння та детермінувати відповідні криві розподілів (нижня і верхня оцінка).

Таким чином, при використанні пропонованого способу враховуються такі особливості ОВН джгутового, як шорсткість, звивистість (закрученість) елементарних волокон (філаментів), неоднорідність їх розподілу по перетину і розкид по діаметру, що сприяє підвищенню точності визначення.

Необхідно відзначити, що спосіб, який пропонується, може бути застосовний і для оптично непрозорих наповнювачів, для яких неможливо проводити експериментальні дослідження оптичним способом (вуглецеві, металеві і ін. волокна).

Джерела інформації

1. А.С. СССР №1379730, МПК G01N33/24, 1988г.
2. Шалун Г.Б., Сурженко Е.М. Слоистые пластики.- Л., Химия, 1978. С.83.
3. Чизмаджев Ю.А., Маркин В.С., Тарасевич М.Р., Чирков Ю.Г. Макрокинетика процессов в пористых средах.- М., Наука, 1971. - 364с.
4. Ван Фо Фы Г.А. Конструкции из армированных пластмасс. - К.: Наукова думка, 1970. - 220с.
5. Малкин А.Я., Чалых А.Е. Диффузия и вязкость полимеров. Методы измерения.- М.- Химия» 1979. - 304с.

