


МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии
УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе
О.Г. Локтионова
« 02 » 10 2025 г.
(ЮЗГУ)



УДК 620.171.3; 67.03
Составитель: Н.В. Кувардин, Е.А. Мезенцев
Рецензент
К.х.н., доцент С.Д. Пожидаева

Производство композитных материалов: методические указания по подготовке к лабораторным занятиям и выполнению самостоятельной работы для обучающихся, осваивающих ОПОП ВО – программы магистратуры, реализуемые по модели «перевёрнутого обучения» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Н.В. Кувардин, Е.А. Мезенцев – Курск, 2025. – 32 с.:– Библиогр.: с.32

Методические указания содержат сведения для систематизации материала, полученного при выполнении лабораторных работ, рекомендации к применению изученных в курсе «Производство композитных материалов» теоретических основ и практических навыков, а также вопросы для самостоятельной подготовки

ПРОИЗВОДСТВО КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Методические указания по подготовке к лабораторным занятиям и выполнению самостоятельной работы для обучающихся, осваивающих ОПОП ВО – программы магистратуры, реализуемые по модели «перевёрнутого обучения»

Текст печатается в авторской редакции
Подписано в печать *19.09.25*. Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 1,86 Уч.-изд.л. 1,68 Тираж 35 экз. Заказ *1/64* Бесплатно
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Введение

Общеизвестно, что технический прогресс во многом зависит от доступности подходящих материалов. Это особенно хорошо видно на примере древних цивилизаций, где появление нового, более совершенного материала давало импульс развитию технологий и общества в целом. Неслучайно этапы развития цивилизации часто связывают с материалами, которые в тот период позволяли создавать наиболее совершенные орудия труда и средства производства. Именно так появились понятия каменного, бронзового и железного веков.

Сегодня традиционные полимеры во многом достигли предела своих возможностей, а научно-технический прогресс требует материалов с принципиально новыми характеристиками. Необходимы полимерные составы с исключительной прочностью, термостойкостью, устойчивостью к коррозии, а также другими уникальными свойствами и их комбинациями. Одним из ключевых методов создания таких материалов сегодня является модификация известных полимеров и их сочетание с различными веществами, включая другие полимеры. Именно поэтому современную эпоху многие исследователи называют «эрой композиционных материалов».

Определение: Композиционные материалы –это структуры, состоящие из двух или более химически разнородных компонентов, объединенных в единый объем с четкой границей раздела между ними.

Структурно композиционный материал можно описать как систему из нескольких фаз: непрерывной фазы (матрицы) и одной или более дисперсных фаз. Также возможны варианты, когда материал состоит из двух и более непрерывных фаз, каждая из которых может содержать дисперсные включения.

Полимерным композиционным материалом (ПКМ) называют композит, в котором непрерывная фаза (матрица) образована полимером. В условиях ускорения научно-технического прогресса такие материалы приобретают все большее значение, вытесняя традиционные (металлы, керамику, дерево и др.).

Преимущества ПКМ:

1. Уникальное сочетание свойств, недостижимое для других материалов:

- механических (прочность, упругость, ударная вязкость)
- термических (жаростойкость, теплопроводность);
- электрических, адгезионных, фрикционных и др.

2. Гибкость в регулировании характеристик за счет изменения состава и технологии производства.

3. Сохранение ключевых достоинств полимеров:

- простота переработки;
- низкая плотность (малый вес).

Главное преимущество ПКМ – возможность объединения в одном материале свойств, которые обычно являются взаимоисключающими. Например:

- сочетает прочность и эластичность;
- стеклопластики – высокую прочность и малый вес.

Структура композитов:

- матрица (связующее) – непрерывная фаза, определяющая основные свойства материала.
- наполнитель (дисперсная фаза) – включения, модифицирующие характеристики композита.

При этом свойства ПКМ в первую очередь зависят от матрицы, тогда как влияние наполнителя может быть менее значительным.

Классификация ПКМ:

Из-за многообразия составов и методов получения единой классификации не существует. Однако наиболее удобным критерием является агрегатное состояние и геометрическая форма наполнителя:

1. Твердые наполнители:

- дисперсные (порошки);
- волокнистые (нити, жгуты);
- чешуйчатые, ленточные.

2. Жидкие наполнители:

- растворимые в полимере;
- нерастворимые (эмульсии).

3. Газообразные наполнители:

- пенопласты с открытыми порами (губчатые);
- пенопласты с закрытыми порами (ячеистые).

4. Полимерные наполнители (смеси полимеров):
- однофазные (совместимые);
 - двухфазные (несовместимые).

Геометрия наполнителя существенно влияет на свойства конечного материала, что делает данную классификацию особенно полезной при изучении ПКМ.

Лабораторная работа № 1

Получение резольного лака и исследование его свойств

Цель занятия: получение резольного лака и исследование его свойств.

Исходные материалы. Фенол –18,8 г., формалин (40%-ный раствор)– 17,5 г., аммиак (25%-ная аммиачная вода)–3 мл, смесь спирта и бензола в соотношении 1:1 – из расчета 1 г смолы на 1 мл растворителя.

Оборудование. Колба круглодонная на 250 мл с обратным холодильником и механической мешалкой, водяная баня, термометр, фарфоровая чашка., колба плоскодонная на 250 мл со шлифом, холодильник пришлифованный; банка с притертой пробкой на 250 мл, плитка для определения скорости отверждения; ареометр; калиброванный вискозиметр Оствальда.

1. Получение олигомеров резольного типа

В трехгорлую колбу емкостью 250 мл, снабженную обратным холодильником, механической мешалкой и термометром, помещают фенол, формалин и аммиак. Реакционную смесь нагревают на водяной бане. Когда температура реакционной смеси поднимется до 85–90°C, начинается экзотермическая реакция.

После 1–1,5 ч нагревания реакционная смесь мутнеет и разделяется на два слоя: верхний–водный слой и нижний–смолообразный продукт поликонденсации. Смолообразный слой по мере дальнейшего нагревания быстро увеличивается в объеме. Как только будет ясно видно разделение двух слоев, нагревание прекращают, колбу снимают и содержимое ее выливают в фарфоровую чашку. После охлаждения смеси верхний водный слой (надсмольную воду) сливают, нижний же слой –продукт конденсации –упаривают в фарфоровой чашке в сушильном шкафу, доводя постепенно температуру до 100°C. Получается стеклообразная масса светло-желтого цвета –резол, хорошо растворимый в спирте, в смеси спирта с бензолом. Выход 130% из расчета на фенол.

2. Приготовление лака и исследование его свойств

Резол помещают в колбу и заливают указанным количеством растворителя. Время от времени взбалтывая, смесь оставляют стоять при комнатной температуре на 2–3 ч. Если по истечении этого времени резол еще не растворился, осторожно подогревают смесь с обратным холодильником на водяной бане при 50–60° С до полного растворения*

Охлажденный до комнатной температуры лак применяют для пропитки различных материалов (хлопчатобумажной ткани, высокопористой бумаги), определив предварительно скорость отвержения лака, вязкость и сухой остаток.

2а. Определение скорости отвержения

Скорость отвержения лака характеризуется временем, необходимым для испарения растворителя, удаления летучих и отвержения смолы до стадии резита. Для этого сорта лака время желатинизации на плитке при 150° С не более 100 сек.

1 г лака наносят на середину нагретой до 150°С плитки. Одновременно включают секундомер. Лак равномерно распределяют по поверхности плитки шпателем и перемешивают со скоростью 90–100 штрихов в минуту вдоль и поперек плитки. Отмечают время, при котором улетучиваются летучие продукты и полимер затвердевает. Отмечают консистенцию полимера (твердая, резиноподобная или мягкая).

2б. Определение плотности лаков

Для технических измерений достаточно воспользоваться ареометром. Для этого равномерно перемешанную пробу лака наливают в стеклянный цилиндр достаточной высоты. Определение плотности производится при 20° С или при температуре, указанной на ареометре. Подогрев или охлаждение осуществляются с помощью водяной бани. Затем в цилиндр медленно опускают чистый сухой ареометр и после установления равновесия отсчитывают показание.

Лаки с повышенным содержанием полимера склонны к образованию пленки на поверхности, что приводит к неправильным показаниям ареометра. Поэтому при измерении рекомендуется слегка покачивать цилиндр с лаком. Воздушные пузыри также могут дать искаженные результаты.

2в. Определение вязкости лака.

Для определения абсолютной вязкости лака измеряют время истечения определенного его объема из калиброванного вискозиметра.

10 мл лака отмеряют пипеткой и заливают в широкое колено вискозиметра Оствальда, погруженного в термостат с температурой $25^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$. С помощью резиновой груши, закрепленной на узком колене, в вискозиметр засасывают до верхней метки лак и засекают секундомером время истечения его от верхней метки до нижней. Измерение повторяют несколько раз, причем расхождения не должны превышать 0,2 сек. Время истечения лака не должно быть менее чем 40 сек.

Расчет вязкости в сантипуазах производят по формуле:

$$\eta = K\rho t,$$

где K – константа вискозиметра, ρ – плотность лака при 25°C , г/см³, t – время истечения, сек.

Если известно время истечения жидкости из калиброванного вискозиметра, искомую константу определяют по формуле

$$K = \frac{K_r t_0}{t_r},$$

где K – константа вискозиметра; K_r – константа градуированного вискозиметра; t_2 – время истечения жидкости из градуированного вискозиметра, сек; t_0 – время истечения жидкости из используемого вискозиметра, сек.

При измерении вязкости особое внимание следует обращать на поддержание точной температуры, так как изменение температуры на $0,1^{\circ}$ вызывает изменение вязкости приблизительно на 1%. Время истечения лака не должно быть менее 40 сек. Для этого вязкость по Оствальду при 20°C равно около 2000–4000 спз.

2с. Определение сухого остатка в лаке.

Навеску 1–2 г лака помещают во взвешенный бюкс и высушивают при 100°C в термостате до постоянного веса с точностью до второго знака после запятой. Затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Содержание сухого остатка у определяют по следующей формуле:

$$y = \frac{a100}{b},$$

где a – вес остатка после сушки, г; b – вес лака, г.

Лабораторная работа № 2

Изготовление текстолитовых заготовок на основе резольного лака

Цель занятия: изготовление текстолитовых заготовок на основе резольного лака.

Исходные материалы: резольный лак (на основе фенолоформальдегидного резола) с 50%-ным содержанием связующего –30 г; ткань хлопчатобумажная ткань –30 г.

Оборудование. Эмалированная ванна, стеклянные палочки –2, сушильный шкаф.

1. Пропитка ткани резольным лаком

Ткань, нарезанную на куски, погружают в эмалированную ванну с лаком, после чего двумя стеклянными палочками осторожно снимают с поверхности ткани избыточный лак. Пропитанную лаком ткань подвешивают на воздухе при комнатной температуре в течение первых 15–20 мин. Затем отправляют образцы в сушильный шкаф с температурой 50–60° С и сушат 60–80 мин. Во время пропитки необходимо следить за тем, чтобы ткань пропитывалась равномерно по всей своей толщине.

После сушки отношение веса смолы к весу ткани должно быть 1:1. Для контроля необходимого соотношения проводят испытания пропитанного материала

2. Определение скорости отвержения лака, нанесенного на наполнитель, по растворимости в ацетоне.

Для характеристики скорости отвержения смолообразного полимера используется определение его растворимости в ацетоне, если промежуточные продукты отвержения растворимы в ацетоне. Предварительно необходимо сделать следующие определения:

- 1) увеличение веса образца после пропитки и высушивания при 100° С в течение 5 мин
- 2) содержание полимера в лаке, %;
- 3) убыль веса пропитанного материала при его сушке.

Из бумаги, хлопчатобумажной или стеклянной ткани вырезают образец размером 10X15 см и пропитывают его равномерно лаком до поглощения $50 \pm 5\%$ лака. Пропитанный образец оставляют на 15 мин подсохнуть на воздухе и затем определяют точное содержание в нем полимера после сушки при 100°C в течение 5 мин. Взвешивание производят после охлаждения в эксикаторе и результаты записывают в следующем порядке:

а – вес пропитанного материала, г;

б – вес материала, г;

(а–б) – вес полимера в пропитанном материале, г;

К – содержание полимера в пропитанном материале, %:

$$K = \frac{(a-b)100}{a},$$

Из середины пропитанного материала вырезают прямоугольник размером 5X15 см, который, в свою очередь, разрезают на образцы –полосы шириной по 20 мм. На конце каждого образца пробивают отверстие и образцы нумеруют 1, 2, 3, 4.... и взвешивают каждый образец (начальный вес –гн).

Образцы высушивают в сушильном шкафу при 120°C соответственно 5, 15, 30 и 45 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают снова (гт). Содержание полимера в каждом образце после отвержения рассчитывают по формуле:

$$C\% = \frac{g_n - g_t}{g_n} 100.$$

Образцы после высушивания выдерживают в ацетоне в течение 10 мин, снова высушивают на воздухе и взвешивают. Полученные значения весов обозначают соответственно g1, g2, g3, g4.... Разница в весе $g_t - g_1 = g_a$, составляет вес ацетонорастворимого полимера.

Содержание ацетонорастворимого полимера рассчитывают по формуле:

$$C_a\% = \frac{g_a}{K} 100.$$

Форма записи:

№ образца	Время отвержения, мин	гн	гт	g _a	С _a г

3. Определение содержания полимера в пропитанном материале и потери в весе при отвержении

Содержание полимера в текстолитах (а также стеклотекстолитах и гетинаксах) определяют следующим образом.

Из пропитанной лаком ткани (или бумаги) вырезают образцы размером 5x5 см и определяют вес каждого (а). Одновременно определяют вес такого же по размеру, но не пропитанного лаком образца наполнителя (б). Разность а–б равна весу поглощенного материалом полимера.

Потеря в весе при отвержении определяется после сушки пропитанного образца при 150° С в течение 15 мин или более до постоянного веса (с). Для каждого определения берут по 3 образца. Расчет производят по формулам:

$$K = \frac{(a-b)100}{a}, P = \frac{(a-c)100}{a},$$

где К–содержание полимера в образце, %; Р – потери в весе при отвержении, %.

Лабораторная работа № 3

Способы получения наполненных материалов на основе фенол-формальдегидных смол

Реактивы: Фенол 1 моль; Формалин (40% раствор) 1,16 моль; Аммиак (25% раствор) или NaOH, Ba(OH)₂ 1,5 мл; Древесная мука 15-20% по фенолу; Глицерин 2,5% по фенолу.

Оборудование: Трехгорлая колба 1 шт; Обратный холодильник 1 шт; Нагреватель 1 шт; Тefлоновая подложка 2 шт; Механическая мешалка 1 шт; Плитка 1 шт.

1. Метод физико-механического перемешивания.

В реакционную колбу загружают раствор фенола с формалином и перемешивают, после растворения фенола в смесь добавляют катализатор. Реакционную смесь устанавливают в водяную баню при температуре 90-95°С и нагревают необходимое время. Реакцию проводят до образования двухслойной жидкости. В полученный раствор добавляют древесную муку и глицерин, перемешивают в течение 5-10 минут. После получения однородной гомогенной смеси ее выливают в

тефлоновую форму и полученную полимерную композицию высушивают. После этого проверяют растворимость композиции в ацетоне, спирто-бензольной смеси, бензоле, горячей воде.

Высушенную композицию помещают в высушенный шкаф и выдерживают при температуре 60-120°C до полного отверждения.

2. Метод поликонденсационного наполнения.

В реакционную колбу загружают фенол и формалин и перемешивают, после растворения фенола в смесь добавляют катализатор, необходимое количество древесной муки и глицерин. Реакционную смесь устанавливают в водяную баню при температуре 90-95°C и нагревают необходимое время. Полученную гомогенную смесь выливают в тефлоновую форму и высушивают. Проверяют растворимость полимерного композиционного материала в различных растворителях: ацетон, спирто-бензольная смеси, бензол, горячая вода.

Высушенную композицию помещают в высушенный шкаф и выдерживают при температуре 60-120°C до полного отверждения.

Задание:

1. Написать реакцию получения фенол-формальдегидных смол.
2. Объяснить изменение растворимости композиционных материалов после отверждения.
3. Сделать вывод о качестве композиционного материала, полученного двумя способами.

Лабораторная работа № 4

Исследование влияния параметров пропитки и отверждения связующего на свойства микропластика

Приборы и реактивы: колба с притертой пробкой емкостью 100 мл, мерный цилиндр, секундомер, пинцет, аналитические весы, рамочка для закрепления микропластика, эпоксидная смола марки ЭД-20 или ЭД-40, отвердитель полиэтиленполиамин (ПЭПА), гексаметилендиамин (ГМДА), ацетон, вязкозная некрученая нить;

Приготовление раствора связующего

С помощью стеклянной палочки взять навеску ЭС 20-30 г, поместив ее в сухую колбу емкостью 100 мл. По разности масс пустой и колбы с навеской рассчитать точную массу навески. Мерным цилиндром отмерить 50 мл ацетона и растворить навеску смолы в ацетоне, закрыв колбу пробкой и взволтав ее содержимое. Рассчитать необходимое количество отвердителя из расчета 10-15% ПЭПА (ГМДА) от массы смолы. Поместить отвердитель в раствор смолы и перемешать до полного растворения.

Ход работы

Образцы нитей длиной 1 м сворачивают колечком, затем готовят раствор связующего. Образцы нитей помещают с помощью пинцета в раствор связующего. Время пропитки 20, 30, 40 минут (по заданию преподавателя). По истечении времени пропитки колечки разматывают, закрепляют на рамочке и оставляют для отверждения (время и температура отверждения по заданию преподавателя).

Обработка результатов эксперимента

Исследуемые характеристики	Исходная (непропитанная нить)	Нить после пропитки связующим					
		Время пропитки				Параметры отверждения	
		20 мин	30 мин	40 мин	50 мин	Температура	Время
Разрывная нагрузка, сН/текс							
Относительное удлинение, %							
Скорость разрыва 100 мм/мин							

Задание:

1. Построить графики зависимости прочности и удлинения микропластика от параметров пропитки и отверждения;
2. Сделать вывод о влиянии связующего на физико-механические показатели микропластика, сравнив их с такими же показателями для исходной (непропитанной) нити.

Лабораторная работа № 5

Изготовление стеклотекстолита на основе полиэфирной смолы

Исходные материалы: жидкая полиэфирная смола –20 г; отвердитель – 2% от массы смолы.

Оборудование: плоскодонная колба на 300 мл; обратный холодильник; термошкаф.

Ход работы:

Полиэфирную смолу смешивают в колбе с отвердителем.

Стеклоткань, содержащую замасливатель, нагревают до 200°С в термошкафу для удаления замасливателя, так как его присутствие снижает адгезию.

Пропитку ткани лаком в лабораторных условиях производят в фарфоровом стакане, снимая избыток лака двумя стеклянными палочками.

Сушат пропитанную ткань при комнатной температуре. Определяют содержание связующего по нижеописанной методике. Содержание связующих должно быть в пределах 25–35%, летучих –1 %.

Методика определения содержания полимера в пропитанном материале и потери массы при отверждении.

Содержание полимера в текстолитах (а также стеклотекстолитах и гетинаксах) определяют следующим образом.

Из пропитанной лаком ткани (или бумаги) вырезают образцы размером 15×15 см и определяют массу каждого (*a*). Одновременно определяют массу такого же по размеру, но

пропитанного лаком образца наполнителя (b). Разность $a-b$ равна массе поглощенного материалом полимера.

Потеря в массе при отверждении определяется после сушки пропитанного образца при 150°C в течение 15 мин или более до постоянной массы (c). Для каждого определения берут по 3 образца. Расчет производят по формулам:

$$K = \frac{a-b}{a} 100; P = \frac{a-c}{a} 100.$$

где K – содержание полимера в образце, %; P – потери в массе образца при отверждении, %.

Остаточное содержание летучих до 3% допускается, оно обеспечивает материалу необходимую пластичность.

Полосы пропитанной ткани укладывают в пакеты нужной толщины, которые обкладывают с обеих сторон целлофаном. Пакеты прессуют между плитами пресса. Выдержка 10 мин на 1 мм толщины изделия. Давление прессования $35-50 \text{ кг/см}^2$ увеличивается постепенно.

Лабораторная работа № 6

Получение слоистого пластика на основе бумаги

Приборы и реактивы: эпоксидная смола ЭД-20, раствор полиамида (ПА) в спирте (10%-ный), фильтровальная бумага, фарфоровая чашка, бюкс, фольга, зажимы, гидравлический пресс ПГЛ5, стекло или кристаллизатор.

Получение ПА (найлона 6,6) поликонденсацией адипиновой кислоты и гексаметилендиамина (равновесный процесс)

Реактивы: адипиновая кислота, гексаметилендиамин, этиловый спирт, дистиллированная вода, инертный газ.

Приборы и посуда: стеклянные стаканы (3 шт), воронка бюхнера, капельная воронка, трехгорлая колба емкостью 100 см^3 с механической мешалкой, трехгорлая колба емкостью 250 см^3 , термометр на 300°C , баня со сплавом Вуда, шпатель, часовое стекло.

Порядок работы: 1) получение АГ-соли, 2) проведение поликонденсации;

Методика работы

Навеску 21,9 г (0,192 моль) адипиновой кислоты растворяют в 170 см³ этилового спирта, раствор отфильтровывают на воронке Бюхнера и переливают в трехгорлую колбу емкостью 250 см³, снабженную механической мешалкой. Одновременно 17,4 г гексаметилендиамина (0,15 моль) растворяют в смеси из 45 см³ этилового спирта и 16,5 см³ дистиллированной воды. Полученный раствор диамина отфильтровывают и постепенно в течение 15 мин. вводят при интенсивном перемешивании в раствор кислоты. После этого перемешивание продолжают в течение 2 ч. (при комнатной температуре). Образовавшийся осадок отделяют декантацией, фильтруют на воронке Бюхнера, промывают дважды этиловым спиртом и сушат на воздухе. Полученный продукт – полигексаметилендиамид (соль АГ) представляет собой бесцветные кристаллы с т. пл. 183°C.

Для получения полимера 2,5 г. соли АГ помещают в пробирку для поликонденсации и нагревают на бане со сплавом Вуда (или на солевой бане) при 220°C в постоянном токе инертного газа. После 1-го часового нагревания температуру повышают до 250°C и поддерживают ее в течении 4 часов. После окончания реакции полимер извлекают из пробирки.

Синтез N-метоксиметилированного найлона – 66

10 г найлона-6 растворяют при температуре 60°C при перемешивании в 30 г 90° муравьиной кислоты (обращаться очень осторожно) и к полученному раствору добавляют раствор 10 г параформальдегида в 10 г метанола, нагретого до 60°C и добавляют незначительное количество твердого едкого натра или КОН, после чего раствор становится прозрачным. Скорость прибавления раствора параформальдегида в первую мин. должна быть очень незначительной, чтобы не вызывать осаждения полиамида, а затем ее увеличивают так, чтобы всю операцию завершить за 3 мин.

Через 10 мин. после начала прибавления формальдегидного раствора быстро добавляют еще 10 г этанола и реакцию продолжают 30 мин. Затем раствор выливают в 250 мл

смеси ацетона с водой (50/50 по объему) и постепенно добавляют конц. водный раствор аммиака, высаживающий – метоксиметилированный полиамид в виде белого и мелкого порошка. После фильтрования полиамид тщательно промывают водой и высушивают в вакуум-сушильном шкафу при 40°C.

Методика приготовления 10% раствора ПА в этиловом спирте

Навеску ПА (5г) взвешивают на технических весах. Этиловый спирт из расчета приготовления 10%-го раствора ПА взвешивают в колбе на технических весах, затем в ту же колбу помещают навеску ПА. Для интенсификации растворения полимера содержимое колбы можно подогреть на водяной бане с обратным холодильником при температуре $\leq 60-70$ °C. Ориентировочное время растворения – 3 ч.

Методика работы по получению слоистого пластика

Навеску эпоксидной смолы ЭД-20 (~5 г) взвешивают на аналитических весах в фарфоровой чашке. В бюкс взвешивают на аналитических весах 10%-ный раствор ПА в этиловом спирте, количество которого рассчитано согласно заданию преподавателя (рекомендуемые массовые соотношения ПА:ЭД-20 = 1:3; 1:4; 1:5). Затем раствор ПА выливают в фарфоровую чашку с эпоксидной смолой и тщательно перемешивают.

Бумагу нарезают прямоугольниками или квадратами ориентировочным размером соответственно (6×10) или (6×6) см. в количестве 6-10 штук. Приготовленные образцы взвешивают на аналитических весах, а затем раскладывают на стекле или в кристаллизаторе пропитывают приготовленным раствором. Рекомендуемые массовые соотношения бумага: связующее 1:6 или 1:7.

Пропитанную бумагу укладывают на фольгу стопкой, сверху накрывают другим слоем фольги, зажимают сформованный препрег зажимами и помещают в нагретый термошкаф или нагретую пресс-форму гидравлического пресса ПГЛ5 при давлении 20-50 МПа.

Рекомендуемые условия отверждения:

температура 80-100°C;

время 0,5-1 ч.

Слоистый пластик освобождают от фольги и анализируют. Такой пластик называют гетинаксом.

Определение количества ацетонорастворимых фракций (степени связывания эпоксидной смолы).

Навеску полимера 0,5-1 г, взвешенную на аналитических весах, помещают в кальку, содержимое сворачивают конфеткой, помещают в колбу с обратным холодильником. В колбу наливают ацетон и нагревают в течение 1 часа. Затем навеску сначала сушат на воздухе, а потом в термощкафу при $T=60$ □ С до массы.

Количество ацетонорастворимых фракций рассчитывают по формуле:

$$\eta = \frac{a_1 - a_2}{a_2} 100\%$$

где a_2 – масса навески после экстракции;

a_1 – масса навески до экстракции.

Степень связывания эпоксидной смолы рассчитывают по формуле в ЭСПА:

$$\beta = 100 - \frac{(a_1 - a_2)A}{a_1B} 100\%$$

где A – масса связующего в навеске;

B – масса ЭД-20 в навеске.

Степень связывания эпоксидной смолы в слоистых пластиках рассчитывают по формуле:

$$\eta = 100 - \frac{(a_1 - a_2)P}{RB}$$

где P – масса связующего в слоистом пластике, г;

R – масса связующего в образце;

B – масса ЭД-20 в слоистом пластике.

Задание:

1. Написать реакции, протекающие в системе и представить принципиальную схему образования сетчатого полимера.

2. Определить степень связывания эпоксидной смолы.

3. Определить зависимость степени связывания эпоксидной смолы во времени процесса отверждения.

4. Определить зависимость степени связывания эпоксидной смолы при разных соотношениях СПА и ЭД-20.

5. Определить зависимость степени связывания эпоксидной смолы от температуры отверждения (в этом случае

необходимо не менее 3-х термошкафов с установленными в них разными температурами).

Определить параметры пространственной сетки.

Лабораторная работа № 7

Получение новолачной феноло-формальдегидной смолы

Цель работы: получение новолачной феноло-формальдегидной смолы.

Приборы и реактивы: технические весы; электроплитка; штатив с лапками; водяная баня; термометр до 110°C; круглодонная колба (300 мл или 500 мл); мерный цилиндр; пипетка; резиновые перчатки; фенол кристаллический; формалин 40%; соляная или серная кислота (концентрированные); резиновые шланги; фарфоровая чашка; металлическая пластинка; индикатор.

Теоретическая часть

Фенол C_6H_5OH –это бесцветное игольчато-кристаллическое вещество с характерным запахом, краснеет на воздухе, плотность 1254 кг/м³, температура кипения +182,2°C. Это очень слабая кислота (карболовая). Растворимость при обычной температуре 6,5 г на 100 мл воды. Очень токсичен.

Фенолформальдегидные смолы –это продукт взаимодействия фенола с формальдегидом в присутствии катализатора в результате реакции поликонденсации. При этом могут быть получены термопластичные (новолачные) и терморезистивные (резольные) смолы.

Для получения новолачной феноло-формальдегидной смолы необходимы следующие условия:

- мольное соотношение между фенолом и формальдегидом 7:6 или 2:1;
- наличие кислотного катализатора.

Ход работы

Навески кристаллического фенола (39 г), 40%-го формалина (18 г) помещают в круглодонную колбу и

взбалтывают, затем добавляют 0,75 г HCl или 0,45 г H₂SO₄. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают на водяной бане при температуре 90-100°C до резкого разделения смоляного и водяного слоя.

Содержимое колбы сливают в фарфоровую чашку, дают отстояться примерно в течение 10 минут, после чего верхний водяной слой сливают. Отстоявшийся в чашке полимер промывают теплой водой до нейтральной реакции по индикатору.

Смолу прогревают до удаления воды и выливают на металлическую платину. Определяют выход смолы в граммах.

Феноло-формальдегидная новолачная смола – растворимый и термоплавый продукт. Для отверждения смолы необходим отвердитель.

Для удобства проведения работы формалин и кислоты следует отмерять при помощи измерительного цилиндра и пипетки, учитывая при этом плотность данных реактивов: формалина – 1,1 г/см³; HCl – 1,18 г/см³; H₂SO₄ – 1,82 г/см³.

Лабораторная работа № 8

Получение резольной феноло-формальдегидной смолы

Цель работы: Получение резольной феноло-формальдегидной смолы.

Приборы и реактивы: технические весы; водяная баня; штатив с лапками; круглодонная колба (300 мл или 500 мл); шариковый холодильник; термометр до 100°C; резиновые перчатки; фенол кристаллический; формалин 40%; гидроксид натрия или калия, 25% раствор аммиака; резиновые шланги; чашка для выпаривания; противень; стеклянная пластинка; спирт, бензол или спирто-бензольная смесь.

Теоретическая часть

Резольные смолы получают реакцией поликонденсации фенола с избытком формальдегида в присутствии щелочей и кислот.

Полимеры феноло-формальдегидной смолы резольного типа получают в процессе поликонденсации. В результате этой

реакции образуется резольная фенолоформальдегидная смола и вода, являющаяся побочным продуктом.

Резольные смолы имеют окраску от светло-желтой до красноватой (в зависимости от применяемого катализатора). В отвержденном состоянии они имеют более высокие водостойкость, химическую стойкость и диэлектрические показатели, чем новолачные.

Для образования феноло-формальдегидной смолы необходимы следующие условия:

- мольное соотношение между фенолом и формальдегидом 7:6 или 1:1;
- наличие щелочного катализатора.

Ход работы

Получение феноло-формальдегидного резола состоит из трех стадий:

1. получение линейного полимера;
2. получение резола;
3. получение резита.

Для проведения реакции в круглодонную колбу помещают 35,5 г фенола, 35,5 г формалина, 4-6 г едкой щелочи или 4,5 г аммиака. Колбу соединяют с 16 обратным холодильником. Прибор помещают на водяную баню, поддерживая температуру 90°C.

Примерно через полчаса содержимое колбы мутнеет и разделяется на два слоя: верхний –водяной, нижний –смоляной. Нагревание продолжают еще 30 минут. Затем смесь выливают в фарфоровую чашку, немного охлаждают и удаляют водный слой. Полученная смесь представляет собой полимер линейного типа. Для установления линейного строения полимера проверяют его растворимость в спирте или бензоле.

Далее полимер подвергают подсушиванию при температуре 70°C. Подсушивание производится в пробирке на водяной бане или в фарфоровой чашке. Подсушенный полимер представляет собой сиропообразный продукт –резол. Растворимость его проверяют также в спирте, бензоле или спиртобензольной смеси. Для получения резита, т.е. неплавкого нерастворимого продукта резол нагревают до температуры 120°C.

Работу следует закончить получением резолы. Жидкие реактивы удобнее брать по объему: плотность формалина –1,1 г/см³, плотность 25% раствора аммиака –0,9 г/см³.

Лабораторная работа № 9

Получение полиметилметакрилата методом блочной полимеризации

Цель работы: Получение полиметилметакрилата методом блочной полимеризации.

Приборы и реактивы: электроплитка; водяная баня; термометр; две фарфоровые чашки; две стеклянные палочки; мерный цилиндр; метилметакрилат; перекись бензоила – инициатор; дибутилфталат –пластификатор; красители.

Теоретическая часть

Полиметилметакрилат (органическое стекло) – термопластичный полимер, получаемый в промышленности методом блочной полимеризации из метилметакрилата в присутствии катализатора.

Ход работы

В фарфоровые чашки высыпают по 0,018-0,02 г перекиси бензоила и растворяют ее в 2 мл дибутилфталата. Затем в одну из чашек присыпают 1 мг

красителя. Стеклянной палочкой тщательно перемешивают смеси в чашках.

В две пробирки наливают по 1 мл метилметакрилата. Вводят смесь пластификатора с инициатором и красителем в одну из пробирок. В другую пробирку вносят неокрашенную смесь инициатора с пластификатором. Полученные в пробирках растворы тщательно перемешивают.

Подготовленные к полимеризации пробирки устанавливают в водяную баню с температурой воды 50°C.

Полимеризацию проводят при температуре от 50 до 70°C до получения сиропообразного густого форполимера. Дальнейшую полимеризацию проводят при температуре 60°C до

получения твердого продукта, который по окончании реакции извлекают из формы.

В конце реакции подсчитывают выход продукта от массы исходного мономера.

Лабораторная работа № 10

Отверждение новолачной и резольной смолы и приготовление на их основе пресс-порошков

Цель работы: Отверждение новолачной и резольной смолы и приготовление на их основе пресс-порошков.

Приборы и реактивы: электроплитка; металлическая плита с отверстием для термометра; термометр со шкалой до 200°C; металлический стержень или скальпель; ступка фарфоровая; феноло-формальдегидная резольная смола; феноло-формальдегидная новолачная смола; уротропин; секундомер.

Теоретическая часть

Резольные смолы отверждаются без отвердителей. Смолы новолачного типа отверждаются при помощи отвердителей. Процесс отверждения ускоряется при повышении температуры. Для того, чтобы подобрать температурный режим, необходимо учитывать скорость отверждения смол, входящих в состав пресс-порошков.

Пресс-порошки состояются из новолачной и резольной смол. Пресспорошки для прессования пластмасс состоят из связующего (полимера), отвердителя (при использовании новолачной смолы), красителя, пластификатора, наполнителя, стабилизатора.

Ход работы

а) Отверждение феноло-формальдегидных смол

Навеска новолачной смолы растирается с 10% раствором уротропина.

Отдельно взвешивается навеска резольной смолы.

Смесь смолы с уротропином помещают на электроплитку, нагретую до температуры $160 \pm 5^\circ\text{C}$ и включают секундомер.

Отмечают время отверждения смолы. Отвержденной считается нерастворимая, неплавкая смола.

Таким же образом производится отверждение резольной смолы.

б) Приготовление пресс-порошков на основе новолачной и резольной смол

Следует использовать составы феноло-формальдегидных смол, указанных в работах №6 и 7.

Состав пресс-порошка на основе новолачной смолы:

- феноло-формальдегидная смола 30 в.ч.;
- уротропин 10 в.ч.;
- наполнитель минеральный или органический 50 в.ч.;
- краситель 1 в.ч.

Состав пресс-порошка на основе резольной смолы:

- феноло-формальдегидная смола 40 в.ч.;
- наполнитель 50 в.ч.;
- краситель 1 в.ч.

Смола растирается, смешивается с наполнителем и красителем. Из приготовленных пресс-порошков можно прессовать изделия на гидравлических прессах, в пресс-формах при определенном давлении, выдержке и температуре $160\pm 5^{\circ}\text{C}$. Величина давления зависит от размеров изделий, а выдержка – от скорости отверждения и величины изделий.

Лабораторная работа № 11

Определение влажности пресс-порошков по методу Дина-Старка

Цель работы: Определение влажности пресс-порошков.

Приборы и реактивы: колба круглодонная; ловушка Дина-Старка (приемник проградуированный); холодильник Либиха; испытуемый пресс-порошок; органический растворитель (толуол, ксилен, бензол и др.); стеклянные капилляры; песчаная баня.

Теоретическая часть

Влажность пресс-порошков обуславливается способностью полимерных материалов при непосредственном контакте с водой впитывать или поглощать влагу из паровоздушной среды.

Влажность характеризуется весовым содержанием воды в материале и всегда ниже, чем его полное водопоглощение. Определяют влажность пресспорошков прибором Дина –Старка.

Ход работы

Для проведения работы устанавливают прибор Дина-Старка. Для этого холодильник Либиха соединяют с ловушкой, отводная трубка которой присоединяется к круглодонной колбе.

В круглодонную колбу помещают 30-40 г исследуемого пресс-материала, отвешенного с точностью до 0,1 г, приливают 100 мл органического растворителя. Смесь тщательно перемешивают. В колбу помещают несколько стеклянных капилляров. Колбу со смесью соединяют с приёмником. Через холодильник пропускают воду, а колбу с пресс-порошком подвергают нагреванию. Пары воды, содержащиеся в пресспорошке, конденсируются и охлаждаются в градуированной части ловушки приемника.

Содержание воды в пресс-материале рассчитывают по формуле:

$$B = \frac{V}{m} 100\%$$

где V –объем воды в приемнике, мл; m –масса смолы или прессматериала, г.

Лабораторная работа № 12

Составление полимерных клеев и технология склеивания пластмасс

Цель работы: составление полимерных клеев и изучение технологии склеивания пластмасс.

Приборы и реактивы: электроплитка; водяная баня; термометр; пробирки; образцы термопластов (органическое стекло или полистирол); стружка термопласта (органического

стекла или полистирола); растворители для оргстекла (дихлорэтан, метиловый спирт или ледяная уксусная кислота) или для полистирола (толуол, бензол, ксилол и т.д.); терморезактивный клей БФ или эпоксидная смола ЭД-5 или ЭД-6; отвердитель; пластификатор; ацетон или спирт; образцы терморезактивных пластмасс; фарфоровые чашки; струбцины; кисточка; деревянная палочка.

Теоретическая часть

Самым распространенным способом соединения пластмасс является склеивание или сварка. Склеивание –это процесс неразборного соединения изделий или отдельных деталей, при котором две плоскости соединены тонкой пленкой клеящего вещества.

Сопряжение склеиваемых деталей производится по тому же принципу, что и сварка металлов: внахлестку, впритык и т.д. Клеями для пластических масс являются термопластические и терморезактивные смолы.

Термопласты приклеиваются тремя способами:

- растворителями;
- лаками, приготовленными из приклеиваемого термопласта и растворителя;
- терморезактивными клеями.

Ход работы

а) Склеивание растворителями и лаками

На прикладываемые поверхности наносят растворитель. Смачивание поверхностей растворителями производят до их набухания. Поверхности сопрягаются и закладываются под пресс.

Для приклеивания лаками готовят клей на основе стружки приклеиваемого термопласта. Для этого в пробирку помещают 10 г растворителя и 2-3% стружки от массы растворителя. Для ускорения процесса получения лака пробирку с содержимым нагревают на водяной бане при температуре 40°C.

На приклеиваемые поверхности наносят слой приготовленного лака. Избытки лака удаляют. Процесс приклеивания производят по вышеприведенной методике, используя вместо растворителя полученный лак.

Реактопласты приклеиваются терморезактивными клеями типа БФ, эпоксидными, полиэфирными клеями и др.

Склеиваемые пластмассы очищают, обезжиривают ацетоном или спиртом и высушивают на воздухе 20-30 мин.

Состав эпоксидного клея:

- эпоксидная смола 100 в.ч.;
- пластификатор 15 в.ч.;
- отвердитель 8-20 в.ч.

Взвешенная эпоксидная смола смешивается с пластификатором и отвердителем. Высушенные после обезжиривания образцы покрываются клеем по поверхности и выдерживаются в термошкафу при температуре 60°C в течение 15 минут. Затем наносится новый слой, выдерживается. Склеиваемые поверхности плотно прижимаются друг к другу и закрепляются в струбцине.

Лабораторная работа № 13

Получение слоистого пластика на основе капроновой ткани

Цель работы: получить композитный материал(слоистый пластик) на основе капроновой ткани.

Приборы и реактивы: эпоксидная смола ЭД-2-, раствор СПА в этиловом спирте (10%-й), капроновая ткань, фарфоровая чашка, бюкс, фольга, зажимы, гидравлический пресс ПГЛ 5, стекло или кристаллизатор.

Ход работы

Навеску эпоксидной смолы ЭД-2-0 (~ 5 г) взвешивают на аналитических весах в фарфоровой чашке. В бюкс взвешивают на аналитических весах 10%-й раствор СПА в этиловом спирте, количество которого рассчитано согласно заданию преподавателя. (Рекомендуемые массовые соотношения СПА:ЭД-20 = 1:3; 1:4; 1:5). Затем раствор СПА выливают в фарфоровую чашку с эпоксидной смолой и тщательно перемешивают.

Капроновую ткань нарезают прямоугольниками или квадратами ориентировочным размером соответственно (6 x 10)

или (6 x 6) см в количестве 6-10 штук. Приготовленные образцы взвешивают на аналитических весах, а затем раскладывают на стекле или в кристаллизаторе, пропитывают приготовленным раствором. Рекомендуемые массовые соотношения ткань: связующее 1:6 или 1:7.

Пропитанную ткань укладывают на фольгу стопкой, сверху накрывают другим слоем фольги, зажимают сформованный препрег зажимами и помещают в нагретый термошкаф или нагретую пресс-форму гидравлического пресса ПГЛ5 при давлении 20-50 МПа. Слоистый пластик освобождают от фольги и анализируют. Рекомендуемые условия отверждения: время 0,5-1 ч.; температура 160-220⁰С.

Задание

1. Написать реакции, протекающие в системе, и представить принципиальную схему образования сетчатого полимера.

2. Определить степень связывания эпоксидной смолы.

3. Определить зависимость степени связывания эпоксидной смолы во времени процесса отверждения.

4. Определить зависимость степени связывания эпоксидной смолы при разных соотношениях СПА и ЭД-20.

5. Определить зависимость степени связывания эпоксидной смолы от температуры отверждения (в этом случае необходимо не менее 3-х термошкафов с установленными в них разными температурами).

6. Определить параметры пространственной сетки.

Вопросы для самостоятельной подготовки.

Тема: Общие сведения о композитных материалах.

1. Что такое композитные материалы?
2. Какие преимущества они имеют?
3. Как определить, что материал композитный?
4. Какие классификации имеют композитные материалы?
5. Какие области применения для композитных материалов?
6. Приведите примеры классификации композиционных материалов (по материаловедческому, конструкционному, технологическому, эксплуатационному принципам).
7. Обоснуйте необходимость получения композитов

8. Приведите примеры применения самых первых композитных материалов
9. Как и где применялись самые первые композитные материалы?
10. Что такое композитные материалы?
11. Назовите характерные признаки композитных материалов.
12. Назовите преимущества композитных материалов.
13. Какие материалы могут заменить композиты?
14. В каких областях промышленности применяются композитные материалы?
15. В каких бытовых областях применяются композитные материалы?
16. Поясните принцип, предусматривающий комплексное решение вопросов выбора композиционных материалов, проектирования из них конструкций и разработки технологических процессов.
17. Назовите признаки композиционных материалов искусственного происхождения.
18. Когда вышел первый патент на полимерный композиционный материал, содержащий армированную природными волокнами синтетическую смолу?
19. Расскажите о армированных композитных материалах.
20. Какие материалы применяются для получения армированных композитных материалов?
21. Что такое полимерные композитные материалы?
22. Что такое полиматричные полимерные материалы?
23. Что такое органопластики?
24. Назовите, какие методы получения композитных материалов можно отнести к твердофазным методам получения композитных материалов.
25. Назовите, какие методы получения композитных материалов можно отнести к жидкофазным методам получения композитных материалов.
26. Что такое метод пропитки?
27. Расскажите о армированных композитных материалах.
28. Какую структуру имеют композитные материалы, полученные из набора чередующихся слоев фольги или листов материалов различной природы и состава.

29. Какую структуру имеют дисперсно-упрочненные и армированные композитные материалы

30. Расскажите о классификации композитных материалов по структуре и расположению компонентов.

31. Какой наполнитель содержат волокнистые, армированные непрерывными и дискретными волокнами композитные материалы?

Тема: Матричные материалы

1. Что такое матрица?
2. Какие функциональные свойства несет матрица?
3. Какие виды матриц бывают?
4. Что такое олигомер?
5. Что такое полимеризация?
6. Что такое поликонденсация?
7. Что такое переетерификация?
8. Дайте определение понятию матрица
9. Охарактеризуйте функции матрицы
10. Приведите примеры материалов обладающих полимерной матрицей.
11. Приведите примеры материалов обладающих металлической матрицей.
12. Приведите примеры материалов обладающих керамической матрицей.
13. Какими способами получают полимерные материалы?
14. Что такое реакция поликонденсации?
15. Что такое переетерификация?

Тема: Наполнители и их основные характеристики

1. Что такое наполнители?
2. Какие функциональные свойства наполнителя?
3. Какие виды наполнителей бывают?
4. На что влияет размер наполнителя?
5. На что влияет форма наполнителя?

6. Что такое аппреты?
7. Что такое пигмент?
8. Приведите примеры материалов с наполнителем
9. Приведите примеры конкретных наполнителей.
10. Приведите требования к наполнителям.
11. Какова должна быть температура разложения наполнителя, относительно температуры переработки базового полимера?
12. Охарактеризуйте антиоксиданты.
13. Охарактеризуйте пигменты.
14. Дайте определение понятию светостабилизатор
15. Охарактеризуйте функции наполнителя светостабилизатора.
16. Дайте определение понятию антипирен
17. Дайте определение понятию газообразователь
18. Охарактеризуйте вспенивающие добавки
19. Охарактеризуйте смазывающие добавки.

Тема: Производство и принципы создания композитных материалов

1. Что такое экструзия?
2. Что такое литье под давлением?
3. Что такое литье прессование?
4. Что такое намотка?
5. Какой процесс обеспечивает отверждение связующего в полимерных композитных материалов
6. Какой тип связующего чаще всего используется в препрегах?
7. Какой процесс обеспечивает равномерное распределение связующего в армирующем наполнителе при контактном формировании?
8. Охарактеризуйте процесс экструзии
9. Охарактеризуйте процесс литья под давлением
10. Охарактеризуйте процесс прессования
11. Охарактеризуйте процесс намотки
12. Охарактеризуйте процесс смешения.
13. Охарактеризуйте экструзионное оборудование

14. Охарактеризуйте литьевое оборудование (термопласт-автомат)
15. Охарактеризуйте оборудование для прессовки полимерных композитных материалов
16. Охарактеризуйте оборудование для намотки полимерных композитных материалов
17. Охарактеризуйте процесс компаундирования.
18. В чем заключается основное отличие экструдера от компаундера?
19. Для чего нужен вакуум в процессе экструзии?
20. Опишите оборудование для сушки базовых полимеров.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Мэттьюз, Ф. Композитные материалы. Механика и технология : учебник / Перевод с английского С. Л. Баженова. - М. : Техносфера, 2004. - 408 с. - (Мир материалов и технологий). - ISBN 5-94836-032-6 : - Текст : непосредственный.
2. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология : учебное пособие / под ред. А. А. Берлина. - СПб. : Профессия, 2009. - 560 с. : ил. - ISBN 978-5-93913-130-8 - Текст : электронный
3. Люкшин, Б. А. Композитные материалы : учебное пособие / Б.А. Люкшин. - Томск : Томский гос. ун-т систем управления и радиоэлектроники, 2012. - 101 с. - URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=209004> (дата обращения: 15.11.2022) . - Режим доступа: по подписке. - Б. ц. - Текст : электронный.
4. Карманова, О. В. Технология полимерных материалов (Теория и практика) : учебное пособие / О. В. Карманова, М. С. Щербакова, А. С. Москалев ; науч. ред. Ю. Ф. Шутилин. - Воронеж : Воронежский государственный университет инженерных технологий, 2021. - 137 с. - URL: <https://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=688142> (дата обращения: 22.11.2023) . - Режим доступа: по подписке. - ISBN 978-5-00032-545-2 : Б. ц. - Текст : электронный.