

УДК 620.17

С.В. Словиков

Пермский национальный исследовательский политехнический университет,
Пермь, Россия

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАВИСИМОСТИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИУРЕТАНОВЫХ ИЗДЕЛИЙ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ

В работе изложена методика проведения механических испытаний полиуретановых изделий в форме втулок при пониженной температуре. Представлены результаты исследований механических свойств полиуретана при квазистатическом сжатии и зависимость параметров от температуры. В развитие методики исследования свойств вязкоупругих материалов предложено совершенствование метода испытания полиуретановых втулок для определения динамических реологических характеристик и их зависимости от температуры.

Ключевые слова: механические испытания, полиуретан, модуль упругости, модуль вязкости, динамический механический анализ, температурные зависимости.

S.V. Slovikov

State National Research Polytechnic University of Perm,
Perm, Russian Federation

EXPLORATORY PROCEDURE OF THE DEPENDENCE MECHANICAL PROPERTIES OF POLYURETHANE PRODUCTS ON TEMPERATURE

The article deals with the technique of mechanical testing polyurethane products at a low temperature. The author presents the results of investigations of mechanical properties of polyurethane under quasi-static compression and the dependence of the parameters on the temperature. Proposed improvement of the test method for determining the polyurethane bushings dynamic rheological characteristics and the receipt of their dependence on temperature.

Key words: mechanical tests, polyurethane, elastic modulus, the modulus of viscosity, dynamic mechanical analysis, the temperature dependence.

Введение

Создание новых полимерных материалов, совершенствование методов и отладка технологических процессов их изготовления невозможно без изучения различных механических свойств материалов, его

механического поведения при эксплуатационных температурах. Данному классу материала свойственно наличие ярко выраженных зависимостей механических свойств от температуры [1]. Проведение исследований механического поведения материала при отрицательных температурах представляет собой некоторые сложности. В данных исследованиях представляется затруднительным измерение деформации. С появлением методов дистанционной фиксации перемещения при помощи видеоэкстензометра данная проблема была частично снята [2, 3]. Использование именно бесконтактного метода измерения деформации непосредственно образца, а не измерение перемещения актуатора нагружающей системы повышает точность определения основных механических характеристик. Это особенно важно для низко модульных материалов, где закрепление механических экстензометров затруднено либо невозможно или вносит значительные погрешности в результаты измерения.

Данный тип исследуемого материала зачастую представлен в виде такой простой конструкции, как втулка. Исследование именно в виде втулки для производителя представляет наибольший интерес в плане анализа ее эксплуатационных механических характеристик и особенно при отрицательных температурах.

Исследуемая втулка изготовлена из полиуретана, который в нормальных условиях является низко модульным материалом. В данных исследованиях, помимо стандартизированных ГОСТ 4651–82 [4] механических параметров, интерес представляет модуль упругости, правильное определение которого требует точного измерения не только нагрузки, но и деформации.

Актуальность исследования определяется, таким образом, недостаточной изученностью процессов механического поведения полиуретановых втулок при пониженных температурах, необходимостью повышения точности прогнозирования их работоспособности в широком диапазоне эксплуатационных температур (от +60 до –60 °С), совершенствования методик проведения эксперимента с учетом возможностей новейшего оборудования.

1. Методика проведения исследования

Экспериментальное исследование механических свойств полиуретановых втулок выполнялось на оборудовании Центра экспериментальной механики ПНИПУ [5, 6]. Механические испытания проводи-

лись на универсальной электромеханической системе Instron 5882 с использованием высокоточного независимого датчика нагрузки типа Drop-through, климатической камеры SFL 3119-407 и видеоэкстензометра Instron AVE .

В испытание полиуретановой втулки входит:

– охлаждение полиуретановой втулки 2 часа до пониженных температур 20, 0 °С; –20, –30, –40, –50, –60 °С;

– высокоточное измерение деформации образца видеоэкстензометром AVE;

– сжатие до разрушения либо значительной деформации втулки (до 50 %);

– определение максимального напряжения при сжатии (σ_B), напряжения сжатия при пределе текучести ($\sigma_{ст}$), напряжение при сжатии, соответствующее точке, в которой кривая «нагрузка – деформация» отклоняется от линейности на величину деформации в 0,2 % (условный предел текучести $\sigma_{0,2}$) [3], напряжение сжатия при установленной условной деформации в 2 % (σ_2), деформация сжатия при разрушении ($\varepsilon_{р}$), относительная деформация сжатия при пределе текучести ($\varepsilon_{ст}$);

– построение графиков процесса нагружения $\sigma = f(\varepsilon)$ для каждой температуры с последующим анализом механического поведения втулок при отрицательной температуре;

– определение модуля упругости (E) и его изменение в зависимости от температуры;

– построение графиков температурных зависимостей $\sigma_B = f(T)$, $\sigma_{0,2} = f(T)$, $\sigma_2 = f(T)$, $\varepsilon_{ст} = f(T)$, $E = f(T)$.

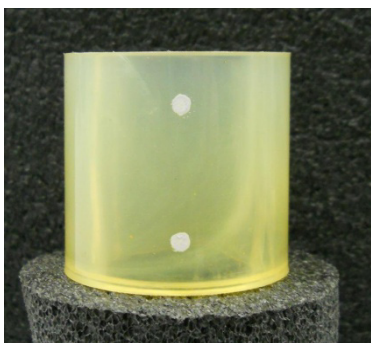


Рис. 1. Образец полиуретановой втулки

Механические характеристики материала исследовались в ходе испытания на одноосное сжатие по ГОСТ 4651–82. Втулки из полиуретана имели следующие геометрические размеры: высота 44 мм, внешний диаметр 45 мм, внутренний диаметр 32 мм. Измерение деформации проводилось с использованием видеоэкстензометра Instron AVE и базы измерения деформации: 25 мм.

Внешний вид образца с нанесенными метками для фиксации деформации при помощи видеоэкстензометра представлен на рис. 1.

Скорость перемещения подвижного зажима составляла 2 мм/мин.

Процесс деформирования полиуретановой втулки управлялся и фиксировался с помощью программного обеспечения Bluehill2.

2. Ход испытаний

В ходе исследований были проведены испытания при различной температуре.

При температуре в климатической камере $+20\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ полимерный материал находился в высокоэластичном состоянии, и большие значения деформации сжатия (до 50 %) не привели к его разрушению. После снятия нагрузки образцы восстановили свою первоначальную форму.

При температуре испытания $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ полимер перешел в вязкоупругое состояние. Разрушения не произошло, но после снятия нагрузки полиуретановая втулка заметно медленнее по сравнению с предыдущими испытаниями восстановила свою первоначальную форму. Здесь необходимо отметить, что при температуре $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ после восстановления формы в центральной части втулки по всей окружности наблюдалось небольшое потемнение, что говорит об изменениях (повреждениях) в структуре материала. Видимо, это потемнение возникло при значительных деформациях (более 25 %) в результате больших значений напряжений в середине втулки.

В условиях низких температур испытания -40 , -50 и $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ полимер перешел в упругое состояние. Так, при температуре $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ и деформации 25 % в центральной части втулки образовалась трещина, которая носит сдвиговой характер (рис. 2).

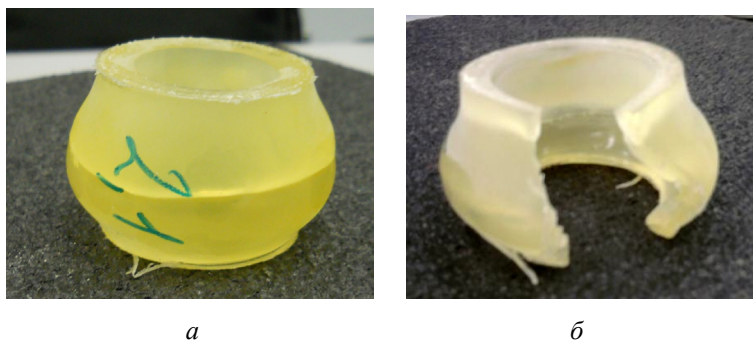


Рис. 2. Образец после сжатия при температуре: *a* – $40\text{ }^{\circ}\text{C}$, *б* – $50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

При $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ и деформации сжатия более 25 % произошло разрушение втулки. Разрушение образца носило хрупкий характер. Механическое поведение втулки в данном эксперименте характерно для упругого материала. В центре по окружности втулки наблюдалась трещина, вызванная нормальными напряжениями при изгибе. Вдоль оси втулки образец хрупко разрушился в результате окружных напряжений и напряжения сжатия, что говорит об изменениях структуры материала и переходе его механических свойств от вязкоупругого к упругому состоянию. При этом прочностные свойства растут, но снижаются диссипативные и деформационные свойства.

При температуре $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ материал потерял реологические свойства. Прочностные характеристики материала по сравнению с нормальным состоянием выросли в несколько раз. Таким образом, для данных геометрических параметров втулки (размер площади сечения) максимальная нагрузка на образец превысила 100 кН, что является предельной нагрузкой для испытательной системы Instron 5882. Образец после разгрузки сразу вернулся в исходное состояние.

Анализ механического поведения полиуретана показывает, что при данной температуре в материале преобладают упругие свойства и снижаются деформационные и, видимо, вязкостные свойства. По своим механическим свойствам материал близок к точке стеклования, которая, видимо, находится в диапазоне $-70\text{ }^{\circ}\text{C}\dots-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ [7]. Для оценки вязкостных и диссипативных свойств необходима разработка специальных испытаний, например на основе динамического механического анализа (ДМА) [8].

3. Анализ результатов исследований

После проведения испытаний все диаграммы «напряжение – деформация» были сведены в один рис. 3 для более наглядного представления.

Все основные характеристики сведены в протокол испытаний, представленный в виде табл. 1.

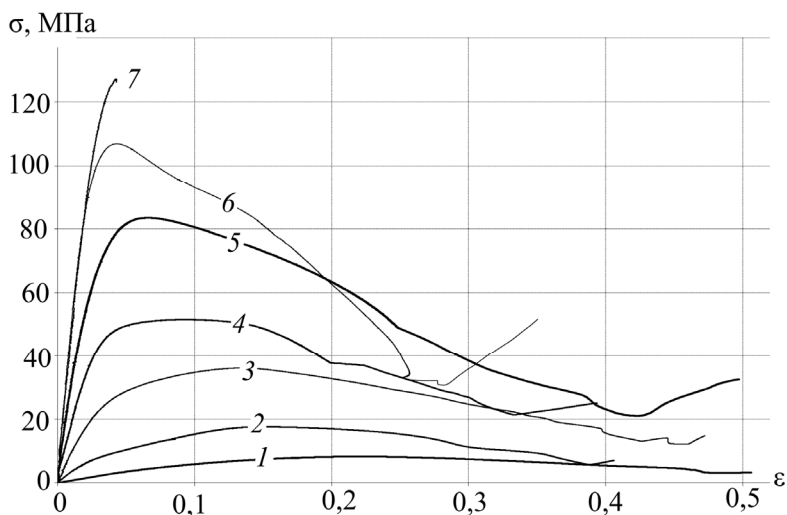


Рис. 3. Диаграмма испытаний полиуретановой трубки на сжатие при температуре:
 1 – 25 °C, 2 – 0 °C, 3 – -20 °C, 4 – -30 °C, 5 – -40 °C, 6 – -50 °C, 7 – -60 °C

Таблица 1

Результаты обработанных данных по испытаниям

Температура испытания, °C	Максимальное напряжение сжатия ($\sigma_{в}$), МПа	Напряжение сжатия при условном пределе текучести 0,2 % ($\sigma_{ст0.2}$), МПа	Напряжение сжатия при уставновленной условной деформации 2 % ($\sigma_{сд}$), МПа	Деформация сжатия при разрушении ($\varepsilon_{р}$), %	Деформация сжатия при пределе текучести ($\varepsilon_{ст}$), %	Модуль упругости, МПа
20	8,2	3,3	1,4	Нет разрушения	22	72
0	17,5	4,5	5,84	Нет разрушения	16	350
-20	36	15	16,4	Нет разрушения	13	960
-30	52	24	32	Нет разрушения	10	2261
-40	83,5	37	52,2	25 % (сдвиг)	6,4	3600
-50	107	69	82,5	25 %	4,3	4977
-60	–	73	85,5	–	–	5173

По результатам обработанных данных построены графики зависимостей (рис. 4–6), которые даже при недостаточном количестве экспериментальных данных позволяют судить об адекватности полученных результатов и характере зависимостей. Так, например, зависимость E от T носит вид S -образной кривой, что действительно характерно для полимеров [7].

Здесь необходимо отметить, что все графики построены по шести точкам (25, –0, –20, –30, –40, –60 °С) путем сплайн-интерполяции. Ввиду малого количества точек показывают приблизительное поведение материала (точки максимума или минимумов на графиках не соответствуют действительности). Таким образом, данные графики могут быть использованы только для сравнительного анализа, но не для проведения каких-либо расчетов.

Из диаграмм «напряжение – деформация» видно, что для полиуретановой втулки максимальное напряжение сжатия совпадает с напряжением сжатия при условном пределе текучести, таким образом, $\sigma_B = \sigma_{ст}$. На рис. 4 представлена зависимость $\sigma_B = f(T)$.

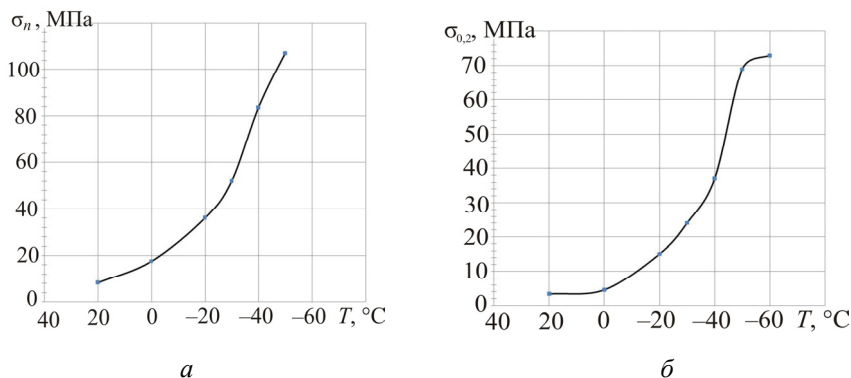


Рис. 4. Зависимости максимального напряжения сжатия (σ_B) (а) и напряжения сжатия при условном пределе текучести ($\sigma_{0,2}$) (б) от температуры

Напряжение сжатия при условном пределе текучести $\sigma_{ст}$ определено как напряжение при сжатии, соответствующее точке, в которой кривая «нагрузка – деформация» отклоняется от линейности на величину деформации 0,2 % и обозначена $\sigma_{0,2}$. Зависимость $\sigma_{0,2} = f(T)$ (см. рис. 4) имеет характерный для полимеров вид S -образной кривой, точка максимума находится в районе –70...–80 °С (точка стеклования полиуретана).

Деформация, при которой определялось $\sigma_{сд}$, была выбрана величиной в 2 %. Таким образом, напряжение сжатия при установленной условной деформации обозначено как σ_2 . Зависимость $\sigma_2 = f(T)$ показана на рис. 5.

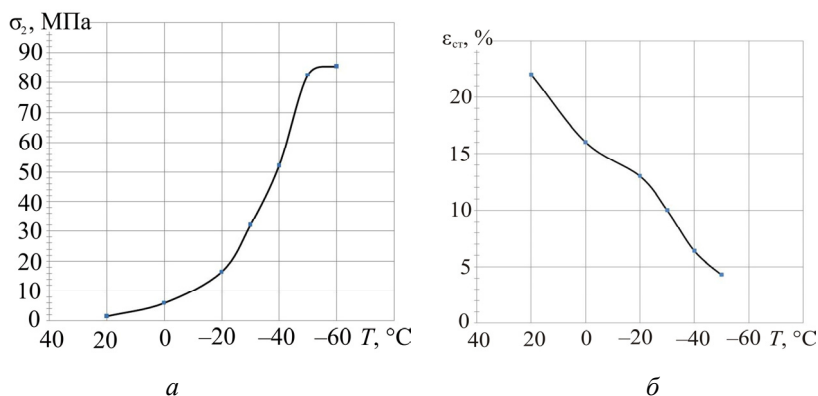


Рис. 5. Зависимости напряжения сжатия при 2 % условной деформации (σ_2) (а) и деформации сжатия при пределе текучести ($\epsilon_{сг}$) (б) от температуры

Особенностью графика зависимости $\epsilon_{сг} = f(T)$ является методическая погрешность определения деформации, что приводит к большим разбросам данных для разных образцов. Помимо всего прочего, нагружение при деформации более 10 % не носит одноосный характер. Здесь необходимо также отметить влияние трения между плитой испытательной системы и полиуретановым образцом на результаты деформирования.

Зависимость модуля упругости от температуры $E = f(T)$ показана на рис. 6. Она имеет характерный для полимеров вид s-образной кривой.

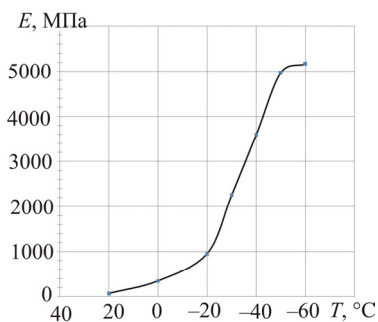


Рис. 6. Зависимость модуля упругости (E) от температуры

На основе анализа экспериментальных данных можно сделать заключение, что с понижением температуры прочностные характеристики материала, такие как модуль упругости и предел прочности, увеличиваются. В то же время деформационные свойства снижаются, например деформация сжатия при пределе текучести. Видимо ухудшаются демпфирующие свойства. Для определения демпфирующих характери-

стик полиуретановой втулки исследований в соответствии с ГОСТ 4651–82 недостаточно, поэтому предлагается совершенствование методики исследования механических свойств полиуретановых втулок.

4. Совершенствование методики исследования механических свойств полиуретановых втулок

Механическое поведение полиуретана при нормальных температурах носит ярко выраженный вязкоупругий характер, и для данного класса материалов проведение исследований только на выявление упругих характеристик представляется неполным. Полиуретановая втулка, как конструкция, должна не только обладать способностью переносить высокие динамические нагрузки, но и иметь хорошие демпфирующие свойства, причем в широком диапазоне эксплуатационных температур от +60 до –60 °С.

Таким образом, в случае использования изделия из исследуемого материала в качестве демпфирующего устройства оптимальным полагается проведение динамического механического анализа для определения диссипативных свойств материала и выявления зависимости именно вязкостных свойств от температуры. Для полимерных материалов, и в частности для полиуретана, данная зависимость представляется достаточно важной.

Диссипативные свойства материала возможно определить из динамического опыта, состоящего из нескольких циклов нагрузка-разгрузка. В результате данного опыта получается петля гистерезиса. На диаграмме «напряжение – деформация» ширина петли (угол сдвига между напряжением и деформацией) характеризует демпфирующие свойства материала, то есть способность рассеивать механическую энергию.

Если цикл нагрузка-разгрузка носит гармонический характер, то наиболее удобно описание деформационных свойств вязкоупругого материала в форме комплексных операторов [9].

В случае одноосного нагружения образца гармонической деформацией напряжение оказывается сдвинутым на некоторый угол сдвига фазы φ .

Действительная часть комплексного модуля (E') является модулем упругости, пропорциональна максимальной энергии, накопленной в цикле, и представляет собой жесткость вязкоупругого материала.

Мнимая часть комплексного модуля (E'') является модулем вязкости, пропорциональна потерям энергии в процессе одного цикла нагружения из-за трения и внешних перемещений.

Таким образом, с целью определения диссипативных и прочностных свойств вязкоупругих материалов и одновременно оптимизации испытательного процесса необходимо совмещение динамического механического анализа и ГОСТ 4651–82.

Применительно к полиуретановым втулкам данное испытание будет проходить 6 этапов.

1. Охлаждение в течение времени, необходимого для полного промерзания всего образца.

2. Сжатие втулки до выбранного значения среднего напряжения, где среднее значение напряжение выбирается таким образом, чтобы при наибольшей температуре исследования оно было не менее 30 % и не более 50% предела прочности.

3. В режиме сжатия выполняются гармонические колебаний до 10 циклов (должно быть более 4, когда стабилизируется петля гистерезиса) с амплитудой, равной установленному среднему напряжению. Скорость деформирования $0,1 \text{ с}^{-1}$. На данном этапе определяется упругий и вязкостной модуль.

4. Дальнейшее сжатие до деформации 25 % (рекомендация ГОСТ 4651–82). На данном этапе определяются прочностные характеристики (предел прочности, деформации сжатия при пределе текучести).

5. Расчет параметров комплексного модуля.

6. Заполнение протокола испытания в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Протокол испытаний на основе динамического
механического анализа

Номер образца	Температура испытания, °С	Максимальное напряжение сжатия (σ_b), МПа	Деформация сжатия при пределе текучести ($\varepsilon_{ст}$), %	Модуль упругости, МПа	Модуль вязкости, МПа	Угол сдвига фазы, град	Разрушение при деформации 25 %, да/нет

Заключение

При проведении экспериментально-теоретических работ по исследованию механического поведения полиуретановых втулок в условиях пониженной температуры выполнен анализ существующих методик механических испытаний полимерных материалов, проведены натурные эксперименты по определению основных механических характеристик полиуретановых втулок. Определены такие характеристики: максимальное напряжение при сжатии (σ_v), напряжение сжатия при пределе текучести ($\sigma_{ст}$), напряжение сжатия при условном пределе текучести ($\sigma_{сту}$), напряжение сжатия при установленной условной деформации ($\sigma_{сд}$), деформация сжатия при разрушении ($\epsilon_{ср}$), деформация сжатия при пределе текучести ($\epsilon_{ст}$), модуль упругости (E), а также построены зависимости $\sigma = f(\epsilon)$ для каждой температуры. При анализе механического поведения полиуретановых втулок построены температурные зависимости различных механических характеристик полимерной втулки: $\sigma_v = f(T)$, $\sigma_{ст} = f(T)$, $\sigma_{сту} = f(T)$, $\sigma_{сд} = f(T)$, $E = f(T)$;

В ходе научно-исследовательской работы была усовершенствована методика механических испытаний для определения диссипативных и прочностных свойств полиуретановых втулок путем проведения экспериментов на основе совмещения стандартизированных статических испытаний и динамического механического анализа.

Библиографический список

1. Крыжановский В.К. Технические свойства полимерных материалов – М: Профессия, 2005 – 280 с.
2. Вильдеман В.Э. Третьякова Т.В., Лобанов Д.С. Методика экспериментального исследования закритического деформирования на образцах специальной усложненной конфигурации с применением метода корреляции цифровых изображений // Вестник ПГТУ. Механика. – Пермь: Изд-во Перм. гос. техн. ун-та, 2011. – № 4 – С. 15–28.
3. Влияние динамических нагрузок на полимерные армированные трубы / А.Ф. Сальников, С.В. Словигов, А.Н. Аношкин, В.Э. Вильдеман // Газовая промышленность. – 2010. – № 6. – С. 38–40.
4. ГОСТ 4651–82. Пластмассы. Методы испытания на сжатие. – М: Издательство стандартов, 1998 – 7 с.

5. Экспериментальные исследования свойств материалов при сложных термомеханических воздействиях / Вильдеман В.Э., Третьяков М.П., Третьякова Т.В., Бульбович Р.В., Слови́ков С.В., Бабушкин А.В., Ильиных А.В., Лобанов Д.С., Ипатов А.В. // под ред. В.Э. Вильдемана. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2012. – 204 с.

6. Вильдеман В.Э., Санникова Т.В., Третьяков М.П. Экспериментальное исследование закономерностей деформирования и разрушения материалов при плоском напряженном состоянии // Проблемы машиностроения и надежности машин. – 2010. – № 5. – С. 106–111.

7. Энциклопедия полимеров. Т. 1–3. – М: Советская Энциклопедия, 1977 – 3408 с.

8. Прикладная программа WaveMatrix™ Version 1.2. Справочное руководство // United Kingdom: Instron Corporation, 2010. – 347 с.

9. Слови́ков С.В., Бульбович Р.В. Экспериментальное исследование динамических механических свойств вязкоупругих материалов // Вестник ПГТУ. Механика. – Пермь: Изд-во Перм. гос. техн. ун-та, 2010. – № 2. – С. 104–112.

References

1. Kryzhanovsky V.K. Tekhnicheskie svoystva polimernykh materialov [Technical properties of polymeric materials]. Moscow: Profesiya, 2005. 280 p.

2. Vildeman V.E. Tretyakova T.V. Lobanov D.S. Metodika eksperimentalnogo issledovaniya zakriticheskogo deformirovaniya na obraztsakh spetsialnoy uslozhnennoy konfiguratsii s primeneniem metoda korrelyatsii tsifrovyykh izobrazheniy [Technique of experimental investigation of post-critical deformation on test samples with special complicated configuration by using digital image correlation]. *Vestnik PGTU. Mekhanika*, 2011, no. 4, pp. 15–28.

3. Salnikov A.F., Slovikov S.V., Anoshkin A.N., Vildeman V.E Vliyaniye dinamicheskikh nagruzok na polimernye armirovannye trubyy [Impacts of dynamic loads on reinforced polymer pipes]. *Gazovaya promyshlennost*, 2010, no. 6, pp. 38–40.

4. GOST 4651–82. Plastmassy. Metody ispytaniya na szhatie [GOST 4651-82 Plastics. Compression test method]. Moscow: IPK. Izdatelstvo standartov, 1998, 7 p.

5. Vildeman V.E., Tretyakov M.P., Tretyakova T.V., Bulbovich R.V., Slovikov S.V., Babushkin A.V., Ilinykh A.V., Lobanov D.S., Ipatova A.V., Edited V.E. Vildeman Eksperimentalnye issledovaniya svoystv materialov pri slozhnykh termomekhanicheskikh vozdeystviyakh [Experimental researches of materials the properties under complex thermomechanical effects]. Moscow: Fizmatlit, 2012, 204 p.

6. Vildeman V.E. Sannikova T.V., Tretyakov M.P. Eksperimentalnoe issledovanie zakonomernostey deformirovaniya i razrusheniya materialov pri ploskom napryazhennom sostoyanii [Experimental investigation of material deformation and fracture law on plane stress state]. *Problemy mashinostroeniya i nadezhnosti mashin*, 2010, no. 5, pp. 106–111.

7. Entsiklopediya polimerov [Encyclopedia of polymers]. Vol. 1–3. Moscow: Sovetskaya Entsiklopediya, 1977, 3408 p.

8. Prikladnaya programma WaveMatrix™ Version 1.2 [The application WaveMatrix Version 1.2.]. Reference Guide - United Kingdom: Instron Corporation, 2010, 347 p.

9. Slovikov S.V. Bulbovich R. V. Eksperimentalnoe issledovanie dinamicheskikh mekhanicheskikh svoystv vyazkouprugikh materialov [Experimental study of dynamic mechanical properties of viscoelastic materials]. *Vestnik PGTU. Mekhanika*, 2010, no. 2, pp. 104–112.

Об авторах

Словиков Станислав Васильевич (Пермь, Россия) – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Центра экспериментальной механики Пермского национального исследовательского политехнического университета (614990, г. Пермь, Комсомольский пр., 29, e-mail: sws@au.ru).

About the authors

Slovikov Stanislav Vasilivich (Perm, Russian Federation) –PhD, senior researcher of the Center of Experimental Mechanics of State National Research Polytechnic University of Perm (614990, 29, Komsomolsky prospect, Perm, Russian Federation, e-mail: sws@au.ru).

Получено 15.05.2012