

ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫЕ

Том (A) XI

СОЕДИНЕНИЯ

№ 2

1969

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

УДК 678.01:53

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТУДНЕЙ ПРИ ОДНООСНОМ СЖАТИИ

Г. Л. Слонимский, В. Ф. Алексеев, В. Я. Гринберг,
Д. Б. Изюмов, В. Б. Толстогузов

Широко распространенным прибором для исследования деформации одноосного сжатия при разных температурах являются динамометрические весы, предложенные в [1, 2].

Одноосным сжатием сравнительно редко пользовались для характеристики механических свойств студней. Ранее [3, 4] его применяли для изучения студней желатины используя, однако, весьма примитивные и неточные приспособления. Позднее в [5 и 6] использовали так называемые «цепные весы». Этот прибор довольно сложен конструктивно, хотя и обеспечивает необходимую точность измерений. Наконец, одностороннее сжатие студней изучали также в [7] на частотном приборе, описанном в [8].

В данном сообщении описана простая и удобная установка, представляющая собой модификацию динамометрических весов, позволяющая с большой точностью изучать термомеханические свойства студней при одноосном сжатии.

Равноплечие аналитические весы типа АДВ-200М установлены на специальной станине, к которой снизу на стальных направляющих крепится рабочий столик и перемещаемая стеклянная рубашка термостата.

В центре рабочего столика находится микрометрический винт с держателем для установки и вертикального перемещения образца. Лампочка в осветителе аналитических весов заменена на более мощную для четкого проектирования микрошкалы весов на матовый экран, установленный на горизонтальной штанге, которая, в свою очередь, закреплена на станине. Стеклянная рубашка и рабочий столик образуют рабочую камеру прибора. В рубашку подается вода из ультратермостата для термостатирования или нагрева с постоянной скоростью. Температура в рабочей камере контролируется при помощи термометра или термопары с точностью $\pm 0,1^\circ$. Чтобы устранить высыхание образца, пространство рабочей камеры насыщается парами растворителя. Растворитель заливают в специальную канавку на рабочем столике. В нижнюю часть пуансона запрессовывают тefлоновый диск для предотвращения возможного прилипания образца к пуансону.

Преимуществом предлагаемого прибора является точное и удобное измерение деформаций образца в пределах от 0,01 до 5 мм. Повышенная точность отсчета достигается проектированием увеличенной (в нашем случае в 20 раз) микрошкалы весов на матовый экран, установленный на расстоянии 1,5 м и снабженной десятичным нониусом. Применение нониуса позволяет дополнительно увеличить точность отсчета (в 5 раз) и измерять деформацию образца с точностью $\pm 0,001$ мм. Зависимость показаний прибора от вертикального перемещения пуансона контролировалась при помощи катетометра. Показано во всем интервале измерений, что по всей длине шкалы сохраняется линейная зависимость между показаниями прибора и деформацией.

Образцы для испытаний обычно имеют форму цилиндра диаметром 10—13 мм и высотой 13—20 мм. Размеры образцов контролируют при помощи катетометра с точностью $\pm 0,05$ мм. Образцы готовят заливкой расплавов соответствующих студней в специальные формы из нержавеющей стали или органического стекла. К их качеству, в первую очередь к обработке поверхности, предъявляются высокие требования ввиду большой чувствительности прибора. Хорошее качество образцов может быть достигнуто двумя путями. По первому способу образцы готовятся в форме (рис. 1, а), состоящей из двух скрепленных муфтой колец из органического стекла и чашечки несколько большего диаметра, которая служит дном формы. В чашечку устанавливают кольца, а затем заливают расплавленный парафин, скрепляющий элементы формы. Внутренние поверхности формы покрывают тонким слоем силиконового масла

или вазелина. По окончании процесса студнеобразования соединительную муфту снимают и отливку разрезают в месте стыка колец тонкой проволокой ($\varnothing < 0,1 \text{ мм}$), натянутой на рамку. Затем отделяется дно формы, и образец легко извлекается с помощью плюнжера. Верхняя поверхность образца, полученного таким способом, имеет все же некоторые неровности и поэтому при измерениях ставится на предметный столик.

Второй способ требует применения несколько более сложной формы, но позволяет изготавливать более совершенные образцы. Форма состоит из двух металлических шайб определенной высоты, которые имеют по одному или нескольким соосным цилиндрическим отверстиям с диаметром, соответствующим диаметру образца. Эти шайбы (полуформы) пришлифованы одна к другой. Отверстие снизу закрывается хорошо пришлифованным диском, который образует дно формы. Внутреннюю поверхность цилиндрических отверстий и шлифованные поверхности полуформ и диска смазывают силиконовым маслом, собирают форму (рис. 1, б) и термостатируют ее при температуре расплава студня. Затем заливают расплав, выдерживают некоторое время до подъема пузырьков воздуха в верхнюю полуформу, после чего ее сдвигают относительно нижней полуформы, закрывая последнюю. Готовые образцы студня осторожно извлекают плюнжером из нижней полуформы.

Методика работы на описываемом приборе в основном не отличается от общепринятой. Однако метод определения нулевой точки отсчета при работе с жесткими

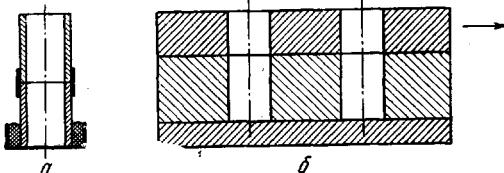


Рис. 1. Формы для заливки образцов

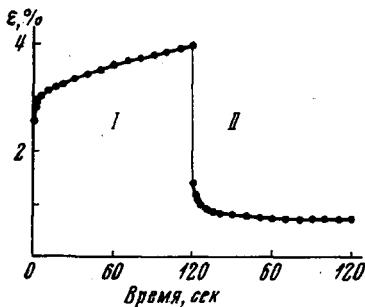


Рис. 2. Зависимость деформации 15%-ного студня желатины от времени при напряжении 14 800 дин/см² и температуре 20°:

I — нагрузка; II — отдых.
По оси абсцисс — время, мин.

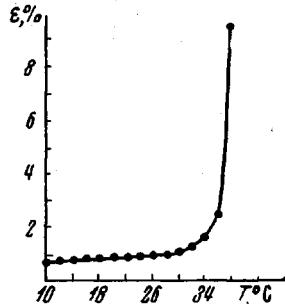


Рис. 3. Зависимость мгновенной деформации 15%-ного студня желатины от температуры при напряжении 3700 дин/см²

полимерами неприменим при исследовании студней. При одноосном сжатии жестких полимеров наблюдаются отклонения от закона Гука при малых нагрузках, объясняемые микрошероховатостями поверхности образца и отклонением от параллельности оснований образца и пuhanсона [1]. Поэтому за нулевую точку отсчета принимают показание шкалы при минимальной нагрузке, начиная с которой выполняется закон Гука. По тем же причинам при работе со студнями наблюдали отклонения от закона Гука в области малых нагрузок. Студни, однако, уже при малых нагрузках обычно сильно деформируются, поэтому определение нулевой точки отсчета вышеуказанным способом вносит существенную погрешность в измерение.

Мы использовали следующий способ определения нулевой точки отсчета. Изменяются мгновенные деформации образца минимально при трех различных нагрузках в области выполнения закона Гука. Через экспериментальные точки в координатах нагрузка — деформация проводится прямая, экстраполяция которой к нулевой нагрузке дает «кажущуюся деформацию», принимаемую за нулевую точку отсчета.

Предлагаемый метод исследования деформации студней позволяет получать хорошо воспроизводимые результаты. Например, при параллельных испытаниях разных образцов студня желатины одной и той же концентрации ошибка в измерении деформации не превышает 5%. Описываемый метод применим для исследований студней в широком интервале концентраций и температур. Он дает возможность изучать зависимости деформации от напряжения, температуры и времени для студней, имеющих значение модуля упругости от 10^8 до 10^7 дин/см².

На рис. 2 и 3 приведены некоторые примеры измерений на описанных выше весах. На рис. 2 показана зависимость деформации 15%-ного студня желатины от времени при постоянных напряжении и температуре, а на рис. 3 — зависимость мгновенной деформации того же студня от температуры при постоянном напряжении.

Выводы

1. Предложен прибор для исследования термомеханических свойств студней при одноосном сжатии и описана методика работы на нем.
2. Приведены примеры измерения термомеханических свойств 15%-ного студня желатины.

Институт элементоорганических соединений
АН СССР

Поступила в редакцию
28 III 1968

ЛИТЕРАТУРА

1. В. А. Каргин, Т. И. Соголова, Ж. физ. химии, **23**, 530, 1949.
2. Г. Л. Слонимский, Т. И. Соголова, ЖВХО им. Д. И. Менделеева, **6**, 389, 1961.
3. E. Hatschek. J. Phys. Chem., **36**, 2994, 1932.
4. Ph. Bamberg. Biochem. Z., **270**, 366, 1934.
5. H. Fijita, K. Ninomaiya, T. Nomma. Bull. Chem. Soc. Japan, **25**, 374, 1952.
6. K. Agakawa, Bull. Chem. Soc. Japan, **33**, 1568, 1960.
7. П. И. Зубов, З. Н. Журкина, В. А. Каргин, Коллоидн. ж., **9**, 110, 1947.
8. А. П. Александров, Ю. С. Лазуркин, Ж. техн. физики, **9**, 1241, 1939.

THE METHOD OF STUDY OF THERMOMECHANICAL BEHAVIOR OF GELS DURING UNIAXIAL COMPRESSION

G. L. Slonimskii, V. F. Alekseev, V. Ya. Grinberg,
D. B. Izyumov, V. B. Tolstoguzov

Summary

The method of study of thermomechanical behavior of gels during uniaxial compression by modified dynamometric balance is described.