

Таким образом, γ -облучение целлюлозы позволяет достичнуть существенно меньших величин степени полимеризации, чем достигаемые при термообработке. В то же время предварительная термообработка дает возможность значительно уменьшить поглощенную дозу, требуемую для достижения той же глубины деструкции, что и при облучении необработанной целлюлозы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Голова О. П., Крылова Р. Г., Николаева И. И. Высокомолек. соед., 1959, т. 1, № 9, с. 1295.
2. Дмитриева О. А., Потапова Н. П., Шарков В. И. Журн. прикл. химии, 1964, т. 37, № 7, с. 1583.
3. Целлюлоза и ее производные/Под ред. Байкла Н., Сегала Л. М.: Мир, 1974, т. 2, с. 233.
4. Sakurada I., Okada T., Kaji K. J. Polymer Sci. C, 1972, № 37, p. 1.
5. Климентов А. С., Федоров А. Л., Когельникова Н. Е., Петропавловский Г. А., Волкова Л. А., Ершов Б. Г. Журн. прикл. химии, 1981, № 3, с. 686.
6. Болотникова Л. С., Данилов С. Н., Самонова Т. И. Журн. прикл. химии, 1966, т. 39, № 1, с. 248.
7. Golden J. H., Hazell E. A. J. Polymer Sci. A, 1963, № 1, p. 1671.
8. Ершов Б. Г., Самуйлова С. Д., Петропавловский Г. А., Васильева Г. Г. Докл. АН СССР, 1984, т. 274, № 1, с. 802.

Институт физической
химии АН СССР

Поступила в редакцию
14.XI.1983

УДК 541.64:539.3

ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ПРОФИЛОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОТРЕЩИН, ОБРАЗУЮЩИХСЯ ПРИ ДЕФОРМИРОВАНИИ ПОЛИМЕРОВ В ЖИДКИХ СРЕДАХ

**Пазухина Л. Ю., Ярышева Л. М., Таракова Л. А.,
Недужий С. А., Козлов П. В.**

Механическое поведение полимера при деформировании в жидких средах во многом определяется процессами развития специфических микротрещин (их количеством, скоростью роста, величиной раскрытия) [1, 2]. В связи с этим использование новых методов, позволяющих исследовать процесс микрорастяжения, приобретает важное значение.

Для изучения микротрещин, образующихся при растяжении полимеров (как, впрочем, и других твердых тел), существует несколько основных методов. Наиболее точным и информативным методом, позволяющим следить за числом микротрещин, их ветвлением и размерами, включая и микротрещины небольших размеров, является метод сканирующей электронной микроскопии. Однако основная сложность этого метода заключается в том, что в процессе приготовления образцов для электронной микроскопии образовавшаяся при деформировании в жидкой среде структура микротрещин может значительно изменяться. Микротрещины, возникающие при деформировании в среде, «схлопываются» при ее удалении. Кроме того, в процессе сушки под действием напряжения микротрещины могут деформироваться и ветвиться. Чтобы избежать такого искажения структуры микротрещин, прибегают к дополнительным методам — заполнению микротрещин наполнителями (например, жидкой серой, смесью жидкой серы и йода и т. д.), которые при отверждении действуют как агенты, укрепляющие исходную структуру [3]. В связи с этим чрезвычайно важно использование таких методов исследования микротрещин, возникаю-

щих при деформировании полимеров в среде, которые позволили бы следить за структурой микротрещин непосредственно при деформировании в адсорбционно-активной среде.

Недавно был описан прибор, сконструированный на основе оптического микроскопа, и предложен метод, позволяющий с помощью кино- или фотосъемки непосредственно при деформировании в среде оценивать количество возникающих микротрещин и следить за кинетикой их роста [4]. К недостаткам метода можно отнести то, что он применим только в том случае, когда при деформировании полимеров образуется сравнительно

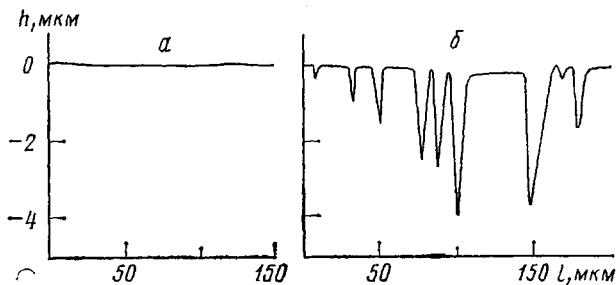


Рис. 1. Профилограммы недеформированной (а) и растянутой в этаноле пленок ПЭТФ (б). Степень вытяжки 20%; скорость $3,33 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

небольшое число микротрещин, притом достаточно больших, чтобы их можно было зарегистрировать в оптический микроскоп. Кроме того, этот метод применим только к прозрачным материалам небольших толщин.

В данной работе предлагается использовать профилографический метод для количественного исследования микротрещин, образующихся при растяжении полимеров в жидкых средах, что позволяет быстро и эффективно оценивать число микротрещин и их размеры.

Исследования проводили на профилографе-профилометре модели Е-112. Принцип действия прибора основан на ощупывании исследуемой поверхности алмазной иглой с радиусом закругления 0,01 мм и преобразовании колебаний иглы в изменения напряжения индуктивным методом. Запись проводили электротермическим способом на электротермической диаграммной бумаге в прямоугольной системе координат с вертикальным увеличением от 10^3 до $2 \cdot 10^4$ и горизонтальным увеличением от 2 до $4 \cdot 10^3$. Прибор позволяет оценивать шероховатость поверхности с 5-ого по 12-й класс (среднее арифметическое отклонение микронеровностей от средней линии профиля до 0,03 мкм). При деформировании полимера в адсорбционно-активной среде микротрещины развиваются прежде всего на поверхности деформируемого образца, так как для таких микротрещин значение поверхностной энергии значительно снижено. Записывая профиль поверхности деформированного образца, можно получить большую информацию об образовавшихся микротрещинах.

Суть метода заключается в следующем. Образец после деформирования в жидкой среде сразу же помещали в глицерин или в какую-либо другую вязкую среду, предотвращающую «схлопывание» образовавшихся микротрещин и позволяющую сохранить неизменной их структуру. Затем на профилографе-профилометре записывали профилограммы поверхности образцов, смоченных в глицерине.

На рис. 1 приведены примеры профилограмм недеформированного ПЭТФ (рис. 1, а) и ПЭТФ, растянутого в среде абсолютированного этанола до 20% деформации со скоростью растяжения $3,33 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (рис. 1, б). Подсчитав число «впадин», каждая из которых соответствует индивидуальной микротрещине, можно очень легко, быстро и довольно точно подсчитать число возникших в образце микротрещин. Исследовали образцы, деформированные в адсорбционно-активных средах до 50% деформации. При более высоких степенях деформации происходит слияние и ветвление микротрещин, что усложняет интерпретацию полученных данных для статистического подсчета числа микротрещин. По глубине и ширине впадин можно судить о размерах микротрещин. Используя

широкие возможности профилографа-профилометра (изменяя скорость движения регистрирующего датчика вдоль образца, условия записи профилограмм, регулируя таким образом величину вертикального и горизонтального увеличения), можно исследовать образцы, полученные в самых разных условиях деформирования, в том числе и образцы с большим числом микротрещин небольших размеров.

На рис. 2 приведены зависимости числа микротрещин от скорости растяжения при деформировании ПЭТФ в абсолютированном этаноле, полу-

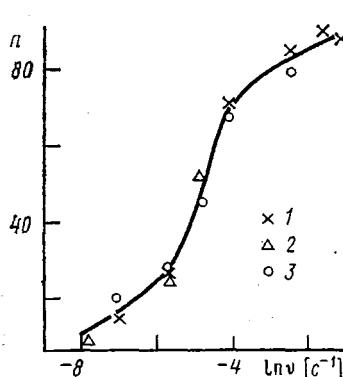


Рис. 2. Зависимость числа микротрещин n на 1 мм длины образца от скорости растяжения v . Сопоставлены данные, полученные методом сканирующей электронной микроскопии (1), оптической микроскопии (2) и профилографическим методом (3).

ченные оптической и электронной микроскопией и профилографическим методом. Наблюдается хорошее согласие между результатами, полученными этими тремя методами. Отметим, что оптическим методом получить достоверные данные при скоростях растяжения выше $6 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ невозможно, так как количество возникающих микротрещин становится настолько большим, что разрешающей способности оптического микроскопа оказывается недостаточно.

Основное достоинство профилографического метода изучения возникающих микротрещин состоит в его простоте и быстроте. Длительность измерения профилограммы определяется скоростью перемещения датчика и составляет 0,2; 1,0 и 10 мм/мин. Метод удобен для статистической обработки с целью установления таких зависимостей процесса микрорастескивания, как плотность микротрещин на единицу длины, их средний размер или распределение по размерам в

зависимости от природы полимера и условий деформирования. Таким образом,

профилографический метод исследования микротрещин сочетает преимущества традиционных методов — точность и большую разрешающую способность электронной сканирующей микроскопии и возможность исследования микротрещин непосредственно в условиях их развития при применении оптической микроскопии. Следует также указать на универсальность метода и его применимость к прозрачным и непрозрачным полимерным пленкам любых толщин.

ЛИТЕРАТУРА

1. Brown N., Fisher S. J. Polymer Sci. Polymer Phys. Ed., 1975, v. 13, № 7, p. 1315.
2. Ярышева Л. М., Пазухина Л. Ю., Луковкин Г. М., Волынский А. Л., Бакеев Н. Ф., Козлов П. В. Высокомолек. соед. А, 1982, т. 24, № 10, с. 2149.
3. Kamboor R. P. J. Polymer Sci. Macromolec. Rev., 1973, v. 7, № 1, p. 1.
4. Пазухина Л. Ю., Ярышева Л. М., Сточес Р. Н., Бакеев Н. Ф., Козлов П. В. Высокомолек. соед. А, 1982, т. 24, № 8, с. 1784.

Московский государственный университет
им. М. В. Ломоносова

Поступила в редакцию
19.XI.1983