

УДК 678.012.4

Неймарк В.М., Ульянов Л.П. Установка для исследования динамических механических характеристик полимеров – механический спектрометр ДХП-2// Научное приборостроение. Л.: Наука, 1987.

Описываются новые методы измерения физико-механических характеристик полимеров. Приводятся основные технические характеристики широкодиапазонного механического спектрометра ДХП-2, разработанного ЦКБ УП НТО АН СССР, и дается их анализ в сравнении с зарубежными приборами аналогичного назначения. Рассматриваются современные тенденции дальнейшего развития механических спектрометров. Библиогр.3 назв. Ил.2.

В.М.Неймарк, Д.П.Ульянов

УСТАНОВКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИНАМИЧЕСКИХ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛИМЕРОВ — МЕХАНИЧЕСКИЙ СПЕКТРОМЕТР ДХП-2

Модифицирование и легирование выпускаемых промышленностью полимеров и создание новых полимерных материалов требуют современных эффективных методов измерения их физико-механических характеристик. Среди этих методов особое место занимают способы "неразрушающих" измерений свойств полимеров. Такие неразрушающие измерения проще всего осуществляются в колебательных режимах с малыми амплитудами механических воздействий, которые позволяют определить реакцию полимерных материалов на различных частотах, т.е. при разных скоростях воздействия. В этом заключается существо метода механической спектроскопии (динамического метода), т.е. определение спектра времен релаксации материала со структурой, неизменной деформированием.

Динамические испытания позволяют изучить вязкоупругие свойства полимерных систем в широком диапазоне изменения их свойств от текучего до стеклообразного, чему соответствует изменение их вязкости и упругости в $\sim 10^{10}$ раз. Для расчета таких важных физико-механических параметров, как значения начальной вязкости, начальных коэффициентов нормальных напряжений, начального модуля высокоэластичности, отвечающих предельно низким скоростям деформации, и для расчета спектра релаксации требуется широкий диапазон частот деформирования 10^{-5} – 10^2 Гц, т.е. до частот, соответствующих механическому стеклованию полимеров. В этом диапазоне частот тангенса угла механических потерь может изменять свое значение по крайней мере в пределах от 0.01 до 100. Отсюда вытекают требования к допустимой погрешности измерения угла механических потерь, которая не должна превышать 0.05° при больших и малых значениях этого угла.

Среди методов изучения механических динамических характеристик полимеров наибольшее развитие приобрел метод вынужденных моногармонических нерезонансных колебаний, позволяющий получить обширную информацию о вязкоупругом поведении полимера в широком диапазоне частот при заданных их значениях.

Динамические испытания полимеров в области инфранизких частот (10^{-1} – 10^{-5} Гц) сопряжены с большими затратами времени. Полное время измерений механических динамических параметров полимера на некоторой фиксированной частоте ω , включая время, затраченное на подготовительные, расчетные и заключительные операции, состоит из времени переходного процесса, являющегося непроизводительным, и времени амплитудно-фазовых измерений.

В области ИК частот инерционностью испытываемой среды и измерителя можно пренебречь и уравнение движения при крутильных колебаниях образца полимера описывается дифференциальным уравнением первого порядка

$$A\eta \theta' + AG'\theta = M(t), \quad (1)$$

где A — фактор формы; η — действительная компонента комплексной динамической вязкости; θ, θ' — угол закручивания и его первая производная по времени; G' — динамический модуль упругости (модуль накопления, действительная компонента комплексного модуля сдвига); $M(t)$ — возмущающий крутящий момент.

Из уравнения (1) следует, что постоянная времени переходного процесса

$$\tau = \frac{1}{2\pi} T \operatorname{tg} \delta,$$

где T - период колебаний; $\operatorname{tg} \delta$ - угол механических потерь. При допустимой фазовой погрешности от неустановившегося режима деформирования в $\delta' \approx 0.015^\circ$. Время переходного процесса составляет $t_{\text{пер}} = 1.3 T \operatorname{tg} \delta$.

Учитывая, что в области течения полимера $\operatorname{tg} \delta$ достигает значений десятков и сотен единиц, получаются огромные непроизводительные затраты времени на переходные процессы, достигающие ста и более суток и практически исключающие систематические исследования механических свойств полимерных систем в этой области частот. Сократить время переходного процесса можно с помощью глубокой отрицательной связи [1], причем статистический коэффициент усиления k разомкнутого контура в области ИК частот может достигать 10^5 AG^* и больших значений с апериодическим характером переходного процесса $\tau_{0,c} = A \eta (k + \text{AG}^*)$, т.е. время переходного процесса может быть сокращено в десятки тысяч раз и вынужденные крутильные колебания образца практически устанавливаются "мгновенно".

Время амплитудно-фазового измерения определяется временем измерения компонент комплексного крутящего момента при заданной амплитуде деформации. В области ИК частот применяется корреляционный или интегральный метод. Для обоих методов время измерения определяется временем интегрирования сигнала после умножения его на опорную функцию за n периодов деформирования, где $n = 1, 2, 3, \dots$. Число n определяется уровнем шума и помех, сопровождающих сигнал. Уровень шума в значительной мере определяется конструктивными особенностями прибора и при тщательной подготовке эксперимента может быть незначительным. В этом случае корреляционный и интегральный методы приводят к излишним потерям времени в области ИК частот и остановится целесообразной разработка ускоренного метода измерений.

Разработан инвариантный ко времени метод определения параметров [2], сущность которого заключается в том, что амплитуду, фазу и синусоно-косинусные составляющие сигнала реакции линейной системы на возмущение гармонического вида определяют путем преобразований исходной и ортогональной ей функций, причем ортогональную функцию получают дифференцированием сигнала реакции.

Пусть имеется сигнал реакции $y = A_0 \sin(\omega t + \varepsilon_0 + \delta_0)$ на возмущающее воздействие $x = A \sin(\omega t + \varepsilon_0)$, параметры которого $A_0, \delta_0, A_0 \sin \delta_0, A_0 \cos \delta_0$ необходимо измерить. Тогда независимо от времени t

$$A_0 = \sqrt{y^2 + \left(\frac{1}{\omega} \frac{dy}{dt} \right)^2}; \quad (2)$$

$$\delta_0 = \operatorname{Arctg} \left(\frac{\omega y}{dy/dt} \right) - (\omega t + \varphi_0). \quad (3)$$

Этот алгоритм не является единственным. Инвариантный ко времени метод с фильтрацией сигнала целесообразно применять и при относительно высоких уровнях шума и помех. В этом случае время измерений будет определяться временем переходного процесса фильтров.

Прямые измерения компонент комплексного крутящего момента в случае, когда они различаются между собой в десятки и сотни раз, затруднительны. Помимо погрешности амплитудно-фазоизмерительной аппаратуры, управляющей системы и линии передачи значительную ошибку в измерения вносят резонансы подвижной части прибора, так как каждый высокочастотный резонанс вносит запаздывание по фазе на

$2\omega_p/\omega$ рад, где ω_p, ω – круговые частоты резонанса и частоты деформирования соответственно. Обычно подвижная система имеет около десятка резонансов, которые необходимо учитывать при измерениях.

Разработанный нами компенсационный метод [3] измерения позволяет на порядок снизить требования к фазоизмерительной аппаратуре и повысить точность измерения. Метод применим во всей области ИК и низких частот. Сущность метода заключается в том, что перед измерениями обеспечивают вынужденные синусоидальные колебания подвижной системы без образца с заданной амплитудой деформации, управляя механическим напряжением с помощью замкнутого управляющего контура. Полностью компенсируют (замещают) управляющий сигнал замкнутого контура квадратурными сигналами двух дополнительных разомкнутых контуров. В процессе измерения динамических механических характеристик образца частично или полностью дифференцировано компенсируют управляющий сигнал замкнутого контура эталонными квадратурными сигналами двух других дополнительных разомкнутых контуров. Измеряют вектор управляющего сигнала и по параметрам этого вектора и значениям компенсирующих сигналов рассчитывают динамические механические характеристики полимера.

При компенсационном методе измерений движение системы подчиняется уравнению

$$I_0 \theta'' + A(\eta + \eta_0)\theta' + A(G' + G'_0)\theta = k(\alpha \sin \omega t - \theta) + M'_0 \sin \omega t + M''_0 \cos \omega t + M'_k \sin \omega t + M''_k \cos \omega t, \quad (4)$$

где $I_0, A\eta_0, \omega, AG'_0$ – главный центральный момент инерции, вязкая и упругая компоненты механического сопротивления подвижной системы прибора без образца соответственно; α – заданная амплитуда деформации. Если подобрать $AG'_0 - I_0 \omega^2 = M'_0$ и $A\eta_0 \omega = M''_0$, то уравнение (4) примет вид

$$A\eta \theta' + AG'\theta = k(\alpha \sin \omega t - \theta) + M'_k \sin \omega t + M''_k \cos \omega t \quad (5)$$

или в установившемся режиме

$$(A\eta \omega \theta - M''_k) \cos \omega t + (AG'\theta - M'_k) \sin \omega t = k(\alpha \sin \omega t - \theta), \quad (6)$$

или в комплексной форме

$$M'_1 + iM''_1 = M^*, \quad (7)$$

где $M'_1 = A\eta \omega \theta - M''_k$, $M''_1 = AG'\theta - M'_k$.

Из уравнения (6) следует, что введение двух разомкнутых управляющих контуров эквивалентно уменьшению вязкоупругого сопротивления движению полимера по отношению к управляющему сигналу замкнутого контура. Всегда можно подобрать значения M'_k или M''_k так, что оставшиеся компоненты M'_1 и M''_1 будут соизмеримы друг с другом и регистрироваться с удовлетворительной точностью. Зная значения M'_1 , M''_1 , M'_k , M''_k , легко рассчитываются модуль упругости

$$G' = \frac{M'_1 + M'_k}{\alpha A}, \quad (8)$$

модуль потерь

$$G'' = \frac{M''_1 + M''_k}{\alpha A}, \quad (9)$$

тангенс угла потерь

$$\tan \delta = \frac{M''_1 + M''_k}{M'_1 + M'_k} \quad (10)$$

и другие механические динамические характеристики полимерных систем.

вателю. Под воздействием приложенного напряжения через приводную катушку проходит электрический ток, который, взаимодействуя с полем постоянного магнита, создает механический крутящий момент, поворачивающий подвижную систему в сторону уменьшения рассогласования между напряжением датчика и напряжением, поступающим на устройство сравнения с анализатора 9. Анализатор содержит прецизионный генератор, вырабатывающий два квадратурных по отношению друг к другу синусоидальных напряжения в заданном диапазоне частот. Одно из этих напряжений, поступающее на устройство сравнения через задающее устройство, калиброванное в углах поворота, определяет программу движения полимера, которая сначала обеспечивается замкнутым статическим следящим контуром 7-6-11-10-8-7. Управляющее напряжение с выхода усилителя поступает на анализатор и минимизируется до уровня шума (стремится к нулю) путем замещения управляющего напряжения замкнутого следящего контура квадратурными напряжениями, вырабатываемыми анализатором и поступающими на сумматор. Коэффициент нелинейных искажений выходных напряжений генератора менее 0.1 % во всей области частот.

Таким образом, заданная программа движения образца полимера обеспечивается двумя квадратурными напряжениями с известными параметрами, пропорциональными M'_k и M''_k комплексного крутящего момента M^* . После ввода в анализатор значений коэффициента формы автоматически подсчитываются и обозначаются на световом табло в логарифмическом масштабе $\lg G' = \lg M'_k / \alpha A$ и $\lg G'' = \lg M''_k / \alpha A$ при полной компенсации управляющего сигнала или, согласно формулам (8), (9), при частичной компенсации управляющего сигнала, характерной для области ИК частот.

Образец материала вместе с зажимами помещается в термостатическую камеру 13 раскрывающегося типа. Термостатическая камера подключена к программному регулятору температуры 12, обеспечивающему нелинейный нагрев - охлаждение или термостатирование на заданной площадке.

Основные технические характеристики установки ДХП-2

Диапазон амплитуд деформирования, ...	6-150
Погрешность задания амплитуд деформирования, %	1
Диапазон частот деформирования, Гц	$1.59 \cdot 10^{-5} - 2.51 \cdot 10^2$
Частота деформирования $\lg \omega$ задается дискретно в логарифмическом масштабе круговых частот ω	-4-3.2 через 0.2 лог. ед.
Погрешность задания частоты, %	0.5
Нестабильность термостатирования образца в диапазоне температур от -150 до 300 °С, °С	0.5
Диапазон коэффициента форм образца, см ³	$10^{-3} - 10^3$
Погрешность ввода коэффициента формы в анализатор, %	1
Диапазон крутящих моментов, Н.м	$10^{-6} - 3 \cdot 10^{-2}$
Погрешность измерения моментов, %	3
Ошибка по фазе компенсирующих моментов:	
- в диапазоне частот $\lg \omega = -4 - 2.2$	0.05
- в диапазоне частот $\lg \omega = 2.2 - 3.2$	0.1
Максимальное время измерения на частотах $f < 0.01$ Гц	0.1 периода деформирования
Коэффициент усиления разомкнутого следящего контура на частотах $f < 0.01$ Гц	более 10^4

Установка ДХП-2 (рис.2) состоит из четырех стоек: измерительной, энерго-

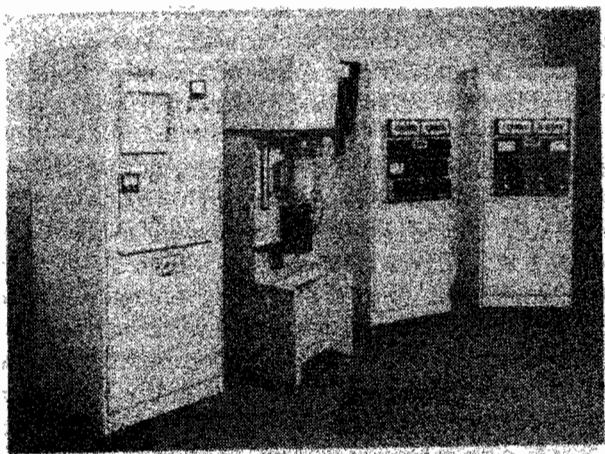


Рис.2. Механический спектрометр ДХП-2.

обеспечения, дифференциального и интегрального анализаторов с габаритными размерами 1640х620х790 мм. Дифференциальный анализатор обеспечивает измерения в диапазоне круговых частот в логарифмическом масштабе $\lg \omega = -4-0$, интегральный $\lg \omega = 0-3.2$.

Интегральный анализатор работает на принципе полной автоматической (с помощью двух астатических следящих систем) двойной параметрической компенсации управляющего напряжения, дифференциальный - на принципе ручной частичной параметрической компенсации управляющего напряжения и содержит электромеханический генератор ИК частот и анализатор, основанный на инвариантном ко времени методе. Анализатор построен на элементах аналоговой вычислительной техники и вычисляет фазовый сдвиг поступающего на него напряжения по алгоритму, несколько отличающемуся от рассмотренного выше, формирует напряжение

$$U = y \cos(\omega t + \varphi) - \frac{1}{\omega} \frac{dy}{dt} \sin(\omega t + \varphi), \quad (11)$$

которое "зануляется" путем изменения аргумента φ с помощью приборной следящей системы. При равенстве нулю выражения (11) искомый фазовый угол δ_0 равен φ . Одновременно вычисляется амплитуда A_0 из выражения

$$A_0 = y \sin(\omega t + \varphi_0 + \delta_0) + \frac{1}{\omega} \frac{dy}{dt} \cos(\omega t + \varphi_0 + \delta_0). \quad (12)$$

Установка снабжена устройством формирования образцов и хранилищем образцов, на рисунке не показанными. Устройство формирования образцов позволяет соосно заправить полимер в зазор между цилиндрическими держателями образцов при заданных положительных температуре и давлении. Хранилище образцов позволяет хранить текучие полимеры, заправленные в зазор между цилиндрами без нарушения соосности неограниченно долгое время.

Установка на протяжении ряда лет эксплуатируется ИНХС им.А.В.Топчиева АН СССР. На установке впервые проводятся систематические исследования полимерных

систем в широкой области частот деформирования и температур.

В результате исследования установлены некоторые важные закономерности изменения вязкоупругих свойств полимеров в текучем, высокоэластическом и стеклообразном состояниях. Текучие полимеры заполняют зазор между цилиндрами, резино-подобные и стеклообразные образцы полимеров выполняются в виде пленок, стержней. Помимо полимерных систем на установке ДХП-2 были успешно проведены работы по исследованию электропластичности металлов.

В сравнении с лучшими зарубежными аналогами - реогониометром Вайссенберга в паре с анализатором фирмы "Solartron" (Великобритания) - установка ДХП-2 имеет в 5 раз более высокую частоту деформирования, повышенную в десятки раз производительность измерений (0.1 Т вместо 2-20 Т), значительно более высокую точность измерений за счет исключения переходных процессов в области ИК частот и влияния резонансов подвижной части прибора в области низких частот.

В настоящее время проводится разработка новой модификации механического спектрометра ДХП-3. Основная цель разработки - расширение функциональных возможностей, машинная обработка результатов измерений и автоматическое управление экспериментом. Установка ДХП-3 позволит исследовать изотропные и анизотропные материалы при сдвиговых и нормальных напряжениях, применять сложные виды нагружения в линейном и нелинейном режимах деформирования при моногармонических и полигармонических возбуждениях образца.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ульянов Л.П.// Механика полимеров. 1976. № 2. С.344-347.
2. Ульянов Л.П.// Сб.Реология полимерных и дисперсных систем и реофизика. Ч.1.: Материалы VIII Всесоюз.симпоз.по реологии. Минск, 1975. С.40-50.
3. Ульянов Л.П., Яновский Ю.Г.// Всесоюз.науч.-техн.симпоз. "Методы и техника экспериментального исследования механических свойств пластмасс", Ростов-на-Дону: Тез.докл. М., 1975. С.10-11.

В.М.Неймарк, П.И.Рец, Л.П.Ульянов

НОВОЕ ПОКОЛЕНИЕ ПРИБОРОВ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ ДИНАМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛИМЕРОВ

Полимеры относятся к классу вязкоупругих сред, реакция которых на механическое воздействие существенно зависит от его частотного спектра, температуры и физических возмущающих полей (магнитного и электрического, ультразвука и др.). В широком диапазоне частот и температур один и тот же полимер может проявлять свойства ньютоновской жидкости и упругого тела. Тангенс угла потерь при этом может изменяться от 10^{-3} - 10^{-2} до 10^2 - 10^3 . Чтобы провести удовлетворительные по точности измерения компонент комплексного модуля сдвига, прибор должен иметь погрешность измерения угла сдвига фаз между механическим напряжением и деформацией, не превышающую единиц угловых минут как при очень малых, так и при очень больших углах потерь. Поэтому создание приборов для измерения динамических характеристик полимеров (ДХП) в широком частотном (10^{-5} -250 Гц) и температурном диапазонах (-150+450 °C) является важнейшей современной задачей приборостроения.