

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

УДК 541.64:539.3

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
ЕДИНИЧНЫХ УЛЬТРАТОНКИХ ПОЛИМЕРНЫХ ВОЛОКОН*Захарьян А. А., Петрянов-Соколов И. В.*

Описана разрывная установка для исследования физико-механических свойств единичных ультратонких полимерных волокон. Предложена методика проведения эксперимента.

Главными трудностями при исследовании физико-механических свойств ультратонких полимерных волокон являются очень малое усилие, требующееся для разрыва единичного волокна, и сложность закрепления его в разрывной машине. В настоящее время разработаны различные машины для определения прочностных свойств полимерных волокон, однако эти приборы используются в случае испытания материалов, сопротивление на разрыв которых не ниже 5 г [1-3]. Ультратонкие единичные полимерные волокна диаметром 0,5-20 мкм имеют прочность: на разрыв 20-200 мг соответственно.

Для изучения прочностных свойств таких полимерных волокон в НИФХИ им. Л. Я. Карпова была разработана разрывная установка, позволяющая проводить исследования в требуемом интервале нагрузок. Принципиальная блок-схема показа-

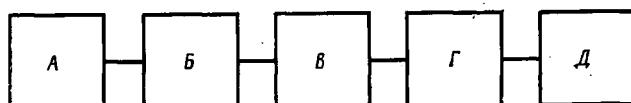


Рис. 1. Блок-схема разрывной установки: A – разрывная машина, B – блок установки нуля, C – блок усиления сигнала, D – блок калибровки, E – самописец

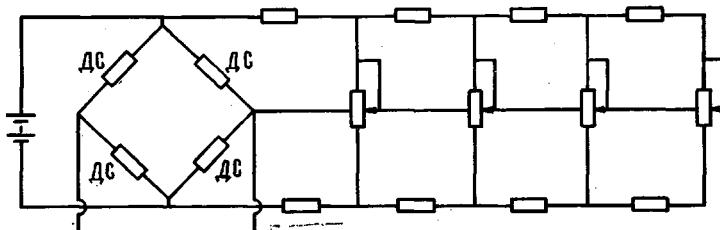


Рис. 2. Блок установки нуля (ДС – датчик сопротивления)

на на рис. 1. Блок установки нуля служит для балансировки мостовой схемы (рис. 2). Переменные сопротивления используются для грубой и плавной установки нуля. Выводы от блока установки нуля соединены с блоком усиления сигнала. Для усиления сигнала от мостовой схемы служит микровольтмикроамперметр Ф116/1. Блок калибровки состоит из магазина сопротивлений МСР-60, основные функции которого – корректировка показаний Ф116/1 и самописца, а также подбор диапазона для измерений нагрузок.

На рис. 3, а показана схема разрывной машины. Датчик силы 1 состоит из жестко закрепленной с одной стороны кварцевой пластины (толщина 0,05-0,1 мм), на которую наклеены четыре датчика сопротивления (база 20 см, сопротивление 400 Ом), соединенные по схеме моста [4, 5]. Датчик силы связан с блоком усиления и находится в теплоизолированном кожухе. Верхний захват 2, соединенный с кварцевой пластиной, представляет собой крючок из тонкой стальной проволоки (рис. 3, б). Вес крючка со штоком 25-30 мг. Такой малый вес верхнего захвата практически не влияет на чувствительность датчика силы. Для перерезания боковых сторон рамки служат приспособления 3. Термостатирование исследуемого образца достигается с помощью термокамеры 5, свободно перемещающейся в вертикальном направлении. Разрывная машина снабжена шкалой, по которой можно найти положение линии Б-Б по отношению к началу отсчета (линия А-А). Калибровка установки осуществляется разновесами.

Волокно без деформации наклеивается на рамку (рис. 3, в). Рабочая длина образца определяется из кривой растяжения и знания положения линии *B-B* по шкале на разрывной машине и превышает высоту рамки *c-d*. После наклейки волокна на рамку и определения его диаметра под микроскопом одна из боковых сторон рамки перерезается и рамка с образцом навешивается на крючок 2 разрывной машины. С помощью нижнего зажима 4 закрепляется нижняя часть рамки. После этого при способлениями 3 перерезается вторая боковая сторона рамки. В результате проде-

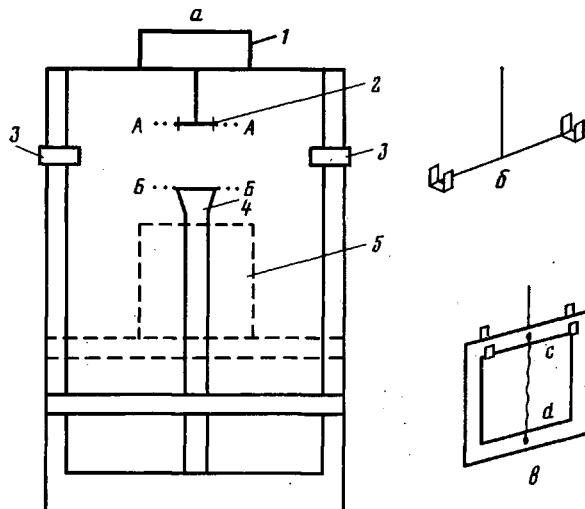


Рис. 3. Принципиальная схема разрывной машины: *a* – разрывная машина, *b* – крючок, *c* – крючок с рамкой

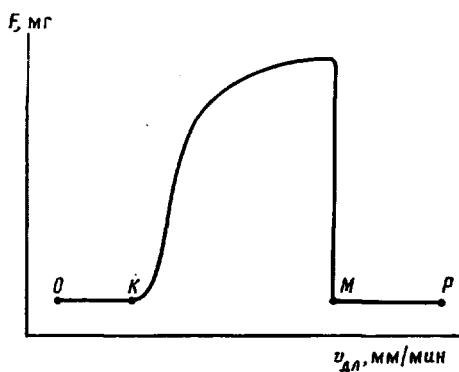


Рис. 4. Диаграмма растяжения: *O* – включение разрывной машины, *K* – начало растяжения волокна, *M* – конец растяжения, *P* – выключение разрывной машины и самописца

ланных операций волокно остается зажатым между линиями *A-A* и *B-B*. Разрывная машина и самописец включаются одновременно. Кривая растяжения имеет вид, показанный на рис. 4.

Начальная длина образца определяется из уравнения

$$l_0 = l_p - (l_{KM} - l_{MP}) \frac{v_{PM}}{v_{DL}},$$

где l_p – конечное расстояние между линиями *A-A* и *B-B* по шкале на разрывной машине, мм; l_{KM} и l_{MP} – отрезки прямой по диаграммной ленте, мм; v_{PM} – скорость растяжения разрывной машины, мм/мин; v_{DL} – скорость движения диаграммной ленты, мм/мин.

Основные технические данные разрывной установки: скорость растяжения 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 16; 32 мм/мин; диапазоны измеряемых нагрузок 0–30, 0–50, 0–100, 0–200, 0–500, 0–1000 мг; пороговая чувствительность 3 мг (по силе) и $2 \cdot 10^{-3}$ мм (по удлинению); погрешность измерения не более 1 (по силе) и 2% по удлинению; максимальный ход нижнего зажима 60 мм; температурный интервал 20 – 150°.

ЛИТЕРАТУРА

1. Петрова И. Н. Машины для испытания текстильных волокон. М.: ЦНИИТЭИлер-пром, 1968, с. 67.
2. Демина Н. В. Методы физико-механических испытаний химических волокон, нитей и пленок. М.: Легкая индустрия, 1969, с. 64.
3. Петрова И. Н. Новые приборы для исследования процесса растяжения текстильных нитей. М.: Моск. дом науч.-техн. пропаганды, 1966, с. 33.
4. Логинов В. Н. Электрические измерения механических величин. М.: Энергия, 1976, с. 23.
5. Малкин А. Я., Аскадский А. А., Коврига В. В. Методы измерения механических свойств полимеров. М.: Химия, 1978, с. 196.

Научно-исследовательский физико-технический
институт им. Л. Я. Карпова

Поступила в редакцию
12.I.1981

TECHNIQUE OF THE DETERMINATION OF PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF SINGLE ULTRA-THIN POLYMER FIBERS

Zakhar'yan A. A., Petryanov-Sokolov I. V.

Summary

The tensile testing machine for the study of physico-mechanical properties of single ultra-thin polymer fibers is described. The technique of performing the experiment is proposed.

УДК 541(64+24):543.544

МОЛЕКУЛЯРНО-МАССОВЫЙ АНАЛИЗ ОЛИГОМЕРОВ С ПОМОЩЬЮ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЭКСКЛЮЗИОННОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Нефедов П. П., Куренбин О. И., Жмакина Т. П.,
Лазарева М. А., Беленький Б. Г.

Предложен новый алгоритм расчета ММР и средних молекулярно-массовых характеристик олигомеров на основе экспериментальных данных, полученных методом высокоеффективной эксклюзионной хроматографии для случая, когда хотя бы часть хроматограмм разделяется на индивидуальные пики. Хорошее соответствие экспериментальной и рассчитанной хроматограмм свидетельствует о хорошем качестве применяемого алгоритма и позволяет использовать хроматографию высокого разрешения как масс-спектрометрический метод при определении основных молекулярно-массовых характеристик олигомеров.

Одним из наиболее современных методов исследования ММР и других видов полидисперсности олигомеров является гель-проникающая или эксклюзионная жидкостная хроматография (ЭЖХ) [1-8]. Расчету ММР из хроматограмм обязательно предшествуют процедуры коррекции этих хроматограмм на приборное уширение, основные способы которых изложены в работах [9, 10]. При этом особенно важно знать, какова форма пика полимер- или олигомеромолога $G(V, V_p)$, выходящего с удерживаемым объемом V_p , и как $G(V, V_p)$ зависит от степени полимеризации P и соответственно от V_p . Обзоры методов коррекции даны в работах [3, 7, 8].

Информативность метода ЭЖХ существенно повышается при использовании высокоеффективных хроматографических колонок. Соединенные последовательно в серию, эти колонки образуют хроматографические системы с эффективностью $N \geq 10\,000$ теоретических тарелок. Осуществляемая на таких системах ЭЖХ называется высокоеффективной или ВЭЖХ. При ВЭЖХ вся хроматограмма олигомера или хотя бы ее часть разделена на соответствующие олигомеромологам отдельные пики. Отличительная особенность ВЭЖХ состоит в том, что экспериментальная хроматограмма позволяет непосредственно наблюдать дискретный характер ММР олигомеров и по соотношению пиков на хроматограмме определять вид ММР. Использование этой особенности ВЭЖХ лежит в основе всех известных хроматографических методов определения ММР олигомеров [8-17].

Впервые ВЭЖХ для исследования ММР и состава полностью разделенных олигомерных смесей была применена в работах [11, 12]. К сожалению, экспериментально не всегда возможно достичь полного разделения всех без исключения олигомеромологов. В условиях ВЭЖХ предельно высокого разрешения (без использования ре-