

Лабораторная работа №2.

ТЕХНОЛОГИЯ ПЕРЕРАБОТКИ ПТФЭ И ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ЕГО ОСНОВЕ

Цель работы: Ознакомиться с технологией переработки политетрафторэтилена (ПТФЭ) и получения на его основе композиционных материалов триботехнического назначения.

Оборудование: Весы аналитические, пресс гидравлический, высокоскоростной лопастной смеситель, сушильный шкаф, сито №1К, пресс-форма для ПТФЭ.

Материалы: ПТФЭ, наполнитель (цеолит, оксид алюминия, каолинит и др.).

Задания:

1. Изучить технологию изготовления полимерных композиционных материалов на основе ПТФЭ.
2. Приготовить композицию на основе ПТФЭ и наполнителя.
3. Изготовить заготовки лопаток и столбиков из приготовленного полимерного композиционного материала для последующего холодного спекания.
4. Освоить технику безопасности при работе с оборудованием.

ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ:

Процесс формирования надмолекулярной структуры композита сложного состава начинается в процессе его изготовления под влиянием различных факторов, поэтому соблюдение режимов технологического процесса позволяет получать воспроизводимые результаты, что является одним из главных задач при разработке полимерных композиционных материалов (ПКМ).

Высокое содержание влаги и летучих веществ в материалах является причиной появления дефектов в получаемых изделиях – вздутий, трещин, короблений, местного отжима связующего; низкое содержание этих веществ снижает текучесть материала, ухудшает его таблетруемость, приводит к

недопрессовкам, которые отрицательно сказываются на свойствах получаемых материалов. В связи с тем подготовка материала к переработке включает оценку его технологических характеристик (плотности, текучести, содержания влаги и летучих и пр.), подготовку его к виду, удобному для укладки в пресс-форму, а при необходимости доведение технологических свойств до требуемых путем сушки или других операций.

1. Предварительная подготовка ПТФЭ

ПТФЭ представляет собой рыхлый, легкокомкующийся порошок белого цвета имеющий тенденцию к агломерации (т.е. слеживаемость) при хранении, таким образом, полимер требует предварительной подготовки. Насыпная плотность исходного порошка варьируется в интервале 400-450 см/кг³.

Дисперсный порошок ПТФЭ предварительно просушивают в сушильной печи при 180-200 °С в течение 4-х часов. Просушенный ПТФЭ, после охлаждения внутри печи фракционируют через сито №1К по ГОСТ 6613-86 с ячейками 0,25 мм для получения однородного порошка с узким распределением фракции средних размеров частиц. Хранить высушенный и фракционированный полимер необходимо в эксикаторе. Данную часть выполняет лаборант.

1.1. Подготовка наполнителей для ПТФЭ

Наполнители улучшают ряд характеристик ПТФЭ: повышают износостойкость, твердость, прочность на сжатие, модуль упругости, снижают ползучесть в 2-3 раза, температурный коэффициент линейного расширения (КТЛР) в 2 раза, но параллельно ухудшают некоторые из них: снижают прочность на растяжение и изгиб, ударную вязкость.

Необходимо отметить, что на снижение износа материала на основе ПТФЭ сильно влияет не только содержание и природа наполнителя. Также существенный вклад вносит его предварительная подготовка. Перед введением наполнителя проводят сушку, выбирая оптимальное время, при котором происходит удаление частиц воды с поверхности.

Свойства наполненных полимерных композиций во многом определяются степенью дисперсности наполнителя, взаимодействием на поверхности раздела фаз и т.д. Как правило, чем выше степень дисперсности и сильнее межмолекулярное взаимодействие на поверхности контакта, тем эффективнее воздействие наполнителя на свойства полимера. Основным требованием, которому должен удовлетворять наполнитель для ПТФЭ, является способность выдерживать нагрев до температуры, при которой происходит спекание изделий из ПТФЭ (до 380 °С).

Таким образом, оптимальный комплекс свойств наполненных композиционных материалов определяется: 1) выбором и технологией подготовки наполнителя по составу, дисперсности, топологии поверхности; 2) соотношением наполнителя и полимера; 3) технологией совмещения наполнителя с полимером; 4) технологией переработки полученной композиции в изделие.

1.2. Технологическая схема изготовления изделий из ПТФЭ

Схематическое изображение технологии переработки полимерных композитов на основе ПТФЭ представлен на рисунке 1.

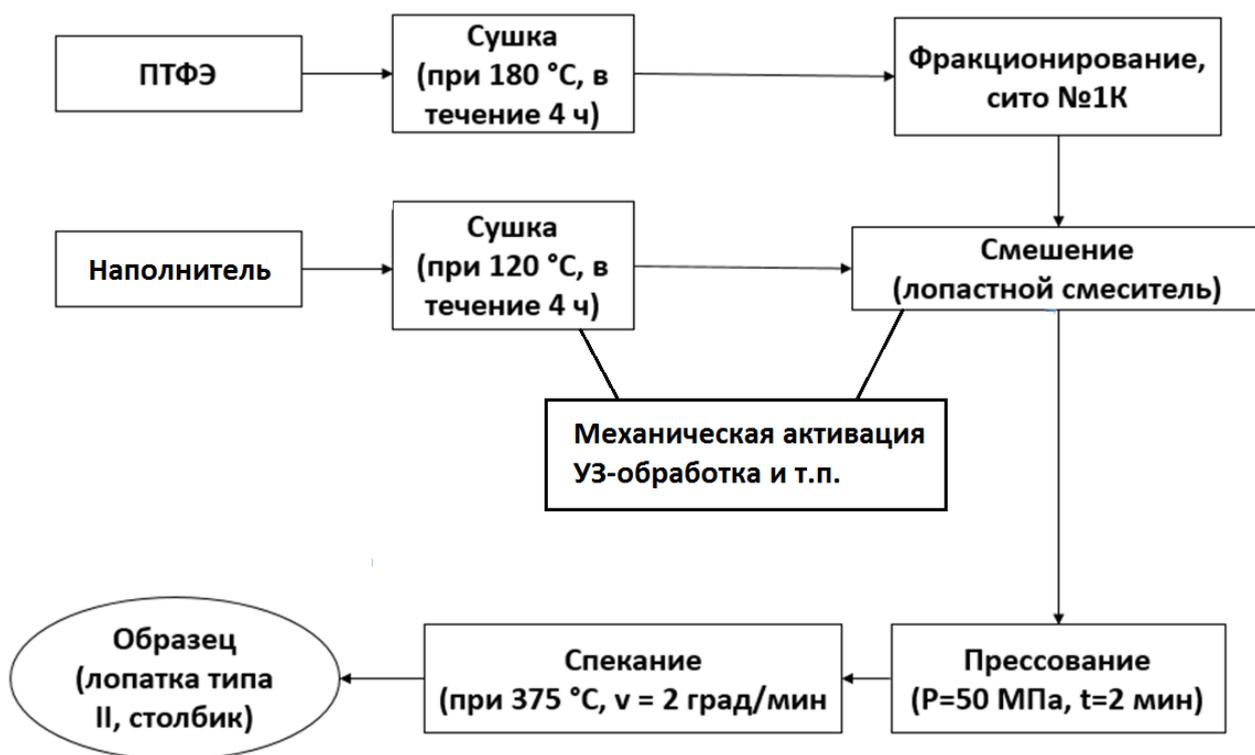


Рисунок 1. Общая технологическая схема переработки ПТФЭ и композитов на его основе

2. Смешение ПТФЭ с наполнителем

Главной стадией процесса, определяющей качество, является смешение компонентов композиции. Агломерация и неравномерное распределение наполнителя в матрице полимера отрицательно сказываются на эксплуатационных свойствах материала. В системах с инертным наполнителем после формирования пространственных структур наблюдается нарастающее падение прочности, поскольку отсутствует упрочненный граничный слой. Прочностные показатели композиции с активным наполнителем увеличивается до векторной его критической концентрации, после чего начинается их резкое ухудшение. Этот момент связан с предельным наполнением, выше которого непрерывная матрица теряет сплошность из-за недостатка полимерного вещества.

В лабораторных условиях совмещение ПТФЭ с наполнителями обычно проводят методом сухого смешения в высокоскоростном лопастном смесителе в течение 2-х минут (или больше, до получения гомогенной смеси). В серийном производстве обычно зависит от количества и скорости, т.е. до получения гомогенной смеси.

3. Прессование образцов ПТФЭ и ПКМ

Методом прессования получают детали и узлы разнообразного назначения, формы и размеров, обладающие высокой механической прочностью и жесткостью, хорошими диэлектрическими и радиотехническими свойствами. Метод прессования позволяет изготавливать в пресс-формах детали и узлы машин массой от нескольких граммов до 100 кг и более с толщиной стенки от 0,5 до 100 мм и более. Основными характеристиками процесса прессования являются температура, скорость прессования, давление (или усилие прессования), время выдержки под давлением, равномерное заполнение пресс-

формы и время выдержки после прессования, они являются определяющими факторами, влияющими на будущую структуру и свойства полимера и композита.

Полимер ПТФЭ обладает высоким значением вязкости (10^{11} Пуаз, не переходит в вязкотекучее состояние), поэтому изделия изготавливают методом холодного прессования.

Для исследования прессуют образцы в виде лопаток и столбиков согласно ГОСТу по технологии холодного прессования. Формование производится на съемной пресс-форме с помощью универсального гидравлического пресса (обычно, одноосное прессование), при комнатной температуре.

В данной работе при использовании пресс-формы, имеющейся в лаборатории «Технологии полимерных нанокompозитов», масса лопатки = 11 г. Прессование осуществляется при давлении 50 МПа с выдержкой под давлением в течение 2-х минут (скорость прессования 0,42 МПа/с). Пресс-форма соответствует лопаткам типа II. Масса столбика = 3,5 г. После снятия давления осторожно извлекаем отпрессованные детали из пресс-формы. Согласно ГОСТу для последующих испытаний изготавливают 5 лопаток и 5 столбиков.

4. Режим спекания ПТФЭ и ПКМ

Важной стадией переработки изделий из ПТФЭ является спекание. Образец, изготовленный прессованием, не обладает еще достаточной механической прочностью, т.к. частицы полимера не имеют однородной структуры. Только в результате спекания политетрафторэтиленовая заготовка получает необходимую обработку, которая придает заготовке окончательную форму обработанного термопластического изделия.

Спекание изделий производится в электрических печах с программируемым управлением. При спекании ПТФЭ и композитов используют метод свободного спекания, который происходит в результате нагрева отформованного из порошка изделия, располагаемого вне пресс-формы, с последующим охлаждением в печи. Скорость нагревания и охлаждения зависит

от размера изделий, и в справочниках можно найти соответствующие режимы спекания ПТФЭ. Управление охлаждением является определяющей стадией при спекании изделий.

В данном случае скорость нагревания составляет 2 град/мин. и охлаждения приблизительно составляет 1 град/мин, для получения материалов с кристалличностью 50-70%.

На рисунке 2 приведена схематическая иллюстрация режима спекания ПТФЭ и ПКМ.



Рисунок 2. Режим спекания ПТФЭ и ПКМ на его основе

После спекания ПТФЭ и ПКМ механическим путем удаляют облой, затем можно предварительно проводить оценку внешнего вида и цвета образцов, визуально без применения увеличительных приборов.

Измерение размеров полученных образцов делают микрометром до сотых долей. Испытания проводят после конденсации при комнатной температуре в течение 16 ч.

5. Калибровка образцов ПТФЭ и ПКМ

Главным недостатком использованной технологии переработки ПКМ на основе ПТФЭ являются большие значения усадок, которые могут достигать до 5-7 %. Для триботехнических испытаний ПКМ на основе ПТФЭ, используют

стандартные образцы в виде столбиков. Поэтому для получения изделий с точными размерами используют технологическую операцию – калибровку спеченных заготовок (столбиков). Образец и пресс-форма столбиков помещают в печь и нагревают до 180-200 °С, после доведения до нужной температуры идет выдержка в течение 30 мин, затем вынимают и собирают пресс-форму с образцом. В прессе быстро поднимают давление до 50 МПа и затем оставляют под давлением. После остывания образца в пресс-форме до комнатной температуры пресс-форму вынимают.

Ход работы:

Вследствие длительности выполнения полного цикла получения изделий на основе ПТФЭ часть технологических операций выполняется лаборантом или инженером, ответственным за приборы. Все работы выполняются под их руководством и наблюдением. Студентами выполняются разделы 2 и 3 данной лабораторной работы. Ход и результаты работ студенты отражают в лабораторном журнале. Делают выводы на основе проделанной работы.

При работе необходимо соблюдать следующие меры безопасности:

1. Работать при включенной принудительной вентиляции.
2. На гидравлическом прессе работать только под наблюдением лаборанта, поскольку гидравлический пресс является оборудованием повышенной опасности.
3. Соблюдать чистоту и порядок на рабочем месте.
4. Соблюдать правила работы на аналитических весах при приготовлении навесок.