

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 693190

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 03.06.77 (21) 2494057/18-25

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 25.10.79. Бюллетень № 39

Дата опубликования описания 30.10.79

(51) М. Кл.²

G 01 N 25/16

(53) УДК 536.63
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

А. М. Красовский, В. И. Лашкевич, О. И. Палий и А. В. Рогачев

(71) Заявитель

Институт механики металлополимерных систем
АН Белорусской ССР

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕПЛОВОГО РАСШИРЕНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

1

Изобретение относится к испытанию материалов, в частности к определению теплофизических свойств полимерных тел, и может быть использовано в исследовательских целях.

Дилатометрические измерения имеют большое научное и практическое значение в современном материаловедении и физике твердого тела, так как являются одним из наиболее распространенных методов исследования физико-химических процессов.

Известны различные способы определения коэффициента теплового расширения твердых тел [1], основное отличие которых заключается в методе определения малых изменений длины и объема тела. К ним относятся пикнометрические, оптические, кварцевые, различные радиотехнические, акустические и другие способы. Однако реализация указанных способов в большинстве случаев требует использования специальных сложных устройств и другого вспомогательного оборудования.

2

Известен компараторный способ измерения линейного расширения [2], согласно которому о величине коэффициента теплового расширения судят по смещению заданных точек (меток, образца в процессе его нагревания). Однако его чувствительность (10^{-4} см) низкая, а точность существенно зависит от длины образца. Кроме того, применение известного способа для изучения анизотропии теплового расширения делает процесс измерения длительным и не дает достаточной информации при наличии анизотропии в неориентированных локальных областях, что характерно для кристаллизующихся полимеров. Следует отметить, что имеется некоторая возможность интенсификации процесса измерения путем нанесения большого числа меток в различных частях поверхности образца. Однако полную, дифференцированную информацию можно получить, если заведомо известна структура материала, расположение и ориентация кристаллических областей, что возможно только после

проведения дополнительных исследований. Кроме того, появляются некоторые трудности в создании однородного теплового поля, так как известный способ предполагает использование образцов больших размеров для обеспечения достаточной точности измерений. В связи с этим в ряде случаев образцы термостатируют длительное время при заданной температуре.

Целью изобретения являются интенсификация процесса измерения теплового расширения полимерных материалов и повышение чувствительности способа.

Поставленная цель достигается тем, что на поверхность исследуемого материала вместо меток наносят тонкий, толщиной не более 100 нм слой вещества, тепловое расширение которого хорошо изучено (например металла, его окисла и т.д.). Слой наносят при температуре, меньшей или равной температуре стеклования ($T_{стекл.}$) полимерного материала, затем проводят термообработку напыленного слоя при температуре, большей температуры стеклования, после чего по длине образца создают градиент температур.

Изучая в процессе нагрева или охлаждения образца изменение размера и распределение микротрещин, образовавшихся в напыленном слое в процессе термообработки из-за различных коэффициентов теплового расширения полимера и нанесенного слоя, получают полную информацию о теплорасширении исследуемого материала. При определении коэффициента теплового расширения α в области $T > T_{стекл.}$ термообработку образца проводят в процессе создания градиента температур, а при определении α в области высоких температур (значительно выше комнатной) после создания градиента образец охлаждают до комнатной температуры со скоростью $V \geq 120$ град/мин.

Благодаря нанесению слоя вещества на образец при $T \leq T_{стекл.}$ обеспечивается его невысокая адгезионная прочность и погрешность измерения, вносимая напыленным слоем, сводится до минимума.

Термообработка при $T > T_{стекл.}$ позволяет наиболее эффективно выявить микротрещины, сводит к минимуму его сплошность, т.е. обеспечить оптимальные условия образования системы микротрещин.

Создание градиента температур позволяет в течение непродолжительного времени определить температурную зависи-

мость коэффициента теплового расширения исследуемого материала, т.е. интенсифицировать процесс.

При определении теплового расширения по данным изменения размера микротрещин в процессе изменения температуры появляется возможность провести измерения в условиях наиболее четкого разрешения кристаллических областей полимерного материала.

Так как размеры трещин малы, то появляется возможность использования для наблюдения за изменением их размеров высокоразрешающих приборов, например, электронных микроскопов, что существенно (на 2-3 порядка) повышает чувствительность. Возрастает и точность определения коэффициента теплового расширения, ибо в этом случае измерения размеров микротрещин соизмеримы с их размером.

Методика определения α по данным наблюдения заключается в следующем. На микрофотографии поверхности образца в необходимых направлениях и участках поверхности проводится базовая линия длиной L . Если при температурах T_1 и T_2 базовая линия пересекает некоторое количество трещин и их суммарная ширина в направлении базовой линии составляет соответственно l_1 и l_2 , то коэффициент теплового расширения рассчитывается по формуле:

$$\alpha = \frac{1}{L} \cdot \frac{\Delta l}{\Delta T} + \alpha_0, \quad (1)$$

где α_0 — коэффициент теплового расширения наносимого на образец материала;

$$\Delta l = l_2 - l_1; \quad \Delta T = T_2 - T_1.$$

Таким образом, для проведения измерений предлагаемым способом достаточно микроучастка и поэтому нет необходимости в обеспечении равномерности температурного поля во всем образце.

Пример. Определялся коэффициент теплового расширения ориентированной пленки из полиэтилена высокого давления. Пленка размером 10x3 мм помещалась в вакуумную камеру поста ВУП-2К и охлаждалась до температуры -150°C . Затем на поверхность пленки наносился слой свинца толщиной 20 нм испарением в вакууме, после чего пленка полиэтилена термообработывалась при комнатной температуре, что приводило к нарушению

сплошности тонкого слоя свинца и образованию большого числа микротрещин. Далее образец помещался на градиентный термостойкий растрового электронного микроскопа, чувствительность которого $10^{-6} - 10^{-7}$ см, и по длине образца создавался градиент температуры в диапазоне 60-100°C. При этом регистрировались изменения в распределении микротрещин и их размерах.

Коэффициент линейного теплового расширения определялся по формуле (1). Изучение распределения микротрещин показало, что преимущественное их направление совпадает с направлением ориентации пленки полиэтилена. Кроме того, распределение микротрещин чувствительно и к наличию в образце структурных и примесных неоднородностей.

Для получения сравнительных данных проводилось определение температурной зависимости α в указанном диапазоне температур известным способом при двух положениях образца из полиэтилена - вдоль и поперек направления ориентации. При этом минимальные размеры образца, достаточные для точного измерения α , составляли 60x20 мм.

Предложенный способ позволяет повысить чувствительность измерения коэффициента теплового расширения.

Формула изобретения

1. Способ определения коэффициента теплового расширения полимерных мате-

риалов, заключающийся в нанесении на поверхность образца меток, термическом воздействии и регистрации изменений во взаиморасположении меток, отличающийся тем, что, с целью повышения чувствительности и интенсификации процесса, на поверхность образца при температуре, меньшей или равной температуре стеклования, наносят тонкий слой вещества, например металла, толщиной не более 100 нм, затем проводят термообработку слоя при температуре, большей температуры стеклования, после чего создают градиент температур по длине образца.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что при определении коэффициента теплового расширения в области температур, превышающих температуру термообработки, градиент температур создают в процессе термообработки.

3. Способ по пп. 1 и 2, отличающийся тем, что при определении коэффициента теплового расширения в области температур, близких к температуре плавления материала образца, после термообработки и создания градиента температур образец охлаждают до комнатной температуры со скоростью, превышающей или равной 120 град/мин.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Новиков С. И. Тепловое расширение твердых тел. "Наука", М., 1974, с. 44-90.

2. Заявка Японии № 50-17274, кл. G 01N 25/16, 1975.

Составитель В. Гусева

Редактор И. Нестерова

Техред С. Мигай

Корректор Г. Назарова

Заказ 6065/12

Тираж 1073

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППТ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4