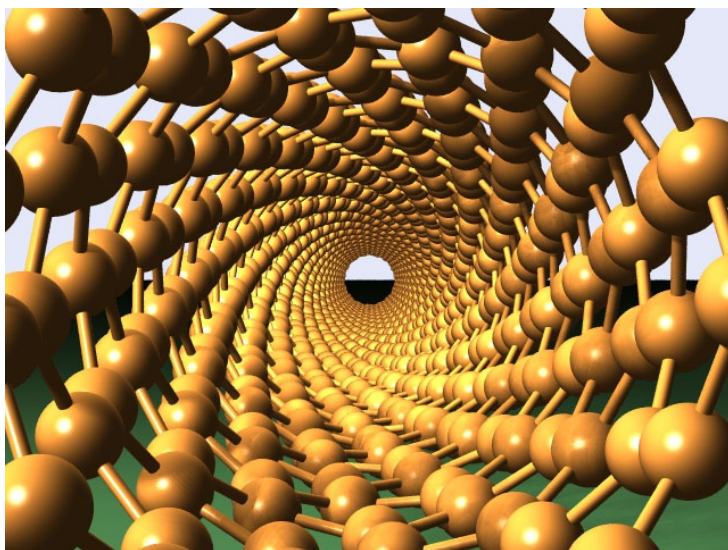


**М.І. ШУТ, В.В. ЛЕВАНДОВСЬКИЙ,  
Т.Г. СІЧКАР, Л.К. ЯНЧЕВСЬКИЙ**



**ЗАГАЛЬНА ФІЗИКА  
СПЕЦІАЛЬНИЙ ФІЗИЧНИЙ  
ПРАКТИКУМ**

**М.І. Шут, В.В. Левандовський, Т.Г. Січкара,  
Л.К. Янчевський**

**ЗАГАЛЬНА ФІЗИКА  
СПЕЦІАЛЬНИЙ ФІЗИЧНИЙ ПРАКТИКУМ**

**КИЇВ - 2017**

УДК 53(076.5)  
ББК 22.3я73 – 5  
З – 14

*Рекомендовано до друку Вченою Радою НПУ імені М.П. Драгоманова  
(протокол № 4 від 27 жовтня 2014 р.)*

**Автори:** М.І. Шут, В.В. Левандовський, Т.Г. Січкара, Л.К. Янчевський

**Рецензенти:**

доктор хімічних наук, професор **Колупаєв Б.С.** (Рівненський гуманітарний університет),

доктор педагогічних наук, професор **Заболотний В.Ф.** (Вінницький державний педагогічний університет імені Михайла Коцюбинського)

З – 14      Загальна фізика. Спеціальний фізичний практикум.: навчальний посібник / Шут М.І., Левандовський В.В., Січкара Т.Г., Янчевський Л.К. – К.: НПУ імені М.П. Драгоманова, 2017. – 190 с.

В посібнику представлено експериментальні роботи, що пропонуються для проведення у навчально – науковій лабораторії спеціального фізичного практикуму. Посібник містить 4 окремих розділи (модулі). Кожен з них спрямований на поглиблене вивчення окремих розділів фізики. Лабораторні роботи окремих модулів об'єднанні однією науковою ідеєю, тематикою і змістом.

Практикум призначений для студентів, аспірантів фізичних спеціальностей вищих навчальних закладів та науково-дослідних центрів. Він також може бути корисним також для працівників центральних заводських лабораторій, що спеціалізуються в галузі фізико-хімії полімерів.

УДК 53(076.5)

ББК 22.3я73 – 5

ISBN 978-966-931-117-7

© Шут М.І., Левандовський В.В., Січкара Т.Г., Янчевський Л.К., 2017

© Вид-во НПУ імені М.П. Драгоманова, 2017

## З М І С Т

Передмова .....	5
Розділ 1. ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ДОСЛІДЖЕННЯ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ТА РЕЛАКСАЦІЙНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТВЕРДИХ ТІЛ .....	9
Фізичні основи визначення швидкості поширення та поглинання ультразвуку імпульсними методами.....	13
Спосіб співставлення результатів вимірювання імпульсно-фазовим та ехо-імпульсним методами для визначення швидкості поширення та поглинання ультразвуку.....	17
Визначення хвильового опору і густини акустичним методом.....	20
Комплексний характер механічних властивостей твердих тіл.....	27
<i>Лабораторна робота № 1. Методи визначення швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку в різних речовинах.....</i>	<i>31</i>
<i>Лабораторна робота № 2 . Дослідження фізико–механічних властивостей речовин та їх температурної залежності ультразвуковими методами.....</i>	<i>39</i>
<i>Лабораторна робота № 3. Визначення хвильового опору і густини акустичним методом.....</i>	<i>47</i>
<i>Лабораторна робота № 4. Дослідження комплексного характеру механічних властивостей твердих тіл.....</i>	<i>54</i>
Розділ 2. ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОФІЗИЧНИХ ТА РЕЛАКСАЦІЙНИХ ХАРАКТЕРИСТИК РЕЧОВИН.....	66
<i>Лабораторна робота № 5. Дослідження фазового переходу першого роду та процесу склування аморфних тіл.....</i>	<i>71</i>
<i>Лабораторна робота № 6. Вивчення будови та принципу дії динамічного <math>\lambda</math>–калориметра. Дослідження температурної залежності теплопровідності аморфних тіл.....</i>	<i>91</i>
<i>Лабораторна робота №7. Визначення теплофізичних характеристик методом двох температурно-часових інтервалів .....</i>	<i>104</i>
<i>Лабораторна робота №8. Вивчення впливу стабілізаторів на молекулярний рух і властивості аморфних тіл .....</i>	<i>116</i>
Розділ 3. ТЕПЛОВЕ РОЗШИРЕННЯ ТВЕРДИХ ТІЛ. ФІЗИЧНІ ОСНОВИ ТЕПЛОВОГО РОЗШИРЕННЯ.....	123
Особливості теплового розширення високомолекулярних тіл.....	129

<i>Лабораторна робота №9. Вивчення основ дилатометрії. дослідження процесу склування аморфних тіл.....</i>	133
<i>Лабораторна робота №10. Вивчення явища та дослідження параметрів термічного стимульованих коливань елементів структури композиційних матеріалів.....</i>	142
<b>Розділ 4. ДІЕЛЕКТРИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ РЕЧОВИН.....</b>	<b>157</b>
Основні уявлення про електропровідність речовин.....	157
Діелектричні властивості полімерів.....	157
Методи визначення діелектричних параметрів діелектриків.....	166
<i>Лабораторна робота № 11. Визначення енергії активації релаксаційних процесів діелектричним методом.....</i>	<i>179</i>
<i>Лабораторна робота №12. Визначення діелектричної проникності рідин та дисперсних систем .....</i>	<i>181</i>
<i>Лабораторна робота №13. Дослідження стану вологи в дисперсних системах діелектричним методом.....</i>	<i>183</i>
Література.....	187

## Передмова

Навчальний посібник «Загальна фізика. Спеціальний фізичний практикум» входить до комплексу навчальних посібників з курсу загальної фізики для студентів фізичних спеціальностей педагогічних вузів, підготовлених викладачами кафедри загальної та прикладної фізики Національного педагогічного університету імені М.П. Драгоманова.

Відповідно до діючих навчальних планів студенти фізичних спеціальностей вивчають цей курс на заключному етапі навчання за вибором, коли вони прослухали курси загальної та теоретичної фізики, тобто вже мають базову теоретичну та експериментальну фахову підготовку.

Завданням курсу є ознайомлення студентів-випускників з сучасним навчально-науковим обладнанням, методами наукових досліджень та роботою в наукових творчих колективах. Студенти покликані поглибити свої знання і вдосконалити практичні уміння і навички з техніки фізичного експерименту, набути потрібної теоретичної і практичної підготовки для проведення факультативних занять у школі, підготовки спецкурсів для читання студентам з окремих розділів фізики.

При визначенні змісту курсу автори керувались багаторічним досвідом роботи в навчально-наукових лабораторіях, завданнями, які ставляться для підготовки спеціалістів, магістрів та аспірантів за спеціальністю «Теплофізика. Молекулярна фізика», наявністю в лабораторії сучасного серійного та оригінального, розробленого і створеного авторами, навчально-наукового обладнання.

В посібнику акцентується увага на розгляді питань сучасної фізики, матеріалознавства, що носять дослідницький характер. Пропонується ряд експериментальних завдань дослідження залежності структурно-механічних, теплофізичних, діелектричних властивостей речовин від часу в зовнішніх теплових, силових та електричних полях, комплексу релаксаційних характеристик твердих тіл, зокрема нанокompatитів і низькорозмірних полімерних систем методами механічної, структурної, діелектричної релаксації.

Розроблені авторами посібника методи релаксаційної спектроскопії дозволили поставити ряд лабораторних завдань з дослідження молекулярної та надмолекулярної структури матеріалів. Запропонований універсальний експрес – метод дослідження кінетичних явищ з акустичних вимірювань дає можливість: прослідкувати за кінетикою протікання процесів молекулярної та надмолекулярної перебудови речовин в залежності від часу і температури, познайомитись із стадійністю протікання цих процесів; досліджувати кінетику тверднення будівельних розчинів, лаків, фарб; бродіння дріжджових систем; кінетику кристалізації, полімеризації, структурування води, впливу електричних, магнітних, теплових полів на життєдіяльність, властивості нанобіосистем та ін.

Посібник складається з окремих розділів (модулів). Кожен з них спрямований на поглиблене вивчення окремих розділів курсу фізики, актуальних питань сучасної фізики: механіки, молекулярної фізики і термодинаміки, електродинаміки, фізики твердого тіла. Він містить: теоретичну частину та рекомендовану літературу для поглибленого вивчення та експериментального дослідження розглянутих явищ і процесів, методику, рекомендовану для виконання лабораторних робіт на науково – лабораторному обладнанні модуля. Лабораторні роботи об'єднані однією науковою ідеєю, тематикою і змістом. Вони містять: мету та завдання, перелік обладнання і матеріалів для проведення експериментальних досліджень; опис фізичних основ, принципу дії та конструктивних особливостей обладнання, що рекомендується до використання; рекомендації щодо порядку виконання робіт, техніки проведення фізичного експерименту, обробки та оформлення результатів вимірювання. Подано опис комп'ютерної програми та методику її використання для допуску до виконання лабораторних робіт. В кінці дається перелік контрольних запитань та питань трьохрівневого рейтингового контролю для перевірки глибини набутих знань, вказівки щодо дотримання вимог охорони праці, правил техніки безпеки та протипожежної техніки.

## **Деякі психолого-фізіологічні основи методики подання навчального матеріалу**

Основні розробки, які належать до галузі психолого-фізіологічних основ функціонування мозку взагалі і механізму людської пам'яті зокрема, висувають нові адекватні вимоги до структури формування навчально-методичного матеріалу. Більш того, ці розробки стають науковою базою методики подання навчального матеріалу як такого.

Так, однією із сучасних моделей функціонування людської пам'яті є так звана голографічна модель.

Згідно з нею, надходження певної інформації фіксується за рахунок синтезу нейрону в певній ділянці головного мозку людини. Якщо наступна порція спорідненої інформації надходить у логічному зв'язку із попередньою, то, відповідно, черговий нейрон синтезується тій же ділянці. Більше того, у такому випадку синтезовані нейрони утворюють просторово-голографічну систему, компактно розташовану в одній ділянці мозку. У протилежному випадку, відповідна інформація хаотично розкидана у різних ділянках. Тобто, при відсутності логічного зв'язку та логічних переходів між елементами інформації, вона стає розсіяною. Такий механізм призводить до ускладнення процесу відновлення інформації, скорочення часу її повного збереження, збільшення об'єму мозку, який задіяний для збереження тієї самої інформації. Таким чином, подання навчального матеріалу в логічному пов'язанні його елементів зменшує навантаження на мозок, полегшує його засвоєння, збільшує час його повного збереження, продовжує процес можливого відновлення, тобто використання людиною матеріалу її пам'яті.

Отже, навчальний матеріал будь-якого напрямку повинен бути спочатку максимально структурованим із виділенням логічних зв'язків та переходів між елементами матеріалу. Причому так структура повинна бути окремо виділена і висвітлена із детальним визначенням окремих елементів, тобто бути складовою



будь-якого навчального матеріалу із прямим доступом і використанням в процесі навчання людиною, що навчається.

Сучасні інформаційні технології дозволяють створити певний технологічний базис супроводу сучасних систем знань, що є основою забезпечення будь-якого навчального процесу. При цьому необхідно забезпечити вирішення завдання управління знаннями, які в своїй пізнавальній і творчій діяльності використовують суб'єкти навчальної діяльності. Тут важливе не тільки накопичення масивів інформації, скільки здатність суб'єктів навчальної до структуризації, систематизації, конструювання і засвоєння знань.

Інструментом формування інтелектуальних інформаційних ресурсів, що підтримують доступ суб'єктів до систем знань, можуть виступати онтології. Онтологія – спроба всеосяжної і детальної формалізації деякої галузі знань за допомогою концептуальної схеми. Зазвичай така схема складається із концептуальної ієрархічної структури даних, що містить всі релевантні класи об'єктів, їх зв'язки, відношення між ними і правила (теореми, закони, обмеження), що прийняті в цій галузі. Це дозволяє суб'єкту навчання постійно звертатися до цієї структури, вбудовувати чергову порцію матеріалу в його структуру, забезпечуючи найбільш ефективне вбудовування елементів інформації у відповідну ділянку головного мозку. Структурування матеріалу повинно бути рівневим. Це забезпечується поступовими групуваннями елементів у все більш укрупнені блоки. Тоді навіть назва укрупненого блоку при його згадуванні викликає автоматичне інстинктивне асоціативне розкладання укрупненого блоку на сукупність логічно пов'язаних складових елементів інформації, що і є механізмом спрощення пригадування матеріалу, збільшення часу його якісного збереження.

Таким чином, якість навчально-методичного матеріалу визначається, в тому числі, наявністю виділеної структури понять, що є ознакою його структурованості і тому – ознакою адекватності методики викладання психолого-фізіологічним основам механізму діяльності головного мозку.

## **Розділ 1. ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ДОСЛІДЖЕННЯ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ТА РЕЛАКСАЦІЙНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТВЕРДИХ ТІЛ**

Для дослідження фізико-механічних властивостей вибрані акустичні та релаксаційні механічні методи. Вони дозволяють швидко і точно визначати такі важливі параметри, що характеризують фізичні властивості, як динамічний модуль пружності і механічні втрати. Ці параметри несуть інформацію не лише про найважливіші фізико-механічні властивості досліджуваної речовини, але і про їх структуру.

Сучасні акустичні, зокрема ультразвукові прилади мають досить складну будову, оскільки включають в себе: випромінювач, генератор, приймач, підсилювачі, атенюатор, обчислювальний блок та ін. В Україні та за кордоном виготовляють прилади для вимірювання швидкості і поглинання ультразвуку здебільшого при звичайних умовах (атмосферний тиск, кімнатні температури). В умовах підвищених температур і тисків ультразвукові методи є менш доступними, оскільки вимагають введення вимірювальних елементів у досліджуване середовище, градування термобарокамери та звуководу при зміні температури і тиску, наскрізного прозвучування середовища, що досліджується. Головні труднощі при цьому обумовлені лавиноподібним наростанням комплексу градуювальних характеристик. В результаті підвищуються похибки вимірювань, процес дослідження стає громіздким, надто ускладнює вимірювання або робить їх використання неможливим.

Серед інших (інтерферометричні, резонансні, оптичні, ревербераційні, методи визначення тиску звукової радіації) в застосуванні до полімерних матеріалів найкраще себе зарекомендували імпульсні (імпульсно-фазовий та ехо-імпульсний) методи вимірювання та поглинання ультразвуку як більш надійні і точні методи.

При високочастотних акустичних вимірюваннях (особливо в імпульсному режимі) внаслідок малої потужності, що передається зовнішнім акустичним полем у вигляді короткодюючих імпульсів, у досліджуваній речовині

реалізуються малі деформації і час навантаження. За таких умов не встигають протікати релаксаційні процеси – полімерні матеріали виявляють чисто пружні властивості. У зв'язку з цим використання імпульсних акустичних методів у режимі вимірювання не призводить до нагрівання, зміни структури і руйнування зразків. Вони дозволяють на одному зразку до того ж малих розмірів, не руйнуючи його, швидко (час вимірювання складає декілька мікросекунд) і точно провести вимірювання в широкому інтервалі частот і температур, піддаються автоматизації. В цьому розумінні акустичні динамічні методи не можуть бути замінені самими надійними статичними механічними методами.

Виходячи з вищевикладеного, за базовий прилад для визначення фізико-механічних характеристик ПКМ обрано серійний прилад „УС-12-ИМ”.

### ***Фізико-технічні можливості роботи вимірювача швидкості і поглинання ультразвуку „УС-12-ИМ”***

Прилад призначений для вимірювання швидкості і поглинання ультразвуку імпульсним фазовим і ехо-імпульсним (в т.ч. імерсійним) методами на частотах 0,25; 0,65; 1,25; 2,50; 5,00; 7,50; 10,00 МГц, в діапазоні вимірювання швидкості поширення від 1250 до 9999 м/с і поглинання ультразвуку (УЗ) від 0,25 до 10 Дб/см при відносних похибках вимірювання відповідно швидкості УЗ –  $\pm 1,0\%$ ; поглинання  $\pm 5\%$ .

Структурна схема приладу представлена на рис. 1.1. Вимірювач швидкості і поглинання ультразвуку „УС-12-ИМ” забезпечує проведення вимірювань в напівавтоматичному режимі. Індикаторний блок 1 виробляє синхроімпульси для запуску генератора радіоімпульсів 2 та управління обчислювальним блоком 3. Крім того, він забезпечує візуальне спостереження на екрані електронно-променевої трубки (ЕПТ) імпульсів ультразвукових коливань (УЗК), що прийшли через досліджувану речовину, підсилених і продетектованих приймачем 6. Обчислювальний блок 3 (СК-16) призначений для виділення із серії багаторазового відбивання від плоскопаралельних граней досліджуваного

зразка двох імпульсів і автоматичного виконання операцій, що забезпечують вимірювання та індикацію на цифровому табло значень співвідношення амплітуд  $N$  двох імпульсів, коефіцієнта затухання ( $\alpha$ ) і швидкості поширення ультразвуку ( $c$ ).

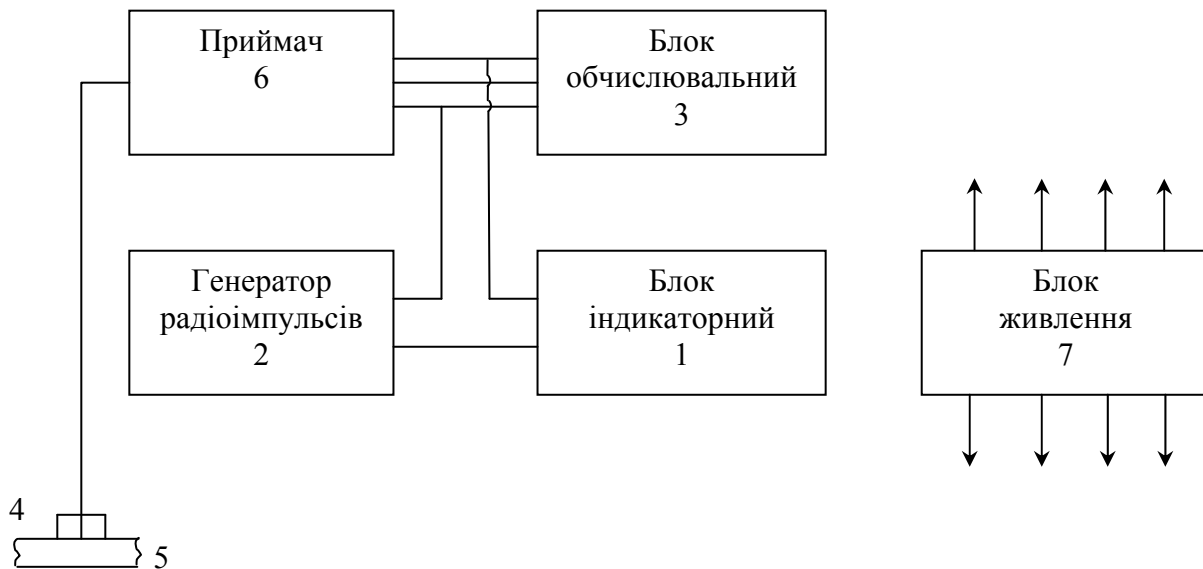


Рис. 1.1. Структурна схема вимірювача швидкості поширення і поглинання ультразвуку „УС-12-ИМ”

Робота приладу в режимі вимірювання коефіцієнта затухання і швидкості поширення ультразвуку здійснюється в такій послідовності. Під дією потужного радіоімпульса генератора 2 п'єзопластина шукача 4 випромінює в досліджуваній зразок 5 ультразвуковий імпульс. Потужні коливання, багаторазово відбиваючись від плоскопаралельних стінок контролюючого виробу і затухаючи в ньому, знов приймаються шукачем 4 і перетворюються в електричні радіоімпульси, які подаються на вхід приймача 6. За допомогою приймача електричні імпульси підсилюються, детектуються і у вигляді серії затухаючих за амплітудою відеоімпульсів (див. рис.1.1) подаються через відеопідсилювач індикаторного блоку 1 на вертикально відхиляючі пластини ЕПТ. Ці ж імпульси з виходу приймача 6 подаються в обчислювальний блок 3, на який також подається серія імпульсів з другого виходу приймача 6.

Обчислювальним блоком 3 із серії імпульсів за допомогою двох каналів селекції виділяються два необхідних сигнали, відношення амплітуд яких необхідно виміряти. Виділення з метою селекції потрібних сигналів здійснюється візуально на екрані ЕПТ за допомогою поданих на неї стробімпульсів. Виділені імпульси з кожного каналу селектора подаються на вхід вимірювача логарифма відношення амплітуд, з виходу якого часовий інтервал, пропорційний відношенню амплітуд, приймається цифровим індикатором 1, на якому вимірювана величина індукується безпосередньо в дБ.

З серії імпульсів, що подаються на вхід обчислювального блоку 3, за допомогою підсилювача-формувача сигналів, формується два коротких нормалізованих імпульси, що відповідають селективним виділеним сигналам, які несуть інформацію про швидкість поширення УЗК в досліджуваному зразку.

З виходу підсилювача-формувача два коротких імпульси надходять до перетворювача, який перетворює часовий інтервал між ними в послідовність імпульсів, що надходять з частотою  $F = \frac{1}{t}$ , де  $t$  – часовий інтервал між імпульсами.

Вимірювання швидкості УЗК в досліджуваному зразку здійснюється шляхом знаття імпульсів з перетворювача за інтервал часу, пропорційний товщині зразка. Результат вимірювання індукується на цифровому індикаторі в м/с.

Вимірювання коефіцієнта затухання УЗК здійснюється шляхом відліку числа імпульсів з перетворювача за проміжок часу пропорційний логарифму відношення амплітуд імпульсів УЗК. Результат індукується на цифровому табло в дБ/см.

З метою підвищення точності і стабільності визначення зазначених вище акустичних характеристик, що несуть інформацію про властивості і структуру, вимірювач висвітлює кожен раз цифровий результат середнього значення вимірюваних величин за 10, 100 або 1000 циклів роботи. Прилад дозволяє таким чином, кожен раз перед зняттям результатів вимірювання оцінити надійність роботи вимірювальної системи в часі шляхом визначення із серії

попередніх дослідів надійного інтервалу при вибраній надійній імовірності, тобто абсолютної і відносної статистичних похибок вимірювання.

## ФІЗИЧНІ ОСНОВИ ВИЗНАЧЕННЯ ШВИДКОСТІ ПОШИРЕННЯ ТА ПОГЛИНАННЯ УЛЬТРАЗВУКУ ІМПУЛЬСНИМИ МЕТОДАМИ

Визначення швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку пружних твердих тіл з відносно низьким коефіцієнтом поглинання проводять найбільш поширеним, ехо-імпульсним методом. Блок-схема дослідів зображена на рисунку 1.2.

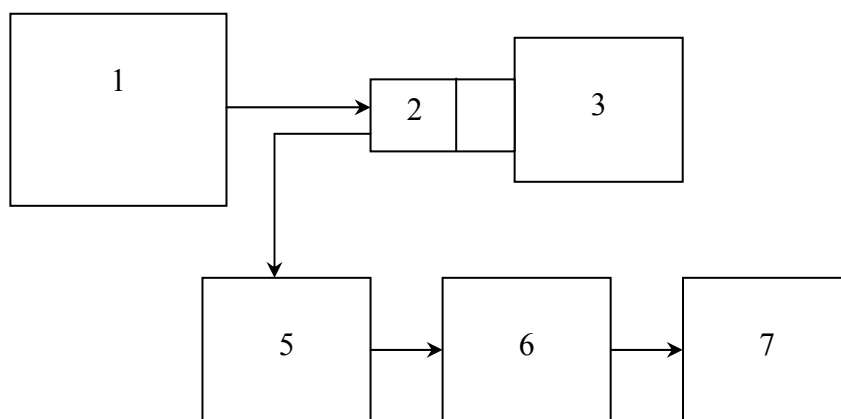


Рис. 1.2. Блок-схема дослідів для визначення швидкості та поглинання ультразвуку ехо-імпульсним методом

Генератор імпульсів збудження 1 подає електромагнітні імпульси на випромінювач ультразвукових коливань 2, що працює за принципом оберненого п'єзоефекту – перетворює імпульси електромагнітних коливань в ультразвукові коливання. Ультразвуковий імпульс, збуджений джерелом 2, поширюється в досліджуваному зразку 3, відбивається від його задньої грані і знову потрапляє на випромінювач 2, який, працюючи в даному разі як приймач імпульсів за принципом прямого п'єзоефекту, перетворює ультразвукові імпульси в електромагнітні. Далі сигнал потрапляє на попередній підсилювач 5, а потім на індикаторний блок 6 та обчислювальний блок 7. На цьому процес не завершується: як перший, так і кожний наступний ехо-імпульси знов попадають

на зразок, проходять його і відбиваються від задньої грані. В результаті на екрані індикаторного блоку спостерігається серія відбитих імпульсів до повного їх затухання (рис.1.3).

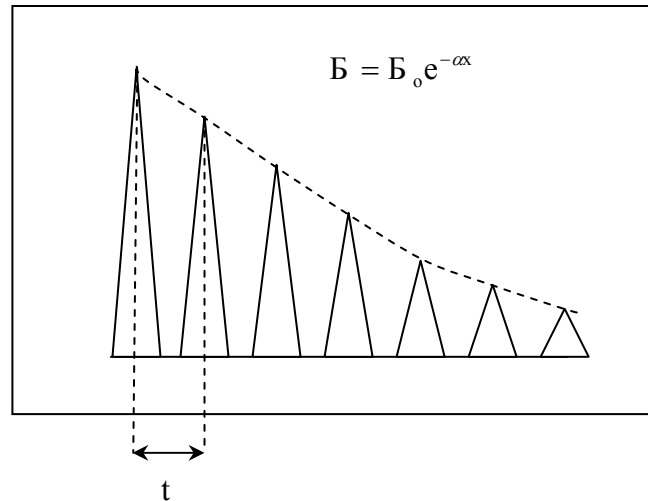


Рис. 1.3. Картина затухаючих імпульсів при визначенні швидкості та поглинання ультразвуку ехо-імпульсним методом

Якщо  $t$  – час пробігу ультразвуковою хвилею відстані  $2h$ , де  $h$  – товщина досліджуваного зразка, то швидкість поширення ультразвуку визначатиметься співвідношенням:

$$C = \frac{2h}{t};$$

Характер зміни амплітуди ехо-імпульсів несе інформацію про коефіцієнт поглинання:

$$B = B_0 e^{-\alpha t}$$

Якщо в плоскій ультразвуковій хвилі відомі значення амплітуд ехо-імпульсів  $A_1$  і  $A_0$  в точках з координатами  $x$  і  $x_0$  відповідно, то коефіцієнт затухання:

$$a = \frac{1}{2(h_1 - h_0)} \cdot \ln \frac{A_0}{A_1}$$

де  $2(h_1 - h_0) = 2h$  – відстань, яку пройшов ультразвуковий імпульс в середовищі.

У випадку, коли середовище має велике поглинання, може статися, що другий відбитий імпульс має настільки малу амплітуду, що практично не спостерігається на екрані. В цьому випадку вимірювання проводять імпульсним фазовим методом. Схема досліду показана на рис. 1.4.

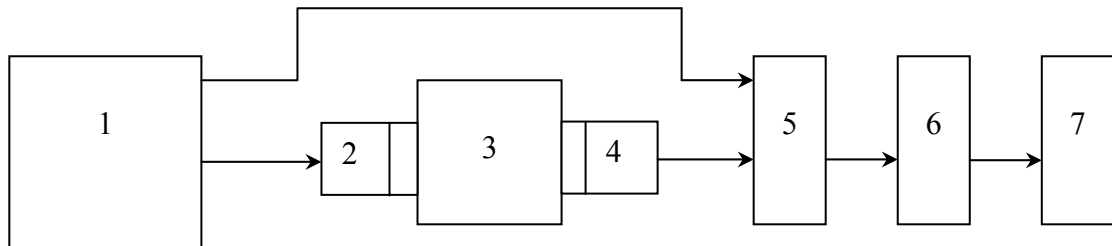


Рис. 1.4. Схема досліду для визначення швидкості та поглинання ультразвуку імпульсним фазовим методом

Генератор імпульсів збудження 1 подає електромагнітні імпульси на випромінювач 2, що працює за принципом прямого п'єзоефекту. Ультразвуковий імпульс, збуджений джерелом 2, поширюється в зразок 3, потім в приймач 4, що працює за принципом зворотного п'єзоефекту і перетворює ультразвуковий імпульс в електромагнітний. На підсилювач 5 подається імпульс збудження від генератора 1 та імпульс, що пройшов через зразок. Картина імпульсів на екрані індикатора виглядає так, як показано на рис. 1.5.

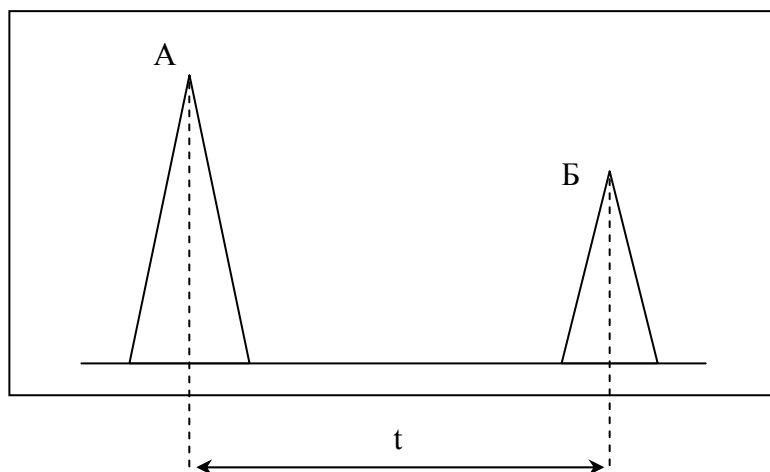


Рис. 1.5. Картина імпульсів на екрані індикаторного блоку при вимірюваннях імпульсним фазовим методом.



В даному випадку амплітуда імпульса А відповідає моменту збудження, а імпульса Б – моменту підходу імпульса збудження до приймача 4.

Тоді швидкість поширення ультразвуку в досліджуваному зразку визначається за співвідношенням:

$$C = \frac{h}{t},$$

де  $h$  – товщина зразка,  $t$  – часова відстань між імпульсами А і Б.

При ультразвукових вимірюваннях на похибки вимірювання в значній мірі впливають контактні явища прозвучуваного середовища.

При вимірюваннях ехо-імпульсним та імпульсним фазовим методами акустичний контакт посилюється за допомогою спеціальних контактних мастил, якими змащується поверхня зразка, випромінювача та джерела звуку. Але навіть в такому разі досягти надійного контакту вдається важко. Щоб запобігти згаданому недоліку іноді використовують водоімерсійний метод як різновидність ехо-імпульсного методу. Різниця полягає в тому, що при використанні водоімерсійного методу простір між випромінювачем 2 та зразком 3 заповнюється водою, яка виконує роль контактної рідини. В застосуванні до композиційних матеріалів цей метод не набув практичного використання. Перешкодою є сорбційні явища.

Разом з тим, при високій точності вимірювання, що забезпечується імпульсними методами, необхідно постійно приділяти увагу усуненню деяких систематичних похибок, пов'язаних з дифракційними явищами, впливом дисперсії, хвильових ефектів, неоднорідності розподілу температури в об'ємі зразка, впливу контактних явищ на межі досліджуване середовище – ультразвуковий перетворювач та ін. Крім того, при дослідженні виникають певні труднощі. При використанні ехо-імпульсного методу вони виникають у зв'язку з порівняно високим поглинанням ультразвукових коливань, при якому виключається можливість одержання багаторазового відбивання, що знижує точність вимірювання. У випадку температурних вимірювань застосування методу стає проблематичним. Використання імпульсного фазового методу

передбачає вимірювання часу проходження імпульсу в зразку та в металевих або кварцових буферних стержнях. В цьому випадку проходження імпульсу в досліджуваному зразку складає лише деяку (іноді зовсім малу) частину від загальної вимірюваної величини, що знижує точність вимірювання. Для температурних вимірювань швидкості поширення і поглинання ультразвуку з метою підвищення точності вимірювання запропоновано спосіб співставлення результатів вимірювання ехо-імпульсним та імпульсно-фазовим методами.

### **СПОСІБ СПІВСТАВЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ ІМПУЛЬСНО-ФАЗОВИМ ТА ЕХО-ІМПУЛЬСНИМ МЕТОДАМИ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ШВИДКОСТІ ПОШИРЕННЯ ТА ПОГЛИНАННЯ УЛЬТРАЗВУКУ**

Сутність методу зводиться до наступного. Електричний ударний імпульс А, що збуджується генератором 6, перетворюючись у випромінювачі 1 в ультразвуковий імпульс (фазо-імпульс) поширюється в системі: буферний стержень 2 – досліджуваний зразок 3 – другий буферний стержень 4 – приймач 5. Одночасно, випромінювач 1 є приймачем ехо-імпульсу, відбитого від межі двох середовищ: – буферний стержень 2 – зразок 3. Таким чином, на систему автоматичного вимірювання часу 8 через підсилювачі потужності 9 і 7 подаються два імпульси: перший імпульс В, що пройшов довжини буферних стержнів (2 і 4) (довжина стержнів 2 і 4 рівні між собою) і товщину досліджуваного зразка 3; та другий імпульс К, що пройшов дві довжини буферного стержня 2. Проміжок часу  $\tau$  між імпульсами В і К, що надійшли до системи автоматичного відліку часу 8 (див рис. 1.6), характеризує час проходження ультразвукового імпульсу в досліджуваному зразку 3, а співвідношення амплітуд імпульсів В і К залежить від коефіцієнта поглинання досліджуваного зразка 3.

Вимірювальний комплекс 8 дозволяє автоматично визначати часовий інтервал  $\tau$  між імпульсами В і К, і, отже, швидкість поширення ультразвукових

імпульсів (оскільки  $C = \frac{l}{\tau}$ , де  $l$  – товщина досліджуваного зразка), та співвідношення амплітуд, що дає можливість знайти коефіцієнт поглинання  $\alpha$  ультразвукових коливань у досліджуваному зразку ( $B = B_0 e^{-\alpha x}$ , де  $A$  і  $A_0$  – значення амплітуд імпульсів відповідно В і К).

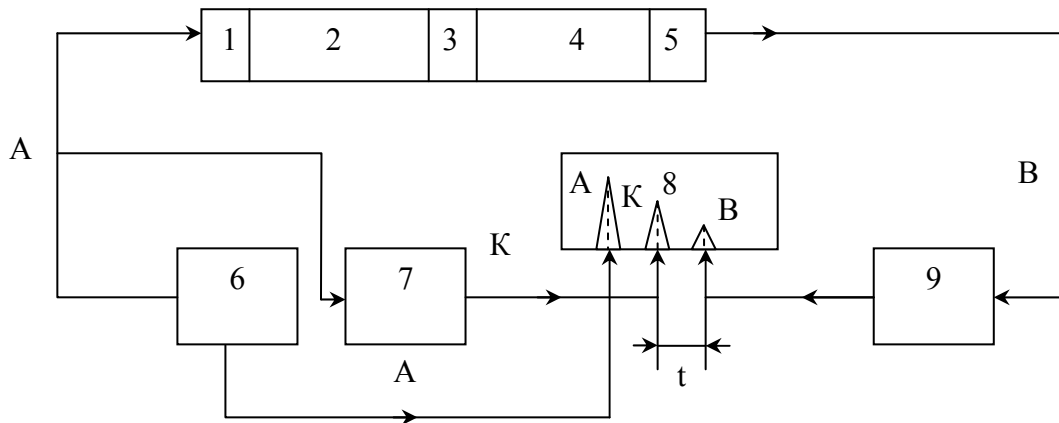


Рис. 1.6. Блок-схема приладу для вимірювання швидкості поширення та поглинання ультразвуку

1 – випромінювач; 2 і 4 – буферні стержні; 3 – досліджуваний зразок; 5 – приймач; 6 – генератор; 7 і 9 – підсилювачі; 8 – система автоматичного вимірювання часових інтервалів між імпульсами і співвідношення амплітуд.

Такі міркування справедливі для випадку, коли довжина стержнів 2 ( $l_1$ ) і 4 ( $l_2$ ) однакові. Вони будуть справедливими і в усіх інших випадках, коли довжина буферних стержнів  $l_1 \neq l_2$ . Нехай, довжина досліджуваного зразка 3 дорівнює  $l$  і швидкість поширення ультразвукового імпульсу через нього  $C$ . Тоді час проходження імпульсу К  $\tau_K = \frac{2l_1}{C_1}$ , а імпульсу В  $\tau_B = \frac{l_1}{C_1} + \frac{l_2}{C_2} + \frac{l}{C}$ , і через досліджуваний зразок  $C = \tau_B - \tau_K = \frac{l_2}{C_2} + \frac{l}{C} + \frac{l_1}{C_1}$ . Після перемикавання вимірювача 1 працює як приймач 5, а приймач 5 – як випромінювач 1:

$$\tau_K' = \frac{2l_2}{C_2}; \quad \tau_B' = \frac{l_1}{C_1} + \frac{l_2}{C_2} + \frac{l}{C}; \quad \tau_B' - \tau_K' = \frac{l_2}{C_2} + \frac{l}{C} + \frac{l_1}{C_1}$$

При цьому 
$$\frac{(\tau_B' - \tau_K') + (\tau_B - \tau_K)}{2} = \frac{l}{C}.$$

Таким чином, навіть при суттєво різній довжині буферних стержнів достатньо провести два вимірювання і обчислити півсуму різниці часу  $\tau_B - \tau_K$  і  $\tau_B' - \tau_K'$ , яка дорівнює часу проходження ультразвуку в зразку.

Використання способу співставлення імпульсно-фазового та ехо-імпульсного методів дозволяє спростити вимірювання швидкості поширення і поглинання ультразвуку, виключаючи з вимірювань час проходження імпульсу в буферних стержнях, що дає можливість обійтися без попереднього градування вимірювальної комірки і, таким чином, спрощує вимірювання та підвищує їх точність.

Розрахунки та аналіз результатів вимірювань показують: відносна похибка визначення швидкості поширення ультразвуку при цьому понижується від  $\pm 1\%$  до  $0,6\%$  і поглинання ультразвукових коливань – від  $\pm 5\div 6\%$  до  $\pm 4\div 5\%$ . Запропонована методика успішно реалізується з використанням серійного приладу УС-12-ИМ.

За показниками густини ( $\rho$ ), швидкості поширення ультразвуку ( $C$ ), та коефіцієнта поглинання ( $\alpha$ ) визначають модуль пружності ( $E$ ) для поздовжніх коливань і  $\text{tg}\delta$  (тангенс кута механічних втрат)

$$E = \rho c^2; \quad \text{tg}\delta = 0,231 \frac{c\alpha}{\pi \mathcal{G}},$$

де  $\mathcal{G}$  – частота.

Однак, при використанні виразу  $E = \rho c^2$  для визначення модуля пружності слід дотримуватися вимог до геометричних розмірів досліджуваних зразків. Оскільки реальне значення модуля пружності для поздовжніх коливань визначається з виразу:

$$E = \rho c^2 \frac{1 - \tau^2}{(1 + \tau^2)^2},$$

де  $\tau = \frac{\alpha c}{\omega} = \frac{\text{tg}\delta}{2}$ ,  $\omega$  – кругова частота.

При наскрізному прозвучуванні в режимі імпульсних випробувань умовою необмеженого середовища для визначення швидкості і поглинання ультразвуку є  $\frac{d}{\lambda} \geq 7$ , де  $d$  – діаметр зразка,  $\lambda$  – довжина УЗ хвилі. За умови дотримання останньої вимоги величина  $\frac{1 - \tau^2}{(1 + \tau^2)^2}$  в рівнянні, що залежить від  $\text{tg} \delta$ , дає несуттєву зміну.

## ВИЗНАЧЕННЯ ХВИЛЬОВОГО ОПОРУ І ГУСТИНИ АКУСТИЧНИМ МЕТОДОМ

Під дією звукової хвилі частинки середовища коливаються з періодично змінним прискоренням, що призводить до виникнення в середовищі змінного надлишкового тиску.

Для визначення величини звукового тиску розглянемо деякий елементарний об'єм  $Sdr$  з масою частинок в ньому  $m = \rho Sdr$ , де  $\rho$  – густина середовища. Сила, що діє на площину  $S$  з боку всіх частинок даного об'єму, згідно з законом Ньютона

$$dF = m \frac{dv}{dt} = \rho dS \frac{dv}{dt} dr,$$

звідки тиск

$$dP = m \frac{dF}{dS} = \rho \frac{dv}{dt} dr.$$

Підставляючи значення прискорення частинки в коливальному русі, маємо:

$$dP = -\rho \omega^2 A \sin \omega(t - \frac{r}{c}) dr.$$

Після інтегрування останнього рівняння в межах від тиску  $P_0$  до  $P$  маємо:

$$P - P_0 = -\frac{c}{\omega} \rho A \omega^2 \cos \omega(t - \frac{r}{c}),$$

$$P = P_0 - \rho c \omega A \cos \omega(t - \frac{r}{c}),$$

де  $P_0$  – статичний тиск в середовищі до накладання звукового поля.

Тоді змінний акустичний тиск

$$P_a = \rho c \omega A \cos \omega \left( t - \frac{r}{c} \right).$$

якщо  $k = \frac{\omega}{c}$  – хвильове число, то:

$$P_a = \rho c \omega A \cos(\omega t - kr),$$

тобто

$$P_a = \rho c V,$$

де  $V$  – швидкість частинок середовища в коливному русі (коливальна швидкість).

Добуток густини середовища на швидкість поширення звуку  $\rho c$  (або відношення тиску до коливальної швидкості) називають питомим хвильовим (акустичним) опором.

Хвильовий опір є однією з найважливіших акустичних характеристик середовища. За аналогією із законом Ома за своїм фізичним змістом він є активним опором, на якому розсіюється акустична потужність, тобто енергія, що переноситься хвилею за 1 секунду через одиничну площу ( $1 \text{ м}^2$ ).

Таким чином, хвильовий опір ( $\rho c$ ) може бути визначений, якщо окремо визначити густину та швидкість УЗК хвилі в даній речовині. Розв'язання поставленого завдання в такий спосіб складає певні труднощі, особливо при температурних вимірюваннях. Однак, його можна вирішити іншим, більш простим шляхом, використовуючи закономірності поширення УЗ хвиль на межі розділу фаз.

У випадку нормального падіння плоскої УЗ хвилі до межі розділу фаз з різним хвильовим опором акустичний тиск визначається різницею потоків імпульсу хвиль в цих фазах. Так, зв'язок між параметрами падаючої, відбитої та заломленої хвиль визначається з рівності на поверхні розділу тисків та нормальних до поверхні проєкцій швидкостей. За таких умов можна записати систему рівнянь:

$$\begin{cases} \rho_1 c_1 (V_1 - V_1') = \rho_2 c_2 V_2', \\ V_1 + V_1' = V_2', \\ N = 10 \ln \frac{V_1}{V_1'}, \end{cases}$$

де  $V_1$ ;  $V_1'$ ;  $V_2'$  – проекції швидкостей падаючої, відбитої та заломленої хвиль на нормаль до межі поверхні розділу фаз відповідно;  $N$  – співвідношення амплітуд падаючої та відбитої хвиль в децибелах (дБ);  $\rho_1 c_1$  та  $\rho_2 c_2$  – хвильові опори першого та другого середовищ відповідно (рис. 1.7).

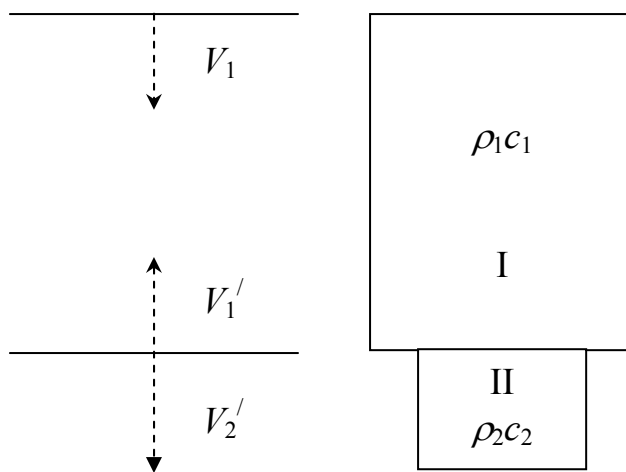


Рис. 1.7. Схема зондового УЗ методу

Розв'язуючи систему рівнянь, маємо:  $\rho_2 c_2 = \rho_1 c_1 \frac{1 - e^{-\frac{N}{10}}}{1 + e^{-\frac{N}{10}}}$ .

Проведено аналіз одержаного співвідношення. Якщо  $\rho_1 c_1$  – хвильовий опір середовища I з відомими характеристиками, а  $\rho_2 c_2$  – хвильовий опір середовища II, параметри якого нам необхідно визначити, то на підставі останнього рівняння, можна зробити висновок, що хвильовий опір середовища II ( $\rho_2 c_2$ ), яке ми досліджуємо, пов'язаний з хвильовим опором середовища з відомими параметрами (звуківід) та відношення амплітуд падаючої і відбитої хвиль. Таким чином, ми прийшли до важливого висновку: ультразвуковим

методом можна досліджувати середовище II, не здійснюючи його прямого прозвучування, оскільки відбитий сигнал несе інформацію про його параметри.

Середовищем з відомими параметрами є матеріал, з якого виготовлений акустичний зонд. Таким є металевий циліндр-звуківід зонду, на якому закріплений випромінювач УЗ (див. рис. 1.7.). Знаючи швидкість ультразвуку в матеріалі звуковода ( $c_1$ ) та його густину ( $\rho_1$ ), а отже, і його хвильовий опір ( $\rho_1 c_1$ ), можна, знайшовши співвідношення амплітуд  $N$ , визначити хвильовий опір ( $\rho_2 c_2$ ) досліджуваного середовища, не прозвучуючи його.

Якщо хвильовий опір ( $\rho_2 c_2$ ) визначено, густину досліджуваного середовища ( $\rho_2$ ) легко визначити з рівняння:

$$\rho_2 = K \frac{(\rho_1 c_1)}{c_2}, \quad \text{де} \quad K = \frac{1 - e^{-\frac{N}{10}}}{1 + e^{-\frac{N}{10}}}$$

Визначення швидкості поширення ультразвуку зводиться, як було показано вище, до визначення товщини досліджуваного зразка і часу проходження УЗ коливань через нього.

При визначенні хвильового опору і густини досліджуваних об'єктів (як і швидкості поширення та поглинання ультразвуку) особливої ваги набуває питання забезпечення акустичних контактів зони прозвучування.

У випадку коли досліджувана речовина знаходиться в рідкому стані (рідина, розчин, розплав, суспензія, емульсія тощо) забезпечення надійного контакту між досліджуваним зразком і звуководом зонду не викликає особливих труднощів. Питання успішно розв'язується, наприклад, якщо до звуковода підєднати за допомогою гвинтового з'єднання порожнистий з бічними поздовжніми прорізами циліндр із дном. При занурені такої насадки в досліджуване рідке середовище рідина заповнює внутрішню порожнину циліндра – одержується зразок фіксованої товщини з надійним акустичним контактом по відношенню до звуковода. Зауважимо, що для визначення хвильового опору досліджуваної речовини в рідкому стані (рідина, розчин та ін.) немає потреби занурювати звуківід зонду в середину речовини – досить



привести його в контакт з поверхнею (як це буде показано нижче) для дослідження кінетичних явищ (твердження термореактивних компаундів, будівельних матеріалів, фарб, лаків, клею, сходження тіста та ін.). В режимі дослідження кінетичних явищ метод передбачає мінімальний розмір досліджуваного зразка  $d \geq 10\lambda$ , де  $d$  – товщина зразка;  $\lambda$  – довжина УЗ хвилі (наприклад, при частоті  $\mathcal{F} = 10\text{МГц}$ ,  $d \geq 200$  нм).

У випадку, коли речовиною для дослідження є тверде тіло, досліджуваний зразок приводиться в безпосередній контакт з торцевою поверхнею звуковода. Методика забезпечення надійного контакту між досліджуваним зразком і звуководом акустичного зонду за таких умов заслуговує на окремий розгляд.

Для оцінки точності вимірювання значень хвильового опору скористаємося співвідношенням:

$$\frac{\delta(\rho c)}{\langle \rho c \rangle} = \frac{\delta\rho}{\rho} + \frac{\delta c}{c} + \frac{\delta k}{k}$$

Проведемо оцінку кожної складової загальної похибки:

$\frac{\delta\rho}{\rho}$  – складова похибки за густиною, що визначалась методом

гідростатичного зважування є незначною ( $\approx 0,2\%$ );

$\frac{\delta c}{c}$  – складова загальної похибки за швидкістю звуку не перевищує

( $\pm 0,5\%$ );

$\frac{\delta k}{k}$  – найбільш вагома складова похибки, що визначається із

співвідношенням амплітуд падаючої та відбитої хвиль (залежить, як уже зазначалось, від якості роботи блоку підсилення та вибору частоти вимірювання, акустичних характеристик звуководу (коефіцієнта поглинання  $\alpha_1$  і його довжини  $l$  – мають бути мінімально можливими) і рівнем відповідності акустичних характеристик звуководу ( $\rho_1 c_1$ ) та досліджуваних об'єктів ( $\rho_2 c_2$ ); наприклад за умови використання магнієвого звуководу при визначенні хвильового опору дистильованої води вона складала ( $\pm 2,3\%$ ).

Таким чином, загальна похибка вимірювань при визначенні хвильового опору не перевищувала ( $\pm 3,0\%$ ).

Таким чином, розглянуто:

- метод вимірювання швидкості поширення та поглинання ультразвуку, що ґрунтується на поєднанні імпульсного фазового та ехоімпульсного методів і забезпечує підвищення точності вимірювання;
- метод звукової компенсації ходу ультразвуку в лініях затримки, що дає можливість реалізувати процес вимірювання в термобарокамері без набору градуювальних характеристик, а також підвищує точність вимірювання;
- ультразвуковий швидкісний, досить точний, простий і зручний для практичного використання метод дослідження кінетики протікання процесів молекулярної перебудови речовини при формуванні структури і властивостей матеріалів, що дозволяє вивчати кінетичні явища з одного досліду, в т. ч. при різних температурах і тисках; метод не вимагає наскрізного прозвучування середовища – інформація про середовище одержується через відбитий ультразвуковий сигнал від нього; контролюючим параметром при цьому є хвильовий опір;
- дано теоретичне обґрунтування експериментального визначення хвильового опору та густини акустичним методом, а також оригінальної конструкції переносного акустичного зондового пристрою, де звукопровід є одночасно випромінювачем і приймачем ультразвукового сигналу, що несе інформацію про досліджуване середовище;
- розроблено та виготовлено комплекс обладнання для дослідження фізико-механічних, релаксаційних характеристик речовин та кінетики молекулярної перебудови в них при звичайних умовах, а також в умовах підвищених температур і тисків з метою максимального наближення вимірювань та досліджень до умов формування матеріалів у виробі на виробництві (плавлення, кристалізація, силування, гель утворення, хімічний синтез, полімеризація, поліконденсація тощо), що забезпечує вирішення комплексу наукових, матеріалознавчих та технологічних завдань;

- комплекс обладнання передбачає: можливість сканування за температурою досліджуваного зразка в інтервалі 290-423 К при швидкостях 0,5-3,0 К/хв. і одночасне визначення його фізико-механічних характеристик (швидкість поширення та поглинання ультразвуку, тангенс кута механічних втрат, хвильовий опір, густина при атмосферних та підвишених (до 200 МПа) тисках з напівавтоматичною обробкою результатів вимірювання; за допомогою акустичного зондового пристрою – сканування за часом досліджуваного зразка і контроль кінетики протікання фізико-хімічних, технологічних процесів, де контролюючим параметром є хвильовий опір ( $\rho c$ ); досліджувані параметри та вимоги до них:

- діапазон робочих тисків, МПа	0-200
- діапазон робочих температур, К	293-423
- діапазон вимірювань швидкості УЗ, м/с	500-9999
- діапазон вимірювань поглинання УЗ, Дб/см	0-40
- робочі частоти, Гц	2,5·10 <sup>6</sup> ; 5·10 <sup>6</sup> ; 7,5·10 <sup>6</sup> ; 10·10 <sup>6</sup>
- похибка вимірювань швидкості УЗ, %	±0,6
- похибка вимірювання поглинання УЗ, %	±5,0
- похибка вимірювання тангенсу кута механічних втрат, %	±6,0
- похибка вимірювання температури, К	±0,5
- хвильовий опір, %	±3,6
- час проведення дослідів в режимі індикації, сигналізації, с ±1	
- при дослідженні кінетичних явищ кінетична крива одержується з одного дослідів; мінімальний розмір товщини досліджуваного зразка визначається з умови $d \geq 10\lambda$ , де $\lambda$ – довжина хвилі, $d$ – товщина зразка.	

Практичне використання викладеного матеріалу.

1. Дослідження кінетичних явищ (використання кінетики протікання процесів) в науково-дослідних лабораторіях, центральних заводських лабораторіях для

вивчення кінетики: плавлення, кристалізації склування, гелютворення, хімічного синтезу, набухання, полімеризації, поліконденсації тощо.

2. Тверднення розчинів (лаки, фарби, клеї, епоксидні компаунди та ін).
3. В будівельній промисловості – для оптимізації параметрів тверднення будівельних розчинів за їх складом (алебастр, цемент, глина, пісок та ін.).
4. На підприємствах переробки пластмас для автоматизації та контролю технологічних процесів, синтезу ПКМ.
5. В харчовій промисловості – для контролю оптимального режиму та визначення критичного часу сходження дріжджового тіста, стадій бродіння та визрівання спиртових харчових і пивних продуктів.
6. На промислових підприємствах різнопланового призначення в автоматичних водоочисних системах управління як індикатор та сигналізатор визначення часу зливання осадів у водовідстійниках.
7. Визначення наявності (відсутності) рідини в технологічно закритих трубопроводах.
8. Визначення рівня рідини у закритих резервуарах великих розмірів (цистерни, бензосховища тощо).

## **КОМПЛЕКСНИЙ ХАРАКТЕР МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТВЕРДИХ ТІЛ**

Характеристикою в'язкопружних властивостей речовин є комплексний модуль зсуву:

$$G^* = G' + G''.$$

Його дійсна частина – динамічний модуль зсуву  $G'$  визначається відношенням складової напруги зсуву, яка співпадає по фазі з синусоїдально-змінною кутовою деформацією, до величини цієї деформації.  $G'$  характеризує величину енергії, що одержує і віддає одиниця об'єму в'язкопружного тіла за період.

Уявна частина комплексного модуля зсуву – модуль втрат  $G''$  визначається як відношення складової напруги, що відрізняється по фазі на  $\pi/2$  від

синусоїдальної змінної кутової деформації, до величини цієї деформації. Модуль  $G''$  характеризує ту частину енергії пружних коливань, яка перетворюється в теплову за один період.

$\operatorname{tg} \delta = \frac{G''}{G'}$  - характеризує зсув фаз між механічною напругою і деформацією і

є мірою енергії пружних коливань, що розсіюються в досліджуваному зразку за період.

Розглянемо в'язкопружну поведінку твердого тіла в застосуванні до крутильного маятника, який надалі будемо називати динамічним релаксометром.

Після відхилення маятника на невеликий кут комбінована система – пружний торсіон 4 і зразок 1 (див. рис. 1.8.), здійснює гармонічні затухаючі коливання згідно з рівнянням:

$$I\varphi + D_k^* = 0,$$

де  $\varphi$  – кут повороту,  $I$  – момент інерції маятника,  $D_k^* = D'_k + iD''_k = (D'_1 + D'_2) + i(D''_1 + D''_2)$  – комплексна жорсткість комбінованої системи “зразок – торсіон”.

Враховуючи рівняння  $\varphi = \varphi_0 e^{(i\omega_k - \alpha_k)t}$ , визначимо дійсну і уявну частини комплексного модулю пружності системи:  $D'_k = I(\omega_k^2 - \alpha_k^2)$ ,  $D''_k = 2 \cdot I\alpha_k \omega_k$

а також 
$$\operatorname{tg} \delta = \frac{2\alpha_k \omega_k}{\omega_k^2 - \alpha_k^2}.$$

де  $\omega_k = \frac{2\pi}{T_k}$ ,  $T_k = \frac{1}{f_k}$ ,  $\alpha_k$  – коефіцієнт затухання системи пов'язаний з логарифмічним декрементом затухання  $\Delta k$  співвідношеннями:

$$\Delta k = \alpha_k T_k$$

Для знаходження компонентів коливань зразка  $D'_k, D''_k$  запишемо рівняння, покладаючи, що повертаюча сила визначається лише жорсткістю торсіона (зразок відсутній).

$$I\varphi + D_k^* \varphi = 0$$

Підставивши розв'язок рівняння у вигляді  $\varphi = \varphi_0 e^{(i\omega_0 - \alpha_0)t}$ , де  $\omega_0, \alpha_0, \Delta_0$  – характеристики системи без зразка, одержимо:

$$D'_2 = I(\omega_0^2 - \alpha_0^2)$$

$$D_2'' = 2 \cdot I \alpha_o w_o$$

З цих рівнянь знайдемо вирази для  $D'_k, D''_k$ :

$$D_1' = D_k' - D_2' = I w_k^2 \left( 1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2} \right) - I w_o^2 \left( 1 - \frac{\Delta_o^2}{4\pi^2} \right);$$

$$D_1'' = D_k'' = \frac{1}{\pi} (I w_k^2 \Delta_k - I w_o^2 \Delta_o)$$

Нехтуючи значеннями  $\frac{\Delta_o^2}{4\pi^2}$  у зв'язку з малими затуханнями в пружному

торсіоні і використовуючи функціональну залежність  $G_l^* = F_q D_l^*$  одержимо:

$$G_1' = I w_k^2 F_q \left( 1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2} - \frac{w_o^2}{w_k^2} \right);$$

$$G_1'' = \frac{I w_k^2 F_q}{\pi} \left( \Delta_k - \frac{w_o^2}{w_k^2} \Delta_o \right);$$

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{G''}{G'} = \frac{\Delta_k - \frac{w_o^2}{w_k^2} \Delta_o}{\pi \left( 1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2} - \frac{w_o^2}{w_k^2} \right)},$$

де  $F_q$  – постійна, що залежить від розмірів досліджуваного зразка. Для даного релаксометра вона визначається з виразу:

$$F_q = \frac{3l}{bh^3(1-0.63h/b)},$$

де  $b$  – ширина,  $l$  – довжина,  $h$  – товщина зразка.

В практичних вимірюваннях зручніше користуватись не значенням кругової частоти а періодом  $T_k$  або частотою  $\mathcal{G}$ .

Тоді:

$$G' = \frac{4\pi^2 I}{T_k^2} F_q \left( 1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2} - \frac{T_k^2}{T_o^2} \right);$$

$$G'' = \frac{4\pi^2 I}{T_k^2} F_q \left( \frac{\Delta_k - \frac{T_k^2}{T_o^2} \Delta_o}{\pi} \right).$$

З попередніх рівнянь видно, що для визначення  $G'$ ,  $G''$  і  $tg\delta$  достатньо визначити лише два параметри  $T_k$  і  $\alpha_k$ ,  $I_k$ ,  $T_o$ ,  $\Delta_o$  є постійними релаксометра і можуть бути визначені з достатньо високою точністю.

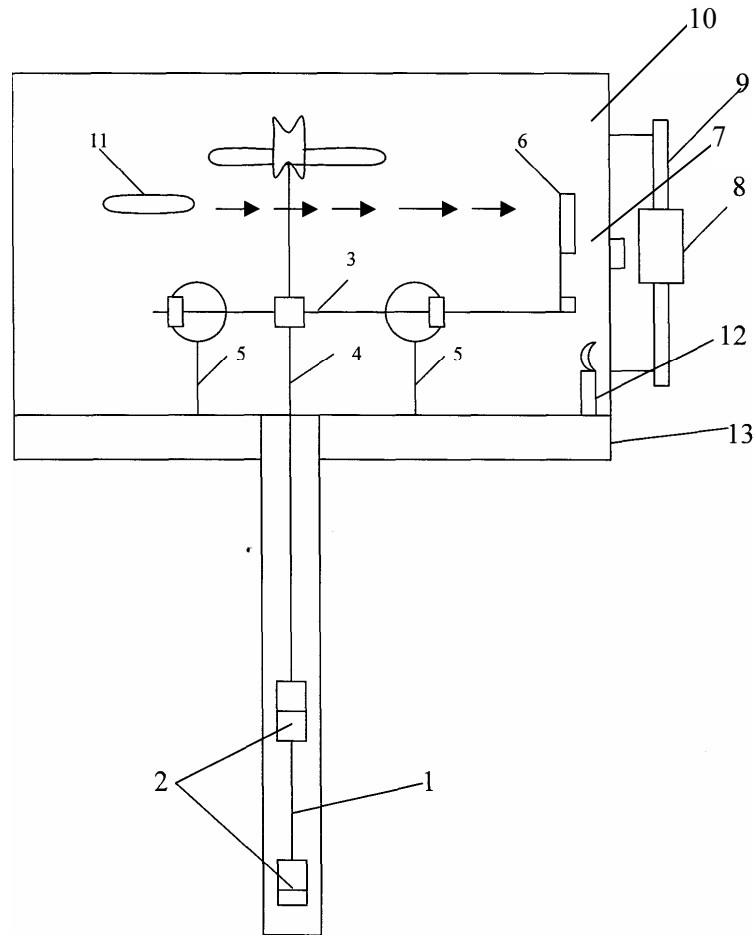


Рис. 1.8. Схема вимірювальної головки релаксометра:

1. Зразок; 2. Затискачі; 3. Коромисло маятника; 4. Пружний торсіон;
5. Електромагніти; 6. Непрозорий екран; 7. Світлорозсіююче вікно;
8. Фоторезистор; 9. Тримач фоторезистора; 10. Ковпак; 11. Джерело світла;
12. Аретир; 13. Основа

**Лабораторна робота № 1. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ШВИДКОСТІ  
ПОШИРЕННЯ ТА КОЕФІЦІЄНТА ПОГЛИНАННЯ УЛЬТРАЗВУКУ В  
РІЗНИХ РЕЧОВИНАХ**

**Мета:** Ознайомитися з методами фізико-механічних властивостей твердих тіл УЗ методами.

**Завдання:**

1. Визначити швидкість поширення та коефіцієнт поглинання ультразвуку в сталі і в епоксидній смолі ехо-імпульсним методом.
2. Визначити швидкість поширення та коефіцієнт поглинання в сталі і в епоксидній смолі імпульсно-фазовим методом .
3. Визначити швидкість поширення та коефіцієнт поглинання в сталі і в епоксидній смолі водоімерсійним методом.
4. Розрахувати модуль пружності сталі та епоксидної смоли за результатами вимірювань.
5. Розрахувати статистичні похибки вимірювань.
6. Порівняти різні методи за точністю вимірювань.

**Література:**

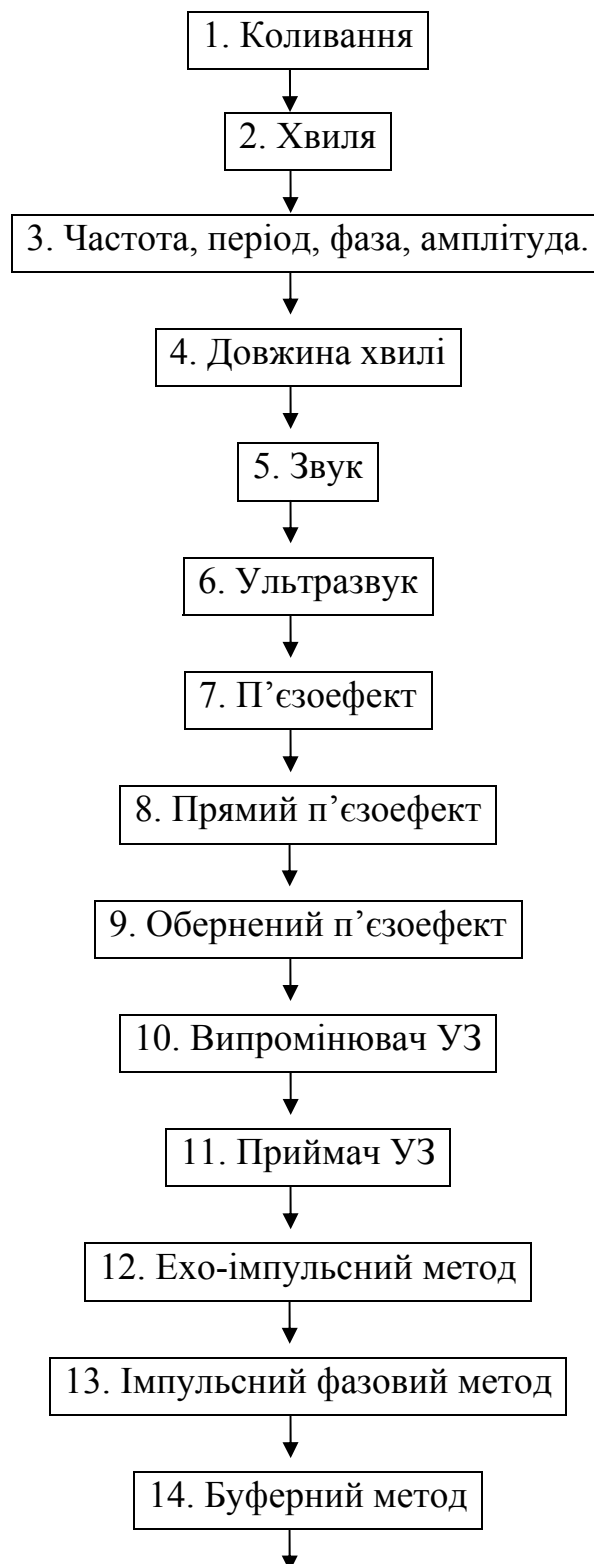
1. Агранат Б.А., Дубровин М.Н., Ескин Г.И. Основы физики и техники ультразвука. – М.: 1987.
2. Берклеевский курс физики. Ф.Крауфорд. Вольны. – М.: 1976.
3. Физическая акустика / Под ред. У.Мазона. – Т.2, ч. А и Б. – М.: 1968; Т.3, ч. Б. – М.: 1969.
4. Берман Н. Ультразвук и его применение в науке и технике. – М.: 1975.
5. Ультразвук. Маленькая энциклопедия / под. ред. И.П.Гальминой. – М.: 1969.
6. Інструкція з охорони праці і техніки безпеки.
7. Інструкція до вимірювача швидкості поширення і коефіцієнта поглинання ультразвуку «УС-12-ИМ».
8. Додаток до інструкції лабораторної роботи.

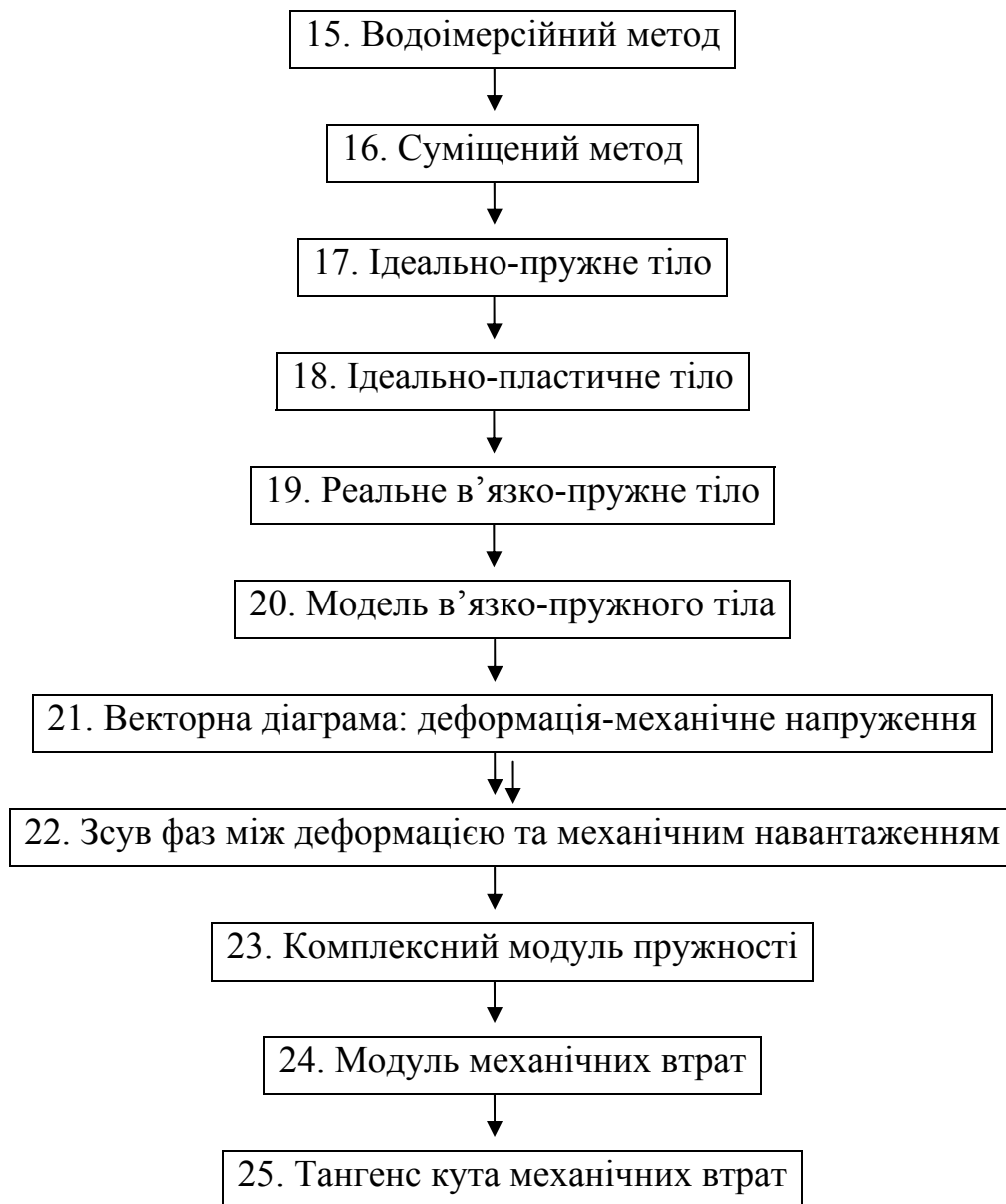


**Прилади і матеріали:** 1) вимірювач швидкості поширення і коефієнта поглинання ультразвуку “УС-12-ИМ”; 2) зразки речовин для вимірювань; 3) мікрометр; 4) водоімерсійна комірка; 5) випромінювачі ультразвуку; 6) АЦП.

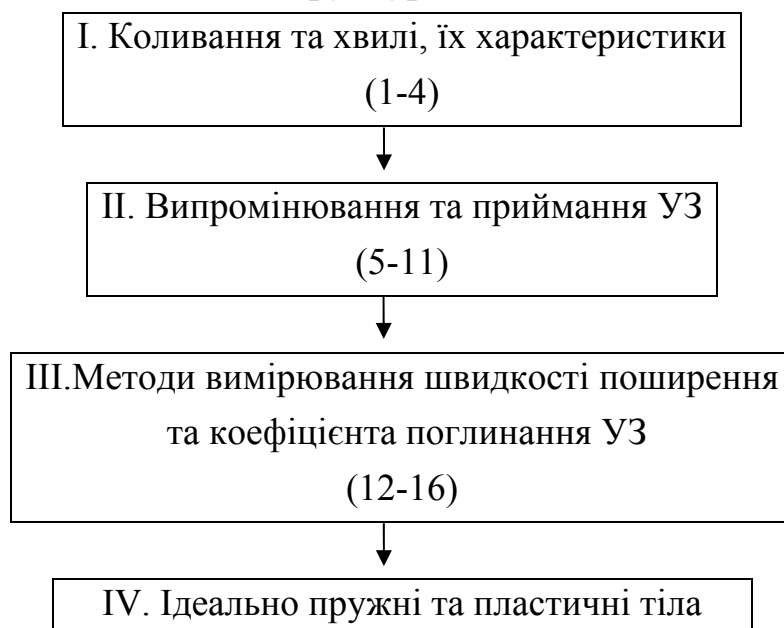
**Структурно-логічна схема понять:**

**I. Лінійна структурно-логічна схема**





## **II. Блочна структурно-логічна схема**





### Хід роботи

- I. Для реалізації ехо-імпульсного методу використовують вимірювач швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку “УС-12-ИМ” та випромінювач ультразвуку.
  1. Підключити випромінювач ультразвуку до гнізда “1” вимірювача.
  2. За допомогою коаксіального кабелю з’єднати гніздо “1” із входом підсилювача.
  3. Натиснути вмикач “Ослабление”.
  4. Натиснути вмикачі “x2” та “20” режиму синхронізації та розгортки
  5. Нанести на поверхню випромінювача та зразка контактне мастило.
  6. Ввімкнути вимірювач поворотом ручки “вкл.-сеть”.
  7. За допомогою ручки “Задержка” встановити стійку картину.
  8. За допомогою регуляторів “1” та “2” встановити перший та другий строб-імпульси відповідно під першим та другим ехо-імпульсами.
  9. Виміряти товщину зразка та за допомогою вмикачів “1”, “2”, “3”, “4” набрати значення товщини на світловому табло. Для цього вмикачем “d” перевести блок в режим набору товщини.
  10. Натиснути вмикач С для зняття показів значення швидкості поширення ультразвуку (в м/с).
  11. Натиснути вмикач для зняття показів, що відповідають коефіцієнту поглинання  $\alpha$  (в дБ/см).
  12. Повторити вимірювання 10 разів та занести дані в таблицю.

**II.** Для реалізації імпульсного фазового методу використовують вимірювач “УС-12-ИМ” та випромінювач і приймач з буферними стержнями.

1. Підключити до гнізда “11” випромінювач, а до гнізда “вхід підсилювача” – приймач – через трійник.
2. З'єднати з допомогою коаксіального кабелю трійник з гніздом “1”.
3. Повторити виконання завдань 1.3.-1.13 для випадку комірки без зразка та комірки із зразком (з тією різницею, що строб-імпульси підводяться під імпульс збудження та перший прийнятий імпульс).
4. Розрахунок швидкості поширення та коефіцієнта поглинання  $\alpha$  ультразвуку проводять, віднімаючи час пробігу ультразвукової хвилі в комірці без зразка та з зразком.

**III.** Для реалізації водоімерсійного методу досліджуваний зразок вміщують у водоімерсійну камеру, яку разом із зразком та випромінювачем занурюють у воду. Схема водоімерсійної камери показана на рис. 1.9.

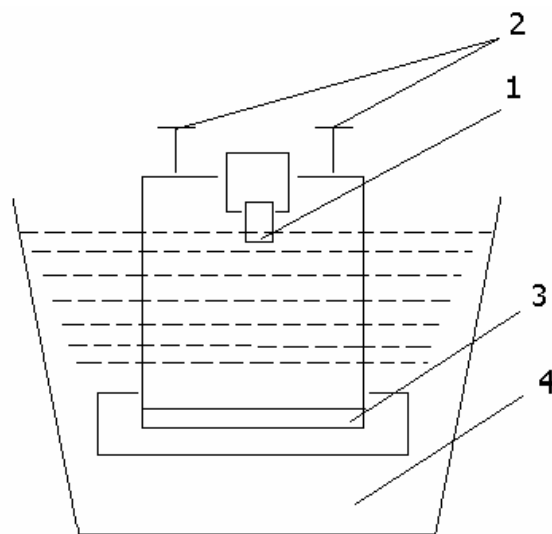


Рис.1.9. Блок-схема водоімерсійної камери: 1) випромінювач ультразвуку; 2) коректори положення випромінювача; 3) досліджуваний зразок; 4) посудина з рідиною.

1. Встановити зразок у тримач водоімерсійної камери.
2. Підключити випромінювач ультразвуку до гнізда “11” вимірювача “УС-12-ИМ”.

3. Далі повторити виконання завдань 1.1-1.13 для випадку використання водоімерсійного методу

IV. Враховуючи зв'язок швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку з іншими фізико-механічними характеристиками, визначити в'язкопружні характеристики досліджуваної речовини:

- модуль пружності  $E'$  із співвідношення  $E' = \rho c^2$ , де  $\rho$  – густина речовини;
- модуль пружності  $E$ ;
- $\operatorname{tg} \delta = 0,231 \frac{c \alpha}{\pi \omega}$ , де  $\omega$  – кругова частота.

### Контрольні запитання

1. Дайте визначення фізичних величин:  
швидкість поширення хвилі, коефіцієнт поглинання, довжина хвилі, період коливання, тангенс кута механічних втрат, комплексний модуль пружності.
2. Дайте формулювання фізичних явищ:  
прямий та зворотний п'єзоефект, відбивання хвилі, поглинання хвилі, дисперсія.
3. Як виникає ультразвукова хвиля у проведених дослідах ?
4. В чому причина значної різниці у картинах ехо-імпульсів для сталі та епоксидної смоли?
5. 1 децибел. Дайте визначення.
6. Як оцінити складову похибки вимірювань, пов'язану з контактними явищами.

### ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ

Перед виконанням лабораторної роботи ознайомитися з правилами дотримання вимог охорони праці, техніки безпеки та протипожежної техніки на робочому місці.

## **ЗАПИТАННЯ ДЛЯ РЕЙТИНГОВОЇ ОЦІНКИ ЗНАНЬ**

### **Достатній рівень**

1. Що являють собою коливання та хвилі?
2. Що розуміємо під термінами звук та ультразвук?
3. Дайте визначення основних характеристик хвилі.
4. Розкрити зміст явищ прямого та оберненого п'єзоефекту?
5. Як побудовані випромінювач та приймач ультразвуку (УЗ)?
6. Дайте визначення абсолютно пружного та абсолютно пластичного тіл.
7. Дайте визначення в'язкопружного тіла.
8. Сформулюйте закон пружності Гука.
9. Що називається абсолютно пружною деформацією?
10. Розкрити фізичний зміст тангенса кута механічних втрат.

### **Середній рівень**

1. Дайте визначення швидкості поширення та коефіцієнта поглинання УЗ.
2. Як експериментально визначити швидкість поширення та коефіцієнт поглинання УЗ?
3. В чому суть ехо-імпульсного методу? Що називається ехо-імпульсом?
4. В чому суть імпульсного, фазового та буферного методів?
5. В чому суть водоімерсійного та буферного методів?
6. В чому суть суміщеного методу?
7. Опишіть модель в'язко-пружної поведінки реального твердого тіла.
8. Що називається склуванням аморфного тіла?
9. Які характеристики склування тіл вам відомі?
10. Що називається температурою та температурним інтервалом склування?

### **Високий рівень**

1. Як пов'язані швидкість поширення та коефіцієнт поглинання УЗ з складовими комплексного модуля?

2. Що являє собою векторна діаграма «механічна напруга – деформація». Де на ній час?
3. Як за результатами УЗ-досліджень можна визначити дійсну та уявну складові комплексного модуля пружності?
4. Які переваги суміщеного методу? Які імпульси є робочими для цього методу?
5. Що називається склуванням аморфного тіла?
6. Назвати основні характеристики склування?
7. Що приймають за температурний інтервал склування?
8. Який характер має температура залежність дійсної складової модуля пружності та чому?
9. Який вигляд має температура залежність тангенса кута механічних втрат та чому?
10. Яке практичне застосування мають проведені дослідження?

## **Лабораторна робота № 2. ДОСЛІДЖЕННЯ ФІЗИКО–МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ РЕЧОВИН ТА ЇХ ТЕМПЕРАТУРНОЇ ЗАЛЕЖНОСТІ УЛЬТРАЗВУКОВИМИ МЕТОДАМИ**

**Мета:** Ознайомитись з визначенням фізико - механічних властивостей речовин акустичним методом в залежності від температури.

### **Завдання:**

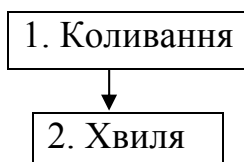
1. Визначити швидкість поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку у воді за допомогою акустичного зонду.
2. Визначити хвильовий опір води та густину рідини за допомогою акустичного зонду.
3. Визначити швидкість поширення та коефіцієнт поглинання ультразвуку, модуль пружності та тангенс кута механічних втрат твердого тіла суміщенням ехо-імпульсного та імпульсного фазового методів.
4. Дослідити температурну залежність фізичних величин, зазначених у п. 3, згаданим методом.
5. Оцінити статистичні похибки вимірювань фізичних величин.

**Література:** [1-8] Див. попередню роботу.

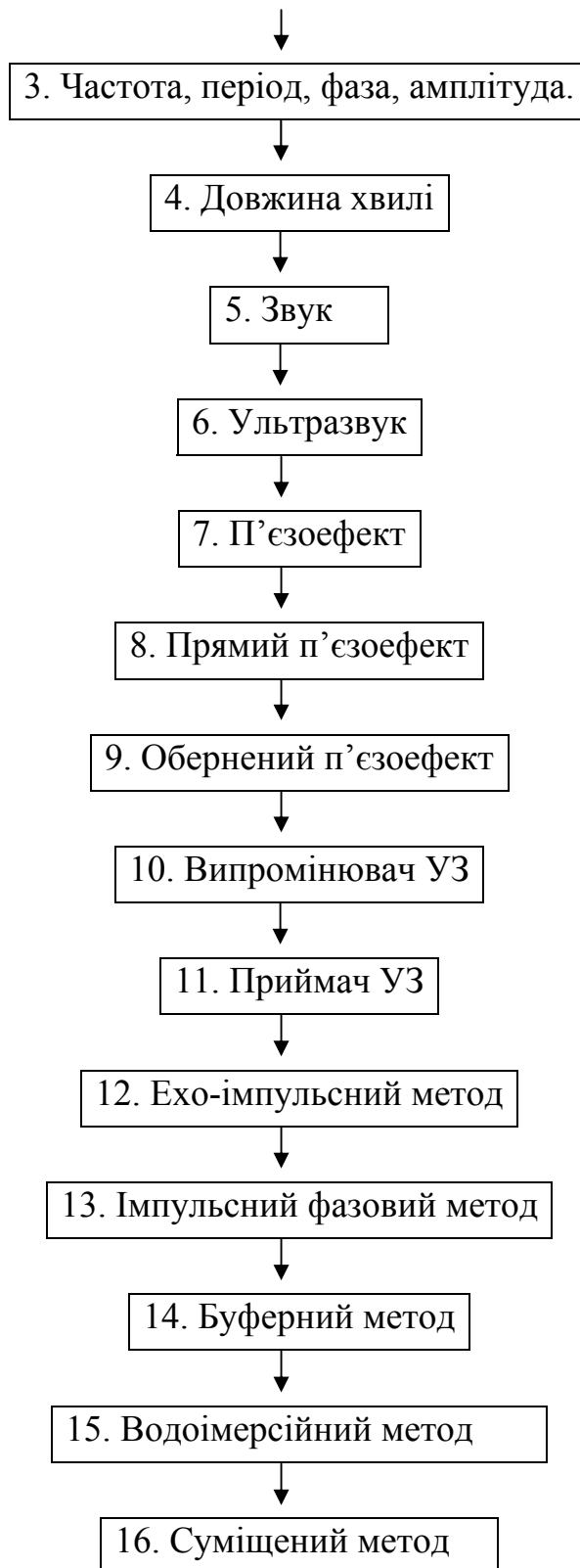
**Прилади і матеріали:** 1) вимірювач швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку “УС-12-ИМ”; 2) дистильована вода; 3) зразок поліметилметакрилату (ПММА); 4) зонд для визначення швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку в рідинах; 5) зонд для визначення хвильового опору рідин; 6) вимірювальна комірка для визначення температурної залежності швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку в твердих тілах; 7) мірний (стальний) паралелепіпед; 8) АЦП.

### **Структурно-логічна схема понять:**

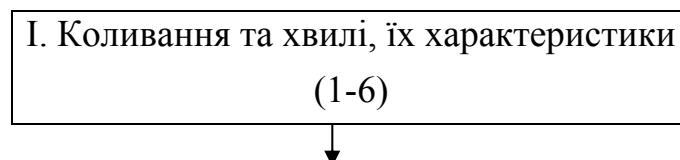
#### ***І. Лінійна структурно-логічна схема***







### ***II. Блочна структурно-логічна схема***



II. Випромінювання та приймання УЗ

(5-11)



III. Методи вимірювання швидкості та поглинання УЗ

(12-16)

**Хід роботи**

**I.** Для визначення швидкості поширення та коефіцієнта поглинання УЗ зондовим методом у воді необхідно виконати такі операції:

1. Підготувати для роботи вимірювальний акустичний зонд. Для цього за допомогою мірного вставного паралелепіпеда необхідно встановити фіксовану відстань між насадкою 5 та звуководом 4. Визначити товщину зразка.
2. Приєднати акустичний зонд до гнізда "П" вимірювача "УС-12-ИМ".
3. З'єднати коаксіальним кабелем між собою гніздо випромінювача "Г" та гніздо

" $\frac{П}{↑}$ ".

4. Занурити у воду акустичний зонд.
5. Розмістити строб-імпульс "/" під імпульсом А, а строб-імпульс "П" під імпульсом Б.
6. Натиснути вмикач "D". Ввести в обчислювальний блок товщину зразка, контролюючи його значення на індикаторному табло.
7. Натиснути вмикач "C". Користуючись індикатором табло, зняти покази швидкості поширення УЗ в досліджуваній рідині. Зняти 8-10 показів. Визначити середнє значення швидкості.
8. Натиснути вмикач "α". Визначити середнє значення коефіцієнта α.

**II.** Для визначення хвильового опору необхідно виконати такий порядок дій:

1. Під'єднати до гнізда "П" випромінювач УЗ, що входить до складу зонду.
2. З'єднати коаксіальним кабелем між собою гніздо "Г" та гніздо " $\frac{П}{↑}$ " вимірювача.

3. Натиснути вмикач "N". Зняти з індикатора табло числові значення співвідношення амплітуд  $N_1 = \frac{A_2}{A_1}$ , що характеризує поглинання ультразвуку у воді. Дослід повторити 8-10 разів. Визначити середнє значення  $N_1$ .

III. Занурити зонд у досліджувану рідину. Визначити співвідношення амплітуд  $N_2$ , як і в завданні II.3. При цьому необхідно, щоб перший імпульс  $A_1$  мав таку ж амплітуду, як і в завданні II.3.

Визначити величину  $N = N_2 - N_1$ , що входить до співвідношення

$$(\rho c)_e = (\rho c)_z \frac{1 - e^{-\frac{N}{10}}}{1 + e^{-\frac{N}{10}}}.$$

Знаючи хвильовий опір зонда  $\rho_z c_z$ , знайти хвильовий опір рідини  $\rho_e c_e$ .

III. Для визначення густини досліджуваної рідини використовують результати вимірювання завдань I та II.

Оскільки хвильовий опір рідини був визначений у завданні II, а швидкість звуку в завданні I, то густину  $\rho_e$  визначають з рівності

$$\rho_e = k \frac{(\rho c)_e}{c_e}.$$

IV. Для визначення фізико-механічних характеристик твердих тіл: швидкості поширення ультразвуку  $c$ , коефіцієнта поглинання  $\alpha$ , модуля пружності  $E$ , та тангенса кута механічних втрат  $tg\delta$ , методом співставлення використовують вимірювальну комірку, схема якої представлена на рис. 1.10.

Випромінювач та приймач  $I$  ультразвуку забезпечують збудження та приймання УЗ коливань ехо- та фазових імпульсів, які поширюються в досліджуваному зразку  $5$  через буферні стержні  $3$ . Буферні стержні, окрім того, забезпечують можливість вимірювати швидкість поширення та коефіцієнт поглинання ультразвуку в залежності від температури та тиску.

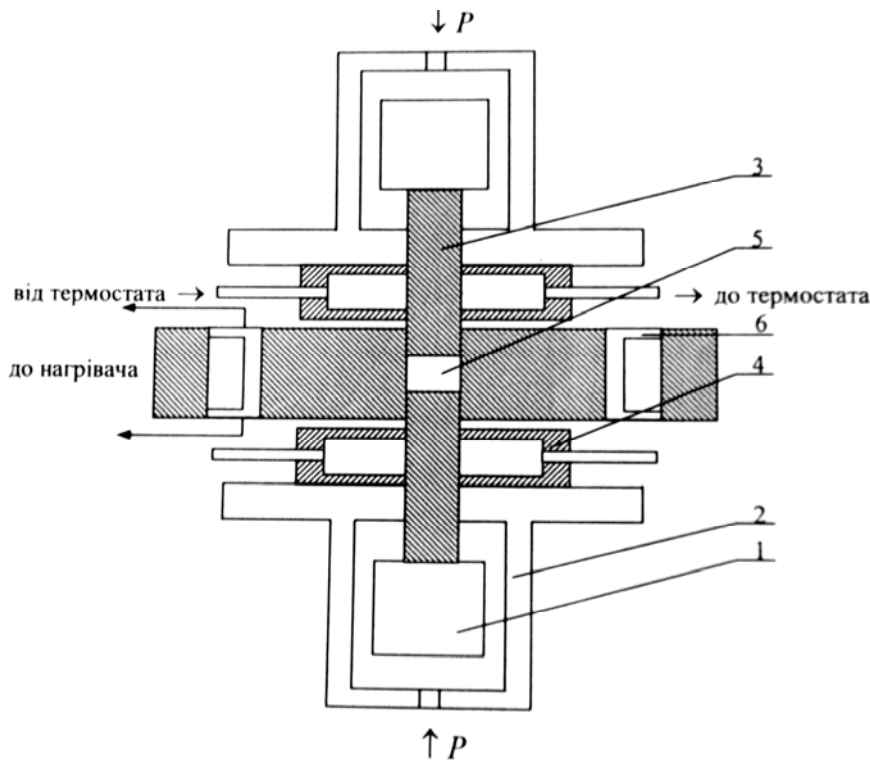


Рис. 1.10. Блок-схема модуля для вимірювання фізико-механічних характеристик твердих тіл методом співставлення: 1) випромінювач та приймач УЗ хвиль; 2) захисні кожухи; 3) буферні стержні; 4) охолоджувачі джерел УЗ; 5) досліджуваний зразок; 6) термобарокамера.

З метою розширення температурного інтервалу досліджень фізико-механічних характеристик твердих тіл в пристрої передбачено термостатуючий захист вимірювача та поглинача ультразвуку.

Для одержання результатів необхідно виконати такий порядок дій:

1. Приєднати випромінювач "Г" до гнізда "П" вимірювача.
2. Приєднати приймач УЗ до гнізда " $\frac{\Pi}{\uparrow}$ " вимірювача.
3. Приєднати коаксіальним кабелем гніздо "Г" та гніздо " $\frac{\Pi}{\uparrow}$ ".
4. Ввімкнути випромінювач поворотом перемикача «сеть».
5. Спостерігати відбиті імпульси "А" та "В" (рис. 2.6. до завдання IV).
6. Розмістити строб-імпульс "Г" під імпульсом "К", а строб-імпульс "П" під імпульсом "В".
7. Перейти в режим введення товщини, натиснувши вмикач "Д", та ввести у вимірювальний блок товщину досліджуваного зразка.

8. Перейти в режим вимірювання швидкості поширення ультразвуку С. Виміряти швидкість поширення УЗ. Повторити вимірювання 8-10 разів.
9. Перейти в режим вимірювання коефіцієнта поглинання  $\alpha$ . Виміряти коефіцієнт поглинання УЗ. Повторити вимірювання 8-10 разів.

Для дослідження залежності фізико-механічних характеристик, зазначених в завданні IV, від температури необхідно:

1. Виконати дії за завданнями IV.1-IV.9.
2. Приєднати клеми нагрівача вимірювального модуля (рис.2.7) до джерела струму через РНШ, на якому попередньо встановлюється задана напруга.
3. Приєднати термопару вимірювального модуля до електронного цифрового вимірювача температури зразка.
4. Ввімкнути термостат для охолодження випромінювача та поглинача УЗ.
5. Почергово, переходячи в режим "С" та "а" для вимірювання швидкості поширення та коефіцієнта поглинання УЗ, зняти покази через кожні 5 К.
6. Записати одержані результати в таблицю.
7. Представити графічну залежність швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку, модуля пружності, тангенса кута механічних втрат від температури, користуючись відомими співвідношеннями:

$E = \rho c^2$ , де  $\rho$  – густина зразка;

$\operatorname{tg} \delta = 0.231 \frac{c \alpha}{\pi \nu}$ , де  $\alpha$  – коефіцієнт поглинання в Дб/см;  $\nu$  – частота в Гц;  $c$  –

швидкість поширення ультразвуку.

- V. Оцінити статистичні похибки вимірювань швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку. Дати оцінку точності вимірювання хвильового опору. Вказати на джерела складових загальної похибки.

## **Контрольні запитання**

1. Розкрити фізичний зміст понять "Акустичний тиск".
2. В чому полягають конструктивні особливості будови акустичного зонду та фізичні основи визначення швидкості поширення і коефіцієнта поглинання ультразвуку в рідинах (розчинах)?
3. Які фізичні основи методу визначення хвильового опору речовин за допомогою акустичного зонду? Вказати на переваги запропонованого методу перед іншими.
4. Які перспективи використання переносного акустичного зондового пристрою?
5. Розкрити фізичні основи та переваги способу зіставлення ехо-імпульсного та імпульсного фазового методів. Чому інші методи не можуть бути використані за умов дослідження температурних залежностей фізико-механічних характеристик твердих тіл?
6. Дати оцінку точності вимірювання хвильового опору за допомогою акустичного зонду. Вказати на джерела складових загальної похибки.

## **ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ**

Перед виконанням лабораторної роботи ознайомитися з правилами дотримання вимог охорони праці, техніки безпеки та протипожежної техніки на робочому місці.

### **ЗАПИТАННЯ ДЛЯ РЕЙТИНГОВОЇ ОЦІНКИ ЗНАТЬ**

#### **Достатній рівень**

1. Дати визначення коливального руху.
2. Що являє собою хвиля?
3. Що ми розуміємо під терміном «звук»?
4. Що ми розуміємо під терміном «ультразвук»?
5. Що називають амплітудою, частотою, періодом, фазою хвилі?
6. Що означає 1 Гц?
7. Дати визначення довжини хвилі.

8. Що називають прямим п'єзоефектом?
9. Що називають оберненим п'єзоефектом?
10. Як побудовані випромінювач та приймач УЗ?

### **Середній рівень**

1. Що називають швидкістю УЗ?
2. Що називають коефіцієнтом поглинання УЗ?
3. Як визначити швидкість УЗ в зразку?
4. Як експериментально визначити коефіцієнт поглинання УЗ?
5. В чому суть схо-імпульсного методу?
6. Як виникають схо-імпульси?
7. В чому суть імпульсного фазового методу?
8. В чому суть буферного методу?
9. В чому суть водоімерсійного методу?
10. В чому суть методу співставлення?

### **Високий рівень**

1. Який зв'язок швидкості поширення УЗ з модулем пружності?
2. Який зв'язок коефіцієнта поглинання УЗ з тангенсом кута механічних втрат?
3. Що являє собою векторна діаграма в'язко-пружної поведінки реального твердого тіла?
4. Де час на векторній діаграмі?
5. Як за результатами УЗ вимірювань визначити дійсну складову комплексного модуля пружності?
6. Як за результатами УЗ вимірювань визначити уявну складову комплексного модуля пружності?
7. Як за результатами УЗ вимірювань визначити тангенс кута механічних втрат?
8. Як виникають імпульси, що є робочими для буферного методу?
9. Які недоліки і переваги кожного з УЗ методів?
10. В чому переваги методу співставлення?

## **Лабораторна робота № 3. ВИЗНАЧЕННЯ ХВИЛЬОВОГО ОПОРУ І ГУСТИНИ АКУСТИЧНИМ МЕТОДОМ**

**Мета:** Розкрити зміст поняття „хвильовий опір”. Ознайомитись з УЗ методом визначення хвильового опору та густини рідин. Визначити хвильовий опір та густину рідини УЗ методом.

**Завдання:**

1. Визначити швидкість поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку у воді за допомогою акустичного зонду.
2. Визначити хвильовий опір води та густину рідини за допомогою акустичного зонду.

**Література:** [1-8]. Див. попередню роботу.

**Прилади і матеріали:** 1) вимірювач швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку “УС-12-ИМ”; 2) дистильована вода; 3) зразок поліметилметакрилату (ПММА); 4) зонд для визначення швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку в рідинах; 5) зонд для визначення хвильового опору рідин;

### **Структурно-логічна схема понять:**

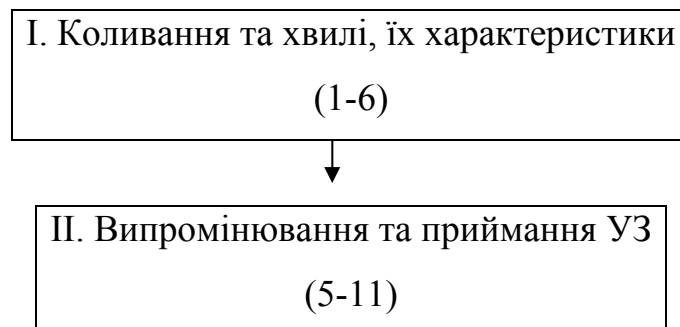
#### ***I. Лінійна структурно-логічна схема***







### ***II. Блочна структурно-логічна схема***





III. Методи вимірювання швидкості та поглинання УЗ (12-16)
---

### Хід роботи

I. Для визначення швидкості поширення та коефіцієнта поглинання УЗ зондовим методом у воді необхідно виконати такі операції:

1. Підготувати для роботи вимірювальний акустичний зонд. Для цього за допомогою мірного вставного паралелепіпеда необхідно встановити фіксовану відстань між насадкою 5 та звуководом 4. Визначити товщину зразка.
2. Приєднати акустичний зонд до гнізда "П" вимірювача "УС-12-ИМ".
3. З'єднати коаксіальним кабелем між собою гніздо випромінювача "Г" та гніздо " $\frac{П}{↑}$ ".
4. Занурити у воду акустичний зонд.
5. Розмістити строб-імпульс "/" під імпульсом А, а строб-імпульс "П" під імпульсом Б.
6. Натиснути вимикач "D". Ввести в обчислювальний блок товщину зразка, контролюючи його значення на індикаторному табло.
7. Натиснути вмикач "С". Користуючись індикатором табло, зняти покази швидкості поширення УЗ в досліджуваній рідині. Зняти 8-10 показів. Визначити середнє значення швидкості.
8. Натиснути вмикач "α". Визначити середнє значення коефіцієнта α.

II. Для визначення хвильового опору необхідно виконати такий порядок дій:

1. Під'єднати до гнізда "П" випромінювач УЗ, що входить до складу зонду.
2. З'єднати коаксіальним кабелем між собою гніздо "Г" та гніздо " $\frac{П}{↑}$ " вимірювача.

3. Натиснути вмикач "N". Зняти з індикатора табло числові значення співвідношення амплітуд  $N_1 = \frac{A_2}{A_1}$ , що характеризує поглинання ультразвуку у воді. Дослід повторити 8-10 разів. Визначити середнє значення  $N_1$ .
4. Занурити зонд у досліджувану рідину. Визначити співвідношення амплітуд  $N_2$ , як і в завданні П.3. При цьому необхідно, щоб перший імпульс  $A_1$  мав таку ж амплітуду, як і в завданні П.3.
5. Визначити величину  $N = N_2 - N_1$ , що входить до співвідношення

$$(\rho c)_e = (\rho c)_z \frac{1 - e^{-\frac{N}{10}}}{1 + e^{-\frac{N}{10}}}.$$

Знаючи хвильовий опір зонда  $\rho_z c_z$ , знайти хвильовий опір рідини  $\rho_e c_e$ .

**III.** Для визначення густини досліджуваної рідини використовують результати вимірювання завдань I та II.

Оскільки хвильовий опір рідини був визначений у завданні II, а швидкість звуку в завданні I, то густину  $\rho_e$  визначають з рівності  $\rho_e = k \frac{(\rho c)_e}{c_e}$ .

Для одержання результатів необхідно виконати такий порядок дій:

1. Приєднати випромінювач "Г" до гнізда "П" вимірювача.
2. Приєднати приймач УЗ до гнізда " $\frac{II}{\uparrow}$ " вимірювача.
3. Приєднати коаксіальним кабелем гніздо "Г" та гніздо " $\frac{II}{\uparrow}$ ".
4. Ввімкнути випромінювач поворотом перемикача «сеть».
5. Спостерігати відбиті імпульси "А" та "В".
6. Розмістити строб-імпульс "Г" під імпульсом "К", а строб-імпульс "II" під імпульсом "В".
7. Перейти в режим введення товщини, натиснувши вмикач "Д", та ввести у вимірювальний блок товщину досліджуваного зразка.

8. Перейти в режим вимірювання швидкості поширення ультразвуку  $C$ . Виміряти швидкість поширення УЗ. Повторити вимірювання 8-10 разів.
9. Перейти в режим вимірювання коефіцієнта поглинання  $\alpha$ . Виміряти коефіцієнт поглинання УЗ. Повторити вимірювання 8-10 разів.
10. Оцінити статистичні похибки вимірювань швидкості поширення та коефіцієнта поглинання ультразвуку. Дати оцінку точності вимірювання хвильового опору. Вказати на джерела складових загальної похибки.

### **Контрольні запитання**

1. Розкрити фізичний зміст понять "Акустичний тиск".
2. В чому полягають конструктивні особливості будови акустичного зонду та фізичні основи визначення швидкості поширення і коефіцієнта поглинання ультразвуку в рідинах (розчинах)?
3. Які фізичні основи методу визначення хвильового опору речовин за допомогою акустичного зонду? Вказати на переваги запропонованого методу перед іншими.
4. Які перспективи використання переносного акустичного зондового пристрою?
5. Розкрити фізичні основи та переваги способу зіставлення ехо-імпульсного та імпульсного фазового методів. Чому інші методи не можуть бути використані за умов дослідження температурних залежностей фізико-механічних характеристик твердих тіл?
6. Дати оцінку точності вимірювання хвильового опору за допомогою акустичного зонду. Вказати на джерела складових загальної похибки.

### **ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ**

Перед виконанням лабораторної роботи ознайомитися з правилами дотримання вимог охорони праці, техніки безпеки та протипожежної техніки на робочому місці.

## ЗАПИТАННЯ ДЛЯ РЕЙТИНГОВОЇ ОЦІНКИ ЗНАНЬ

### Достатній рівень

1. Дати визначення коливального руху.
2. Що являє собою хвиля?
3. Що ми розуміємо під терміном «звук»?
4. Що ми розуміємо під терміном «ультразвук»?
5. Що називають амплітудою, частотою, періодом, фазою хвилі?
6. Що означає 1 Гц?
7. Дати визначення довжини хвилі.
8. Що називають прямим п'єзоефектом?
9. Що називають оберненим п'єзоефектом?
10. Як побудовані випромінювач та приймач УЗ?

### Середній рівень

1. Що називають швидкістю УЗ?
2. Що називають коефіцієнтом поглинання УЗ?
3. Як визначити швидкість УЗ в зразку?
4. Як експериментально визначити коефіцієнт поглинання УЗ?
5. В чому суть схо-імпульсного методу?
6. Як виникають схо-імпульси?
7. В чому суть імпульсного фазового методу?
8. В чому суть буферного методу?
9. В чому суть водоімерсійного методу?
10. В чому суть методу співставлення?

### Високий рівень

1. Який зв'язок швидкості поширення УЗ з модулем пружності?
2. Який зв'язок коефіцієнта поглинання УЗ з тангенсом кута механічних втрат?
3. Що являє собою векторна діаграма в'язко-пружної поведінки реального твердого тіла?

4. Де час на векторній діаграмі?
5. Як за результатами УЗ вимірювань визначити дійсну складову комплексного модуля пружності?
6. Як за результатами УЗ вимірювань визначити уявну складову комплексного модуля пружності?
7. Як за результатами УЗ вимірювань визначити тангенс кута механічних втрат?
8. Як виникають імпульси, що є робочими для буферного методу?
9. Які недоліки і переваги кожного з УЗ методів?
10. В чому переваги методу співставлення?

## Лабораторна робота № 4. ДОСЛІДЖЕННЯ КОМПЛЕКСНОГО ХАРАКТЕРУ МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТВЕРДИХ ТІЛ

**Мета:** Ознайомитись з фізичними основами експериментального визначення вязкопружних властивостей твердих.

### Завдання:

1. Ознайомитись з поняттям комплексного модуля зсуву  $G$ , дійсної  $G'$  і уявної  $G''$  складових динамічного модуля зсуву та тангенса кута ( $tg\delta$ ) динамічних втрат.
2. Визначити  $G'$ ,  $G''$  і  $tg\delta$  для кристалічного та аморфного тіл динамічним методом вільних крутильних коливань маятника.
3. Порівняти і проаналізувати отримані значення  $G'$ ,  $G''$  і  $tg\delta$ , зробити висновки.

**Прилади і матеріали:** 1) маятниковий релаксометр; 2) секундомір; 3) штангенциркуль, мікрометр; 4) досліджувані зразки; 5) АЦП.

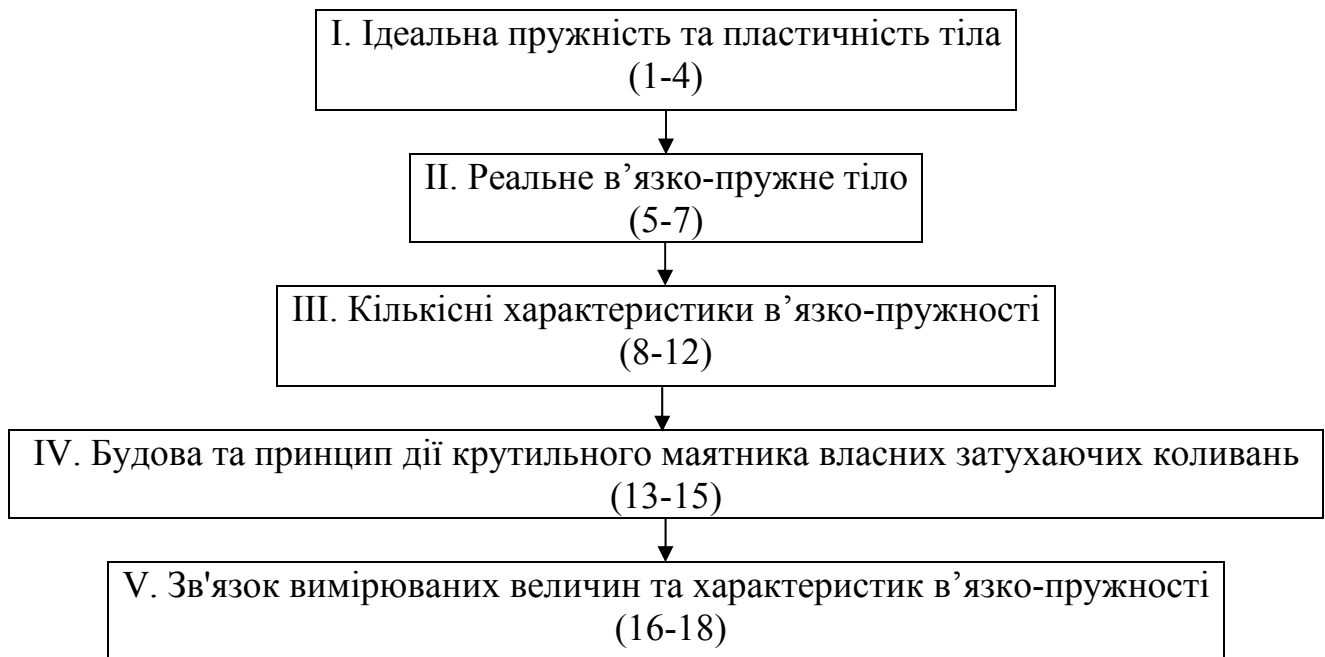
### Структурно-логічна схема понять:

#### I. Лінійна структурно-логічна схема





## ***2. Блочна структурно-логічна схема понять***





## Теоретичні відомості та опис приладів

Характеристикою в'язкопружних властивостей речовин є комплексний модуль зсуву

$$G^* = G' + iG''.$$

Дійсна частина – динамічний модуль зсуву  $G'$  визначається відношенням складової напруги зсуву, яка співпадає за фазою з синусоїдально-змінною кутовою деформацією, до величини цієї деформації. Динамічний модуль зсуву  $G'$  характеризує величину енергії, що одержує і віддає одиниця об'єму в'язкопружного тіла за період.

Уявна частина комплексного модуля зсуву, модуль втрат  $G''$ , визначається як відношення складової напруги, що відрізняється за фазою на  $\pi/2$  від синусоїдальної змінної кутової деформації, до величини цієї деформації. Модуль  $G''$  характеризує ту частину енергії пружних коливань, яка перетворюється в теплову за один період.

Тангенс кута динамічних втрат  $\operatorname{tg}\delta = \frac{G''}{G'}$  – характеризує зсув фаз між механічною напругою і деформацією та є мірою енергії пружних коливань, що розсіюється в досліджуваному зразку за період.

Розглянемо в'язкопружну поведінку твердого тіла в застосуванні до крутильного маятника, який надалі будемо називати динамічним релаксометром.

Після відхилення маятника на невеликий кут комбінована система - пружний торсіон 4 і зразок 1, здійснює гармонічні затухаючі коливання згідно з рівнянням

$$I\varphi + D_k^* = 0,$$

де  $\varphi$  – кут повороту,  $I$  – момент інерції маятника,  $D_k^* = D'_k + iD''_k = (D'_1 + D'_2) + i(D''_1 + D''_2)$  – комплексна жорсткість комбінованої системи “зразок торсіон”.

Підставляючи в рівняння розв'язок цього рівняння  $\varphi = \varphi_0 e^{(i\omega_k - \alpha_k)t}$  визначимо дійсну і уявну частини комплексної жорсткості системи

$$D'_k = I(\omega_k^2 - \alpha_k^2),$$

$$D''_k = 2I\alpha_k \omega_k.$$

А також

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{2\alpha_k w_k}{w_k^2 - \alpha_k^2},$$

де  $w_k = \frac{2\pi}{T_k}$ ,  $T_k = \frac{1}{f_k}$ ,  $\alpha_k$  коефіцієнт затухання системи, пов'язаний з логарифмічним декрементом затухання  $\Delta k$  співвідношенням  $\Delta k = \alpha_k T_k$ .

Для знаходження компонентів коливань зразка  $D'_k, D''_k$ , запишемо рівняння, покладаючи, що повертаюча сила визначається лише жорсткістю торсіона (зразок відсутній).

$$I\varphi + D_k^* \varphi = 0.$$

Підставивши розв'язок рівняння у вигляді  $\varphi = \varphi_0 e^{(i\omega_0 - \alpha_0)t}$ , де  $\omega_0, \alpha_0, \Delta_0$  – характеристики системи без зразка, одержимо

$$D_2' = I(\omega_0^2 - \alpha_0^2), \quad D_2'' = 2I\alpha_0\omega_0.$$

Знайдемо вирази для  $D'_k, D''_k$

$$D_1' = D_k' - D_2' = Iw_k^2 \left(1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2}\right) - Iw_0^2 \left(1 - \frac{\Delta_0^2}{4\pi^2}\right);$$

$$D_1'' = D_k'' = \frac{1}{\pi} (Iw_k^2 \Delta_k - Iw_0^2 \Delta_0).$$

Нехтуючи значеннями  $\frac{\Delta_0^2}{4\pi^2}$  у зв'язку з малими затуханнями в пружному торсіоні і використовуючи функціональну залежність  $G_1^* = F_q D_1^*$ , одержимо

$$G_1' = Iw_k^2 F_q \left(1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2} - \frac{w_0^2}{w_k^2}\right),$$

$$G_1'' = \frac{Iw_k^2 F_q}{\pi} \left(\Delta_k - \frac{w_0^2}{w_k^2} \Delta_0\right),$$

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{G_1''}{G_1'} = \frac{\Delta_k - \frac{w_0^2}{w_k^2} \Delta_0}{\pi \left(1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2} - \frac{w_0^2}{w_k^2}\right)},$$

де  $F_q$  – постійна, що залежить від розмірів досліджуваного зразка. Для даного релаксометра вона визначається виразом

$$F_q = \frac{3l}{bh^3(1 - 0.63h/b)},$$

де  $b$  – ширина,  $l$  – довжина,  $h$  – товщина зразка.

В практичних вимірюваннях зручніше користуватись не значенням кругової частоти, а періодом або частотою.

Тоді рівняння матимуть вигляд

$$G' = \frac{4\pi^2 I}{T_k^2} Fq \left( 1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2} - \frac{T_k^2}{T_o^2} \right),$$

$$G'' = \frac{4\pi^2 I}{T_k^2} Fq \left( \frac{\Delta_k - \frac{T_k^2}{T_o^2} \Delta_o}{\pi} \right),$$

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\Delta_k - \frac{T_k^2}{T_o^2} \Delta_o}{\pi \left( 1 - \frac{\Delta_k^2}{4\pi^2} - \frac{T_k^2}{T_o^2} \right)}.$$

З рівнянь видно, що для визначення  $G'$ ,  $G''$  і  $\operatorname{tg} \delta$  достатньо визначити лише два параметри  $T_k$  і  $\Delta_k$ , оскільки  $I_k$ ,  $T_o$ ,  $\Delta_o$  є постійними релаксометра і можуть бути визначені з достатньо високою точністю.

**Опис приладу:** В основу роботи динамічного релаксометра покладено метод вільних крутильних коливань, схема якого представлена на рисунку 1.11. Досліджуваний зразок **1** прямокутної форми розміщений між рухомим і нерухомим затискачами **2**. Рухомий затискач прикріплений до коромисла **3** маятника, підвішеного на тонкій пружній дротині – торсіоні **4**. Маятник виводиться з положення рівноваги за допомогою двох електромагнітів **5**. Для запису коливань використовується спеціально розроблена система перетворення механічних коливань в аналоговий електричний сигнал. На коромислі маятника встановлений непрозорий екран **6**, який знаходиться проти вікна **7** з світлорозсіюючим склом, за яким встановлений фоторезистор **8**. Фоторезистор вмонтований в тримач **9**, який закріплений на захисному ковпаку **10**. Екран вікна освітлюється точковим джерелом світла **11**. Параметри релаксометра підібрані так, що при проходженні маятника через положення рівноваги електричний сигнал, що подається від фоторезистора до потенціометра КСП-4, дорівнює нулю, і максимальний при відхиленнях.

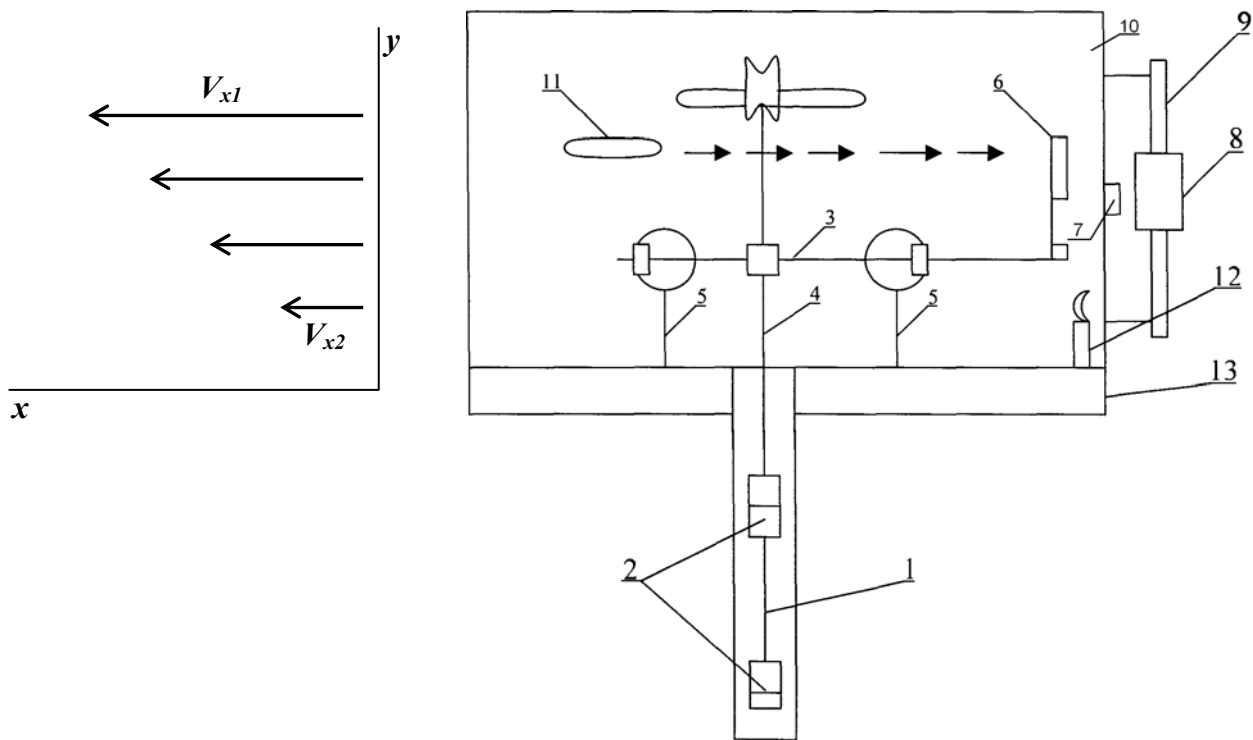


Рис.1.11. Схема вимірювальної головки релаксометра:

1 - зразок; 2 - затискачі; 3 - коромисло маятника; 4 - пружний торсіон; 5 - електромагніти; 6 - непрозорий екран; 7 - світлорозсіююче вікно; 8 - фоторезистор; 9 - тримач фоторезистора; 10 - ковпак; 11 - джерело світла; 12 - аретир; 13 - основа.

### Основні уявлення про в'язко-пружну поведінку полімерів

Як відомо, для більшості твердих тіл в межах малих деформацій виконується закон Гука

$$\sigma = E\varepsilon,$$

де  $\sigma$  – напруга;  $\varepsilon$  – відносна деформація;  $E$  – модуль пружності (стиску-розтягу).

Малов'язкі рідини добре підпорядковуються закону Ньютона

$$\sigma_{xy} = \eta \frac{\partial v_x}{\partial y},$$

де  $\sigma_{xy}$  – напруга зсуву,  $v$  – швидкість,  $\frac{\partial v_x}{\partial y}$  – градієнт швидкості,  $\eta$  – коефіцієнт в'язкості.

В дійсності, не існує ні ідеальних ньютонівських рідин, ні ідеально пружних тіл. Всі тіла, до деякої міри, мають пружні і в'язкі властивості. Полімерні матеріали, як правило, проявляють як властивості пружних тіл, так і деякі властивості рідин. Унікальність властивостей полімерів, в основному, обумовлена саме яскравим проявом в'язко-пружних властивостей.

## Динамічний модуль та модуль втрат

У випадку в'язко-пружного тіла зв'язок між напругою  $\sigma$ , яка змінюється гармонічно ( $\sigma = \sigma_0 \cos \omega t$ ), та деформацією є дещо складнішою

$$\sigma = E^* \varepsilon,$$

де  $E^*$  – комплексний модуль пружності.

$$E^* = E' + iE'',$$

де  $E'$  – дійсна частина,  $E' = \operatorname{Re} E^*$  – динамічний модуль пружності,  $E''$  – уявна частина,  $E'' = \operatorname{Im} E^*$  – модуль втрат.

Зміст цих модулів стане зрозумілим з таких міркувань. Якщо прикладена напруга змінюється за законом  $\sigma = \sigma_0 \cos \omega t$ , то в'язко-пружне тіло буде деформуватись також гармонічно, але при цьому з деякими запізненнями

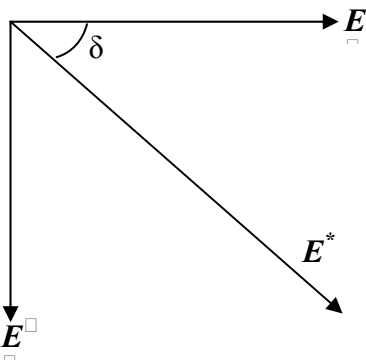
$$\sigma = \sigma_0 \cos(\omega t - \delta),$$

де  $\delta$  – зсув фаз між напругою і деформацією.

В будь-який момент часу

$$E^* = \frac{\sigma}{\varepsilon}.$$

При цьому напругу  $\sigma$  можна розкласти на дві складові, одна з яких співпадає за фазою з деформацією, а друга відрізняється на  $\frac{\pi}{2}$ . Так само будуть співвідноситись і модулі  $E'$  та  $E''$ .



Динамічний модуль пружності  $E'$  виражає собою відношення тієї частини напруги, яка співпадає за фазою з деформацією, до величини деформації. Динамічний модуль  $E'$  виражає собою міру енергії, яка отримується і віддається

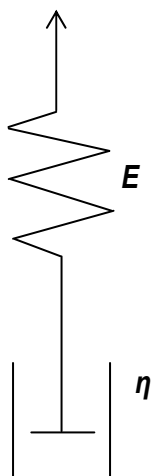
елементарним об'ємом даного тіла за період.

Модуль втрат  $E''$  виражає собою відношення тієї частини напруги, яка відмінна по фазі на  $\frac{\pi}{2}$  від деформації, до величини деформації, і є мірою тієї частини енергії, яка витрачається на тепло за один період коливань.

$$\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} = |E^*| = \sqrt{E'^2 + E''^2}.$$

Зсув фаз між напругою і деформацією визначається тангенсом кута механічних втрат

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{E''}{E'}$$



Існують різні методи визначення модуля пружності та тангенса кута механічних втрат. Один з них заснований на вивченні швидкості поширення та коефіцієнта поглинання звуку.

Швидкість поширення повздовжніх акустичних хвиль визначається формулою

$$C = \sqrt{\frac{E'}{\rho}}$$

Швидкість хвиль зсуву, в яких коливання відбуваються в напрямі, перпендикулярному поширенню хвилі –

$$C_{II} = \sqrt{\frac{G'}{\rho}}$$

Ці формули мають силу лише при малих затуханнях, тобто коли опір середовища є незначним.

### Теоретичні основи в'язко-пружних властивостей полімерів

Основними параметрами, що характеризують в'язко-пружні властивості, як відомо, є модулі  $E'$ ,  $E''$ ,  $\operatorname{tg} \delta$  та швидкість поширення звуку. Основне завдання теорії, що описує в'язко-пружні властивості, є зв'язок цих параметрів з частотою та температурою, а також з структурою на різних рівнях її організації.

Один із способів описання в'язко-пружних властивостей є використання механічних моделей.

**Модель Максвелла.** Аналогом моделі Максвелла є послідовне з'єднання пружини, що характеризує абсолютно пружну поведінку, та демпфера (поршень, що рухається у в'язкій рідині). Така модель дуже часто використовується, наприклад, для описання процесу релаксації напруги.

Моделі **Кельвіна-Фойхта** типу стандартного лінійного тіла можна використати для описання лише одного релаксаційного переходу, в якому розподіл часу релаксації замінює один «ефективний» час релаксації.

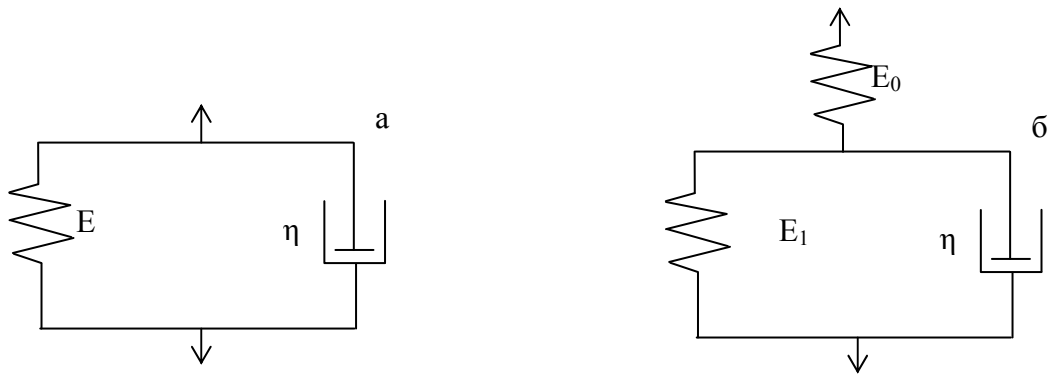


Рис. 1.12.

Моделі ускладнювались, але результати розрахунків, проведених на основі запропонованих моделей, не можуть повністю описати поведінку в'язко-пружних властивостей полімерів.

Моделі Кельвіна-Фойхта та Максвелла навіть якісно не можуть описати поведінку великого об'єму в'язко-пружного тіла. Вони описують поведінку лише одиничних об'ємів. Разом з тим, використовуючи модельні уявлення, можна теоретично довести залежність в'язко-пружних властивостей від частоти та показати, що для кожного релаксаційного процесу має місце максимум  $G'' = f(\lg \omega)$  та  $\text{tg} \delta = f(\lg \omega)$ .

### **Залежність в'язко-пружних властивостей від частоти та температури**

Умовою максимуму на залежностях  $G'' = f(\lg \omega)$  та перегину на кривих  $C = f(\lg \omega)$  і  $G' = f(\lg \omega)$  є співвідношення  $\omega \tau_i = 1$ .

Для залежності  $\text{tg} \delta = f(\lg \omega)$  максимум проявляється при менших частотах.

Залежність  $\tau_i$  від температури не враховується в теоріях в'язко-пружного тіла в явному вигляді. Але відомо, що час релаксації ( $\tau_i$ ) суттєво залежить від температури. Ця залежність виражається рівнянням Больцмана-Арреніуса

$$\tau_i = B_i \exp(U/kT).$$

Тут  $B_i$  – стала,  $U$  – енергія активації,  $T$  – температура,  $k$  – стала Больцмана.

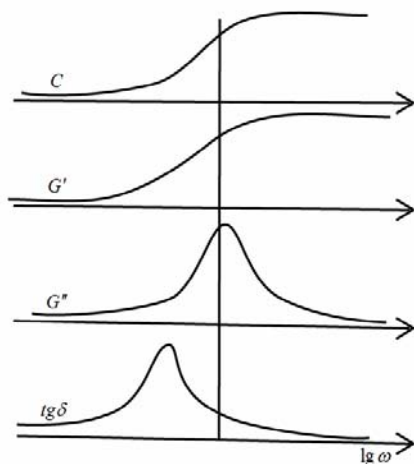


Рис 1.13.

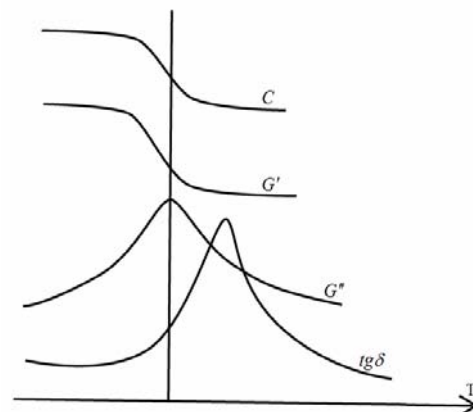


Рис 1.14.

Залежність в'язко-пружних властивостей від температури виявилась дзеркальним відображенням залежності від частоти.

### Хід роботи

Після ознайомлення з теоретичними відомостями, описом приладів, роботу слід виконувати в такій послідовності:

1. Зняти тримач фоторезистора **9** разом з фотоелементом **8** з ковпака маятника **10**, а потім зняти ковпак з основи **13**.
2. В затискачах **2** закріпити один з досліджуваних зразків і зняти покази його розмірів для визначення  $F_q$ .
3. Встановити маятник на аретир **12**. Встановити зразок з затискачами в приладі. Після зняття маятника з аретира **12** переконатись, що він займає попереднє (нульове) положення.
4. Закрити маятник ковпаком **10** таким чином, щоб тінь від коромисла маятника **3** була посередині світлорозсіюючого вікна **7**.
5. Надягти на ковпак **10** тримач фоторезистора за фотоелементом.
6. Включити прилад в електромережу.
7. Встановити напругу на знижувальному трансформаторі (не більше 50 В).
8. Тумблером "Прилад" включити потенціометр КСП-4.
9. Після його прогрівання протягом 3-5 хв. включити на приладі КСП-4 тумблер "Діаграма". Запустити маятник в роботу короткочасним включенням тумблера "Розкачка".



10. На основі запису вільних затухаючих коливань на діаграмній стрічці визначити логарифмічний декремент затухання і знайти період коливань.
11. З рівнянь визначити  $G'$ ,  $G''$  і  $\operatorname{tg}\delta$  (постійні маятника мають значення  $T_0 = 4,5$  с;  $\Delta_0 = 4.53 \cdot 10^{-3}$ ;  $I = 2 \cdot 10^{-3}$  кг·м<sup>2</sup>).

### Контрольні запитання

1. Які ви знаєте види деформації? Дайте їм характеристику.
2. Які види коливань ви знаєте? Охарактеризуйте їх.
3. Пояснити фізичний зміст логарифмічного декременту і коефіцієнта затухання.
4. Пояснити фізичний зміст комплексного динамічного модуля зсуву, дійсної  $G'$  і уявної  $G''$  його частин та тангенса кута механічних втрат.

### ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ

Перед виконанням лабораторної роботи ознайомитися з правилами дотримання вимог охорони праці, техніки безпеки та протипожежної техніки на робочому місці.

### ЗАПИТАННЯ ДЛЯ РЕЙТИНГОВОЇ ОЦІНКИ ЗНАНЬ

#### Достатній рівень

1. Дайте визначення абсолютно-пружного тіла.
2. Дайте визначення абсолютно пластичного тіла.
3. Дайте визначення в'язко-пружності реального тіла.
4. Дайте визначення модуля Юнга.
5. Сформулюйте закон Гука.
6. Дайте визначення механічної напруги.
7. Дайте визначення абсолютної деформації.
8. Дайте визначення відносної деформації.
9. Що називають тангенсом кута механічних втрат?
10. Що характеризує тангенс дельта?

#### Середній рівень

1. В чому особливості механічних властивостей реального твердого тіла?

2. Опишіть модель в'язко-пружної механічної поведінки твердого тіла.
3. Що називають комплексним модулем пружності реального твердого тіла?
4. В чому суть переходу від закону пружності тіла до закону Гука?
5. Які складові комплексного модуля пружності розрізняють?
6. Що називають дійсною складовою комплексного модуля пружності?
7. Що називають уявною складовою комплексного модуля пружності?
8. Як виникає зсув фаз між механічною напругою та деформацією?
9. Що називають зсувом фаз між комплексним модулем та механічною напругою?
10. Який фізичний зміст  $tg\delta$ ?

### Високий рівень

1. В чому фізична суть в'язко-пружної поведінки реального твердого тіла?
2. Опишіть механізм побудови векторної діаграми «механічна напруга – деформація».
3. Дайте визначення тангенс кута механічних втрат.
4. Опишіть будову та принцип дії оберненого крутильного маятника вільних затухаючих коливань.
5. Яка вимірювана величина дає можливість отримати значення дійсної складової комплексного модуля пружності?
6. Яка вимірювана величина дає можливість визначення логарифмічного декременту затухань?
7. Що називають коефіцієнтом затухань?
8. Який зв'язок між коефіцієнтом затухання та логарифмічним декрементом?
9. Який фізичний зміст модуля втрат? Чому його так називають?
10. Де час на векторній діаграмі «механічна напруга – деформація» ?

## Розділ 2. ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОФІЗИЧНИХ ТА РЕЛАКСАЦІЙНИХ ХАРАКТЕРИСТИК РЕЧОВИН

Під теплофізичними характеристиками розуміють комплекс параметрів, які характеризують поведінку матеріалів в умовах накладання температурного поля. Оскільки об'єктами дослідження в даному випадку є тверді тіла, в яких процеси масопереносу здебільшого не мають місця, для в'яснення їх теплофізичних властивостей достатньо визначення комплексу теплофізичних характеристик, що включають в себе три параметри: теплопровідність ( $\lambda$ ), температуропровідність ( $a$ ) і питому теплоємність ( $C_p$ ).

Теоретичною основою експериментальних методів внутрішнього теплопереносу є рівняння теплопровідності, що пов'язує просторові і часові зміни температури речовини під дією теплового потоку. В загальному випадку при відсутності внутрішнього джерела тепла рівняння має вигляд:

$$C_p \rho \frac{\delta T}{\delta t} = \lambda \left( \frac{\delta T}{\delta x^2} + \frac{\delta T}{\delta y^2} + \frac{\delta T}{\delta z^2} \right),$$

де  $C_p$  – питома теплоємність при сталому тиску;  $\rho$  – густина;  $\lambda$  – коефіцієнт теплопровідності;  $T$  – температура;  $t$  – час.

Щоб розв'язати диференціальне рівняння, треба знати розподіл температури всередині тіла в початковий момент часу (початкові умови), геометричну форму тіла і закон взаємодії між оточуючим середовищем і поверхнею тіла (граничні умови).

При визначенні теплофізичних властивостей композиційних матеріалів (КМ) принципове значення має вибір методів дослідження. Експериментальні методи визначення теплопровідності можна умовно розділити на дві групи. До першої відносяться методи, що спираються на закономірності стаціонарного, а до другої – нестаціонарного теплового потоків. Температуропровідність же дослідним шляхом може бути визначена лише в нестаціонарних теплових режимах, оскільки вона характеризує інерційність температурного поля (молекулярний перенос внутрішньої енергії) в цих процесах, тобто швидкість розповсюдження температурного фронту під дією теплового потоку.

Сутність стаціонарних методів зводиться до підтримання в досліджуваному об'єкті стаціонарного за величиною і напрямом теплового потоку. Розподіл температури в зразку при цьому не змінюється з часом і є функцією лише координати. Розв'язок рівняння для тіл простої геометричної форми, в яких температурне поле одномірне, з врахуванням закону Фур'є, має вигляд:

$$\lambda = \frac{Q}{T_1 - T_2} K_\phi,$$

де  $Q$  – кількість теплоти, що проходить за одиницю часу від ізотермічної поверхні з температурою  $T_1$  до ізотермічної поверхні з температурою  $T_2$ ;  $K_\phi$  – коефіцієнт форми зразка. Експериментально  $\lambda$  – зразка відомої геометрії визначається на основі вимірювання теплового потоку  $Q$  і різниці температур  $T_1 - T_2$ .

Прилади, в основу яких покладені стаціонарні методи, знайшли своє застосування при дослідженні теплопровідності твердих діелектриків. Основний недолік стаціонарних методів – довготривалість встановлення стаціонарного теплового потоку для кожної із заданих температур. В застосуванні до полімерів стаціонарні методи стають практично незастосовними для дослідження при підвищених температурах – довготривала підготовка до вимірювань призводить до зміни їх НМС у високоеластичному стані.

Нестаціонарні методи. Рівняння теплопровідності в загальному випадку має нескінченну кількість розв'язків. Їм відповідає ряд методів визначення тепло- та температуропровідності. Зміна температурного поля з часом має три стадії. Перша (початкова) характеризує нестаціонарний період (I) (рис.2.1) коли має місце значний вклад початкових умов. Друга (регулярна стадія II), на якій початкові умови не мають впливу. Третя - стадія стаціонарного режиму (III) (див рис. 2.1.). Межа між стадіями I і II характеризується критерієм Фур'є:

$$F_o = \frac{at}{\delta^2}$$

де  $t$  – час;  $\delta$  – характеристичний розмір.

Для чисто нестационарних стадій –  $F_o < 0,5$ , для регулярних –  $F_o > 0,5$ . У відповідності до цього група нестационарних методів може бути розділена на методи чисто нестационарні і квазістационарні або методи регулярного режиму.

В чисто нестационарних методах зміна температурного поля з часом складним чином пов'язана з геометрією талі, його теплофізичними властивостями, з граничними і початковими умовами. Розв'язок рівняння теплопровідності для початкової стадії дозволяє визначити з експерименту одночасно кілька теплових характеристик.

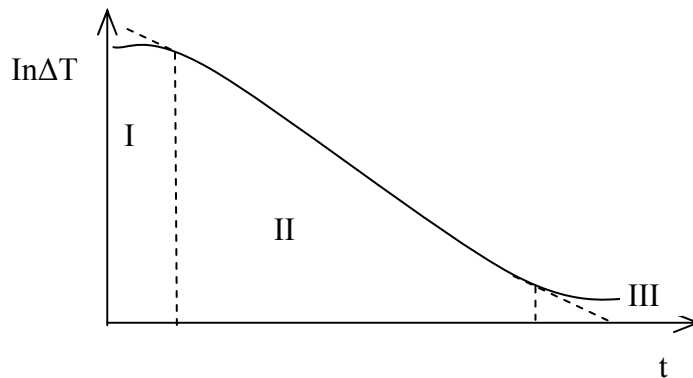


Рис. 2.1.

До чисто нестационарних методів відносять зондові методи (з миттєвим тепловим імпульсом, імпульсом скінченої протяжності, охолоджуючого зонда), метод плоского джерела постійної потужності, методи необмеженого еталону та ін. За зміною перепаду температури між нагрівачем і фіксованою точкою, а також за зміною температури нагрівача можна розрахувати температуропровідність і теплову активність  $b = \sqrt{\lambda C_p \rho}$ , а, отже, і всі три основні теплофізичні характеристики внутрішнього теплопереносу ( $a, \lambda, C_p$ ). Чисто нестационарні методи є швидкісними (протяжність досліду складає 1-5 хв.) і відносно точними (відносна похибка вимірювань – 2-4%).

Методи регулярного режиму базуються на вивченні зміни температурного поля в зразку (нагрівання, охолодження), що знаходиться в середовищі з

постійною температурою (регулярний режим першого роду) або в середовищі, температура якого змінюється з постійною швидкістю (регулярний режим другого роду або квазістаціонарний режим). Регулярний режим третього роду має місце, коли в кожній точці тіла будуть відбуватись гармонічні коливання зміни температури з періодом, що відповідає періоду зміни температури, яка задається на поверхні тіла. Перевага цих методів у порівнянні з методами стаціонарного режиму полягає у можливості комплексного і швидкісного визначення теплофізичних характеристик в широкому температурному інтервалі. До того ж, методи дозволяють проводити вимірювання на малих зразках і, здебільшого, мають просто конструктивне оформлення приладів.

Серед нестационарних методів визначення теплопровідності найбільшого поширення набули саме такі – квазістаціонарні методи (регулярного режиму другого роду), що дозволяють визначити температурну залежність теплофізичних характеристик в процесі нагрівання з постійною швидкістю. В цьому випадку розв'язок одномірного рівняння теплопровідності для тіл простої форми при відповідних граничних умовах, починаючи з певного моменту, має вигляд :

$$T(x,t) - T_0 = V_t \frac{V}{2K_\phi a} \left[ R^2 \left( 1 + \frac{2}{Bi} \right) - x^2 \right],$$

де  $T_0$  – початкова температура;  $V_t$  – постійна швидкість нагрівання;  $K_\phi$  – коефіцієнт форми, що дорівнює 1, 2, 3 відповідно для необмеженої пластини, циліндр і кулі;  $2R$  – товщина пластини, діаметр циліндра або кулі (початок координат в центрі тіла). Стадія нагрівання, що описується за допомогою рівняння, характеризується постійною швидкістю зміни температури між двома довільними точками  $x_1$  та  $x_2$  ( $x_2 > x_1$ ). За таких умов градієнт  $\Delta T$  обернено пропорційний до температуропровідності:

$$\Delta T = \frac{V}{2K_\phi a} (x_2^2 - x_1^2)$$

Таким чином, для визначення температуропровідності необхідно знати різницю температур  $\Delta T$  між двома точками зразка при постійній швидкості нагрівання.

Для визначення коефіцієнту теплопровідності методом квазістаціонарного режиму необхідно, крім перепаду температур на товщині зразка, визначати тепловий потік, що проходить через зразок у процесі нагрівання. Завдання реалізується шляхом вимірювання швидкості нагрівання еталонного стержня з відомою теплопровідністю. Прилади, роботи яких ґрунтуються на цьому принципі, використовуються для визначення теплофізичних характеристик КМ в температурному інтервалі 120-650 К. Похибки вимірювань не перевищують  $\pm 5\%$ .

Маючи значні переваги перед стаціонарними методами, нестаціонарні мають одне суттєве обмеження. У більшості випадків теорія методів передбачає слабку залежність теплофізичних характеристик від температури. Тому із застосування для визначення теплофізичних характеристик в околі різкої їх зміни при зміні температури (фазові переходи, структурні перетворення).

## **Лабораторна робота № 5. ДОСЛІДЖЕННЯ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДУ ПЕРШОГО РОДУ ТА ПРОЦЕСУ СКЛУВАННЯ АМОРФНИХ ТІЛ**

**Мета роботи :** Дослідити фазові переходи першого роду та процес склування аморфних тіл

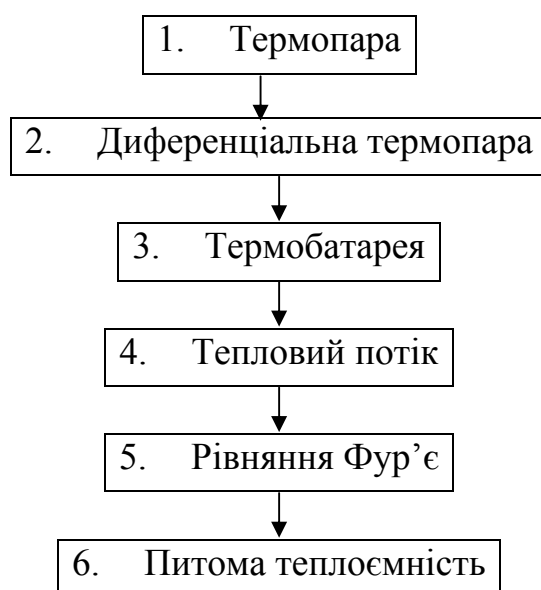
**Завдання:**

1. Ознайомитись з будовою та принципом дії динамічного калориметра.
2. Дослідити залежність питомої теплоємності від температури кристалічного полімера в області фазового переходу 1-го роду.
3. Визначити температуру плавлення та питому теплоту плавлення досліджуваного зразка.
4. Дослідити залежність питомої теплоємності від температури аморфного тіла поблизу температури склування.
5. Визначити температуру склування та інтервал склування аморфного тіла.
6. Перевірити критерій Еренфеста для фазового переходу 1-го роду та процесу склування. Зробити висновки.
7. Дослідити релаксаційний характер процесу склування та визначити його релаксаційні характеристики.

**Прилади і матеріали:** 1) динамічний калориметр; 2) зразки для досліджень; 3) аналітичні терези; 4) пінцет; 5) різноваги; 6) планіметр; 7) ножиці; 8) АЦП.

**Структурно-логічна схема понять:**

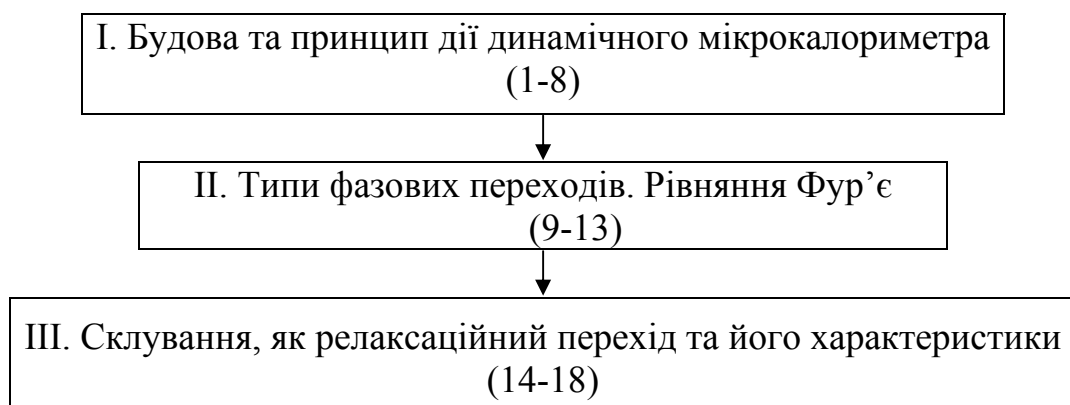
**I. Лінійна структурно-логічна схема**







## II. Блочна структура понять



## Теоретичні відомості та опис приладів

Принцип дії динамічного калориметра ґрунтується на використанні рівняння Фур'є для теплопровідності

$$Q = \lambda \cdot \frac{\Delta T}{\Delta x} \cdot St,$$

де  $\lambda$  – коефіцієнт теплопровідності середовища,  $\frac{\Delta T}{\Delta x}$  – градієнт температури на товщині зразка;  $S$  – площа бічної поверхні, перпендикулярна до напрямку теплового потоку;  $t$  – час, протягом якого здійснюється теплообмін;  $Q$  – кількість теплоти, що передана в результаті теплообміну в даних умовах.

Якщо тепловий потік входить в замкнену нескінченної довжини бічну поверхню циліндра, як це показано на рис. 2.2, то  $Q$  буде мати зміст кількості теплоти, що ввійшла в середину оболонки і пішла на нагрівання тіла, замкненого оболонкою.

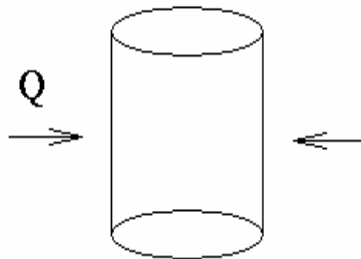


Рис.2.2. Модель тіла, вміщеного в замкнену, нескінченної довжини, циліндричну поверхню

Тоді

$$Q = mC_p \Delta t^{\circ},$$

де  $C_p$  – питома теплоємність при сталому тиску,  $\Delta t^{\circ}$  – зміна температури досліджуваного зразка;  $m$  – маса зразка, що знаходиться всередині оболонки.

Прирівнявши праві частини рівностей та поділивши одержане рівняння на  $m\Delta t$ , матимемо

$$C_p = \frac{\lambda \Delta T S t}{\Delta x m \Delta t^{\circ}}.$$

Врахувавши, що величина  $\frac{\Delta t^{\circ}}{t} = q$  – швидкість нагрівання зразка, матимемо

$$C_p = \frac{\lambda \Delta T S}{\Delta x m q}.$$

Розмістимо симетрично дві однакові комірки 1 і 2 в спільному теплопровідному корпусі (рис 2.3).

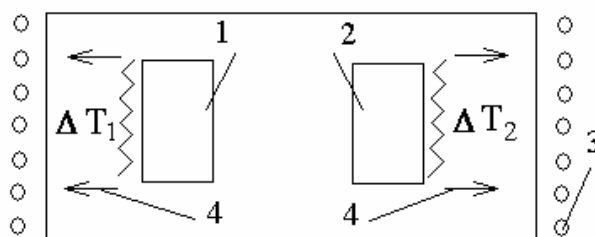


Рис 2.3. Вимірювальні комірки 1 і 2 розміщені в спільному теплопровідному корпусі

Комірки виготовлені з однакового матеріалу ( $\lambda_1 = \lambda_2 = \lambda$ ) та геометрично ідентичні ( $S_1 = S_2 = S$ ;  $h_1 = h_2 = h$ ;  $\Delta x_1 = \Delta x_2 = \Delta x$ ), мають спільний нагрівач 3. Нехай в комірці 1 знаходиться зразок, питому теплоємність  $C_{p1}$  якого треба визначити, в комірці 2 – еталонний матеріал, залежність питомої теплоємності якого від температури відома  $C_{p2}$ . Тоді

$$C_{p1} - C_{p2} = \frac{\lambda \Delta T_1 S}{\Delta x m_1 q} - \frac{\lambda \Delta T_2 S}{\Delta x m_2 q} = \frac{\lambda S}{\Delta x q} \left( \frac{\Delta T_1}{m_1} - \frac{\Delta T_2}{m_2} \right).$$

Як видно з рівняння різниця теплоємностей досліджуваного зразка та еталона визначатиметься різницею перепадів температури на оболонках 1 та 2 та набором сталих для даного приладу величин ( $\lambda$ ,  $S$ ,  $\Delta x$ ,  $q$ ). Таким чином, відбувається перехід від абсолютного до відносного або диференціального методу вимірювання питомої теплоємності. Зрозуміло, що для визначення питомої теплоємності досліджуваного матеріалу необхідно знати значення питомої теплоємності еталонного зразка для кожної температури та значення констант приладу. Величини перепадів  $\Delta T_1$  та  $\Delta T_2$  визначають, розміщуючи на внутрішній і зовнішній бічних поверхнях комірок спаї послідовно з'єднаних диференціальних термобатарей 4. Тоді визначення  $\Delta T_1$  та  $\Delta T_2$  зводиться до визначення відповідних термоелектрорушійних сил, а визначення різниці  $\Delta T_1 - \Delta T_2$  забезпечується послідовним з'єднанням термобатарей з урахуванням їх полярності. Масу досліджуваного зразка та еталона визначають їх зважуванням на аналітичних терезах. З урахуванням вище зазначеного

$$C_{p1} = \frac{\frac{K\Delta T}{q} - H}{m_1},$$

де  $K$  та  $H$  – константи приладу. Вони не залежать від властивостей досліджуваної речовини (зразка), а визначаються лише властивостями і розмірами оболонки;  $\Delta T$  – різниця перепадів температур  $\Delta T_1 - \Delta T_2$ ;  $q$  – швидкість нагрівання зразка;  $m_1$  – маса досліджуваного зразка. Константа  $K$  характеризує термічну інертність приладу, яка залежить від кількості спаїв диференціальної термобатареї 4, тобто чутливість калориметра.

Введення константи  $H$  зумовлене тим, що виготовити абсолютно ідентичні комірки практично неможливо. Отже  $H$  характеризує різницю між параметрами комірок ( $\lambda_1, \lambda_2, S_1, S_2, q_1, q_2$ ).

В рівнянні величини  $K$  і  $H$  визначають дослідним шляхом (калібруванням приладу). Для знаходження двох невідомих ( $K$  і  $H$ ) рівняння використовують двічі, проводять два досліди.

Перший дослід: з першої комірки виймають зразок. За таких умов роль зразка виконує повітря, для якого  $m_{\text{пов.}} \rightarrow 0$ . Отже,  $C_{p \text{ пов.}} m_{\text{пов.}} = 0$ . Тоді

$$\frac{k\Delta t_{\text{нов.}}}{q_{\text{нов.}}} - H = 0.$$

Другий дослід: в першу комірку вміщують еталон, такий же, як і в другу комірку. В цьому випадку

$$C_{em} m_{em} = \frac{k\Delta t_{em}}{q_{em}} - H.$$

Спільний розв'язок рівнянь дає можливість знайти величини  $K$  і  $H$

$$K = \frac{Hq_{\text{нов.}}}{\Delta t_{\text{нов.}}},$$

$$H = \frac{C_{em} \cdot m_{em} \cdot \nu_{em} \cdot \Delta t_{\text{нов.}}}{q_{\text{нов.}} \cdot \Delta t_{em} - \nu_{em} \cdot \Delta t_{\text{нов.}}}.$$

Температуру плавлення та питому теплоту плавлення визначають за кривою експериментальної залежності  $C_p = f(T)$  в температурному інтервалі фазового переходу I роду. Температура плавлення визначається за максимумом кривої  $C_p = f(T)$ . Площа фігури, що лежить під піком плавлення, відповідає загальній кількості теплоти, що витрачається на здійснення цього процесу. Отже, питома теплота плавлення

$$Q_{пл.} = B \cdot S,$$

де  $B$  – константа приладу;  $S$  – площа фігури, що лежить під піком плавлення.

Константу приладу  $B$  визначають, спостерігаючи плавлення відомої речовини, для якої відома питома теплота плавлення ( $\gamma$ ).

Тоді для еталона

$$Q_{ем.} = B \cdot S,$$

$$Q_{ем.} = m_{ем.} \cdot \gamma_{ем.}.$$

Звідси

$$B = \frac{m_{ем.} \cdot \gamma_{ем.}}{S_{ем.}}.$$

Для визначення  $S_{ет.}$  її зображення на діаграмній стрічці переносять на рівнотовщинний папір. Папір вирізають та зважують. Оскільки маса паперу  $m \sim S$ , то, таким чином, одержують інформацію про площу фігури під піком плавлення шляхом зважування. Іноді, для визначення площі фігури під піком плавлення, використовують спеціальний прилад – планіметр.

Калориметр складається: з теплопровідного корпусу великої ємності, з симетрично розміщеними всередині нього вимірювальними комірками (рис. 2.3), блоків живлення, компенсації та реєстрації (рис.2.4).

Блок живлення забезпечує створення наростаючої в часі напруги, яка подається на нагрівник вимірювальної комірки. При цьому забезпечується режим лінійного нагрівання, коли  $T \sim t$ , тобто температура прямо пропорційна часові. При такому режимі нагрівання на термобатареях виникає напруга термо-ерс, пропорційна величинам  $\Delta T_1 - \Delta T_2$ , а, отже, і теплоємностям еталона та зразка.

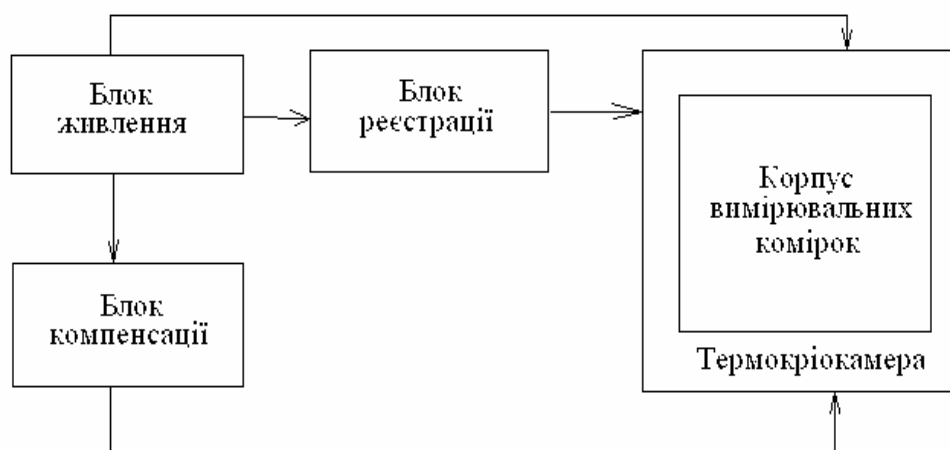


Рис.2.4. Блок-схема динамічного калориметра

Окрім того, під зразком в комірці I вміщено термопару для вимірювання температури зразка. Другий спай термопару вміщується в посудину Дьюара з танучим льодом. Різниця сигналів термобатарей комірок, сигнал термопару, та фіксована частина сигналу термобатарей, в якій міститься еталон, подаються до блоку реєстрації, основною частиною якого є самозаписуючий пристрій (потенціометр КСП-4). Вигляд запису на діаграмній стрічці потенціометра зображений на рис. 2.5.

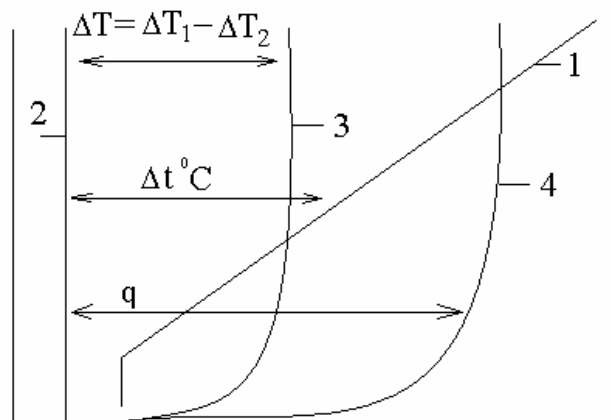


Рис.2.5. Вигляд запису результату дослідження на діаграмній стрічці самозаписуючого пристрою.

Лінія 1 – запис зростання температури зразка; 2 – нульова лінія; 3 – лінія визначення теплоємності; 4 – лінія контролю швидкості нагрівання.

Обробка результатів вимірювань здійснюється шляхом вимірювання відстані кожної кривої від нульової лінії.

Для кожного із значень температури вимірювання відстаней до кривих 3 та 4 в мм заносяться в таблицю. Таким чином проводять градуювання у, так і вимірювання теплоємностей досліджуваних матеріалів.

Для визначення питомої теплоти плавлення визначають площу фігури, що лежить під піком плавлення, користуючись геометричним методом (рис.2.6). Визначену площу переносять на рівнотовщинний папір (кальку) і, зважуючи її та використовуючи значення констант  $B$  приладу, визначають питому теплоту плавлення досліджуваного зразка.

Таблиця.

$T, K$	$\Delta t, мм$	$T, K$	$\Delta t, мм$	$T, K$	$\Delta t, мм$
313	29,3	363	65,5	413	102,5
317	32,8	367	69,0	417	106,5
323	36,5	373	73,0	423	110,0
327	40,3	377	76,5	427	113,8
333	43,9	383	80,0	433	117,5
337	47,5	387	83,5	437	121,5
343	51,0	393	87,7	443	125
347	54,7	397	91,5	447	129
353	58,4	403	96	453	133
357	61,6	407	98,5	463	140,5

$T, K$	$\Delta t, мм$	$q, мм$
315	98	115
317	121	116
325	144	116
55	165	116
60	188	116

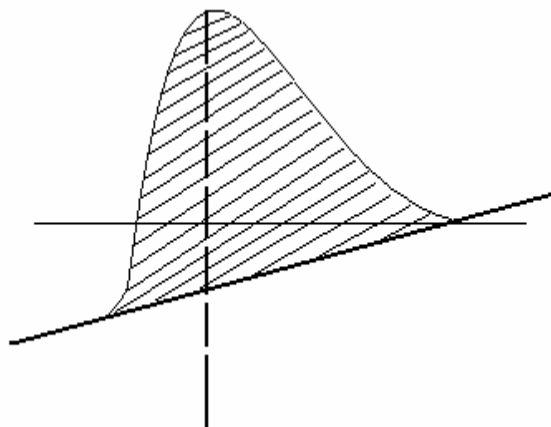


Рис.2.6. Площа фігури, що лежить під піком плавлення.

## Хід роботи

- I. Ознайомитись з будовою та принципом дії калориметра відповідно до інструкції.
- II. Для дослідження залежності питомої теплоємності від температури кристалічного тіла необхідно виконати такі операції:
  1. Вмістити «холодний» спай терморпарі калориметра в посудину Дьюара, перевіривши за допомогою термометра наявність у ній температури, що відповідає 273 К.
  2. Зважити зразок, підготовлений до вимірювань, та вмістити його у вимірювальну комірку калориметра.
  3. Записати масу зразка та інші його характеристики на стрічці самозаписуючого приладу (КСП-4).
  4. Вмістити калориметр в термокриокамеру та з'єднати його з вимірювальним контуром.
  5. За показами вольтметра встановити на блоці живлення напругу 50 В.
  6. Ввімкнути годинниковий механізм та довести напругу на вольтметрі до 57,5 В.
  7. Після наростання напруги до вказаного рівня ввімкнути вилку нагрівача вимірювального блоку в розетку.
  8. Одночасно ввімкнути тумблер "Електромережа" та "Діаграма" самозаписуючого пристрою.
  9. Провести запис показів пристрою до заданої температури. Прослідкувати за процесом плавлення досліджуваного тіла.
  10. Після завершення досліду розімкнути електричне коло живлення нагрівача калориметра.
  11. Звільнити вимірювальну комірку від термокриокамери. Провести її охолодження до кімнатної температури.
  12. Вимкнути тумблер "Електромережа" та "Діаграма" самозаписуючого пристрою.
  13. Розмітити стрічку діаграми та відповідно заповнити дані таблиць.
  14. Користуючись значеннями  $K$  і  $H$  для різних температур, визначити залежність питомої теплоємності від температури в заданому інтервалі температур.
  15. Побудувати графік залежності  $C_p = f(T)$  в околі температурного інтервалу фазового переходу.



**III.** Визначити температуру плавлення та питому теплоту плавлення. Для цього:

- користуючись графічним методом визначити температуру плавлення та площу фігури, що лежить під піком плавлення. Перенести зображення, що лежить під піком плавлення, з діаграмної стрічки на кальку. Обрізати кальку за визначеними контурами. Зважуванням на аналітичних терезах знайти масу кальки  $m$ . Користуючись одержаним значенням маси та співвідношенням

$$\gamma = \frac{B \cdot m}{m_{\text{зразка}}}, \text{ визначити питому теплоту плавлення.}$$

Загальний вигляд запису на стрічці самозаписуючого пристрою зображений на рис.2.7. Відстань лінії 1 до плато на лінії температури 2 відповідає температурі плавлення. Тому для визначення температури плавлення необхідно виміряти цю відстань в *мм* та, користуючись табл. 1, перевести її в значення відповідної температури. Можна також вважати, що  $T_{\text{пл}}$  відповідає тій точці на лінії температури, що лежить проти максимуму на кривій теплоємності 3.

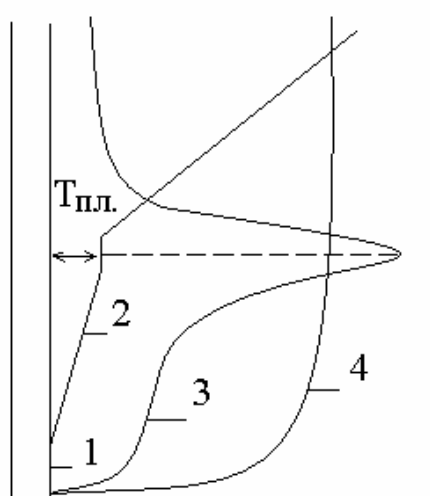


Рис.2.7. Загальний вигляд запису результату дослідження кристалічного тіла на стрічці самозаписуючого пристрою: лінія 1 - нульова лінія, 2 - температури, 3 - теплоємності, 4 - швидкості нагрівання.

**IV.** Для дослідження залежності питомої теплоємності від температури для аморфного тіла необхідно після охолодження калориметра до кімнатної температури повторити всі операції, що відповідають завданню II з тією лише

різницею, що у вимірювальну комірку замість кристалічного вміщують зразок аморфного тіла.

Загальний вигляд запису результатів дослідження аморфного тіла самозаписуючим пристроєм подано на рис. 2.8.

Для визначення температури склування до лінії теплоємності 3 проводять дотичні  $a$  і  $\delta$ . Точки відриву дотичних  $A$  і  $B$ , проведених до кривої теплоємності, беруть за початок і кінець процесу склування. Точкам  $A$  і  $B$  на лінії теплоємності 3 відповідають точки  $C$  і  $D$  на лінії температури 2. Числові значення початку і кінця температури склування, що відповідають точкам  $C$  і  $D$ , знаходять за методикою, описаною у завданні III. Величина  $\Delta T = T_2 - T_1$  носить назву температурного інтервалу склування. За температуру склування  $T_g$  прийнято брати середину цього інтервалу:

$$T_g = \frac{T_1 + T_2}{2}.$$

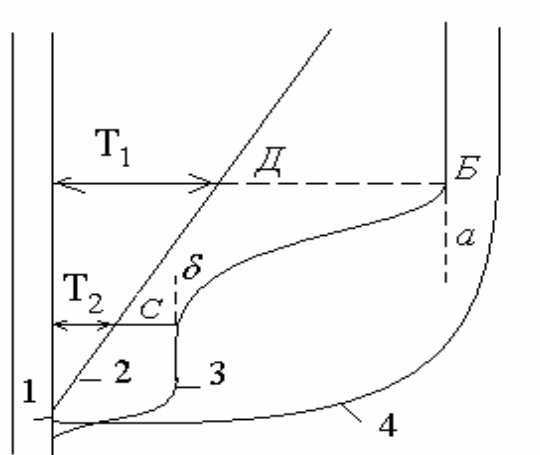


Рис.2.8. Загальний вигляд запису результатів дослідження аморфного тіла: 1 – нульова лінія; 2 – лінія температури; 3 – лінія теплоємності; 4 – лінія швидкості нагрівання.

Згідно з критерієм Еренфеста фазовим переходом I роду називається фазовий перехід, для якого перша похідна від термодинамічного потенціалу має розрив при температурі переходу. Чи справджується цей критерій у випадку ваших вимірювань? Запропонуйте спосіб його перевірки самостійно та зробіть висновки.

На відміну від фазового переходу I роду, при склуванні розвиток процесу відбувається при поступовому підвищенні температури. Оскільки в даному випадку температура  $T \sim t$ , тобто лінійно зростає з часом, то і розвиток процесу

склування відбувається в часі. З цього випливає принципова можливість визначення релаксаційних характеристик процесу склування.

V. Визначення енергії активації  $U_i$ , передекспоненти в рівнянні Больцмана – Арреніуса  $B_i$  та рівня кооперативності.

Методи релаксаційної спектроскопії поряд з іншими є досить ефективними для вивчення молекулярної рухливості, надмолекулярної структури, релаксаційних властивостей. Особливістю цих методів є можливість визначення релаксаційних переходів (енергії активації  $U_i$  і передекспоненти  $B_i$ , що характеризує частоту власних коливань  $i$ -тої кінетичної одиниці) на основі температурно-частотних вимірювань при механічних випробуваннях. При цьому встановлений взаємозв'язок найбільш імовірної температури прояву релаксаційного переходу  $T_i$  з релаксаційними характеристиками елементів, що беруть участь у релаксаційному процесі. Разом з тим, недостатньо висвітленими залишаються питання механізму виникнення нерівноважного стану і фізичного змісту параметру  $C_0$ , що має розмірність температури.

Поставлені питання успішно розв'язуються в рамках розгляду кінетичних моделей як динамічної суми процесів виникнення нерівноважного стану і переходу з нерівноважного стану в рівноважний. На цій основі пропонується метод комплексного визначення релаксаційних характеристик за наслідками теплофізичних вимірювань з одного досліду.

На рис.2.9. схематично представлений характерний вигляд залежності питомої теплоємності  $C_p$  та її похідної  $\frac{dC_p}{dT}$  від температури для релаксаційного переходу, яким є процес склування, що дозволяє виділити три характерні точки на шкалі температур:  $T_I$  – початок,  $T_{II}$  – закінчення релаксаційного переходу,  $T_i$  – найбільш імовірна температура релаксаційного переходу.  $T_I - T_{II} = \Delta T$  – температурний інтервал склування.

Допустимо, що перехід кінетичного елемента через бар'єр  $U_i$  (наприклад, бар'єр загального обертання навколо зв'язку) приводить до того, що даний елемент набуває додаткового ступеня вільності (наприклад, обертального). В початковий момент часу набутий ступінь вільності має кінетичну енергію, меншу від кінетичної енергії її в рівноважному стані, оскільки мають місце енергетичні втрати при переході через активаційний бар'єр. В результаті виникає нерівноважний стан, критерієм якого є нерівномірний (в розумінні відхилення від

рівноважного значення) розподіл енергії за ступенями вільності. Надалі відбувається збільшення енергії даного ступеня вільності до його рівноважного значення за рахунок взаємодії з іншими елементами системи протягом деякого проміжку часу  $\Delta t$  (масштаб цього часу задається значенням часу релаксації  $\tau$  для одиничного елемента).

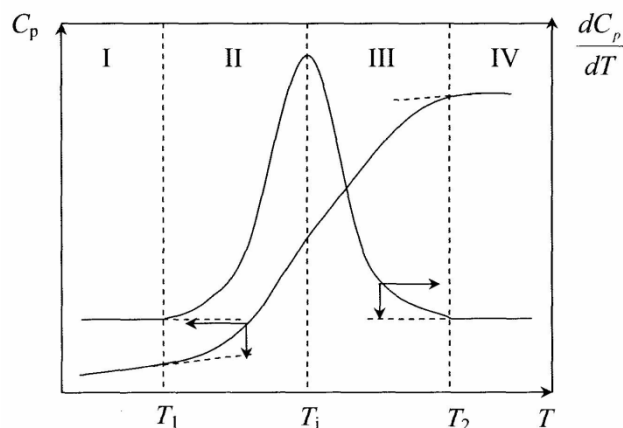


Рис.2.9. Характерний вигляд залежності питомої теплоємності  $C_p$  та її похідної  $\frac{dC_p}{dT}$  від температури.

Враховуючи розподіл релаксуючих елементів за енергіями (швидкостями), розглянемо динамічну суму двох процесів, які протікають практично одночасно: процесу виникнення нерівноважного стану з рівноважного (внаслідок переходу кінетичних елементів через бар'єр  $U_i$ ) і процесу переходу з нерівноважного стану в рівноважний (внаслідок обміну в процесі релаксації з іншими кінетичними елементами). На основі таких міркувань весь відрізок функціональної залежності  $C_p = f(T)$  (рис.2.9), що відповідно до релаксаційного переходу можна поділити на чотири частини: ділянці I відповідає квазірівноважний стан; на ділянці II – процеси переходу через бар'єр (завдяки кінцевому значенню часу релаксації) переважають над процесами вирівнювання енергії елементів, що релаксують; на ділянці III – процеси релаксації переважають над процесами переходу через активаційний бар'єр; ділянка IV – характеризує квазірівноважний стан. Отже, найбільш імовірна температура релаксаційного переходу  $T_i$  – це температура, при якій спостерігається максимальне відхилення системи від рівноважного стану. Температура  $T_i$  відповідає максимальному числу кінетичних елементів, що пройшли через бар'єр  $U_i$  і не відрелаксували до рівноважного значення енергії. Імовірність переходу кінетичного елемента через бар'єр  $U_i$  при температурі  $T_i$  визначається

величиною  $3$  другого боку, це значення може бути знайденим як відношення числа успішних спроб подолання бар'єру  $N_i$  до загального числа спроб  $N_{0i} \cdot \omega_i \cdot t$  за час  $t$ , де  $N_{0i}$  – загальне число релаксуючих при даному релаксаційному переході елементів в одному молі полімера (наприклад бічних радикалів). Звідси одержуємо  $e^{\frac{-U_i}{kT}} = \frac{N_i}{N_{0i} \cdot \omega_i \cdot t}$ , де  $\omega_i$  – власна частота коливань

релаксуючого елемента, причому,  $\omega_i = \frac{1}{B_i}$ , де  $B_i$  – період власних коливань релаксуючого елемента. Тоді кількість кінетичних елементів, що пройшли бар'єр  $U_i$ , визначається:

Разом з тим, енергія цих кінетичних елементів у процесі релаксації досягає за час  $\Delta t$  (цей час бере відлік від моменту виникнення нерівноважного стану) рівноважного значення. Таким чином, число кінетичних елементів  $N_2$ , що пройшли бар'єр  $U_i$  і не відрелаксували до рівноважного значення енергії  $N_1$ , визначається значенням  $N_2$  і зменшується відповідно до основного рівняння релаксації на  $e^{-\frac{\Delta t}{\tau}}$

$$N_2 = N_{0i} \cdot \omega_i \cdot t \cdot e^{\frac{U_i}{kT}} - e^{-\frac{\Delta t}{\tau}}$$

Враховуючи, що час релаксації для одиничного релаксуючого елемента  $\tau = B_i \cdot e^{\frac{U_i}{kT}}$ , одержуємо

$$N_2 = \frac{N_{0i} \cdot \Delta t}{B_i} \cdot e^{\frac{U_i}{kT}} - \frac{\Delta t}{2} \cdot e^{\frac{U_i}{kT}}$$

Оскільки мова йде про релаксаційний перехід, представлений відрізком кривої, що виражає функціональну залежність питомої теплоємності  $C_p = f(T)$  при постійній швидкості нагрівання  $w$ , то очевидним є зв'язок  $T = wt$  і  $\Delta t = \frac{T - T_i}{w}$ .

Беручи до уваги останнє, матимемо

$$N_2 = \frac{N_{0i}(T - T_i)}{B_i w} \cdot e^{\frac{U_i}{kT}} - \frac{(T - T_i)}{2w} \cdot e^{\frac{U_i}{kT}}$$

Як було зазначено вище, величина  $N_2$  має максимум при  $T = T_i$ , отже

$$\frac{dN_2}{dt} = 0 \quad \text{при } T = T_i.$$

Ввівши співвідношення  $T_i - T_1 = \frac{\Delta T_i}{2} = 0$ , де  $\Delta T_i$  – температурний інтервал даного релаксаційного переходу ( $\Delta T = T_2 - T_1$ ), що спостерігається при теплофізичних вимірюваннях, і, використовуючи співвідношення одержуємо

$$T_i = \frac{U_i}{2.3 \cdot R \cdot \lg\left(\frac{\Delta T_i}{2wB_i}\right)}.$$

Порівняння одержаного співвідношення з відомим співвідношенням дає значення

$$C_0 = \frac{\Delta T_i}{2},$$

де  $\frac{\Delta T_i}{2}$  – половина температурного інтервалу  $i$ -го релаксаційного переходу.

Таким чином, за своїм фізичним змістом параметр  $C_0$  Волькенштейна-Птіцина характеризує напівширину температурного інтервалу релаксаційного переходу на температурній залежності питомої теплоємності від температури. Разом з

тим, враховуючи значення параметра  $C_0 = \frac{RT_i^2}{U_i}$ , одержуємо співвідношення

для визначення енергії активації

$$U_i = \frac{2RT_i^2}{\Delta T_i}.$$

Значення передекспоненти  $B_\alpha$  в рівнянні Больцмана-Арреніуса, що має зміст періоду власних коливань кінетичних одиниць, знаходиться таким чином. Як показано в

$$T_\alpha = \frac{U_\alpha}{2.3 \cdot R \cdot \lg\left(\frac{\Delta T_\alpha}{2wB_\alpha}\right)},$$

де  $w$  – швидкість нагрівання при калориметричних вимірюваннях.

Тоді матемо

$$\Delta T_\alpha = \frac{2T_\alpha}{2.3 \cdot \lg\left(\frac{\Delta T_\alpha}{2wB_\alpha}\right)}.$$

Розв'язуючи це рівняння відносно  $B_\alpha$ , дістаємо

$$B_{\alpha} = \frac{\Delta T_{\alpha}}{2w} \cdot e^{\frac{-2T_{\alpha}}{\Delta T_{\alpha}}}$$

Всі необхідні для визначення  $B_{\alpha}$  величини ( $\Delta T_{\alpha}$ ,  $T_{\alpha}$ ,  $w$ ) можуть бути одержані в результаті калориметричних вимірювань з одного досліду.

В таблиці представлені результати визначення релаксаційних характеристик процесу склування ряду полімерів пропонується, і літературні, в яких ( $U_{\alpha}$ ,  $B_{\alpha}$ ,  $C_0$ ) визначені на основі температурно-частотних досліджень динамічних механічних властивостей З таблиці видно, що для склування  $B_{\alpha} = 5 \cdot 10^{-12}$  с

### Таблиця

#### Розрахункові та експериментально одержані характеристики структурного склування полімерів

№ п/п	Полімер	T, К	$\Delta T$ , К	C <sub>0</sub> , К (експеримент)	U <sub>α</sub> , кДж/моль		B <sub>α</sub> · 10 <sup>12</sup>	
					Експеримент	За [8]	Експеримент	За [4]
1	СКД	168	5,5	5,4	43,5	42,8	5,0	5,3
2	СКМС-10, зшитий	200	6,5	6,6	49,8	51,1	5,0	5,6
3	СКБ 6	233	7,5	7,2	60,0	60,2	5,0	4,8
4	СКМС-30	231	7,5	7,2	57,0	59,5	5,0	5,1
5	СКН-40	263	8,1	8,1	65,3	65,4	5,0	5,0
6	СКМС-10, незшитий	193	6,2	6,2	49,8	49,5	5,0	4,8
7	СКН-50	277	8,9	8,7	71,5	71,8	5,0	5,0
8	ПП атактичний 5	268	8,3	8,2	66,5	66,8	5,0	4,8
9	ПС 3,5	363	11,6	11,7	93,6	96,2	5,0	4,5
10	ПММА 2,5	378	12,0	12,0	103,5	98,9	5,0	5,0

Слід зазначити, що точне визначення величини  $C_0$  для релаксаційного переходу іноді викликає труднощі і є неоднозначним. Це пов'язано з рядом причин. По-перше, для цілої групи дрібномасштабних переходів, які пов'язані з «розморожуванням» рухливості тих чи інших дрібних структурних одиниць, величина стрибка теплоємності має відносно невеликі значення, що викликає труднощі визначення відповідного температурного інтервалу. Ці труднощі, по-перше, можуть бути усунені шляхом удосконалення існуючих методик вимірю-

вання питомої теплоємності за рахунок підвищення чутливості. По-друге, відсутня чітко обґрунтована методика визначення температурного інтервалу тих переходів, які проявляються достатньо виразно, наприклад при склуванні. По-третє, часто-густо релаксацийний перехід супроводжується протіканням додаткових процесів, що пов'язані з розморожуванням рухливості певного типу структурних одиниць (наприклад, склування епоксидного полімеру може супроводжуватись дозатвердненням). Це призводить до накладання релаксацийних процесів одного на другий, що в підсумку спотворює значення  $\Delta T$  для даного процесу. У зв'язку з цим, пропонується розрахунковий метод визначення температурного інтервалу процесу склування полімерів і, на його основі, метод розрахунку релаксацийних характеристик ( $U_\alpha, B_\alpha, C_0$ ) процесу склування.

Підставивши значення  $U_i$ ), одержимо для процесу склування

$$T_\alpha = \frac{2RT_\alpha^2}{2.3 \cdot \Delta T_\alpha \cdot R \cdot \lg \frac{\Delta T_\alpha}{2wB_\alpha}},$$

звідки

$$\Delta T_\alpha = \frac{2T_\alpha}{2.3 \cdot \lg \frac{\Delta T_\alpha}{2wB_\alpha}}.$$

В рівнянні величина  $B_\alpha$  для більшості полімерів набуває значення]. Значення параметру  $w$  може бути визначене в кожному конкретному випадку з експерименту. Отже, величина температурного інтервалу  $\Delta T_\alpha$ , а також  $U_\alpha, B_\alpha$ , та  $C_0$  – процесу склування полімерів можуть бути визначені розрахунковим методом.

Аналіз співвідношення показує, що зміна величин  $\Delta T_\alpha$  і  $B_\alpha$  в правій його частині, що знаходяться під знаком логарифму, слабо впливають на зміну значень у лівій частині, тобто значення  $\Delta T_\alpha$  в лівій частині співвідношення в основному визначається значенням  $T_\alpha$ , що підтверджується експериментальними даними з підвищенням температури склування зростає й інтервал склування. Підставляючи  $w = 5 \cdot 10^{-2} K/c$ ,  $B_\alpha = 5 \cdot 10^{-12} c$  і середнє значення півширини температурного інтервалу склування  $\Delta T_\alpha / 2 = 10K$ , отримаємо співвідношення для наближеного визначення комплексу релаксацийних характеристик процесу склування аморфних полімерів при швидкості нагрівання  $w = 5 \cdot 10^{-2} K/c$ :



$$C_0 = \frac{\Delta T_\alpha}{2} = \frac{T_\alpha}{31.32},$$

$$U_\alpha = 31.32RT_\alpha,$$

$$B_\alpha = \frac{T_\alpha}{1.566} \cdot 2.5 \cdot 10^{-14}.$$

Результати наближеного визначення значень релаксаційних характеристик представлені в таблиці. Аналогічно можуть бути знайдені співвідношення для визначення  $U_\alpha$ ,  $B_\alpha$ ,  $C_0$  і для інших швидкостей нагрівання.

Таким чином, комплекс релаксаційних характеристик може бути визначений використанням значень  $\Delta T_\alpha$  і  $T_\alpha$ , – наближено, з використанням лише значень

Співвідношення може бути записане у вигляді

$$C_0 = \frac{T_\alpha}{31.32} = \frac{RT_\alpha}{260},$$

що є наближеним правилом Бартенева  $C_0 = \frac{RT_\alpha}{260}$ , одержаним емпірично на основі аналізу великих масивів експериментальних даних.

Рівень кооперативності сегментальної рухливості, оцінка міри числа ланок («намистинок») в сегменті макромолекул  $C_i$ , що дає можливість оцінити гнучкість молекулярного ланцюга за розміром сегмента, визначається співвідношенням

$$C_i = \frac{\Delta T_\alpha \cdot \nu_{екв}}{\omega},$$

де  $\nu_{екв}$  – еквівалентна даній швидкості нагрівання частота при температурно-частотних фізико-механічних вимірюваннях.

Для склування, як і для інших релаксаційних переходів різних полімерів,  $\nu_{екв} = 1,2 \cdot 10^{-2} \cdot e^{-1}$  при швидкості нагрівання  $\omega = 5,7$  К/с. Спосіб визначення еквівалентної  $\nu_{екв}$  даній швидкості нагрівання частоти  $\omega$  описаний Результати визначення  $\nu_{екв}$  для різних швидкостей нагрівання  $\omega$  при калориметричних вимірюваннях представлені в таблиці, що додається.

Таким чином, всі величини ( $\Delta T_\alpha$ ,  $T_\alpha$ ,  $\omega$ ), необхідні для визначення комплексу релаксаційних характеристик процесу склування аморфних полімерів ( $U_\alpha$ ,  $B_\alpha$ ,  $C_0$ ,  $C_i$ ), можуть бути визначені за результатами калориметричних вимірювань з одного дослідження.

Запропонована методика може бути застосована до аморфних полімерів, що не містять інгредієнтів (наповнювачі, пластифікатори, домішки олігомерів тощо). При наявності домішків у термодинамічному і релаксаційному плані взаємодія інгредієнтів з полімером призводить до змін в молекулярній рухливості, процес склування ускладнюється. Методика визначення релаксаційних характеристик при цьому змінюється.

### **Техніка безпеки**

Перед виконанням лабораторної роботи ознайомитись з правилами дотримання вимог охорони праці, техніки безпеки та протипожежної техніки на робочому місці

## **ЗАПИТАННЯ ДЛЯ РЕЙТИНГОВОЇ ОЦІНКИ ЗНАТЬ**

### **Достатній рівень**

1. Будова та принцип дії термопари.
2. Будова та принцип дії диференціальної термопари.
3. Будова та принцип дії термобатарей.
4. Будова та принцип дії диференціального мікрокалориметра.
5. Рівняння Фур'є.
6. Питома теплоємність речовини.
7. Фазовий перехід.
8. Типи фазових переходів.
9. Склування аморфного тіла як релаксаційний перехід з одного фізичного стану в інший.
10. Енергія активації склування.

### **Середній рівень**

1. Статичний калориметр.
2. Що характеризує питома теплоємність даної речовини?
3. Будова та принцип дії динамічного калориметра.
4. Критерій Еренфеста та типи фазових переходів.
5. Суть склування аморфного тіла, як основного структурного переходу.
6. Фізичний зміст енергії активації склування.
7. Фізичний зміст частоти власних коливань кінетичних одиниць.

8. Аморфне тіло.
9. Ближній порядок, статичний та динамічний.
10. Практичне значення проведених досліджень.

### **Високий рівень**

1. Яка роль рівняння Фур'є в роботі динамічного мікрокалориметра?
2. Який фізичний зміст констант  $K$  та  $H$  мікрокалориметра?
3. Чому даний калориметр називають диференціальним?
4. Які сигнали підлягають вимірюванню при роботі мікрокалориметра?
5. Якісно опишіть молекулярний механізм склування.
6. Співвідношення між якими величинами визначає фазовий стан та характер теплового руху атомів і молекул?
7. Фізичний зміст енергії активації склування?
8. Фізичний зміст періоду коливань кінетичних одиниць при склуванні.
9. Що є кінетичною одиницею при склуванні низькомолекулярного та високомолекулярного аморфних тіл при склуванні?
10. Назвіть приклади практичного використання проведених досліджень.

**Лабораторна робота № 6. ВИВЧЕННЯ БУДОВИ ТА ПРИНЦИПУ ДІЇ  
ДИНАМІЧНОГО  $\lambda$ -КАЛОРИМЕТРА. ДОСЛІДЖЕННЯ  
ТЕМПЕРАТУРНОЇ ЗАЛЕЖНОСТІ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ  
АМОРФНИХ ТІЛ**

**Мета:** Експериментальним шляхом дослідити температурну залежність теплопровідності, температуру та температурний інтервал склування аморфного тіла.

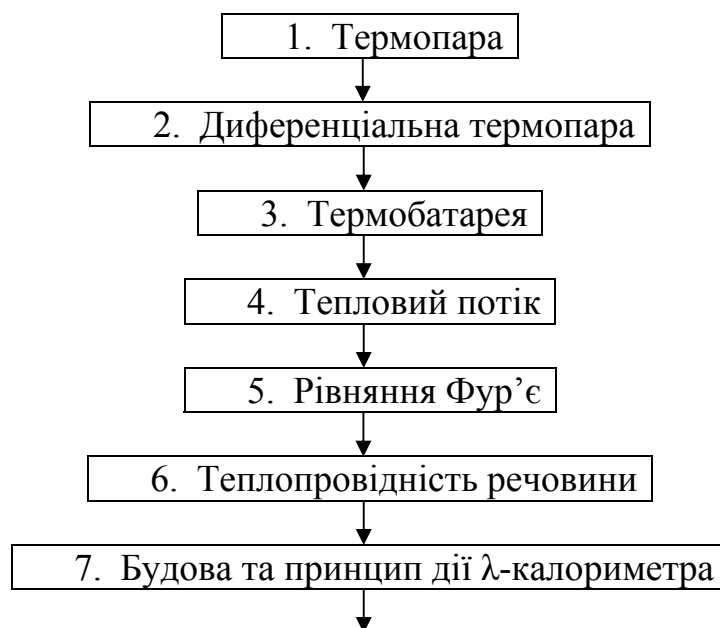
**Завдання:**

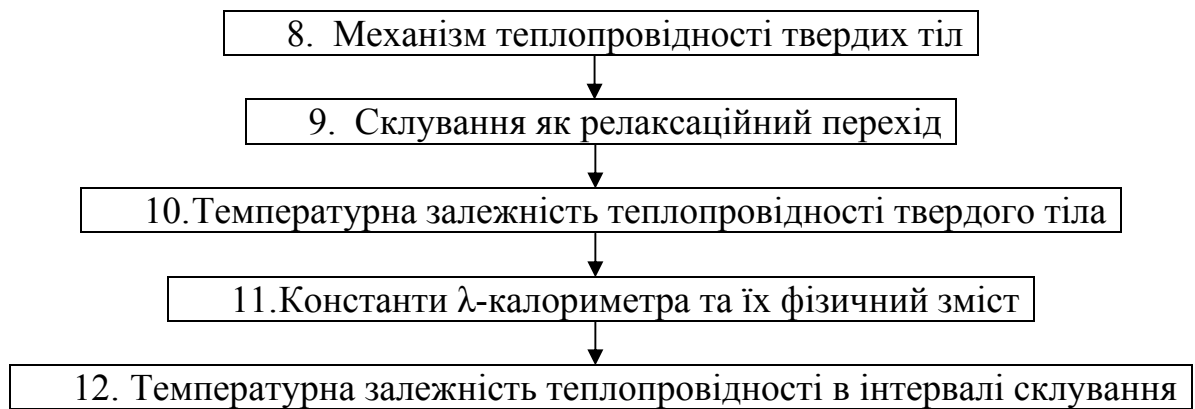
1. Ознайомитись з методами дослідження теплопровідності.
2. Вивчити будову та принципи дії динамічного  $\lambda$ -калориметра „ИТ- $\lambda$ -400”.
3. Дослідити температурну залежність теплопровідності поліметилметакрилату.
4. Визначити температуру склування та температурний інтервал склування аморфного тіла.
5. Оцінити одержаний результат та похибки вимірювань, зробити висновки.

**Прилади і матеріали:** 1) вимірювач теплопровідності „ИТ- $\lambda$ -400”; 2) пінцет; 3) зразок ПММА (оргскло); 4) графітовий змащувач.

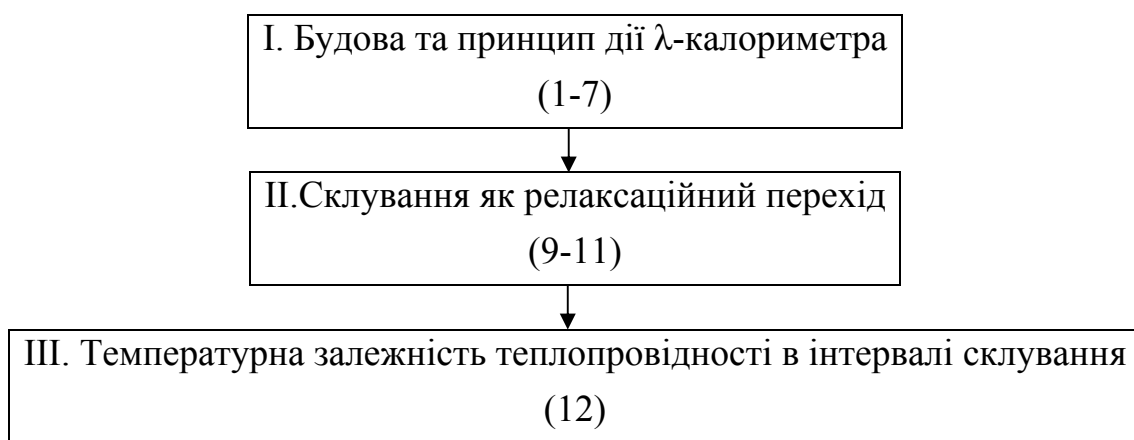
**Структурно-логічна схема понять:**

***I. Лінійна структурно-логічна схема***





### *II. Блочна структурно-логічна схема*



### **Теоретичні відомості**

#### Теплофізичні методи дослідження

Для визначення теплофізичних характеристик твердих тіл принципове значення має вибір методу вимірювання. Експериментальні методи вивчення теплопровідності твердих тіл можна умовно поділити на дві групи. Це методи, що базуються на використанні закономірностей стаціонарного і нестаціонарного (чисто нестаціонарного і регулярного) теплових потоків (рис. 2.10.). Температуропровідність дослідним шляхом може бути визначена лише в нестаціонарних теплових режимах, оскільки вона характеризує інерційність температурного поля в цих процесах, тобто швидкість зміни температури матеріалу під дією теплового потоку.

Суть стаціонарних методів зводиться до підтримання в досліджуваному об'єкті стаціонарного за величиною і напрямом теплового потоку. Розподіл температури в зразку при цьому не змінюється в часі і є функцією тільки координат тіла. Вимірюючи тепловий потік і різницю температур між певними

точками зразка, можна знайти його теплопровідність.

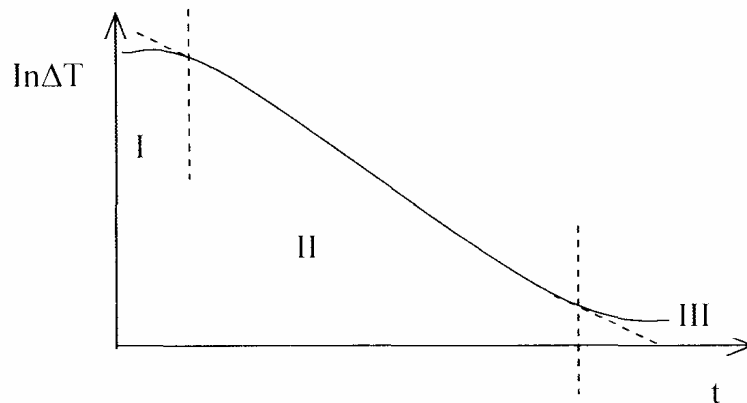


Рис.2.10. I – зона чисто нестационарного; II – зона регулярного; III – зона стаціонарного теплових потоків.

Розрахунок коефіцієнта теплопровідності  $\lambda$  при використанні стаціонарних методів для зразків у вигляді пластин, сфери або циліндра проведені Чудновським, детальний аналіз методів зроблений в роботах Ликова і Дульнева. Прилади, в основу яких покладені стаціонарні методи, знайшли своє застосування для дослідження теплопровідності твердих діелектриків. Ряд дослідників використали стаціонарні методи для визначення коефіцієнтів теплопровідності полімерів. Однак, основний недолік стаціонарних методів, – довготривалість встановлення стаціонарного теплового потоку в застосуванні до полімерів, викликає значні труднощі, оскільки тривалий температурний вплив призводить до зміни структури полімерів (особливо кристалоаморфних полімерів). У зв'язку з цим для дослідження теплопровідності полімерів все більше застосовуються прилади, принцип дії яких ґрунтується на використанні закономірностей нестационарного теплового потоку. Група нестационарних методів може бути поділена на методи квазістаціонарні і чисто нестационарні (див. рис.2.10). До першої групи відносяться методи, що базуються на принципах регулярного теплового режиму, теорія якого розроблена Ликовим і Кондратьєвим.

Стадія **регулярного режиму першого роду** характерна тим, що для визначення тепло- і температуропровідності досліджуваний зразок нагрівають або охолоджують в середовищі з постійною температурою. Можна виділити чотири типи приладів, в основу роботи яких покладений метод регулярного теплового режиму:  $\alpha$ -калориметра;  $\lambda$ -калориметра; або точок бікалориметра. У

випадку нагрівання або охолодження тіла простої форми з постійною швидкістю в середовищі, температура якого змінюється лінійно з часом, після деякого моменту часу настає регулярний режим другого роду. За таких умов зміна температури в кожній точці пов'язана лінійно з часом. Розподіл температури в зразку при цьому описується параболічним законом. Градієнт температури для будь-яких точок зразка з часом залишається постійним. У зв'язку з цим метод називають також **квазістаціонарним**.

**Регулярний режим третього роду** може наступити тоді, коли в кожній точці тіла будуть відбуватись гармонічні коливання зміни температури з періодом, що дорівнює періоду зміни температури, яка задається на поверхні тіла.

Чисто нестационарні методи засновані на початковій стадії теплового процесу. До них відносяться **зондові методи** (з миттєвим тепловим імпульсом, імпульсом скінченої протяжності, застигаючого зонду), **метод плоского джерела постійної потужності**, **методи необмеженого еталона** та ін.

Перспективними з точки зору застосовності до полімерів є **квазістаціонарні методи**, а також **методи динамічного монотонного розігріву**. Теорія квазістаціонарного теплового режиму розроблена Ликовим. Ці методи дозволяють проводити вимірювання за досить короткий проміжок часу та в широкому інтервалі температур. Методи застосовані до вимірювання полімерних матеріалів, теплофізичні характеристики яких значно змінюються з температурою, оскільки в тонких зразках (кілька міліметрів) вони викликають незначні перепади температур. Ці методи лежать в основі принципу дії приладів, описаних в роботах. Відносна простота експериментального впровадження динамічного методу швидкісного вимірювання теплопровідності матеріалів, а також легкість проведення дослідів і обробки експериментальних даних дозволяють успішно його використовувати для визначення теплофізичних властивостей речовин. Квазістаціонарний режим нагрівання достатньо простий і тому широко використовується також для визначення теплоємності та диференціального термічного аналізу.

Визначення теплопровідності матеріалів ґрунтується на використанні рівняння Фур'є для теплопровідності

$$Q = \lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} S t,$$

де  $Q$  – кількість теплоти, що пройшла через досліджуваний зразок;  $\Delta T$  – різниця температур на протилежних гранях зразка;  $S$  – площа перерізу зразка, розміщеного перпендикулярно до градієнта температури;  $t$  – час, протягом якого здійснюється теплообмін;  $\lambda$  – коефіцієнт теплопровідності;  $\Delta x$  – товщина зразка.

Таким чином, для вимірювання коефіцієнта теплопровідності  $\lambda$  необхідно визначити кількість теплоти  $Q$ , що пройшла через досліджуваний зразок при сталій різниці температур нагрівання, а також різницю температур  $T_1 - T_2 = \Delta T$ ,  $T_1$  – температур нагрівника,  $T_2$  – температура холодильника. В цьому випадку метод вважається абсолютним, оскільки для одержання значень коефіцієнтів теплопровідності немає потреби використовувати метод порівняння з еталонами. На такому принципі побудовані стаціонарні методи вимірювання. При цьому стаціонарний режим характеризується сталими значеннями температур  $T_1$  та  $T_2$ , що підтримуються протягом усього часу дослідження.

При всій простоті та наочності стаціонарних методів суттєвим недоліком їх є те, що внаслідок асимптотичності наближення системи до стаціонарного режиму, час переходу в цей стан може становити кілька годин, що призводить до великих втрат часу проведення експерименту. Також важко встановити момент переходу системи до стаціонарного режиму. Вимірювання ж температурної залежності коефіцієнта теплопровідності цим методом стає практично неможливим. Отже, такі дослідження проводять при неперервній зміні температури нагрівника в режимах, близьких до регулярного нагрівання. В цьому випадку відбувається перехід від стаціонарних  $\lambda$ -калориметрів до так званих динамічних, коли температура нагрівника і холодильника  $T_1$  та  $T_2$  неперервно зростають за рахунок постійного збільшення потужності нагрівача.

Досліджуваний зразок **4**, пластина **2**, пластина контактна **3** та стрижень **5** нагріваються тепловим потоком  $Q(\phi)$ , що подається від системи нагрівача до основи **1**; бічні поверхні стрижня **5**, зразка **4**, пластин **2** та **3** адіабатно ізолювані. Тепловий потік, що проходить через переріз пластини **2**, частково поглинається нею, а далі йде на нагрівання пластини **3**, зразка **4** та стрижня **5**. Теплові потоки  $Q_0(\phi)$  та  $Q_T(\phi)$  для будь-якого рівня температури можуть бути



виражені як відношення рушійної сили до опору, а у випадку теплопровідності – як відношення перепадів температури до теплового опору.

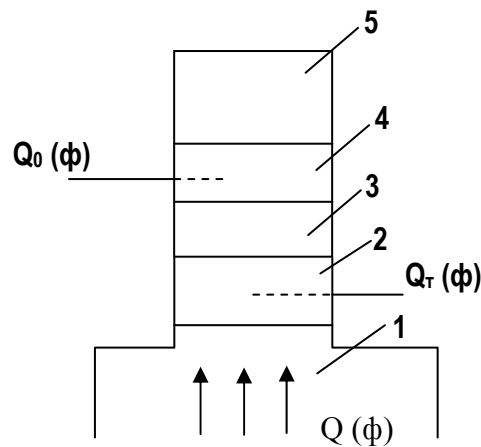


Рис.2.11. Схема динамічного  $\lambda$ -калориметра: 1 - основа (нагрівник); 2 - пластина; 3 - контактна пластина; 4 - досліджуваний зразок; 5 - стрижень.

Тепловим опором називається відношення товщини пластини зразка до її коефіцієнта теплопровідності  $\lambda$

$$P_0 = \frac{h}{\lambda}.$$

Тоді

$$Q_0(\phi) = \frac{V_0 S}{P_0},$$

$$Q_T(\phi) = K_T V_T,$$

де  $V_0$  – перепад температури на зразку;  $P_0$  – тепловий опір зразка;  $S$  – площа поперечного перерізу зразка;  $K_T$  – коефіцієнт пропорційності, що характеризує ефективну теплову провідність пластини 2;  $V_T$  - перепад температури на пластині 2.

Тепловий опір між стрижнем 5 та пластиною 3 визначається з співвідношення

$$P = P_0 + P_K,$$

де  $P_0$  – тепловий опір зразка;  $P_K$  – тепловий опір контакту між зразком та тепловою системою, а також тепловий опір між системою та вимірювальними термометрами.

Тоді тепловий опір зразка

$$P_0 = \frac{V_0 S}{V_T K_T} - P_K = \frac{h}{\lambda_{\text{зразка}}}.$$

Параметри  $P_K$  та  $K_T$  не залежать від властивостей досліджуваного зразка і є сталими приладу. Визначення  $P_K$  та  $K_T$  проводяться на основі градуювальних дослідів з визначення теплопровідності зразкових мір з кварцевого скла та міді, що входять у комплект приладу. Для цього при різних значеннях температури вимірюють перепади  $V_0$  та  $V_T$  як для міді, так і для кварцевого скла (в значеннях, що знімаються з стрічки потенціометра  $V_0$  та  $V_T$ , позначаються як  $n_0$  та  $n_T$ ).

Таким чином, для визначення теплопровідності досліджуваного зразка необхідно вимірювати значення  $n_0$  та  $n_T$  для кожної температури, які входять до співвідношення

$$P_{\text{зразка}} = \left( \frac{n_0}{n_T} \right) \cdot \frac{S_{\text{зразка}}}{K_T} - P_K.$$

За співвідношенням

$$\lambda = \frac{h}{P_0}$$

визначають коефіцієнт теплопровідності зразка.

Вимірювання коефіцієнта теплопровідності в даній роботі проводяться за допомогою вимірювача теплопровідності "ИТ- $\lambda$ -400" в модернізованому варіанті, принцип дії якого описаний вище.

До складу приладу входять: вимірювальний блок, вимірювальна комірка, блоки живлення, регулювання та реєстрації.

Блок живлення та регулювання забезпечують подання зростаючої у часі напруги на основний нагрівач. Окрім того, блок регулювання має в своєму складі регулятор температури, який забезпечує адіабатність теплової схеми приладу. На передню панель блоку винесений індикатор напруги нагрівача, вмикачі „Сеть”, „Нагрев” та регулятор встановлення початкової напруги нагрівача. Вимірювальний блок має вимірювальну комірку та систему вимірювальних термопар, які забезпечують вимірювання сигналів  $n_0$ ,  $n_T$  та температури зразка. На передню панель блоку винесена сигнальна лампа „Робота регулятора”, перемикач „Измерение” та „Температура”.

Блок реєстрації даних досліду має в своєму складі підсилювач постійного струму Ф-136 та самозаписуючий потенціометр КСП-4.

При роботі вимірювача блок живлення подає зростаючу напругу на основний нагрівач. При цьому тепловий потік, що подається від основи вимірювальної комірки до досліджуваного зразка, зумовлює відповідні перепади температур  $n_0$  та  $n_T$ . Перепади  $n_0$  та  $n_T$  вимірюються за допомогою відповідних диференціальних термопар. Оскільки для визначення теплопровідності потрібно знати відношення  $\frac{n_0}{n_T}$ , то для цього вимірюються

значення  $\left(\frac{n_0}{K_1} - n_T\right)$  та  $\left(\frac{n_0}{K_2} - n_T\right)$ , що дозволяє за співвідношенням

$$\frac{n_0}{n_T} = \frac{2}{(K_1 + K_2) - \frac{(K_1 - K_2)(x_1 + x_2)}{x_1 - x_2}}$$

визначити  $\frac{n_0}{n_T}$ , що входить в розрахункову формулу. Значення  $K_1$  та  $K_2$ , що

відповідають положенню  $N$  дільника вимірювального блоку, подані в таблиці. Значення  $x_1$  та  $x_2$  – це відстані в мм до відповідних кривих 3 та 4 на стрічці потенціометра. Загальний вигляд стрічки потенціометра поданий на рис.2.12.

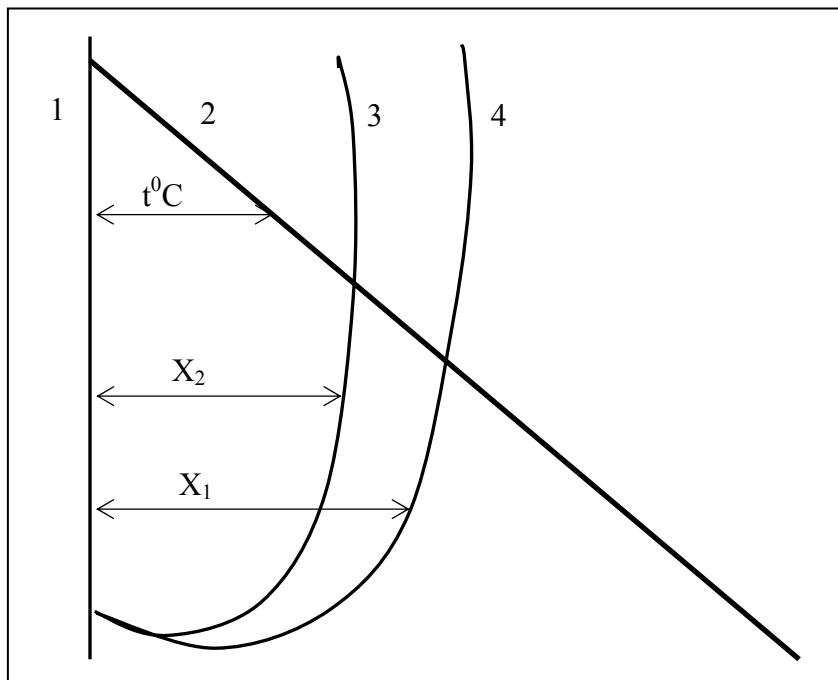


Рис.2.12. Загальний вигляд запису даних вимірювача теплопровідності:  
 1 – нульова лінія; 2 – лінія температури;  
 3 – значення  $X_2$ ; 4 – значення  $X_1$

## Хід роботи

Для визначення температурної залежності коефіцієнта теплопровідності необхідно виконати такі операції:

1. Підняти (за направляючими) вертикально вгору верхній кожух вимірювальної комірки та повернути її проти годинникової стрілки для вивільнення теплової схеми приладу.
2. Зняти верхній стрижень теплової схеми з направляючих.
3. Змастити обидві поверхні досліджуваного зразка графітовим мастилом та помістити зразок на пластину.
4. Поставити верхній стрижень теплової схеми на направляючі та провести його в контакт із зразком.
5. Піднявши верхній кожух вимірювальної комірки вгору та повернувши його за годинниковою стрілкою, встановити кожух у початкове положення.
6. Ввімкнути вмикач „Сеть”.
7. Регулятором напруги нагрівача встановити за індикатором напругу 50 В.
8. Натиснути вмикач „Сеть” підсилювача Ф-136.
9. Ввімкнути вмикач „Сеть” самозаписуючого потенціометра КСП-4 і переко-натись, що покази  $X_1$  та  $X_2$  відповідають значенням, близьким до 0.
10. Натиснути вмикач „Нагрев” блоку живлення та регулювання; слідкувати за зміною сигналів  $X_1$  та  $X_2$ .
11. При зміні сигналів  $X_1$  та  $X_2$  обрати таке положення дільника вимірюва-льного блоку, при якому лінії, що відповідають значенням  $X_1$  та  $X_2$ , близькі до вертикальних.
12. Встановити перемикач вимірювального блоку „Температура” в положення „150 °С”.
13. Записати покази приладу на стрічці самозаписуючого потенціометра КСП-4, для чого включити вмикач „Диаграмма” приладу КСП-4.
14. Вимкнути вмикач „Сеть” блоку живлення при досягненні температури 150 °С, тобто при виході запису температури на нульову лінію.
15. За таблицею знайти значення температури на стрічці по-тенціометра, що відповідають значенням  $X_1$  та  $X_2$  і занести їх у таблицю.
16. Користуючись даними таблиці , визначити для кожної температури значення  $\frac{n_0}{n_T}$ , та  $K_1$  і  $K_2$  для відповідних положень дільника.



30	130
22,5	135
15	140
7,5	145
0	150


130	0,0779	$5,02 \cdot 10^{-4}$
135	0,0781	$4,99 \cdot 10^{-4}$
140	0,0783	$4,97 \cdot 10^{-4}$
145	0,0785	$4,93 \cdot 10^{-4}$
150	0,0786	$4,91 \cdot 10^{-4}$

### Контрольні запитання

1. Дайте означення коефіцієнта теплопровідності.
2. Що називають температурою склування аморфного тіла?
3. Розкрити фізичний зміст величин – коефіцієнт теплопровідності, питома теплоємність.
4. Як пов'язані між собою теплофізичні характеристики речовини? В чому полягає фізичний зміст цього зв'язку?
5. Як називаються прилади для визначення теплопровідності? Які різновиди цих приладів Ви знаєте?
6. В чому полягає суть стаціонарних методів визначення теплопровідності? На якому принципі ґрунтується їх будова та принципи дії?
7. В чому полягають переваги та недоліки стаціонарних методів вимірювання теплопровідності?
8. До якого класу методів відноситься прилад, яким Ви користувались у даній роботі? Абсолютним чи відносним є метод, яким Ви користувались?
9. Опишіть принцип визначення теплопровідності динамічним методом. У чому полягають переваги та недоліки цього методу?
10. Дайте характеристику будови та принципу дії вимірювача теплопровідності „ИТ-λ-400”.
11. Поясніть характер залежності теплопровідності від температури для аморфного тіла.

### ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ

Перед виконанням лабораторної роботи ознайомитися з правилами дотримання вимог охорони праці, техніки безпеки та протипожежної техніки на робочому місці.

## ЗАПИТАННЯ ДЛЯ РЕЙТИНГОВОЇ ОЦІНКИ ЗНАНЬ

### Достатній рівень

1. Будова та принцип дії термопари.
2. Будова та принцип дії диференціальної термопари.
3. Будова та принцип дії термобатарей.
4. Будова та принцип дії динамічного  $\lambda$ -калориметра.
5. Рівняння Фур'є.
6. Теплопровідність речовини.
7. Фазовий перехід.
8. Типи фазових переходів.
9. Склування як релаксаційний перехід.
10. Температурний інтервал склування.

### Середній рівень

1. Статичний  $\lambda$ -калориметр.
2. Будова та принцип дії динамічного  $\lambda$ -калориметра.
3. Що характеризує коефіцієнт теплопровідності речовини?
4. Суть склування аморфного тіла як основного структурного переходу.
5. Опишіть якісно хід температурної залежності коефіцієнта теплопровідності при склуванні аморфного тіла.
6. В чому полягає молекулярний механізм теплопровідності?
7. Що означає  $1 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$ ?
8. Які методи вимірювання теплопровідності Вам відомі?
9. Де практично можуть використовуватись результати даних досліджень?
10. Яка різниця між стаціонарним і нестаціонарним методами дослідження теплопровідності?

### Високий рівень

1. Яка роль рівняння Фур'є в роботі динамічного  $\lambda$ -калориметра?
2. Що характеризує коефіцієнт теплопровідності речовини?
3. Який фізичний зміст констант  $K_T$  та  $R_k$  динамічного  $\lambda$ -калориметра?
4. Які сигнали підлягають вимірюванню при роботі динамічного  $\lambda$ -калориметра?
5. Якісно опишіть молекулярний механізм склування.

6. Співвідношення яких величин визначає фазовий стан та характер теплового руху атомів і молекул?
7. Поясніть хід температурної залежності коефіцієнта теплопровідності при склуванні.
8. У чому особливість коефіцієнтів теплопровідності при кипінні та плавленні?
9. Який фізичний зміст густини теплового потоку?
10. Яке практичне застосування проведених досліджень?



## **Лабораторна робота №7. ВИЗНАЧЕННЯ ТЕПЛОФІЗИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТОДОМ ДВОХ ТЕМПЕРАТУРНО- ЧАСОВИХ ІНТЕРВАЛІВ**

**Мета:** Ознайомитись з методом визначення комплексу теплофізичних характеристик з одного досліду

### **Завдання:**

1. Ознайомитись з визначенням теплофізичних характеристик методом двох температурно-часових інтервалів.
2. Вивчити будову та принцип дії приладу для визначення коефіцієнта температурнопровідності та інших теплофізичних характеристик (теплоємності, теплопровідності, теплової активності речовин).
3. Визначити коефіцієнт температуропровідності, теплоємності, теплопровідності та теплової активності твердого тіла з одного досліду.
4. Оцінити одержаний результат. Вказати на джерела похибок вимірювання. Зробити висновки.

### **Література:**

1. Інструкція до лабораторної роботи.
2. Лыков А.В. Теория теплопроводности. – Высшая школа, 1967. – 600 с.
3. Волькенштейн В.С. Скоростной метод определения теплофизических характеристик материалов. – Л.: «Энергия», 1971. – 144 с.
4. А. с. № 225503 (СССР). Прибор для определения теплофизических характеристик материалов (В.Е. Козловский, В.С. Волькенштейн, Н.В. Медведев и др. – Оpubл. в Б.И., 1968, № 27.
5. Янчевский Л.К., Левандовский В.В., Дущенко В.П., Горносталя П.М. Повышение точности и расширение возможности пробора для определения теплофизических характеристик материалов методом двух температурно-временных интервалов // Промышленная теплотехника, т. 6, № 4, 1984. – С. 76-78.

## **Прилади і матеріали:**

1. Прилад для визначення теплофізичних характеристик методом двох температурно-часових інтервалів.
2. Досліджуваний зразок.
3. Мікрометр.
4. Пінцет.
5. Поліетилсилоксанове мастило.

## **Теоретичні відомості**

Поряд з методами, що дозволяють досліджувати теплові властивості матеріалів при високих і низьких температурах, а також при різних тисках, є велика потреба в методах для дослідження матеріалів в умовах заводських лабораторій (на виробництві) при звичайних (288-313 К) температурах. При цьому прилад і техніка вимірювання мають бути достатньо простими. Обробка дослідних даних не повинна бути громіздкою. Дослідження різних матеріалів при єдиній техніці вимірювань мають проводитись на одному і тому ж приладі. Методи мають бути швидкісними, комплексними, щоб з одного досліду на одному зразку можна було отримати значення всіх теплофізичних характеристик. Вони повинні мати критерій, що дозволяє гарантувати ступінь надійності одержаних результатів і створювати прилади, які передбачають автоматизацію вимірювань.

Нижче наводимо виклад фізичних основ швидкісного методу визначення теплофізичних характеристик, в якому враховані перелічені вище вимоги. Метод одержав назву «Метод двох температурно-часових інтервалів» і затверджений Комітетом стандартів, мір і вимірювальних приладів при РМ СРСР (ГОСТ. 10368-63). Прилад, що базується на цьому методі, в модернізованому варіанті виготовлений в лабораторії.

**Вимірювання теплофізичних характеристик методом  
двох температурно-часових інтервалів.**

**Прилад для визначення теплофізичних хараткеристик.**

Сутність методу двох температурно-часових інтервалів зводиться до наступного. В початковий момент часу  $\tau_0$  нагрівач **Н** (рис. 2.13) має температуру

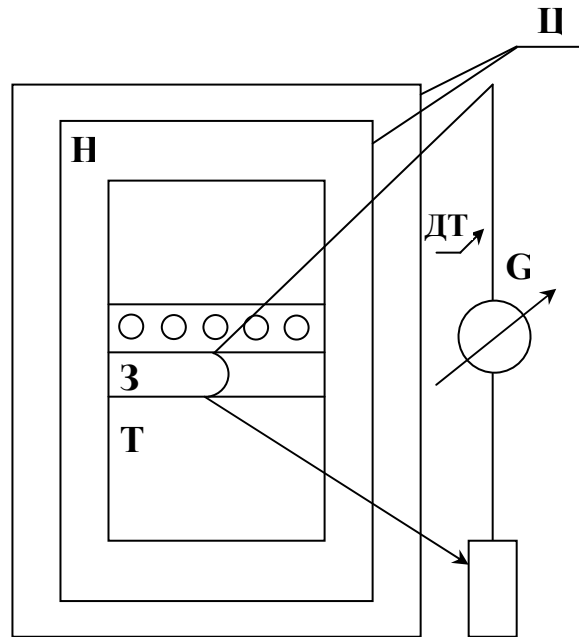


Рис. 2.13.

на 2-3 К вищу від температури теплоприймача **Т**, на якому знаходиться досліджуваний зразок **З**. Ця різниця температур фіксується диференціальною термопарою **ДТ** і подає на підсилювач постійного струму  $\Phi$ -136 (або дзеркальний гальванометр **Г**) і швидкодіючий самозаписуючий прилад (потенціометр КСП-4). Після приведення нагрівача **Н** в тепловий контакт з теплоприймачем **Т** і зразком **З** різниця температур, про що свідчить записи на діаграмній стрічці КСП-4 (покази гальванометра **Г**), зменшується, як показано на рис. 2.14. Якщо в початковий момент часу покази на діаграмній стрічці  $N_0$ , а в момент  $\tau - N$ , то

$$\frac{N}{N_0} = \frac{t_H - t}{t_H} = 1 - \frac{t}{t_H} = 1 - Q,$$

де  $t_H$  – температура нагрівача;  $t$  – температура теплоприймача.

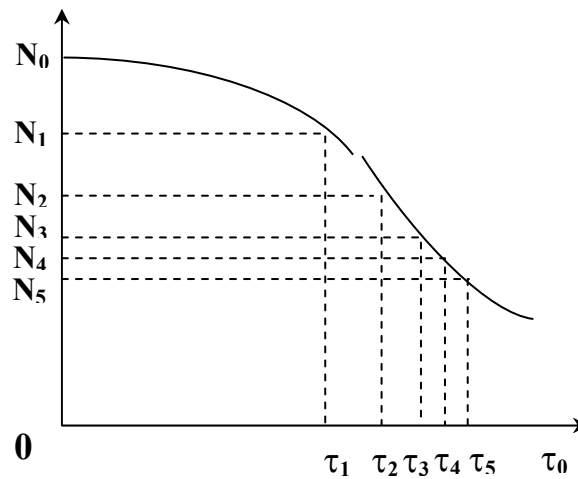


Рис. 2.14.

Таким чином, в процесі дослідження необхідно виміряти два проміжки часу, які відповідають певній, наперед заданій різниці температур нагрівача і теплоприймача.

Деференціальні рівняння теплопровідності для двох середовищ мають вигляд:

$$\frac{\delta t_1(x, \tau)}{\delta \tau} = \alpha_i \frac{\delta t_2(x, \tau)}{\delta x^2}$$

де  $i = 1, 2, 3 \dots$

Початкові і граничні умови для такого дослідження записуються так:

$$t_1(x, 0) = t_2(x, 0) = 0;$$

$$t_1(0, \tau) = t_H = const;$$

$$t_2(\infty, \tau) = 0;$$

$$t_1(R, \tau) = t_2(R, \tau).$$

$$\lambda_1 \frac{\delta t_1(R, \tau)}{\delta x} = \lambda_2 \frac{\delta t_2(R, \tau)}{\delta x}.$$

Для вирішення поставленого завдання треба розв'язати систему диференціальних рівнянь. Задача розв'язується способом інтегрального перетворення Лапласа.

Розв'язком даної системи диференціальних рівнянь буде рівняння вигляду:

$$Q = t/t_H = (1 + \alpha) [erfc(y) - \alpha erfc(3y) + \alpha^2 erfc(5y) - \dots] = F(\alpha, y).$$

В цьому рівнянні

$$\alpha = \frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon + 1}; \quad \varepsilon = \frac{\lambda}{b\sqrt{a}}; \quad b = \frac{\lambda\beta}{\sqrt{\alpha\beta}}; \quad y = \frac{h}{2\sqrt{a\tau}}; \quad erfc(y) = 1 - erf(y),$$

де  $erfc(y) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^y e^{-y^2} dy$  – інтервал Гауса. Одержані значення  $\Delta\tau_1$  і  $\Delta\tau_2$

дозволяють знайти всі теплофізичні характеристики досліджуваного матеріалу:

$$a = \frac{h^2}{4p\Delta\tau};$$

$$\lambda = b\varepsilon\sqrt{a} = \frac{b\varepsilon h}{2\sqrt{p\Delta\tau}} = \frac{bh}{2} \frac{\Gamma}{\sqrt{\Delta\tau}}.$$

Об'ємна теплоємність

$$c = \frac{\lambda}{ap} = \frac{2b\varepsilon\sqrt{p\Delta\varepsilon_1}}{h}.$$

В цих формулах:  $b$  – стала теплоприймача, що характеризує його теплову активність;  $p$  і  $\varepsilon$  – безрозмірні параметри. Їх беруть з робочих таблиць і знаходять залежно від знайдених в досліді значень  $\Delta\tau_1$  і  $\Delta\tau_2$ . З робочих таблиць, складених завчасно для фіксованих значень  $N_1/N_2$ ;  $N_2/N_0$  і  $N_3/N_0$ , знаходять значення  $p$  і  $\varepsilon$ , що входять у розрахункові формули.

### **Прилад для визначення теплофізичних характеристик методом двох температурно-часових інтервалів**

Прилад для визначення теплофізичних характеристик матеріалів, блок-схема якого подана на рис. 2, складається з: термостатуючого корпусу 1; пристроїв 2, 3, призначених для вимірювання різниці температур на протилежних гранях зразка і реєстрації швидкості її зміни шляхом запису на діаграмній стрічці самозаписуючого приладу та показів частотомірів; пистрою

для термостатування нагрівача 4; блоку живлення 5 та електронних секундомірів 6.

В термостатуючому корпусі 1 (рис. 2.13), що двох коаксіальних циліндрів (Ц), знаходиться еталонний теплоприймач (Т), досліджуваний зразок (З) нагрівач (Н) з нагрівним елементом і диференціальною термопарою (ДТ). Пристрій для реєстрації швидкості зміни температури нижньої грані зразка 3 і 4 (рис. 2.13) складається з диференціальної термопари, підсилювача постійного струму Ф-136, швидкодіючого самозаписуючого потенціометра КСП-4, системи мікроперемикачів, вмонтованих на панелі дублюючого реохорду КСП-4, і двох частотомірів ЧЗ-33, що працюють у режимі інтервалів часу.

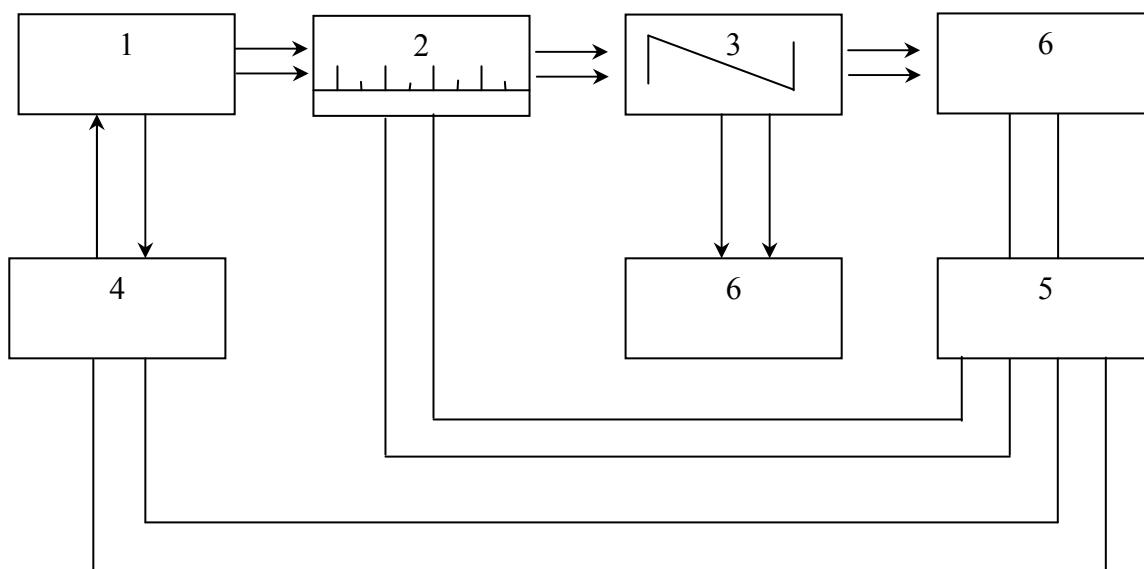


Рис.2.15. Блок-схема приладу для визначення комплексу теплофізичних характеристик матеріалів

Пристрій для термостатування нагрівача 4 складається з диференціальної термопари, підсилювача постійного струму И-37, регулюючого приладу РПИБ4-ТЗ, нагрівного елемента всередині нагрівача і блоку живлення 5. Термостатування нагрівача здійснюється при температурі на 2-3 К вище від температури теплоприймача. Температура нагрівача контролюється диференціальною термопарою, сигнал якої подається на підсилювач постійного струму И-37, що має блок компенсації вхідного сигналу і, потім, на

регулюючий прилад РПИБ4-Т3, що є нуль-органом системи регулювання. При відхиленні температури від заданої системи за допомогою місткової схеми забезпечує регулювання споживаної потужності нагрівного елемента за струмом. Точність термостатування складає  $\pm 0,01$  К.

При роботі системи реєстрації часу зміни температури нижньої грані зразка сигнал диференціальної термопари знаходить у підсилювач постійного струму Ф-136 і підсилюється до рівня, що забезпечує відхилення каретки самозаписуючого приладу на всю шкалу. Якщо привести в контакт нагрівач, зразок і теплоприймач, на стрічці самозаписуючого приладу записується крива різниці температур (див. рис. 2.14). При швидкості руху стрічки 900 мм/хв. Забезпечується точність визначення часу  $\pm 0,05$  с.

Для більш точного вимірювання часу (у випадку високої теплопровідності зразка) передбачена система, що складається з блоку мікроперемикачів спеціальної конструкції і двох електронних частотомірів ЧЗ-33. При русі каретки самозаписувача в процесі вимірювання її спеціальний покажчик перемикає по черзі 6 мікроперемикачів, розміщених в певних місцях шкали. Перемикачі з'єднані так, що при спрацюванні кожного з них сигнал надсилається на вхід «стоп» одного частотоміра і «пуск» другого. Таким чином, при роботі системи два частотоміри по чергові фіксують інтервали часу, що ідуть один за другим, у цифровій формі.

Прототип пристрою для реєстрації проміжків часу, запропонований раніше, складається з блоку підсилення трьох фотодіодів. Блок підсилення має три канали двокаскадного підсилення постійного струму, зібраного на площинних тріодах, і забезпечує підсилення сигналу в  $10^3$  раз. Такий пристрій дає можливість одержати один вимір з одного досліду. Запропонований нами пристрій на базі самозаписуючого електронного потенціометра КСП-4, системи перемикачів, вмонтованих на панелі дублюючого реохорда КСП-4, і двох частотомірів ЧЗ-33, дозволяє одержати з одного досліду шість результатів вимірювань (як ніби з трьох дослідів) на різних температурно-часових ділянках нестационарного режиму (рис. 2.14).

Пристрій для термостатування нагрівача, запропонований на базі підсилювача постійного струму И-37 і регулюючого приладу РПИБ-ТЗ, забезпечує підсилення сигналу в  $10^5$  і точність термостатування  $\pm 0,01$  К. Він дає можливість експериментально з одного досліду тривалістю протягом 1-2 хв., визначити весь комплекс теплофізичних характеристик: температуропровідність ( $\alpha$ ), теплопровідність ( $\lambda$ ), питому теплоємність ( $c_p$ ) і теплову активність ( $b$ ). Завдяки конструктивному рішенню вдалося понизити похибку вимірювання від  $\pm 4,0\%$  до  $\pm 3,0\%$ . Конструкція приладу дозволяє спростити техніку вимірювань за рахунок автоматичного запису результатів вимірювань на діаграмній стрічці, підвищує інформативність вимірювань, має вихід на комп'ютерний варіант обробки результатів вимірювання.

Прилади для визначення теплофізичних характеристик методом двох температурно-часових інтервалів серійно не випускається. Прилад з конструктивним рішенням, описаним вище, використовується в навчально-науковій лабораторії спецфізпрактикуму на кафедрі загальної фізики НПУ імені М.П. Драгоманова.

### **Хід роботи**

Для визначення теплофізичних характеристик методом двох температурно-часових інтервалів пропонується послідовність виконання дій:

#### **I. Підготовка до вимірювань.**

1. Визначити густину зразка ( $\rho$ ) методом гідростатичного зважування.
2. За допомогою мікрометра виміряти товщину зразка в центрі і біля краю (в різних місцях – 4 досліди). Різниця товщин між центром і периферією зразка не повинна перевищувати 0,01-0,02 мм.
3. Змастити поверхні зразка мастилом, утримуючи його пінцетом. При цьому не дозволяється доторкатися до зразка руками.
4. За допомогою пінцета розмістити зразок на поверхні теплоприймача.
5. Провести термостатування системи теплоприймач-зразок ( $t \geq 20$  хв.).

#### **II. Проведення досліджень**



1. Включити освітлювач зеркального гальванометра. Вставити вмикач «світло» в положення «вкл.»
2. Вставити «0» зеркального гальванометра на поділці «-17» шкали. Для цього натиснути вмикач «встановлення 0» з другого боку вимірювальної комірки і змістити шкалу.
3. Конструкція приладу передбачає можливість роботи в двох режимах: ручному і автоматичному.
4. Для проведення дослідів в автоматичному режимі необхідно:
  - а) Переконатися, що при натисканні вмикача «контроль 0» світловий покажчик не зміщується на шкалі і знаходиться на поділці «-17». В цьому випадку температура теплоприймача дорівнює температурі навколишнього середовища, що є критерієм «дозволу» для проведення дослідів.
  - б) Встановити вмикач «живлення нагрівача» в положення «вкл.» і обертанням регулятора «грубо» домогтися відхилення стрілки на шкалі вольтметра «струм нагріву» на всю шкалу.
  - в) При підході світлового сигналу гальванометра до поділки «-23» за допомогою обертання регулятора «грубо» і «точно» домогтися термостатування нагрівача при температурі, що відповідає положенню світлового сигналу гальванометра, тобто оптимальному градієнту температури між теплоприймачем із зразком і нагрівачем (2,5°C).
  - г) Домогтися стабільності термостатування протягом 3-5 хв.
  - д) Встановити вмикач «струм» в положення «вкл.». Натиснути вмикач «викл.» потім вмикач «Р». При цьому на табло « $\tau$ » висвітлюється цифра «0». Включити електронні секундоміри і записати їх показники.
  - е) Виставити вмикач «РА» в положення «А». При цьому використовується шкала «А».
  - ж) За допомогою «баланс» вивести значення напруги на рівень 1-2 В.
  - з) Привести в контакт нагрівач, досліджуваній зразок і теплоприймач.
  - і) Записати 4 значення часу:  $\tau_1; \tau_2; \tau_3; \tau_4$ .

Фоторезатори встановлені на поділках шкали, що відповідають

$$N_1 = 0,95N_0, N_2 = 0,90N_0, N_3 = 0,75N_0, N_4 = 0,55N_0, N_5 = 0,50N_0.$$

Це дозволяє з одного досліду одержати 3 значення теплофізичних характеристик, використовуючи таблиці 1, 2, 3 (таблиці додаються).

5. Для проведення дослідів у режимі ручного управління необхідно:

- а) Замінити шкалу «А» на шкалу «Р».
  - б) Провести всі операції, що передбачені в 2.4. (а, б, в, г, д).
  - в) Привести в тепловий контакт зразок, нагрівач і теплоприймач.
  - г) При проходженні покажчика шкали поділок  $N_1, N_2, N_3, N_4, N_5$  натискати вмикач «Р» і одночасно записувати показники електронних секундомірів.
6. Після закінчення досліду підняти нагрівач, зняти зразок, звільнити від мастила теплоприймач і нагрівач.
7. Поставити в положення «викл.» вмикачі: «мережа», «живлення нагрівача», електронних секундомірів.
8. Включити вентилятор. З його допомогою здійснити обдув теплоприймача і нагрівника до того часу, доки не буде виконуватись умови 2.4.

### **Примітка.**

Під час проведення дослідів в ручному і автоматичному режимах не допускати, щоб сигнальна лампа знаходилась в робочому стані більше ніж 10 с. Якщо така вимога не витримується, необхідно виключити вмикач «електромережа» і встановити причину перевантаження. Невиконання цієї вимоги може призвести до виведення приладу з ладу.

### **III. Обробка результатів вимірювання**

1. Занести в протокол значення  $\tau_1; \tau_2; \tau_3; \tau_4$ .
2. Визначити і занести в таблицю  $\Delta\tau_1 = \tau_1; \Delta\tau_2 = \tau_1 - \tau_2; \Delta\tau_1' = \tau_2;$

$$\Delta\tau_2' = \tau_2 + \tau_1 - \tau_1; \Delta\tau_1'' = \tau_2; \Delta\tau_2'' = \tau_3 + \tau_4 - \tau_1;$$

3. Визначити і занести в таблицю:

$$k' = \frac{\Delta\tau_2}{\Delta\tau_1}; \quad k'' = \frac{\Delta\tau_2'}{\Delta\tau_1'}; \quad k''' = \frac{\Delta\tau_2''}{\Delta\tau_1''}$$

4. Користуючись таблицями 1, 2, 3 додатку, визначити  $\varepsilon, p, \varepsilon', p', \varepsilon'', p''$ .

5. За формулами  $a = \frac{h^2}{2,22\rho\Delta\tau}$ , визначити  $a, a', a''$  ( $\text{м}^2/\text{с}$ );

$$\lambda = b \cdot \varepsilon \sqrt{a}, \text{ визначити } \lambda, \lambda', \lambda'' \left( \frac{\text{Вт}}{\text{м} \cdot \text{К}} \right);$$

$$C_p = \frac{a}{\lambda\rho}, \text{ визначити } C_p, C_p', C_p'' \left( \frac{\text{Дж}}{\text{кг} \cdot \text{К}} \right);$$

$$b_x = b \cdot \varepsilon, \text{ визначити } b_x, b_x', b_x'' \left( \frac{\text{Вт} \cdot \text{с}^{1/2}}{\text{м}^2 \cdot \text{К}} \right),$$

де  $h$  – товщина зразка,  $b$  – стала теплоприймача ( $b = 568 \frac{\text{Вт} \cdot \text{с}^{1/2}}{\text{м}^2 \cdot \text{К}}$ ).

### **Примітка.**

Близкість або повне співпадання значень є критерієм надійності проведеного дослідження.

6. Всі обчислення проводять з точністю до 3 знаку.

7 Надійний інтервал вимірювань, запропонований методом, складає  $\pm 3,2\%$  при надійній імовірності 0,95 за умови трьох вимірювань.

8. Методика дозволяє проведення повторного дослідження в межах 1 год. (час термостажування приладу 45 хв.).

### **Контрольні запитання**

1. В чому сутність визначення теплофізичних характеристик методом двох температурно-часових інтервалів? В зоні якого режиму працюють прилади такого типу?
2. Розкрити будову і принцип дії приладу для визначення теплофізичних характеристик даним методом?
3. Які переваги і недоліки приладів, що працюють на основі методу двох температурно-часових інтервалів? Що є критерієм ступеня надійності одержаних результатів?
4. Який фізичний зміст теплофізичних характеристик коефіцієнтів  $a, \lambda, C_p, b_x$ ?
5. Як пов'язані між собою теплофізичні характеристики? В чому полягає фізичний зміст їх зв'язку?

## Техніка безпеки

1. Перед проведенням дослідів перевірити заземлення приладу.
2. До вимірювань теплофізичних величин за допомогою приладу допускаються особи, що пройшли спеціальний інструктаж і підготовку за спеціальністю «Теплофізичні вимірювання».
3. Прилад встановлюється в приміщеннях, в яких відсутні значні коливання температури і вологості і межах робочого дня.
4. Не допускається контакт теплоприймача і нагрівача з нешлифованими поверхнями досліджуваного зразка, а також зразків, виготовлених з абразивних матеріалів.
5. Методика передбачає проведення щомісячного профілактичного огляду та метрологічного контролю. Метрологічний контроль приладу зводиться до контрольних вимірювань теплофізичних характеристик еталонних матеріалів ПММА ( $h = 1,65 \text{ мм}; a = 1,1 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}; \lambda = 0,179 \frac{\text{Вт}}{\text{м} \cdot \text{К}}$ ) і плавленого кварцу ( $h = 5,45 \text{ мм}; a = 11,5 \text{ м}^2/\text{с}; \lambda = 1,34 \frac{\text{Вт}}{\text{м} \cdot \text{К}}$ ).

Огляд передбачає перевірку стану поверхонь теплоприймача і нагрівача.

## **Лабораторна робота №8. ВИВЧЕННЯ ВПЛИВУ СТАБІЛІЗАТОРІВ НА МОЛЕКУЛЯРНИЙ РУХ І ВЛАСТИВОСТІ АМФОРНИХ ТІЛ**

**Мета:** вивчити вплив стабілізатора на молекулярний рух і властивості аморфного тіла калориметричним методом

### **Завдання:**

1. На прикладі полівінілхлориду (ПВХ) вивчити вплив стабілізатора (стеората свинцю) на молекулярну рухливість і термодинамічні властивості ПВХ калориметричним методом.
2. Вияснити механізм впливу стабілізатора на ПВХ.

### **Література:**

1. Старение и стабилизация полимеров, под ред. Неймана М.Б., Изд. «Наука», 1964.
2. Старение и стабилизация полимеров, под ред. Кузьминского А.С. – М.: «Химия», 1966.
3. Справочник по пластическим массам, ч. II, под ред. Гарбара М.И., Катаева В.М., Акутина М.С. – М.: «Химия», 1969. – 518 с.
4. Бартенев Г.М., Сандитов Д.С. Релаксационные процессы в стеклообразных системах. Новосибирск: Наука, 1986. – 238 с.
5. Волькенштейн М.В., Птицын О.Б. // Журн. техн. физ. – 1956. – т. 26, №10. – С. 2204.
6. Янчевский Л.К., Левандовский В.В. Определение комплекса релаксационных характеристик процесса стеклования полимеров по данным калориметрических исследований // Высокомолек. соед. – 1991. – Т (Б) 33. – № 5. – С. 323-325.
7. Янчевский Л.К., Шут Н.И., Лазоренко М.В., Левандовский В.В. // Высокомолек. соед. А, 1990, т. 32, 2. – с. 307.
8. Дифференциальный сканирующий калориметр (ДСК). Паспорт, техническое описание, инструкция по эксплуатации, методики измерений.

**Прилади і матеріали:** 1. Колориметр (типу диференціального калориметра Кальве). 2. Зразки для досліджень. 3. Аналітичні терези. 4. Пінцет. 5. Різноваги. 5. Планіметр. 6. Ножиці.

### **Теоретичні відомості**

Підвищення стійкості аморфних речовин до дії світла, теплових впливів, кисню, що є в повітрі та ін. має велике практичне значення. Пошук можливих шляхів стабілізації тісно пов'язаний з дослідженням процесів, що протікають при старінні.

Під старінням матеріалів розуміють необоротні зміни експлуатаційних властивостей, що мають місце внаслідок складних хімічних і фізичних процесів у матеріалі під впливом умов випробування чи експлуатації. Ці впливи можна поділити на впливи, що безпосередньо пов'язані з умовами експлуатації (механічні напруги, електричні поля, підвищені температури, вплив середовища та ін.), і впливи, пов'язані з особливостями кліматичних умов, в яких експлуатується або зберігається матеріал чи вибір. На практиці, як правило, полімерний матеріал зазнає комплексної дії більшості з цих факторів. Розрізняють види старіння полімерів: теплове, світлове, атмосферне, мікробіологічна корозія.

Вивчення властивостей полімерів у процесі теплового і світлового старіння, а також під дією грибкових організмів (мікробіологічна корозія) може призвести в природних умовах і в умовах спеціальних досліджень за окремими методиками. Атмосферне старіння проводиться у відповідності з діючим стандартом на спеціальних стендах. Дослідження проводиться в різних кліматичних зонах протягом кількох років.

Для сповільнення процесів старіння, що протікають при переробці та експлуатації, в полімерні матеріали вводять стабілізатори. За характером дії стабілізатори діляться на антиоксиданти, або термостабілізатори (проти термоокислювальної деструкції) і світло стабілізатори або УФ – абсорбери (проти фотолізу та фотоокислення).

Для оцінки ефективності стабілізаторів (антиоксидантів) спочатку вивчається кінетика термоокислення, а потім порівнюються властивості стабілізованого і нестабілізованого зразків.

Методи дослідження кінетики швидкісного термоокислювального старіння засновані: на вивченні процесу за зміною тиску в системі в результаті поглинання кисню, за втратою маси, за зміною в'язкості розбавлених розчинів або розплавів полімерів, а також за зміною показників фізико-механічних властивостей.

Оцінка ефективності стабілізаторів за поглинанням кисню здійснюється в статичних умовах. Вивчення ефективності стабілізаторів за втратою маси проводиться: на лабораторних установках типу терезів Ман-Бена; за зміною характеристичної в'язкості розчинів – за допомогою віскозиметрів; методом визначення індексу розплаву та ін.

Методи дослідження процесів старіння і стабілізації, як правило, ще не стандартизовані.

Питання стабілізації є також актуальним для полімерних композиційних матеріалів, особливо з металевими наповнювачами. Так, наприклад, при покритті міді і мідних сплавів поліхлортрифторетиленом (ПХТФЕ) металічні поверхні окислюються, утворюючи крихкі окисли. Окрім цього мідь при температурі 533 К і вище прискорює термодеструкцію полімера, понижуючи його молекулярну масу. Тому ж дію на полімер чинить і залізо. Каталітичний вплив на швидкість деградації ПХТФЕ чинять і інші метали (Ag, Pt), але їх дія менш вагома. Протидію частковій деградації може чинити введення в „стабілізаторів”, наприклад нітратних солей деяких металів у кількості 0,05-2,5%. Другим способом стабілізації є нагрівання неспресованого порошкоподібного матеріалу в присутності повітря при температурах до 473 К, оскільки кисень і його сполуки діють як стабілізатори при тепловій деградації. Термообробка за таких умов дозволяє досить довго експлуатувати полімер при температурах до 573 К.

Для забезпечення оптимального ефекту стабілізації різного призначення (термо-, світло-, атмосферостійкості та ін.) використовуються стабілізатори спеціальної направленості, індивідуального призначення стосовно до певного полімера, об'ємний вміст яких, здебільшого, не перевищує 3÷4%. Іноді для одержання синергетичного ефекту застосовують стабілізатори, які сповільнюють або прискорюють розкладання полімера.

Для стабілізації полівінілхлориду (ПВХ) найбільш широко застосовуються стабілізатори: сполуки свинцю (стеарат свинцю, саліцилат, двоосновний фосфат та ін.); солі лужних і лужноземельних металів (карбонат натрію, пірофосфат натрію, стеарати Ca, Sr, Ba, Mg, Zn та ін.); оливоорганічні, азот-, кисне- і фосфоровмісні, епоксидні сполуки.

Строк експлуатації виробів з ПВХ (водогони, тенти, панелі) завдяки введенню стабілізаторів збільшується в залежності від умов експлуатації в 2-10 разів.

Введення, наприклад, 3% стеората свинцю призводить до підвищення температури склування, збільшення енергії активації, частоти власних коливань сегментів макромолекул, збільшення рівня кооперованості – все це свідчить про сильну взаємодію молекул стеората свинцю з макромолекулами ПВХ, що проявляється в обмеженні молекулярної рухливості. У зв'язку з цим значно послаблюється здатність полімера до термоокислювальної деструкції від 150 до 220<sup>0</sup>С. Останнє є досить важливим, оскільки підвищення температури деструкції на 70<sup>0</sup>С значно розширює можливості вибору оптимальних баротермочасових режимів переробки полімера і полімерних композиційних матеріалів на його основі у виробі.

Стеорат свинцю є ефективним стабілізатором структури і властивостей ПВХ.

### **Хід роботи**

1. Ознайомитись з будовою і принципом роботи приладу ДКК та інструкцією для його експлуатації.



2. Ознайомитись з методиками визначення термодинамічних (питома теплоємність, температура і температурний інтервал склування, температура деструкції) і релаксаційних характеристик.
3. Підготувати зразки ПВХ і ПВХ + стеорат свинцю відповідно до вимог інструкції для експлуатації калориметра.
4. Провести зважування зразків з точністю до 0,01 г.
5. Підготувати калориметр до роботи. Перевірити наявність льоду в посудині Дьюара перед вимірюванням температури диференціальною термопараю.
6. Вмістити у вимірювальну комірку калориметра зразок ПВХ; провести вимірювання в інтервалі температур  $40 \div 190$  °С. Звільнити комірку калориметра від зразка.
7. Вмістити зразок ПВХ – стеорат свинцю в комірку калориметра; провести вимірювання в інтервалі  $40 \div 250$  °С.
8. Провести розрахунок питної теплоємності досліджуваних зразків.
9. Побудувати графіки залежності  $C_p = f(T)$  для обох зразків .
10. Визначити температуру склування, інтервал склування і температуру деструкції досліджуваних матеріалів. Одержані значення занести в таблицю .
11. Визначити енергію активації, частоти сегментальної рухливості і рівень кооперованості сегментальної рухливості досліджуваних матеріалів. Одержані дані занести в таблицю .
12. Порівняти термодинамічні і релаксаційні характеристики ПВХ і ПВХ, що містить стабілізатор.
13. На основі одержаних результатів зробити висновки про вплив стабілізатора на молекулярну рухливість і термодинамічні властивості полімера.

### Приклад

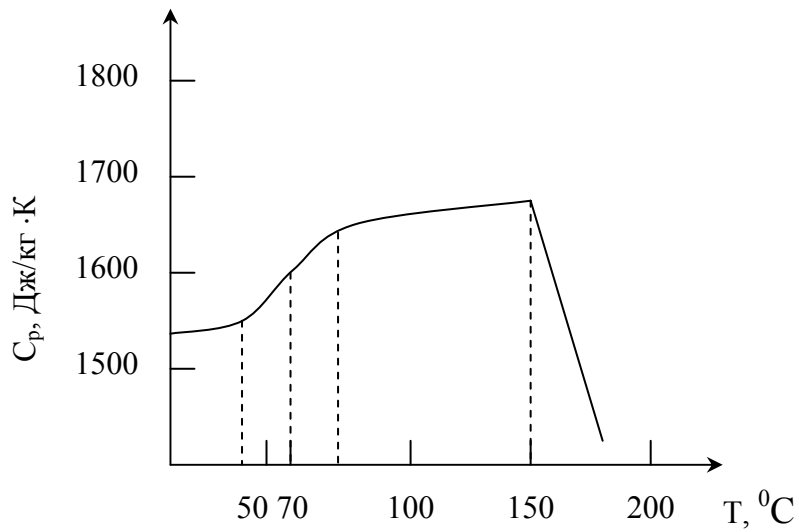


Рис. 2.16

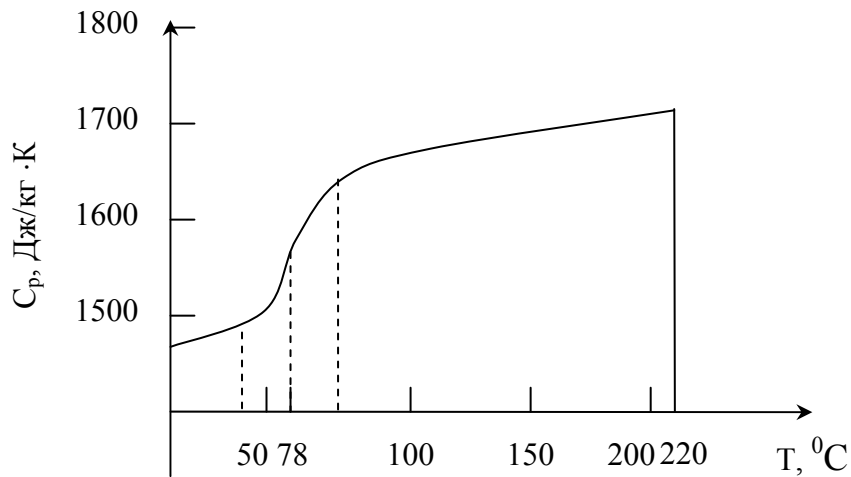


Рис. 2.17

Термограми зразків: рис. 1. – ПВХ; рис. 2. – ПВХ + стеорат свинцю.

Таблиця. Порівняння термодинамічних характеристик досліджуваних зразків

№ з/п	Характеристика	ПВХ	ПВХ + стеорат свинцю
1.	Температура склування	70 °С	78 °С
2.	Температурний інтервал склування	22 °С	18 °С
3.	Температура деструкції	150 °С	220 °С
4.	Стрибок теплоємності при склуванні	80 Дж/кг · К	60 Дж/кг · К

Таблиця. Вплив стеората свинцю на релаксаційні характеристики процесу склування ПВХ

№ з/п	Властивість	ПВХ	ПВХ + стеорат свинцю
1.	Енергія активації	61 КДж/моль	70 КДж/моль
2.	Частота коливань	$5 \cdot 10^{-12}$ с	$6,1 \cdot 10^{-12}$ с
3.	Рівень кооперованості	8,7	9,5

### Контрольні запитання

1. Визначити температурні інтервали експлуатації та переробки полімерних матеріалів у виробі ПВХ і ПВХ, що містить стабілізатор.
2. Чим можна пояснити причину зміни релаксаційних характеристик при введенні стабілізатора?
3. Чим відрізняється характер сегментальної рехливості обох зразків?
4. Про що свідчить зміна рівня кооперованості та сегментальної рухливості полімера?

### Техніка безпеки

Перед виконанням лабораторної роботи ознайомитися з правилами дотримання вимог охорони праці, техніки безпеки, протипожежної техніки на робочому місці.

### Розділ 3. ТЕПЛОВЕ РОЗШИРЕННЯ ТВЕРДИХ ТІЛ. ФІЗИЧНІ ОСНОВИ ТЕПЛОВОГО РОЗШИРЕННЯ

Природа сил взаємодії між атомами добре відома. Це електричні сили притягання і відштовхування позитивно і негативно заряджених частинок (електронів і ядер). Сили діють одночасно, суттєво і по-різному залежать від відстані між ними. Теплове розширення твердих тіл пов'язане з характером такої залежності. Теплове розширення з'являється лише в системі, що характеризується асиметричною результуючою кривою потенціальної енергії взаємодії між атомами решітки як внаслідок коливань фононного спектру. Міра зміни об'єму характеризується температурним коефіцієнтом об'ємного розширення (ТКОР). За визначенням ТКОР відносна зміна об'єму при нагріванні тіла на 1 К:

$$\beta = \frac{1}{V} \left( \frac{\partial V}{\partial T} \right)_p,$$

де  $V$  – об'єм твердого тіла.

Можливі два способи теоретичного розгляду теплового розширення кристалів: мікроскопічний і феноменологічний (термодинамічний).

В основу мікроскопічного підходу покладена найпростіша двоатомна модель. Вона достатньо успішно пояснює механізм Я. Френкелем і Фермі для побудови елементарної теорії теплового розширення кристалів.

Розглянемо в рамках цієї моделі взаємодію двох атомів, що знаходяться в стані рівноваги: сила притягання між ними дорівнює силі відштовхування (рис.3 1). Якщо покласти, що один атом закріплений, а другий виведений з положення рівноваги, то він буде коливатися відносно деякого середнього положення (точка 0).

При низьких температурах ( $T \rightarrow 0$ ) амплітуда коливань атомів мала і значно менше від середніх міжатомних відстаней. Інтенсивність взаємодії між атомами мала. Коливання атомів при цьому близькі до гармонічних. Збільшення температури тіла веде до зростання амплітуди коливань атомів. За кімнатних температур амплітуда коливань атомів складає уже близько 0,1

міжатомних відстаней  $i$  має величину порядку  $0,1-0,2$  А. За таких умов інтенсивність взаємодії між атомами зростає, що обумовлює зростання асгармонізму в характері взаємодії. Останнє веде до зростання середніх міжатомних відстаней внаслідок переважання сил відштовхування над силами притягання. Однак, сам факт розширення тіл при нагріванні ще не впливає з факту збільшення амплітуди коливань. Нехай горизонтальна пряма  $a$  (рис. 3.1) зображає рівень енергії атома в кристалічній решітці при деякій температурі.

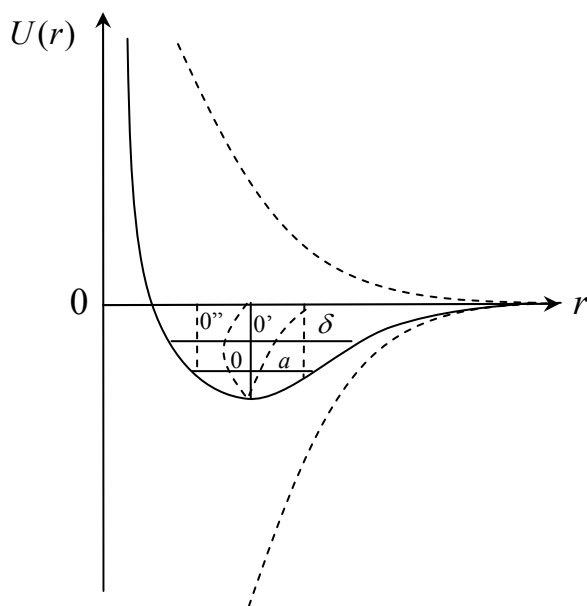


Рис. 3. 1

Точка дотику цієї прямої з кривою енергії визначає крайні положення  $r_1$  і  $r_2$ , яких набуває атом під час коливань. Точка  $0$  визначає положення рівноваги атома при даній температурі. З підвищенням температури атом зміщується на більш високий енергетичний рівень, що визначається прямою  $\delta$ . Йому відповідає збільшення амплітуди коливань атома. У зв'язку з асиметрією кривої енергії точка  $0'$  прямої  $\delta$  зміщується відносно точки  $0$  вправо. Це означає, що відбувається зміщення положення рівноваги атома: міжатомні відстані зростають, чим і обумовлюється розширення кристала при нагріванні. Отже, причиною збільшення лінійних розмірів твердого тіла при нагріванні є не збільшення амплітуди коливань атомів, а збільшення міжатомних відстаней, що характеризують положення рівноваги.

Причиною збільшення міжатомних відстаней, тобто виникнення теплового розширення твердих тіл є наявність ангармонічного характеру коливань атомів. Потенціальну енергію двох сусідніх атомів, що знаходяться в коливному русі, при зміщенні їх на відстань  $x$  від положення рівноваги при 0 К можна подати у вигляді:

$$U_{(x)} = fx^2 - gx^3 - hx^4,$$

де  $f$  – коефіцієнт квазіпружності сили ( $f = -fx$  для випадку гармонічних коливань);  $g$  – коефіцієнт ангармонічності; член  $gx^3$  – враховує асиметрію взаємного відштовхування;  $hx^4$  – характеризує „пом'якшення” коливань при великих амплітудах.

Якщо зміщення атомів від положення рівноваги  $x$  малі, то членами, що містять  $x^3$  та  $x^4$ , можна знехтувати в порівнянні з членом з  $x^2$ , і коливання будуть гармонічними. За умов, коли реалізуються порівняно великі зміщення від положення рівноваги, коливання стають ангармонічними і знехтувати цими членами неможливо.

Знайдемо середнє зміщення  $\langle x \rangle$  атомів від положення рівноваги, що визначає зміну розмірів тіла при зміні температури. Для цього скористаємося функцією розподілу Больцмана. Вона дозволяє провести усереднення значень будь-якої фізичної величини з врахуванням термодинамічної імовірності відповідних значень. Тоді:

$$\langle x \rangle = \frac{\int_{-\infty}^{+\infty} x \cdot \exp[U(x)/kT] dx}{\int_{-\infty}^{+\infty} \exp[U(x)/kT] dx}.$$

Якщо зміщення атомів достатньо мала величина (мала ангармонічність коливань), то підінтегральні функції виразу можна розкласти в ряд і середнє зміщення  $\langle x \rangle$  визначається співвідношенням:

$$x = \frac{3kT}{4\langle f_2 \rangle} = E_t,$$

де  $E_t$  – теплове розширення.

Температурний коефіцієнт об'ємного розширення за умови ізотропності твердого тіла:

$$\beta = 3\alpha \frac{3kg}{f^2},$$

де  $\alpha$  – температурний коефіцієнт лінійного розширення (ТКЛР) якщо ангармонізм відсутній ( $g = 0$ ) і атоми коливаються за гармонічним законом, - термічний коефіцієнт розширення  $\beta = 0$ .

Використання двоатомної моделі для побудови елементарної теорії теплового розширення твердих тіл, а також моделі, що розглядає теплове розширення лінійного ланцюга атомів, дали задовільний кількісний результат визначення величини ТКОР. Було встановлено, що ТКОР при зміні температури змінюється пропорційно до теплоємності, тобто  $\beta(T) \sim C(T)$ .

Розгляд питання про теплове розширення можливий також із позицій термодинаміки. Із співвідношенням, що пов'язує термодинамічні величини, випливає:

$$\left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_p = -\left(\frac{\partial S}{\partial P}\right)_T,$$

де  $S$  – ентропія;  $P$  – тиск.

Скориставшись перетворенням за допомогою якобіанів, одержуємо:

$$\left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_p = -\left(\frac{\partial S}{\partial V}\right)_T \cdot \left(\frac{\partial V}{\partial P}\right)_T,$$

або

$$\frac{\beta}{\chi_T} = \left(\frac{\partial S}{\partial V}\right)_T$$

де  $\chi_T = -\frac{1}{V} \left(\frac{\partial S}{\partial P}\right)_T$  – ізотермічне стиснення.

Оскільки теплоємність при постійному об'ємі

$$C_V = \frac{1}{T} \left(\frac{\partial S}{\partial T}\right)_V,$$

то з попереднього рівняння

$$\beta = -\left(\frac{\partial \ln T}{\partial \ln V}\right)_s \cdot \frac{C_V \chi_T}{V},$$

де

$$-\left(\frac{\partial \ln T}{\partial \ln V}\right) = \gamma.$$

Тут  $\gamma$  – характеризує зміну температури тіла при адіабатичній зміні об'єму.

На основі рівняння стану, одержаного Мі для одноатомного тіла, Грюнайзен вивів фундаментальний закон, що пов'язує ТКОР з іншими термодинамічними характеристиками:

$$\beta = \gamma \frac{C_V}{V} \chi_T.$$

Оскільки параметр Грюнайзена з певним наближенням не залежить від температури, а  $\chi_T$ ,  $V$  є слабкими функціями температури, то температурний хід ТКОР буде визначатися температурними змінами теплоємності  $C_V$ . Це означає, що при  $T \rightarrow 0$  ТКОР теж прямує до нуля. При високих температурах ТКОР прямує до сталої величини.

Експериментальні дані ТКОР, одержані в широкому температурному інтервалі, показали, що в області низьких температур  $\beta$  при охолодженні зменшується швидше, ніж це впливає із закону Грюнайзена. В області високих температур він продовжує повільно зростати.

Постійна Грюнайзена  $\gamma$  є важливим параметром в теорії твердого тіла. Вона пов'язує між собою різні термодинамічні величини. Параметр Грюнайзена  $\gamma$  є мірою ангармонічності сил, що діють в кристалі, оскільки останні величини, що входять в рівняння стану, одержують в гармонічному наближенні.

Разом з тим, ТКОР пов'язаний з вільною енергією термодинамічним співвідношенням:

$$\beta = \frac{1}{V} \left( \frac{\partial^2 F}{\partial P \cdot \partial T} \right).$$



Якщо враховувати, що вільна енергія є функцією адитивною, то для твердого тіла ця функція може розглядатися як сума вільних енергій: кристалічної решітки (фононів), електронного газу, магнетонів та ін., тобто:

$$F = F_L + F_e + F_m + \dots$$

ТКОР теж буде величина адитивна:

$$\beta = \beta_L + \beta_e + \beta_m + \dots$$

Індекси  $L$ ,  $e$  і  $m$  означають відповідно вміст: складової решіток, електронної та магнітної складових. Параметр Грюнайзена при цьому не є адитивною функцією і визначається як середньостатистична функція окремих складових  $\gamma_K$ :

$$\gamma = \frac{\sum_K \gamma_K C_K}{\sum_K C_K},$$

де  $C_K$  – теплоємність складових.

При різних температурах для різних речовин решіткова, електронна і магнітна складова вмісти ТКОР будуть різні. Як правило, для температур  $T > 0,1\Theta$  основну роль в тепловому розширенні відіграє решіткова складова. В області низьких температур  $T < 0,1\Theta$ , наприклад для металів, вміст електронної складової стає порівняним з решітковим і за умови, коли  $T \rightarrow 0\text{K}$ , – стає визначальним. Для магнетинів магнітний вміст може бути порівняним з решітковою та магнітною складовими.

ТКОР при нагріванні, як правило, є додатковою величиною. Однак, деякі речовини (кальцій, телур, цинк, селен, йодид срібла та ін.) мають від'ємний ТКОР. Для кристалів алмазу, сфалериту прояв негативного значення ТКОР пояснюється особливостями фононного спектру коливань. Прояв від'ємного коефіцієнта теплового розширення можна виявити на прикладі взаємодії двох атомів. При деяких значеннях повної енергії характер взаємодії атомів змінюється так, що коефіцієнт ангармонічності змінює знак і набуває від'ємного значення. Це означає, що при зміні відстані між частинками сили притягання зростають швидше, ніж сили відштовхування. В результаті при

температурах, що відповідають цьому значенні повної енергії, коефіцієнт теплового розширення стає від'ємним, тобто із збільшенням температури відстань між атомами зменшується. Максимальне абсолютне значення від'ємного ТКОР відповідає перегину на кривій потенціальної енергії вліво.

Вид потенціалу взаємодії частинок в твердому тілі визначається характером розподілу частот фононного спектру. Знак коефіцієнта теплового розширення визначається знаком похідної  $\frac{\partial \mathcal{G}}{\partial P}$ . При  $\frac{\partial \mathcal{G}}{\partial P} = 0$  ТКОР – додатня величина. Однак, можливий і такий випадок, при якому для високих частот  $\left(\frac{\partial \mathcal{G}}{\partial P}\right)_p > 0$ , для низьких частот виконується умова  $\left(\frac{\partial \mathcal{G}}{\partial P}\right)_p < 0$ , що є визначальною, і ТКОР  $\beta$  буде, як наслідок, від'ємною величиною.

Нагадаємо, що ТКОР пов'язаний з іншими термодинамічними величинами співвідношенням Грюнайзена :

$$\beta_L = \gamma_L \frac{C_{VL} \chi_T}{V}.$$

Всі величини, що входять в праву частину цього рівняння є величинами додатніми. Отже, знак коефіцієнта розширення буде визначатися знаком параметра Грюнайзена  $\gamma_L$ . Він  $\gamma_L$  визначається як середнє із всіх  $\gamma_i$ , що відповідає частотам нормальних коливань фононного спектру. При цьому

$$\gamma_i = -\frac{d \ln \mathcal{G}_i}{d \ln V}, \quad \text{Тобто, остаточно, знак } \gamma_i, \text{ а отже, і } \gamma \text{ і } \beta$$

визначаються знаком похідної  $\frac{d \mathcal{G}_i}{d V}$ .

### Особливості теплового розширення високомолекулярних тіл

Для ізотропних твердих тіл і кристалів з кубічною решіткою теплове розширення ізотронне. В рівноважних умовах вони займають об'єм, якому відповідає мінімум вільної енергії. Положення мінімуму вільної енергії змінюється при зміні температури лише внаслідок зміни коливальної ентропії при зміні об'єму:

$$\beta K_T = - \left[ \frac{\partial}{\partial V} \left( \frac{\partial F}{\partial T} \right)_V \right]_T = \left( \frac{\partial S}{\partial T} \right)_T,$$

де  $K_T$  – модуль об'ємного стиснення. Знак похідної  $\left( \frac{\partial S}{\partial T} \right)_T$  вказує на те, стискається чи розширюється тіло при нагріванні. Тверде тіло розширюється при нагріванні, якщо  $\left( \frac{\partial S}{\partial T} \right)_T$  додатня величина, і стискається, якщо вона від'ємна.

Теплове розширення анізотропних кристалів анізотропне. Поряд із зміною об'єму для них властива зміна форми.

Для більшості кристалів головні коефіцієнти теплового розширення додатні, що обумовлює виникнення еліпсоїда розширення. Однак для деяких кристалів (кальцій, телур, цинк, селен) коефіцієнти теплового розширення в деяких напрямках в певному температурному інтервалі від'ємні, що призводить до прояву складних поверхонь теплового розширення. Таким чином, теплове розширення твердих тіл, а також інших теплових властивостей (теплопровідність, температуропровідність) відображенням сил, що діють між структурними елементами, і особливостей динаміки з'єднання їх між собою. Тензор теплового розширення анізотропних структур характеризує анізотропію діючих сил між ними.

Таким чином, від'ємний ТКОР з'являється внаслідок прояву дальнодіючих сил зв'язку в кристалі. Ці сили, що виникають при поляризації атомів, призводять до пониження частот коливань акустичних віток фононного спектру поблизу зони Бриллюена  $\gamma_i$ , що відповідають цим частотам, мають малі додатні значення для поздовжніх коливань і від'ємні значення – для поперечних коливань. В результаті середні значення параметра Грюнайзена  $\gamma_L$  зменшуються і можуть набувати від'ємних значень в температурній області, де їх вміст є переважаючим.

Разом з тим, треба мати на увазі, що параметри Грюнайзена, визначені експериментально, залежать від методу дослідження. Зокрема,  $\gamma_L$ , одержані з

акустичних вимірювань, є адіабатичними; одержані методом об'ємного стиснення або теплопровідності, – ізотермічними. Слід чекати, що адіабатичні значення будуть дещо більші (~10%), ніж ізотермічні. Параметри Грюнайзера для окремих коливальних мод розрізняються на кілька порядків, демонструючи залежність від чистоти: моди більш високих частот характеризуються меншими значеннями  $\gamma_L$ , оскільки в меншій мірі залежать від наростаючої при стисненні міжмолекулярної взаємодії.

Ланцюгова будова макромолекул полімерів є причиною високої локальної анізотропії фізичних властивостей, в тому числі і теплового розширення. Значна відміна потенціалів внутрішньо- та міжланцюгової взаємодії обумовлює значну анізотропію теплового розширення кристалічних решіток полімерів. Більше того, теплове розширення вздовж ланцюгів макромолекул може бути взагалі відсутнім при низьких і кімнатних температурах, оскільки можливе розморожування лише крутильних і деформаційних коливань. Як показав Лівшиць, збудження деформаційних коливань має також призвести до прояву від'ємних ТКЛР вздовж ланцюгів макромолекул та площин шаруватих структур внаслідок прояву в них специфічного мембранного ефекту.

Він не пов'язаний з особливостями молекулярної будови цих структур, а передбачає лише наявність високої анізотропії сил взаємодії між ланцюгами або шарами і вздовж них, що веде до прояву хвиль прогину з особливим законом дисперсії в довгохвильовій частині спектру.

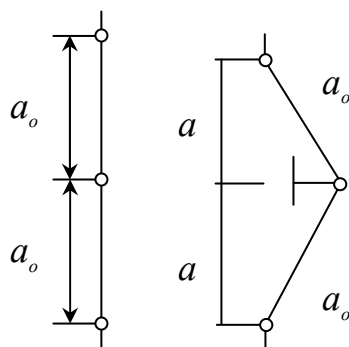


Рис.3.2 Схема зміни поздовжнього розміру нерозтяжного ланцюга за умови поперечних коливань

Які наслідки може мати наявність від'ємного температурного коефіцієнта теплового розширення вздовж осі макромолекули для частково кристалічного полімера? Для блочних неорієнтованих кристалічних полімерів їх прояв не виявляється на макроскопічному рівні принаймні з двох причин. По-перше, від'ємні коефіцієнти значно менші за абсолютними значеннями у порівнянні з додатними коефіцієнтами, що проявляють себе в напрямі двох інших осей, і призводять до позитивного ТКОР.

Враховуючи статистичний розподіл кристалітів в блочних зразках, а отже, і осей макромолекул, стає очевидним, що ТКОР в будь-якому напрямі зразка макроскопічних розмірів виявляється позитивним. Друга причина обумовлена наявністю аморфних областей в кристалічних полімерах. Оскільки ТКОР є адитивна величина:

$$\beta = \beta_{ам} (I - W) + \beta_{кр} \cdot W ,$$

де  $W$  – ступінь кристалічності.

При  $T < T_C$ ,  $\beta_{ам} \sim \beta_{кр}$ . Проте на відміну від кристалів для аморфних областей немає підстав чекати помітної анізотропії теплового розширення в макрооб'ємах з лінійними розмірами 10-20 нм, характерними для розмірів кристалітів, і аморфних областей із звичайною ступіннюва кристалічності. При  $T > T_C$   $\beta_{ам} \sim (3-8) \cdot \beta_{кр} > 0$ . Тому навіть при високій ступені кристалічності вміст  $\beta_{ам}$  в загальний ТКОР буде значним. Для неорієнтованих частково-кристалічних полімерів теплове стиснення вздовж макромолекул не проявляється. Зроблений висновок ні в якій мірі не стосується одно-чи двоосно орієнтованих полімерів. Полімери в такому стані при нагріванні можуть скорочуватись вздовж однієї чи двох осей. ТКЛР вздовж третьої осі буде додатним і значно перевищуватиме відповідний показник ізотропного зразка. Природа цього явища, виходячи з двофазної моделі кристалоаморфних полімерів, виявляється складнішою .

## **Лабораторна робота №9. ВИВЧЕННЯ ОСНОВ ДИЛАТОМЕТРІЇ. ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСУ СКЛУВАННЯ АМОРФНИХ ТІЛ**

**Мета:** Ознайомитись з фізичними основами та закономірностями процесу теплового розширення твердих тіл, та особливостями розширення в процесі склування.

### **Завдання:**

1. Ознайомитись із загальними закономірностями процесу теплового розширення твердих тіл.
2. Ознайомитись з особливостями процесу теплового розширення аморфних тіл.
3. Вивчити будову та принцип дії дилатометра.
4. Дослідити температурну залежність температурного коефіцієнта лінійного розширення (ТКЛР) в околі температури силювання.
5. Визначити температуру силювання, температурний інтервал силювання та коефіцієнт вільного об'єму.
6. Оцінити похибки вимірювань.

**Прилади та матеріали:** 1. Лінійний дилатометр. 2. Мікрометр. 3. Набір еталонних пластин. 4. Досліджуваний зразок.

### **Література:**

1. Стрелков П.Г., ЖНХ. 1, вып. 6. 1350с.
2. Бартенев Г.М., Ремизова А.А., Тэви С.А., ЖФХ, №7, 1967.
3. Абрамов С.К., Лазарев И.И., Заводская лаборатория, №9, 1966, 1156 с.
4. Барановский В.М., Левандовский В.М., в сб. «Физика твердого тела», Киев, КГПИ, 1972, 143 с.
5. Годовский Ю.К. Теплофизика полимеров. – М.: Химия, 1982. – 283 с.
6. Годовский Ю.К. Теплофизические методы исследования полимеров. – М.: Химия, 1976.
7. Зайдель А.Н. Элементарные оценки ошибок измерения. – М.: Наука, 1965.

## Теоретичні відомості та опис приладу

Теплове розширення виражає зміну розмірів та об'єму тіл, зумовлену зміною температури. Будь-яке підвищення температури призводить до зміни характеристик коливань атомів навколо фіксованих (в твердих тілах) положень рівноваги. При розгляді теплового розширення припущення про те, що коливання атомів мають гармонічний (наприклад синусоїдальний) характер, є недостатнім. Головною причиною теплового розширення твердих тіл є ангармонічний характер коливань атомів.

Потенціальну енергію двох сусідніх атомів, що коливаються при зміщенні їх на відстань  $x$  від положення рівноваги можна подати у вигляді:

$$U(x) = fx^2 - gx^3 - hx^4$$

де  $f$  – коефіцієнт квазіупругої сили;  $g$  – коефіцієнт ангармонічності коливань,  $h$  – коефіцієнт згладжування коливань при великих амплітудах.

Другий доданок в правій частині враховує асиметрію взаємного відштовхування, третій – “пом'якшення” коливань при великих амплітудах.

Якщо зміщення атомів від положення рівноваги малі, то другим та третім доданками можна знехтувати, тоді коливання будуть гармонічними. При помітних амплітудах коливань цими доданками знехтувати не можна. Коливання в цьому випадку будуть ангармонічними.

Знайдемо середнє значення відхилення атомів від положення рівноваги, яке визначає зміну розмірів тіла при зміні температури. Для цього використовують функцію розподілу Больцмана, яка дозволяє провести усереднення значення фізичної величини з урахуванням термодинамічної  $\beta$  імовірності відповідних значень:

$$x = \int \exp\left[-\frac{U(x)}{kT}\right] dx$$

Якщо зміщення атомів досить малі (мала ангармонічність їх коливань), то підінтегральний можна розкласти в ряд, а для середнього зміщення отримати вираз:

$$x = \frac{3kTg}{4f^2}$$

Термічний коефіцієнт об'ємного розширення тоді має значення:

$$\beta = \alpha \frac{3kTg}{4f^2}$$

де  $\alpha$  – термічний коефіцієнт лінійного розширення.

Якщо ангармонізм відсутній ( $g=0$ ) і атоми коливаються за гармонічним законом, то ТКЛР дорівнює 0. У рівноважному стані коливання решітки відбуваються таким чином, що тверде тіло займає об'єм, якому відповідає мінімум енергії Гельмгольца (вільної енергії). При підвищенні температури збільшується ангармонізм коливань атомів решітки, Ангармонічні члени виразу для потенціальної енергії створюють свій внесок в її значення, що робить її відмінною від мінімальної. Внаслідок цього виникає термодинамічна рушійна сила, яка вимагає зміни розмірів тіла доти, доки потенціальна енергія не досягне мінімуму. Такі процеси не завжди мають неперервний та монотонний характер, оскільки на їх протікання накладаються ефекти, пов'язані із розморожуванням нових ступенів вільності. Оскільки ці процеси мають певний бар'єрний характер (нова ступень вільності теплового руху вивільнюється тоді, коли енергія теплових коливань, що зумовлена температурою, знаходиться у певному співвідношенні до енергії активації відповідного процесу), то при певній температурі ТКЛР змінюється стрибкоподібно.

Розрізняють середній інтегральний:

$$\alpha_{сеп} = \frac{1(l_1 - l_2)}{l_{ст}(t_1 - t_2)}$$

та середній диференціальний коефіцієнти розширення. Тут  $l_1$  – довжина при температурі  $t_1$ ,  $l_2$  – довжина при температурі  $t_2$ ,  $l_{ст}$  – довжина при так званій стандартній температурі (частіше всього за неї беруть температуру початку досліду або кімнатну температуру). Якщо розглядуваний температурний інтервал не прямує до нуля, тобто температура початку розглядуваного інтервалу до температури його закінчення, то ТКЛР стає середнім



інтегральним. Оскільки ТКЛР аморфних тіл часто залежить від температури, то нерідко користуються істиним ТКЛР при даній температурі, який природно визначається співвідношенням:

$$\alpha = \frac{1dl}{ldt}$$

Таким чином, всі методи визначення ТКЛР зводяться до вимірювання лінійних розмірів тіла при різних температурах та вимірювання цих температур.

Найбільш характерною температурою для аморфних тіл є температура силювання. Склуванням для низькомолекулярних тіл називається процес переходу із рідкого стану в склоподібний. Під склуванням для високомолекулярних тіл розуміють перехід із в'язкоплинного стану в склоподібний. Поява при цій температурі додаткових ступенів вільності теплового руху призводить до стрибкоподібної зміни ТКЛР.

Графік залежності довжини тіла та відповідна залежність середнього інтегрального коефіцієнта лінійного розширення від температури в цьому випадку має вигляд наведений на рис. 3.1.

Наростання ангармонізму коливань призводить до зменшення щільності пакування атомів та молекул речовини, що збільшує так званий вільний об'єм, тобто об'єм не зайнятий атомами чи молекулами.

Для оцінки вільного об'єму Сімха та Бойер запропонували підрахунок коефіцієнта вільного об'єму:

$$k = (\beta_1 - \beta_2)T_{скл}$$

де:  $\beta_1$  та  $\beta_2$  – відповідно коефіцієнти об'ємного розширення після та до силювання,  $T_{скл}$  – температура силювання. Величина  $k$  може розглядатися як частка вільного об'єму по відношення до всього об'єму.

Відповідно до теоретичних уявлень вона повинна бути близькою до 0,113. Якщо на досліді вимірюють ТКЛР, то, враховуючи зв'язок  $\beta = 3\alpha$  маємо:

$$k = 3(\alpha_1 - \alpha_2)T_{скл}$$

Прилади призначені для вимірювання температурних коефіцієнтів розширення (дилатометри) можна поділити на дві групи. Одні з них призначені для абсолютних вимірювань ТКЛР.

$l$

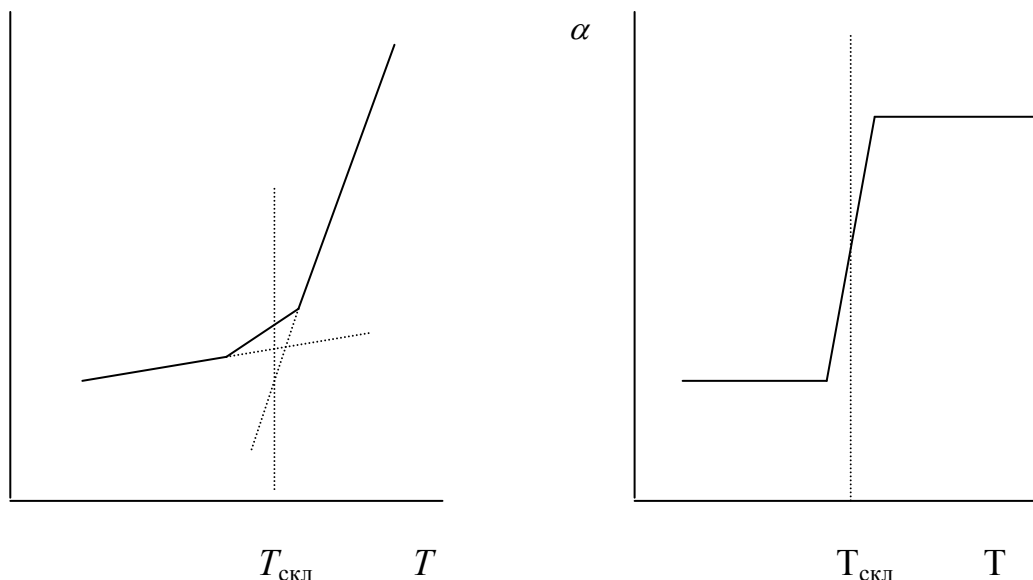


Рис.3.1. Температурні залежності лінійних розмірів та ТКЛР в околі температури силювання

За їх допомогою вимірюють безпосередньо лінійні розміри зразка при різних температурах. Інші дилатометри призначені для проведення відносних вимірювань, коли для визначення лінійних розмірів використовують метод порівняння з еталоном, лінійки розміри якого при різних температурах заранньо визначені абсолютним методом.

На рис.3.2 подана блок-схема лінійного дилатометра. Лінійний дилатометр складається з контейнера для зразка 1, зразка – 2, рухомого штока – 3, платформи з немагнітного матеріалу – 4, нагрівника – 5, диференціальної термопари – 6, датчика вимірювача довжини – 7, вимірювача довжини – 8, само пишучого потенціометра –9, системи нагрівання та охолодження – 10.

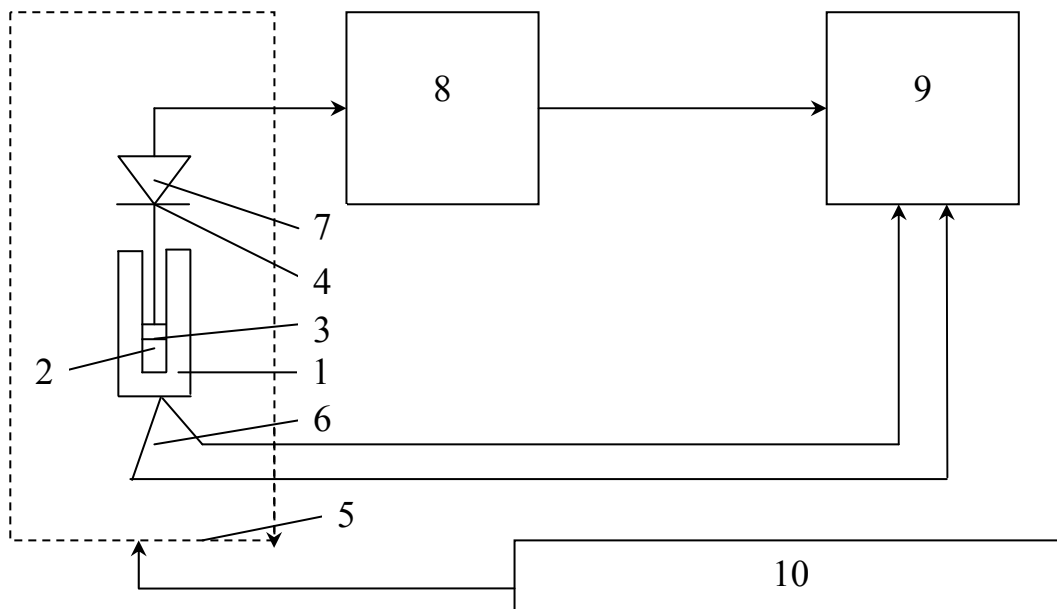


Рис. 3.2. Блок-схема лінійного дилатометра

Система нагрівання та охолодження забезпечує режими нагрівання та охолодження близькі до лінійного режиму за рахунок подачі на нагрівник напруги, зростаючої у часі. При нагрівання лінійні розміри зразка зростають, зразок піднімає штовхач з платформою. Індикатор – вимірювач забезпечує вимірювання цього зміщення, тобто фіксує зміну розмірів зразка.

Принцип дії індикатора – вимірювача базується на вимірюванні індуктивності котушки індуктивності, що входить до його складу. Наближення платформи до індикатора приводить до збільшення індуктивності, оскільки при цьому платформа відіграє роль осердя котушки індуктивності. Це викликає зміну вихідного сигналу вимірювача. Одночасно фіксується температура зразка за допомогою диференціальної термопари. Сигнали термопари та системи виміру довжини подаються на само пишучий потенціометр та фіксуються на його діаграмній стрічці. Вигляд діаграмної стрічки з результатами дослідження подані на рис. 3.3.

Для одержання значень температури та відповідної їй зміни довжини зразка відстані до відповідних ліній на стрічці (у мм) переводять у відповідні значення за таблицями .

Не дивлячись на те, що вимірювальна комірка виготовлена із сплаву з дуже малим коефіцієнтом лінійного розширення, наявність температурного поля та

певна конструкція комірки вимагають врахування внеску власного розширення комірки у загальну зіну, яка фіксується приладом. Для цього проводять вимірювання ТКЛР еталонів, тобто матеріалів теплове розширення яких відоме.

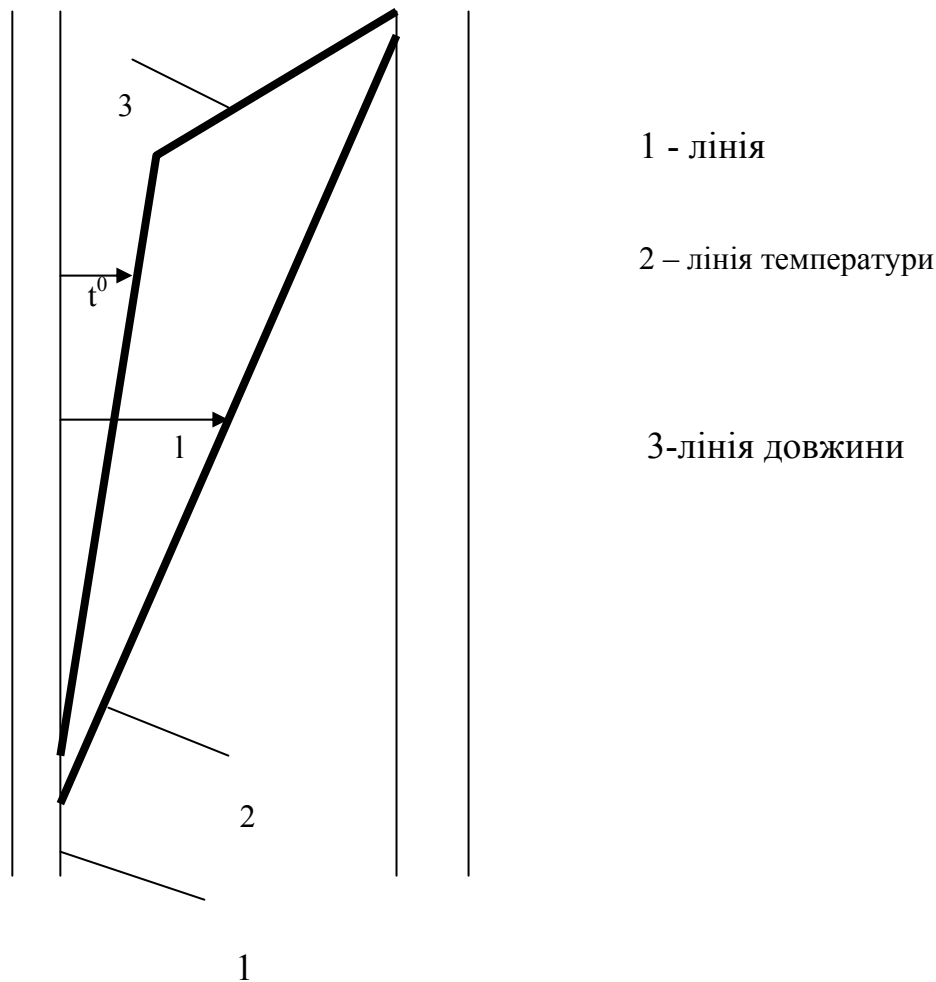


Рис. 3.3. Вигляд запису на стрічці само пишучого потенціометра

Так, вимірювання ТКЛР плавленого кварцу для даного дилатометра приводить до співвідношення:

$$\alpha_{\text{ист}} = \alpha_{\text{вим}} + \frac{0,016}{260 l_{\text{ph}}}$$

### Хід роботи

1. Викрутити нижню частину комірки та, вимірявши довжину досліджуваного зразка, помістити його в комірку.

2. Помістити та зафіксувати комірку в термодіафрагмі.
3. Заповнити об'єм посудини Д'юара танучим льодом та вмістити туди холодний спай термопари.
4. Ввімкнути блок вимірювача довжини та прогріти його на протязі 20-25 хв.
5. Вмістити в проміжок між платформою та штокам еталонну пластину 100 мкм та ручкою "Чувствительность" встановити стрілку вимірювального пристрою на відмітку 100 мкм.
6. Вийняти пластину, привести індикатор в дотик з платформою та ручкою "Уст 0" встановити стрілку індикатора на відмітку 0 мкм.
7. Повторити вказані дії 5 разів.
8. Ввімкнути тумблер "Прибор" самозаписуючого потенціометра. Прогріти його 3 хв.
9. Ввімкнути блок живлення та годинковий механізм.
10. Ввімкнути нагрів термокамери та тумблер "Диаграмма" потенціометра
11. Записувати покази до досягнення температури  $125^{\circ}\text{C}$ .
12. За допомогою лінійки та таблиці 1 визначати температуру через кожні  $5^{\circ}\text{C}$ . Для кожного значення температури визначити значення видовження зразка.
13. Занести значення температури та видовження в таблицю.
14. Визначити середній інтегральний ТКЛР зразка до та після силювання.
15. Побудувати графіки залежності довжини зразка від температури та температурну залежність ТКЛР.
16. Визначити температуру та температурний інтервал силювання.
17. Визначити коефіцієнт вільного об'єму та перевірити правило Сімхи-Бойєра.
18. Оцінити похибки вимірювань та зробити висновки.

### **Контрольні запитання**

1. Розкрити суть явища теплового розширення.
2. Що таке ТКЛР?
3. Яка природа теплового розширення тіл?

4. Які основні етапи теплового розширення аморфних тіл?
5. Що таке вільний об'єм?
6. Фізичний зміст коефіцієнта вільного об'єму?
7. Що таке температура силювання?
8. Чим відрізняється силювання від плавлення?
9. Як називаються прилади для дослідження теплового розширення:?
10. Чому коефіцієнти лінійного та об'ємного розширення до силювання мають менші значення ніж після?
11. Чи можливе від'ємне значення ТКЛР?
12. Яким з методів – абсолютним чи відносним ви користувались?
13. Який ТКЛР ви визначили?
14. Як ви будете оцінювати похибки для такого типу вимірювань?

**ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №10. ВИВЧЕННЯ ЯВИЩА ТА  
ДОСЛІДЖЕННЯ ПАРАМЕТРІВ ТЕРМІЧНОГО СТИМУЛЬОВАНИХ  
КОЛИВАНЬ ЕЛЕМЕНТІВ СТРУКТУРИ КОМПОЗИЦІЙНИХ  
МАТЕРІАЛІВ**

**Мета:** Ознайомитись з фізичними основами процесу теплового розширення твердих тіл та умовами виникнення явища термічно стимульованих коливань розмірів твердого тіла, що має наповнювач із суперйонним переходом.

**Завдання:**

1. Ознайомитися із загальними закономірностями процесу теплового розширення твердих тіл та сучасними науковими досягненнями, зокрема з фізичними основами виникнення явища термічно стимульованих коливань розмірів в інтервалі температур фазового переходу полімерних композиційних матеріалів з наповнювачами, що мають аномальну дилатометричну поведінку.
2. Вивчити будову та принцип дії вимірювального пристрою і основної її частини – дилатометра.
3. Дослідити температурну залежність ТКЛР ( $\alpha$ ) полімерного композиційного матеріалу (ПКМ) ПХТФЕ – AgI. Побудувати графік залежності  $\alpha = f(T)$  до та в інтервалі фазового переходу AgI.
4. Дослідити параметри дилатометричних коливань ПКМ. Визначити амплітуду, період (частоту) коливань.
5. Ознайомитися з джерелами та оцінкою похибок вимірювань при визначенні ТКЛР ПКМ.

**Література:**

1. Новикова С.И. Тепловое расширение твердых тел. М.: Наука, 1974. – 292 с.
2. Гуревич Ю.Я. Твердые электролиты. М.: Наука, 1986. – 174 с.
3. Годовский Ю.К. Теплофизика полимеров. М.: Химия, 1982. – 280 с.
4. Зайдель А.Н. Элементарные ошибки измерений. М.-Л.: Наука, 1965.

5. Mellander B.E., Bowling J.E. and Baranovski B. Physica Scripta. – 1980, V. 22. – P. 541-544.
6. Левандовський В.В., Горбик П.П., Гаркуша О.М. Термодинамічний спосіб кількісної оцінки взаємодії компонентів полімерних композиційних матеріалів з дисперсними наповнювачами, що мають фазові нестабільності // Сб. трудов 2 Международной научно-технической конференции «Композиционные материалы». К.: НТТУ «КПИ», 2001. – с. 90.
7. Бакунцева М.В., Гаркуша О.М., Горбик П.П., Левандовський В.В., Янчевський Л.К. Особливості поведінки температурного коефіцієнта лінійного розширення системи поліхлортрифторетилен – йодид срібла // Доповіді НАН України. – 2002. – № 9. – С. 95-99.
8. Левандовський В.В., Горбик П.П., Чуйко О.О., Шут М.І., Янчевський Л.К., Гаркуша О.М., Рокицький М.О. Явище збудження дилатометричних автоколивань у високонаповнених композиційних матеріалів // Наукові записки НПУ ім. М.П. Драгоманова. Фізико-математичні науки. – 2002. – № 3. – С. 9-16.

**Прилади і матеріали:** 1. Лінійний дилатометр. 2. Досліджуваний зразок. 3. Мікрометр. 4. Набір еталонних пластин для попереднього градування вимірювального пристрою. 5. Лінійка.

### **Теоретичні відомості**

В околі температури фазового переходу наповнювача ( $T_c = 420\text{K}$ ) у високонаповнених ПКМ при нагріванні виявлено явище термічно стимульованих коливань розмірів низької частоти. Виникнення таких коливань можливе завдяки аномальній дилатометричній поведінці наповнювача, у даному випадку – йодиду срібла (AgI), в складі системи поліхлортрифторетилен (ПХТФЕ) – дисперсійний AgI.

В процесі нагрівання в околі температури фазового переходу AgI значне зменшення розмірів частинок наповнювача за одночасного інтенсивного розширення полімеру, що входить до граничних поверхневих шарів навколо частинок наповнювача, породжує на межі поверхні їх розділу інтенсивну зміну



(зменшення) внутрішнього тиску  $\Delta p$ . Згідно з фазовою діаграмою  $T_c = f(p)$  (рис.3.4) зменшення тиску  $\Delta p$  веде до зростання температури  $T_c$  фазового переходу за тисків  $p < 3000 \cdot 10^5$  Па. Наявність аномальної (спадної) ділянки функціональної залежності  $T_c = f(p)$  для AgI (рис.3.5) є однією з необхідних умов, коли система може збуджуватись в процесі нагрівання, що призводить до виникнення термічно стимульованих дилатометричних коливань. Як видно з рис.3.5, за нагрівання до температури початку фазового переходу наповнювача (точка А) теплове розширення незначне. В області температури фазового переходу AgI КМ починає швидко скорочуватись за рахунок переважаючої дилатометричної поведінки наповнювача при фазовому перетворенні, в порівнянні з полімерною складовою, що фіксується кривою стиснення (АК).

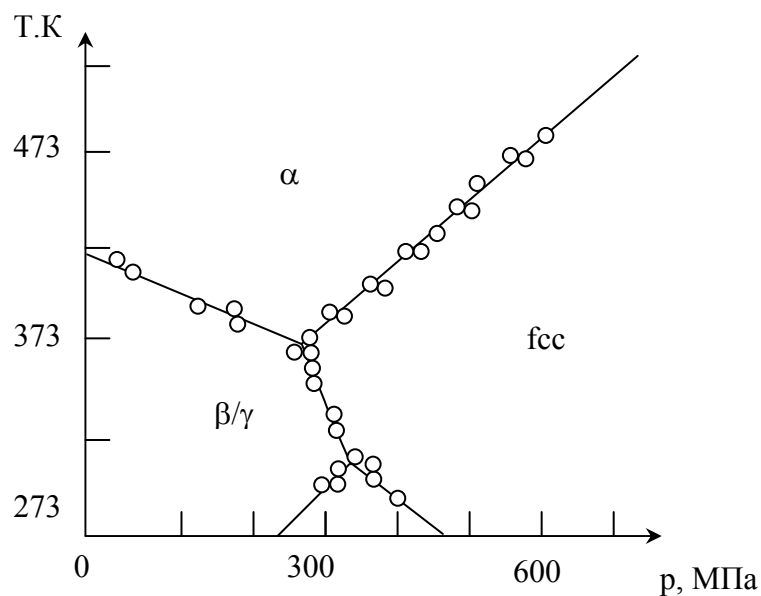


Рис.3.4.

При збільшенні вмісту наповнювача інтенсивність скорочення зразка зростає, що фіксується зміною крутизни відрізка кривої АВ, що пов'язані зі швидкістю зменшення розміру частинок наповнювача і розширенням полімеру в граничних шарах.

Якщо крутизна відрізка кривої АВ, наприклад в околі точки В, стає більшою від критичної (за даної швидкості нагрівання ( $v > v_{кр}$ )), що визначається співвідношенням концентрації наповнювача і полімеру, то

температура фазового переходу  $T_c$ , яка для AgI пов'язана з аномальною функціональною залежністю  $T_c = f(p)$ , в точці В, за умов закритичного падіння тиску  $\frac{dp}{dl}$ , зростає.

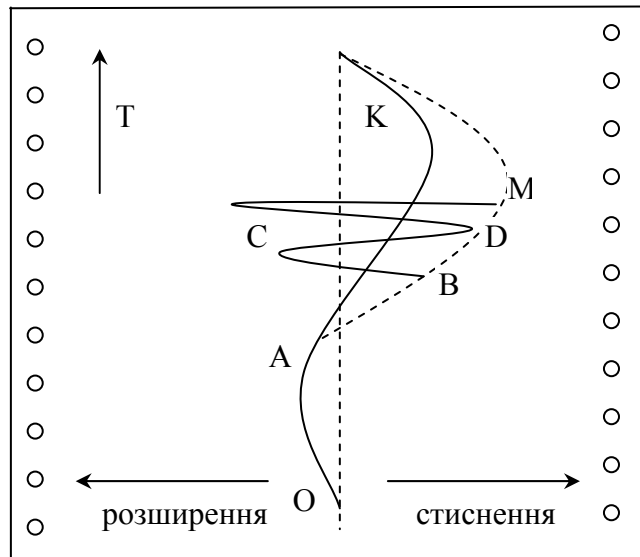


Рис. 3.5.

В результаті процес фазового перетворення припиняється. Отже, припиняється і процес стиснення частинок наповнювача. В результаті зразок починає розширюватись за рахунок розширення полімерної складової КМ (рис.3.5., відрізок BC). Розширення полімеру зумовлює зростання тиску з боку полімеру на частинки наповнювача. Це, в свою чергу призводить до пониження температури фазового переходу AgI і до відновлення процесу фазового перетворення наповнювача. Він супроводжується стисненням наповнювача і КМ в цілому (рис.3.5, відрізок CD). Далі процес повторюється. Таким чином, в умовах, коли крутизна ділянки ВМ вище критичної, система збуджується. В ній в процесі нагрівання виникають термічно стимульовані коливання розмірів. Коливання є нелінійними з причини не лінійності дилатометричних змін КМ в околі температури фазового переходу AgI. Експериментально було встановлено, що в системі ПХТФЕ – AgI, коливання збуджується в зразках з вмістом наповнювача  $60 \leq C \leq 68$  об % при швидкості нагрівання  $1,3 \leq v \leq 4,5$  К/хв.

ПКМ, в яких збуджується коливання, можуть бути використані в електричних схемах управління в якості термосигналізаторів. Існує можливість їх використання в якості матриці прес-форм для термобаричного формування виробів з термопластичних та термореактивних ПКМ. У цьому випадку матриця прес-форми завдяки властивості „скорочення – розширення” при температурах фазового переходу сприяє кращому випресовуванню виробів.

Відкрите явище є яскравим підтвердженням вагомого внеску фізичної складової взаємодії компонентів, зумовленої різницею їх ТКЛР, у загальну фізико-хімічну взаємодію на межі їх розділу та формування структури і властивостей ПКМ.

У розділі „Теоретичні відомості” представлені основні, існуючі на сьогодні, моделі твердого тіла, зокрема модель нескінченного ідеального монокристала, атоми якого взаємодіють між собою з силами електростатичного притягання та відштовхування. Пояснюється і обґрунтовується механізм теплового розширення твердих тіл при нагріванні, обумовлений несиметричністю результуючого потенціалу взаємодії у кристалічній ґратці, та два способи теоретичного розгляду теплового розширення кристалів: мікроскопічний і феноменологічний. Зміст мікроскопічного способу розкривається на основі розгляду взаємодій у системі, що складається з двох атомів. Але, як відомо, мікроскопічна теорія теплового розширення розвинута лише для відносно простих моделей твердого тіла. Поширення теорії на тривимірний випадок реального кристала пов’язане з великими труднощами. Розглядається феноменологічний, або термодинамічний підхід опису явища теплового розширення. В ході математичних викладок виводиться рівняння Грюнайзена, яке функціонально пов’язує ТКЛР з іншими термодинамічними величинами. Вводяться параметр Грюнайзена, який характеризує зміну температури тіла при адіабатичній зміні об’єму. Наголошується, що параметр Грюнайзена є важливою характеристикою в теорії твердого тіла, що знак коефіцієнта теплового розширення визначається знаком коефіцієнта теплового розширення визначається знаком коефіцієнта теплового розширення

визначається знаком коефіцієнта ангармонічності. Здебільшого коефіцієнт ангармонічності – величина додатня  $i$ , відповідно, коефіцієнт теплового розширення також додатній, тобто при нагріванні тіла розширюються. Однак існує група речовин, які в деякій температурній області мають від’ємний коефіцієнт теплового розширення. До них належать: кристали структурного типу алмазу, сфалериту (наприклад: кальцій, телур, цинк, селен, вода тощо). Дається обґрунтування прояву від’ємних значень коефіцієнта теплового розширення; приведені основні подання на нагрівник наростаючої в часі напруги, що в свою чергу дає можливість здійснити заданий темп нагрівання, коли температура зростає пропорційно до часу (швидкість нагрівання, задається перед початком досліду). При нагріванні лінійні розміри зразка зростають, зразок підіймає шток 3 з платформою 4. Індикатор-вимірювач довжини 7 та підсилювач ГУЧ забезпечують вимірювання відстані між платформою 4 та індикатором 7, тобто фіксують зміну розміру зразка.

Принцип дії індикатора – вимірювача довжини базується на вимірюванні індуктивності котушки, що входить до його складу. Наближення платформи 4 до індикатора 7 призводить до збільшення індуктивності, оскільки при цьому платформа відіграє роль осердя котушки, що в свою чергу, викликає зміну вихідного сигналу підсилювача ГУЧ. Одночасно фіксується температура зразка за допомогою диференціальної термопари. Сигнали термопари та системи виміру довжини зразка подаються на потенціометр КСП-4 для запису на його діаграмній стрічці.

Не дивлячись на те, що вимірювальна комірка виготовлена з матеріалу з малим ТКЛР, наявність температурного поля по осі системи все ж призводить до розширення комірки для зразка та штоку. Для градуювання вимірювальної комірки та визначення показів її лінійного розширення вимірюють теплове розширення еталонних матеріалів, тобто матеріалів, теплове розширення яких визначене абсолютним методом. Результати вимірювання використовують для внесення поправок.

Так, вимірювання ТКЛР плавленого кварцу для даного дилатометра призводить до співвідношення (за яким визначається і ТКЛР об'єкту дослідження):

$$\alpha_{\text{іст}} = \alpha_{\text{вимір}} + \alpha^*,$$

де  $\alpha^* = \frac{0,016}{260l_{\text{зр}}}$ , де  $l_{\text{зр}}$  – довжина зразка, виміряна в мм.

AgI в інтервалі досліджуваних змін тиску є лінійною, однак дилатометричні автоколювання є нелінійними з причини нелінійності дилатометричних змін КМ в області температури фазового переходу наповнювача. Процеси в такій системі (і в будь-яких коливних системах) описуються нелінійними диференціальними рівняннями.

Для аналізу результатів дослідження дилатометричних автоколювань та умов збудження скористаємося дещо спрощеною моделлю – випадком нелінійних колювань, близьких до лінійних. Нехай швидкість нагрівання і співвідношення вмісту складових компонентів КМ – полімера і наповнювача є такими, що забезпечують симетричні в часі автоколювання в межах кожного півперіоду і періоду. Окрім того, допустимо, що маємо малі за амплітудою колювання і робочі точки вибрані в середній частині кривизни дилатометричних змін фазового переходу. Тоді малий їх відрізок можна вважати відрізком прямої. Колювання за таких умов будуть наближатись до лінійних. З деяким наближенням їх можна описати за допомогою лінійних диференціальних рівнянь.

Забезпечення незатухаючих автоколювань в коливній системі (ПХТФЕ – AgI) можливе, як уже зазначалось, завдяки наявності спадної ділянки залежності  $T_c = f(p)$  в AgI, що виконує функцію від'ємного диференціального опору  $R_i$ . За такої умови енергія системи періодично поповнюється за рахунок споживання її від джерела. Якщо покласти, що  $R_i$  – від'ємний диференціальний опір і об'єм  $V$  – змінний параметр системи, рівняння матиме вигляд:

$$F_{\text{он}} = -r \frac{dV}{dt} + R_i \frac{dV}{dt} = -(r - R_i) \frac{dV}{dt},$$

де  $\frac{dV}{dt}$  – швидкість зміни об'єму зразка.

За таких умов диференціальне рівняння автоколивань матиме вигляд:

$$m \frac{d^2V}{dt^2} + (r - R_i) \frac{dV}{dt} + kV = 0$$

Якщо врахувати, що роль від'ємного диференціального опору  $R_i$  виконує спадна залежність температури фазового переходу від тиску  $\frac{dT_c}{dp}$

$\frac{dT_c}{dp} = \frac{T_c(V_2 - V_1)}{q}$ , та, поділивши обидві частини рівняння на  $m$ , матимемо:

$$\frac{d^2V}{dt^2} + \left[ \frac{r}{m} - \frac{T_c(V_2 - V_1)}{mq} \right] \frac{dV}{dt} + \frac{k}{m}V = 0.$$

Якщо покласти, що

$$\frac{k}{m} = \omega_0^2 \text{ і } \left[ \frac{r}{m} - \frac{T_c(V_2 - V_1)}{mq} \right] = 2\beta,$$

то

$$\frac{d^2V}{dt^2} + 2\beta \frac{dV}{dt} + \omega_0^2 V = 0.$$

Розв'язком його є рівняння вигляду:

$$V = V_0 e^{-\beta t} \cdot \sin(\omega t + \varphi_0),$$

де  $V_0$  і  $\varphi_0$  визначаються з початкових умов,  $t$  – час.

Коефіцієнт затухання

$$\beta = \frac{1}{2} \left[ \frac{r}{m} - \frac{T_c(V_2 - V_1)}{mq} \right].$$

Він менший від  $\beta = \frac{r}{2m}$  для затухаючих коливань на величину  $\frac{T_c(V_2 - V_1)}{2mq}$ .

Для практичного застосування важливими є випадки, коли:

$$\text{а) } r = \frac{T_c(V_2 - V_1)}{q} \text{ і б) } r < \frac{T_c(V_2 - V_1)}{q}.$$

Якщо

$$r = \frac{T_c(V_2 - V_1)}{q}, \text{ то } \beta = 0.$$

За таких умов в авто коливній системі виникають незатухаючі коливання.

Якщо виконується умова:

$$r < \left| \frac{T_c(V_2 - V_1)}{q} \right|,$$

то  $\beta < 0$ . Рівняння виражає умову, коли амплітуда коливань зростає з часом до нескінченності. На практиці таке має місце на початковій стадії автоколивань. Надалі, в реальних коливних системах після збудження амплітуда наростаючих коливань наближається до деякого граничного значення, що визначається властивостями системи, і не залежить від початкових умов.

Нерівність  $r \leq \left| \frac{T_c(V_2 - V_1)}{q} \right|$  є умовою збудження дилатометричних автоколивань.

Для більшої визначеності необхідно задатися початковими умовами, яких для рівнянь другого порядку має бути дві. Виберемо за початок розгляду процесу точку А, що відповідає початку фазового переходу в AgI. Нехай, на початок відліку часу в точці А об'єм зразка –  $V$  і зміна об'єму, що пов'язана з фазовим переходом, дорівнює нулеві. Тоді початковими умовами процесу будуть:

$$t = 0; V = V; \frac{dV}{dt} = 0.$$

За умови, коли  $r = \frac{T_c(V_2 - V_1)}{q}$ ,  $\beta = 0$  – коливання будуть незатухаючими.

Тоді диференціальне рівняння коливань матиме вигляд:

$$\frac{d^2V}{dt^2} + \omega_0^2 V = 0$$

Загальним розв'язком цього рівняння є гармонічне коливання:

$$V = V_0 \cdot \sin(\omega_0 t + \varphi_0),$$

де  $\omega_0$  – частота власних коливань системи. Отже, маємо рівняння гармонічного коливання, циклічна частота  $\omega = \omega_0$  і період  $T$  якого за умови  $\beta = 0$  не залежить від опору і визначаються лише параметрами коливної системи:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}; \quad T_0 = 2\pi\sqrt{\frac{m}{k}},$$

де  $k$  – коефіцієнт квазіпружної повертаючої сили.

Покладемо, що  $m$  – маса досліджуваного зразка КМ. Тоді:

$$m = m_1 + m_2 = \rho_1\theta_1V + \rho_2\theta_2V,$$

де  $m_1$  і  $m_2$  маса,  $\rho_1$  і  $\rho_2$  густина,  $\theta_1V$  і  $\theta_2V$  – об’ємний вміст відповідно полімерної складової і наповнювача;  $V$  – об’єм композиту.

Коефіцієнт  $k$  шукатимемо з виразу:

$$F = -k \frac{\Delta V}{\Delta S},$$

де  $\frac{\Delta V}{\Delta S}$  – зміщення від положення рівноваги коливної системи; значення сили  $F$

– з виразу для роботи  $F = \frac{dA}{dV/dS}$ . Елементарна робота за один цикл

$dA = dp(V_2 - V_1)$ . Тоді:

$$\frac{dT}{T_c} = \frac{dp(V_2 - V_1)}{q},$$

виражає зв’язок між зміною рівноважної температури і рівноважного тиску.

Тоді:

$$F = \frac{dp(V_2 - V_1)}{dV/dS}.$$

І маємо:

$$k = -\frac{dp(V_2 - V_1)}{dV} \cdot \frac{\Delta V}{\Delta S} \quad \text{або} \quad k = \frac{dp(V_2 - V_1)}{dl \cdot \Delta l}.$$

Підставляючи значення  $m$  і  $k$  маємо:



$$T = 2\pi \sqrt{\frac{m}{k}} = 2\pi \sqrt{\frac{\Delta l \cdot dl (\rho_1 \theta_1 V + \rho_2 \theta_2 V)}{dp(V_1 - V_2)}} = 2\pi \sqrt{\frac{\Delta l \cdot dl \cdot V}{dp(V_1 - V_2)}} (\rho_1 \theta_1 + \rho_2 \theta_2).$$

Враховуючи, що температурний коефіцієнт об'ємного розширення  $\beta_1 = \frac{\Delta V}{V \Delta T}$  і швидкість нагрівання  $\nu = \frac{\Delta T}{\Delta t}$ , маємо:

$$T = 2\pi \sqrt{\frac{1}{\beta \cdot \nu} \cdot \frac{\Delta l}{\Delta t} \cdot \frac{dl}{dp}} (\rho_1 \theta_1 + \rho_2 \theta_2).$$

З умови ізотропності  $\beta_1 = 3\alpha$ , тоді:

$$T = 2\pi \sqrt{\frac{1}{3\alpha \cdot \nu} \cdot \frac{\Delta l}{\Delta t} \cdot \frac{dl}{dp/dl}} (\rho_1 \theta_1 + \rho_2 \theta_2),$$

де  $\frac{\Delta l}{\Delta t} = ctg \varphi$  – швидкість (крутизна) видовжена;  $\frac{dp}{dl}$  – вираз, що вказує на

швидкість зміни тиску на межі поверхні розділу полімер – наповнювач в залежності від зміни довжини  $dl$ . Як видно з рівняння, період  $T$  (а також частота  $\omega_0$  автоколивної системи) визначається її властивостями – здатністю до дилатометричних змін ( $\alpha$ ), в тому числі вмістом її складових компонентів ( $\rho_1 \theta_1 + \rho_2 \theta_2$ ), і залежить від швидкості температурних змін  $\nu$  при нагріванні.

Підкореневий вираз для визначення періоду  $T$  містить два доданки, що дозволяють розділити і оцінити вклад кожної із складових – полімера і наповнювача в загальну дилатометричну поведінку автоколивної системи і, таким чином аналітично прогнозувати форму запису автоколивань відповідно до першої і другої частин півперіоду  $T/2$ . Так, ТКЛР автоколивної системи  $\alpha$  є періодично змінною функцією як за абсолютною величиною, так і за знаком. Він залежить від ТКЛР складових компонентів та їх вмісту:

$$\alpha = \alpha_1 \theta_1 - \alpha_2 \theta_2 - \alpha_2' \theta_2,$$

де  $\alpha_1$  – ТКЛР полімера,  $\alpha_2$  – складова ТКЛР наповнювача до фазового перетворення,  $\alpha_2'$  – складова ТКЛР наповнювача за рахунок фазового перетворення. За умов, коли швидкість нагрівання  $\nu \geq \nu_{кр}$ ;  $\theta_2 > \theta_1$  і  $\theta_2 > \theta_{2кр}$  (кожному  $\theta_2 > \theta_{2кр}$  відповідає швидкість нагрівання  $\nu \geq \nu_{кр}$ ), температура  $T_1 > T$

– температури початку фазового переходу  $|\alpha'_2\theta_2| \gg \alpha_1\theta_1 - \alpha_2\theta_2$ . Тобто,  $\alpha \ll 0$ : в процесі фазового переходу система зазнає інтенсивного скорочення довжини, але протягом часу  $t_1$  першої частини півперіоду  $T/2$ , коли в рівнянні „працюють” всі три доданки. Протягом часу  $t_2$  другої частини півперіоду  $T/2$  ( $T/2 = t_1 + t_2$ ), коли система автоматично тимчасово „виключає” протікання процесу фазового перетворення в наповнювачі,  $\alpha'_2 = 0$ . За такої умови,  $\alpha = \alpha_1\theta_1 - \alpha_2\theta_2$  – система зазнає розширення за рахунок полімерної складової, оскільки  $\alpha_1\theta_1 > |\alpha_2\theta_2|$ .

Додатково зазначимо, що в рівнянні ( $T/2 = t_1 + t_2$ ), можливі три випадки:  $t_1 = t_2$ ;  $t_1 > t_2$  і  $t_1 < t_2$ . Кожен з них визначається співвідношенням вмісту, дилатометричними властивостями складових компонентів (часом релаксації  $\tau = \tau_1 + \tau_2$ ). За умови, коли  $t_1 \cong t_2 = T/2 \cong T/4 + T/4$ , має місце періодичний процес, близький до гармонічних коливань. Якщо  $t_1 > t_2$  або  $t_1 < t_2$  – коливання несиметричні в межах кожного півперіоду і нагадують пилкоподібну форму з різним нахилом „зубців”. Однак, слід пам’ятати, що автоколивання, в цілому, є нелінійними. Процеси, що відбуваються при цьому, є складними, оскільки зазнають багатофакторного впливу. Зокрема, експериментальні дослідження свідчать, що амплітуда та період коливань не є сталими, температурний інтервал фазового переходу наповнювача за умов збудження дилатометричних автоколивань значно розширюється, оскільки автоколивна система періодично „відключає” наповнювач з процесу фазового перетворення. Така закономірність стає особливо помітною при збільшенні швидкості нагрівання. На параметри автоколивань значно впливають зміни дилатометричних властивостей полімерної складової. Саме вони відповідальні за зміну нахилу ділянок  $ab$ ,  $cd$ ,  $kl$ . Зміна нахилу ділянок  $bc$ ,  $dk$ ,  $lm$ , їх довжина обумовлені сумою змін дилатометричних властивостей як полімеру, так і наповнювача.

Явище збудження дилатометричних автоколивань є яскравим підтвердженням вагомого внеску фізичної складової взаємодії компонентів, зумовленої різницею їх ТКЛР  $\Delta\alpha$ , у загальну фізико-хімічну взаємодію компонентів на межі поверхні їх розділу та формування структури і властивостей ПКМ.

### ХІД РОБОТИ

1. Підготувати зразок для дослідження.
2. Викрутити нижню частину комірки та, вимірявши довжину досліджуваного зразка, помістити його в комірку.
3. Помістити та зафіксувати комірку в термодержаві.
4. Заповнити об'єм посудини Д'юара танучим льодом та вмістити туди холодний спай термодержави.
5. Ввімкнути в мережу блок вимірювання довжини. Прогріти його протягом 20-25 хв.
6. Розмістити в проміжок між платформою та штоком еталонну пластину товщиною 100 мкм та ручкою „Чувствительность” встановити стрілку вимірювального приладу на позначку шкали „100 мкм”.
7. Вийняти пластину, привести індикатор-вимірювач довжини у контакт з платформою. Регулятором „Установка 0” встановити стрілку індикатора-вимірювача довжина на позначку шкали „0 мкм”.
8. Відтворити дії відповідно до завдання 6 і 7 кілька разів доки не буде досягнуто товщини проміжку між платформою та вістрям осердя котушки індуктивності індикатора, що відповідає показам вимірювального приладу.
9. Ввімкнути тумблер „Прилад” самозаписуючого потенціометра КСП-4. Прогріти його протягом 2-3 хв.
10. Ввімкнути блок живлення та годинниковий механізм.
11. Ввімкнути тумблери „Нагрівач термодержави” та „Діаграма” потенціометра КСП-4
12. Записувати покази приладу до досягнення температури 463 К.

13. За допомогою таблиці та лінійки нанести на діаграмну стрічку температурну шкалу через кожні 5 К. Для кожного значення температури знайти відповідні значення видовження  $\Delta l$  зразка в мм, а потім перевести її в мкм.
14. Занести значення температури  $T$  та видовження  $\Delta l$  зразка у таблицю. Побудувати графік температурної залежності  $\frac{\Delta l}{l} = f(T)$ .
15. Користуючись одержаними експериментальними значеннями  $\frac{\Delta l}{l} = f(T)$ , визначити температурну залежність зразка  $\alpha = f(T)$  та побудувати графік.
16. Користуючись записами на діаграмній стрічці, визначити параметри коливної системи – амплітуд та півперіодів коливань.
17. Занести одержані значення амплітуд ( $A$ ), та півперіодів  $T/2$  у таблицю.
18. Оцінити похибки вимірювань та зробити висновки.

## ЗАПИТАННЯ ДЛЯ РЕЙТИНГОВОЇ ОЦІНКИ ЗНАТЬ

### Достатній рівень

1. Що називається ТКЛР?
2. Які етапи лінійного розширення аморфних тіл ви знаєте?
3. Що таке коливний процес? Які умови його виникнення?
4. Які ви знаєте види коливань?
5. Як називаються прилади для дослідження теплового розширення фізичних тіл?
6. Якої системи прилад для дослідження теплового розширення використовується у роботі?
7. Наведіть приклади автоколивних систем з механіки, в електричних, електромеханічних контурах.

### **Середній рівень:**

1. Чому показники лінійного та об'ємного розширення до склування полімеру мають менші значення, ніж після склування?
2. Розкрити фізичний зміст процесу теплового розширення твердих тіл.
3. Що таке параметр Грюнайзена? Розкрити його значення зміст.

### **Високий рівень:**

1. Розкрити фізичний зміст від'ємного значення ТКЛР.
2. Розкрити фізичний зміст процесу виникнення коливань у високонаповнених ПКМ, що містять наповнювачі з аномальною дилатометричною поведінкою.
3. Чим відрізняються вимушені коливання і коливання в автоколивних системах?
4. Від чого залежать параметри термічно стимульованих коливань розмірів ПКМ?
5. За яких умов можуть збуджуватись термічно стимульовані коливання в ПКМ?
6. Чому змінюється температурний інтервал фазового переходу наповнювача в складі ПКМ при збудженні термічно стимульованих коливань розмірів досліджуваних зразків?
7. Чи буде працювати механізм збудження коливань при охолодженні зразка?

Після блоку контролю знань наводиться перелік питань з охорони праці, техніки безпеки та протипожежної техніки. При підготовці даної роботи було зроблена спроба розв'язання актуального в наш час завдання – включення найновітніших наукових досягнень у навчальний процес навчально-наукової лабораторії спеціального фізичного практикуму. Важливість подальшого розвитку знань у даній галузі та необхідність впровадження результатів досліджень в цій області у навчальний процес пояснюється тим, що відкрите явище збудження термічно стимульованих коливань у високонаповнених ПКМ є яскравим підтвердженням вагомому внеску фізичної складової взаємодії

## Розділ 4. ДІЕЛЕКТРИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ РЕЧОВИН.

### ОСНОВНІ УЯВЛЕННЯ ПРО ЕЛЕКТРОПРОВІДНІСТЬ РЕЧОВИН.

За своїми електричними властивостями всі речовини можна умовно поділити на три групи: провідники, діелектрики та напівпровідники. Відповідно до зонної теорії для напівпровідників ширина забороненої зони знаходиться в межах  $\Delta E=0,1\div 3$  еВ; для провідників вона менше 0,1 еВ; для діелектриків більше. За цим поділом полімери відносять до діелектриків. Так, для політетрафторетилену (ПТФЕ, фторопласт-4, тефлон) ширина забороненої зони становить 10 еВ.

Електропровідність полімерів (при кімнатних температурах) становить на більше

$$\sigma = 10^{-8} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{ м}^{-1}$$

Наприклад для полівінілхлориду (ПВХ) вона становить  $10^{-13} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{ м}^{-1}$ ,

$$\text{для міді } \sigma_{\text{м}} = 5,8 \cdot 10^{10} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{ м}^{-1};$$

$$\text{для сталі } \sigma_{\text{ст}} = 0,83 \cdot 10^{10} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{ м}^{-1};$$

$$\text{для ртуті } \sigma_{\text{рт}} = 0, \cdot 10^{10} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{ м}^{-1}.$$

Для полімерних напівпровідників ( $\sigma = 10^{-10}\div 10^{-1} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{ м}^{-1}$ ) характерна наявність подвійних хімічних зв'язків вздовж макромолекули або комплексів з перенесенням зарядів.

Електропровідні полімерні матеріали легко дисоціюють і містять іони. Композити, що складаються з полімерного зв'язуючого і електропровідного наповнювача, як правило, є електропровідними.

### ДІЕЛЕКТРИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ПОЛІМЕРІВ.

Як уже зазначалось вище, більшість полімерів є типовими діелектриками. Якщо полімер внести в електричне поле, то відбудеться електрична поляризація. Вектор поляризації (поляризація одиниці об'єму діелектрика) може бути представлений у вигляді суми:

$$\vec{p} = \vec{p}_{op} + \vec{p}_{zm}, \text{ де}$$

$\vec{P}_{op}$  – поляризація, обумовлена орієнтацією постійних диполів в електричному полі.  $\vec{P}_{zm}$  – поляризація, зміщенням електронних оболонок атомів відносно атомних ядер.

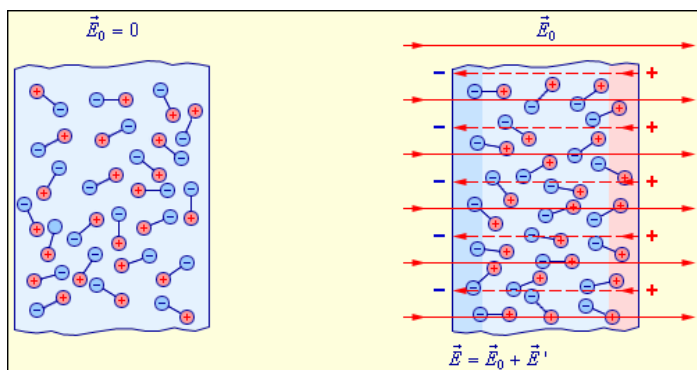


Рис.4.1. Орієнтаційна поляризація.

Постійні диполі утворюються при наявності полярних груп (наприклад у ПВХ-СС1). Нагадаємо, що електричний момент одиничного наведеного диполя  $\vec{p}$  пропорційний напруженості зовнішнього електричного поля  $\vec{E}_i$ .

$$\vec{p} = \alpha \varepsilon_0 \vec{E}_i, \text{ де}$$

$\varepsilon_0$  – діелектрична стала;

$$\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{Ф/м};$$

$\alpha$  – коефіцієнт, що характеризує ступінь поляризації молекули неполярного діелектрика.

Поведінка діелектрика в зовнішньому електричному полі характеризується макроскопічним параметром – вектором поляризації діелектрика.

Для будь-яких діелектриків вектор поляризації пропорційний напруженості зовнішнього електричного поля.

$$\vec{p} = \chi \varepsilon_0 \vec{E}, \text{ де}$$

$\chi$  – відносна діелектрична сприйнятливість. Для неполярних діелектриків  $\chi = n\alpha$ , де  $n$  – кількість наведених електричних диполів. Для ізотропного середовища:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{p} = \varepsilon_0 \vec{E} + \chi \varepsilon_0 \vec{E}.$$

Оскільки:

$$\vec{D} = \varepsilon \varepsilon_0 \vec{E},$$

то

$$\varepsilon = 1 + \chi, \text{ де}$$

$\varepsilon$  – відносна діелектрична проникність. Відносна діелектрична проникність показує у скільки разів зменшується напруженість електричного поля конденсатора при заповненні його діелектриком.

$$\varepsilon = \frac{\vec{E}_0}{\vec{E}}, \text{ де}$$

$\vec{E}_0$  – напруженість електричного поля у вакуумі;

$\vec{E}$  – напруженість електричного поля в даному середовищі.

Для неполярних діелектриків з кристалами кубічної системи, наприклад, має місце співвідношення Клаузіуса-Мосоті:

$$\frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon + 2} = \frac{n\alpha}{3}$$

### ***Діелектрична релаксація.***

При внесенні діелектрика в електричне поле орієнтація диполів відбувається не миттєво, в проміжку деякого часу. Якщо вимкнути електричне поле, то в наслідок теплового руху протягом деякого проміжку часу поляризація діелектрика зменшиться в  $\varepsilon$  раз. Це явище одержало назву діелектричної релаксації. Поляризація молекул діелектрика  $\alpha$  залежить від частоти прикладеного зовнішнього електричного поля  $\omega$  і часу релаксації  $\tau$  (або від їх співвідношення). Для полярних рідин теорія діелектричної релаксації була розроблена Дебаєм. Він показав, що для поляризації, зумовленої орієнтацією молекул:

$$\alpha = \frac{\alpha_0}{1 + i\omega\tau}, \text{ де } \alpha_0 \text{ – статична поляризація; } \tau \text{ – час релаксації;}$$

$\omega$  – частота зміни зовнішнього електричного поля.

У випадку сферичних молекул час діелектричної релаксації залежить від в'язкості рідин  $\eta$  та її температури  $T$ :



$$\tau = \frac{4\pi\eta a^3}{kT}, \text{ де } a - \text{ радіус молекул.}$$

Для більшості полярних рідин час релаксації становить  $10^{-10} \div 10^{-11}$  с.

Час релаксації залежить від в'язкості досліджуваної рідини. Якщо в рідинах орієнтація молекул відбувається досить швидко і вільно, то в твердих тілах орієнтація молекул (елементів макромолекул), що мають дипольні моменти, проходить значно повільніше і супроводжується релаксаційними процесами, що характеризуються широким спектром їх часів релаксації.

### *Діелектричні втрати.*

Наявність релаксаційних процесів ускладнює зв'язок між напруженістю  $\vec{E}$  та індукцією  $\vec{D}$  в діелектрику. Під впливом дії на діелектрик змінного електричного поля індукція буде відставати від напруженості за фазою (рис.2). Отже співвідношення між  $\vec{E}$  і  $\vec{D}$  може бути представлене у вигляді

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \varepsilon^* \vec{E}, \text{ де}$$

$\varepsilon^*$  – комплексна діелектрична проникність.

$\varepsilon^* = \varepsilon' - i\varepsilon''$ , де  $\varepsilon'$  – дійсна,  $\varepsilon''$  – уявна частини комплексної діелектричної проникності.

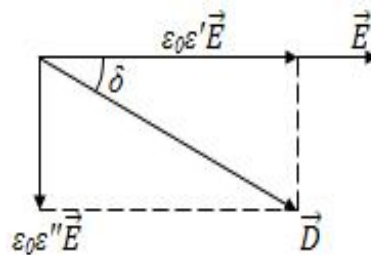


Рис.4.2

Дійсну частину комплексної діелектричної проникності  $\varepsilon'$  називають іноді спрощено – діелектричною проникністю.

Уявна частина  $\varepsilon''$  характеризує розсіяння енергії електричних коливань в діелектрику, що знаходиться в змінному електричному полі,  $\varepsilon''$  – називають ще фактором втрат.

Зсув фаз між векторами  $\vec{E}$  та  $\vec{D}$  характеризується тангенсом кута діелектричних втрат:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$$

Діелектрична проникність полімерів визначається їх хімічною будовою, структурою і складом. Втрати ( $\varepsilon''$  та  $\operatorname{tg} \delta$ ) залежать від особливостей молекулярного руху в полімерах, а, отже, і від їх хімічної будови та надмолекулярної структури (НМС).

### *Діелектричні релаксаційні процеси.*

Виходячи з феноменологічної релаксаційної теорії Дебая, можна розрахувати значення складових комплексної діелектричної проникності.

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + \int_0^\infty \frac{H(\tau) d\tau}{1 + \omega^2 \tau^2},$$

$$\varepsilon'' = \int_0^\infty \frac{H(\tau) \omega \tau d\tau}{1 + \omega^2 \tau^2},$$

де  $H(\tau)$  – густина спектру часів релаксації. Якщо в граничному випадку  $\omega\tau \rightarrow \infty$  (за умов дуже високих частот:  $\omega \rightarrow \infty$ ,  $\tau = \text{const}$ , або дуже низьких температур:  $\omega = \text{const}$ ,  $\tau \rightarrow \infty$  (?)), тоді  $\varepsilon'' = 0$  і  $\varepsilon' = \varepsilon_\infty$ , тобто  $\varepsilon'$  визначається діелектричною проникністю на частоті  $\omega \rightarrow \infty$ . Отже, при низьких температурах за теорією слід чекати зменшення діелектричної проникності  $\varepsilon'$  і діелектричних втрат, які характеризуються  $\varepsilon''$ .

В другому граничному випадку  $\omega\tau \rightarrow 0$ , що відповідає низьким частотам або значним температурам,  $\varepsilon'' \rightarrow 0$ , а  $\varepsilon'$  зростає, досягаючи значення

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + \int_0^\infty H(\tau) d\tau.$$

Розглянемо діелектричні властивості системи, що характеризується одним часом релаксації. В цьому випадку р набувають більш простого вигляду:

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_1}{1 + \omega^2 \tau^2}; \quad \varepsilon'' = \frac{\varepsilon_1 \omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2}.$$

За теорією Дебая:  $\varepsilon_1 = \varepsilon_S - \varepsilon_\infty$ , де  $\varepsilon_S$  – значення діелектричної проникності при низьких частотах, тобто

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2 \tau^2}; \quad \varepsilon'' = (\varepsilon_S - \varepsilon_\infty) \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2}$$

В межах даної теорії:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{\sqrt{\varepsilon_S \varepsilon_\infty}} \cdot \frac{\omega \tau_1}{1 + \omega^2 \tau_1^2},$$

при цьому час релаксації  $\tau_1 \neq \tau$ .

$$\tau_1 = \tau \sqrt{\frac{\varepsilon_\infty}{\varepsilon_S}}.$$

Якщо розглянути залежності, як функції від частоти, то видно, що функція  $\varepsilon'' = f(\omega)$  буде проходити через максимум при  $\omega \tau = 1$ ;  
 $\varepsilon' = f(\omega)$  – буде спадною на всій ділянці;  
 $\operatorname{tg} \delta = f(\omega)$  також проходить через максимум, але при більших частотах.

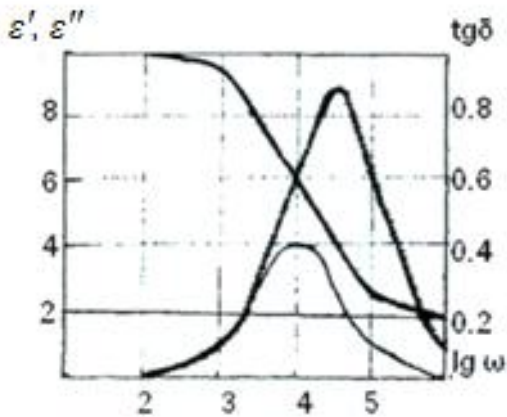


Рис.4.3. Частотні залежності  $\varepsilon'$ ,  $\varepsilon''$  та  $\operatorname{tg} \delta$  розраховані за умови, що  $\varepsilon_S = 10$ ,  $\varepsilon_\infty = 2$  і  $\tau = 10^{-4}$  с.

Реальні полімери описуються не одним, а декількома часами релаксації, цілим спектром. Це викликано нерівністю швидкостей протікання релаксаційних процесів на різних ділянках тіла і наявністю різних механізмів релаксації, що, в свою чергу, зв'язано з ланцюговою будовою полімерних макромолекул та специфікою міжмолекулярної взаємодії. Описання реальних процесів ускладнюється, а сам релаксаційний процес можна розглядати як сукупність неперервного ряду окремих релаксаційних процесів. Схематично діелектричні втрати при наявності широкого спектру часів релаксації

проілюстровано на рис.4. В цьому випадку крива  $\varepsilon'' = f(\lg \omega)$  являє собою огинаючу ряду сукупності кривих, які відповідають різним часам релаксації і проявляють свій максимум в різні моменти ( $\omega\tau_i = 1$ ).

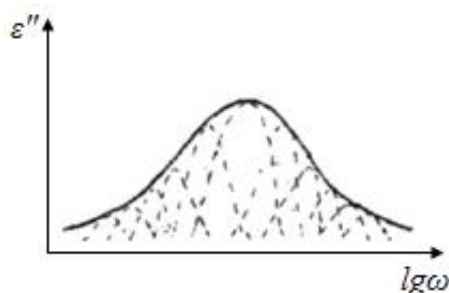


Рис4.4.

Наведені вище параметри  $\varepsilon'$ ,  $\varepsilon''$  та  $\operatorname{tg} \delta$  показують, що ці параметри залежать від частоти та часу релаксації  $\tau$ . Температурна залежність діелектричних властивостей визначається характером залежності часу релаксації від температури:

$$\tau = \tau_0 e^{\frac{U}{RT}},$$

$\tau_0$  – деяка стала,  $U$  – енергія активації.

Інформація, яку можна одержати з температурних залежностей діелектричних характеристик, аналогічна інформації відповідних частотних залежностей. Крім того, при перекритті діапазонів частот від 0,1 Гц до 100 МГц потрібний цілий арсенал експериментальних установок, забезпечення яким в реальних умовах складає труднощі.

В цьому одна з переваг температурних досліджень. Крім того, Перепечко І запропонував простий і зручний метод визначення енергії активації релаксаційних процесів із залежності  $\varepsilon'' = f(T)$ . Для процесів з одним часом релаксації, до яких можна віднести майже всі дрібномасштабні процеси, енергія активації може бути розрахована за формулою:

$$U = \frac{2,63}{\frac{1}{T^2} - \frac{1}{T_m}}, \text{ де}$$

$T_m$  – температура максимуму на кривій  $\varepsilon'' = f(T)$ ;

$T^{\frac{1}{2}}$  – температура, що відповідає значенню  $\varepsilon'' = 0,5\varepsilon''_m$ , тобто половині максимального значення  $\varepsilon''$ .

### ***Механізм діелектричної релаксації полімерів***

Механізм діелектричної релаксації в твердих тілах одним з перших розглянув Дебай. Його підходи, з урахуванням специфіки знайшли своє відображення в теоріях діелектричної релаксації полімерів. Згідно з термінологією, запропонованою Г.П. Михайловим, в полімерах виділяють два види процесів діелектричної релаксації: дипольно-сегментальні та дипольно-групові. Ці процеси проявляються у вигляді максимумів на температурній або частотній залежностях  $\varepsilon''$  або  $\text{tg}\delta$ .

Для аморфних полімерів найбільш інтенсивний максимум  $\text{tg}\delta$  спостерігається при переході з склоподібного стану в високоеластичний і пов'язаний з розморожуванням сегментальної рухливості макромолекул. Він обумовлений мікроброунівським рухом сегментів полімерних ланцюгів. Діелектричні втрати такого типу називають дипольно-сегментальними. Процеси діелектричної релаксації, обумовлені молекулярною рухливістю локального типу, називають дипольно-груповими. Ці процеси, як правило, проявляються при нижчих температурах. За термінологією Г.М.Бартенєва дипольно-сегментальний процес, що відповідає склуванню полімерів, позначають як  $\alpha$ -процес.

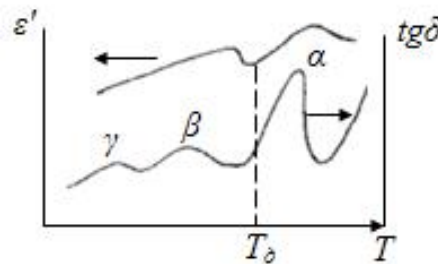


Рис.4.5

Релаксаційні процеси, що відбуваються в склоподібному стані і пов'язані з дипольно-груповими рухами невеликих ділянок основного ланцюга –  $\beta$ -процеси; з рухами бокових та кінцевих груп –  $\gamma$ -процеси.

Існує декілька варіантів описання механізму  $\beta$ -релаксаційного процесу. Розглянемо деякі з них.

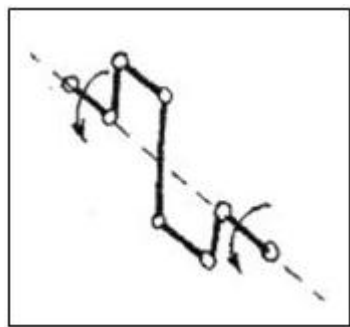


Рис 4.6

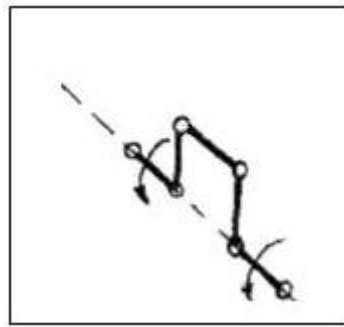


Рис 4.7

В полімерах типу поліетилен, поліметилметакрилат, деяких поліефірів тощо в інтервалі температур  $\approx -120^\circ\text{C}$  (на частоті 1 Гц) спостерігається досить інтенсивний  $\beta$ -процес. Цей процес пов'язаний з рухом лінійної послідовності метиленових груп  $(-\text{CH}_2-)_n$ . Шатцькі запропонував вважати відповідальним за цей рух елемент полімерного ланцюга, що нагадує рух „колінчастого валу” між двома С-С зв'язками (рис.6). За його розрахунками між двома колінарними має міститись чотири атоми вуглецю. Бойер вважав, що елемент ланцюга, який здійснює обертання, містить лише два атоми вуглецю. Але така модель містить менш енергетично вигідну цис-конформацію ніж модель Шатцькі. Вундерліх вказував на можливість руху типу „колінчастий вал” в полімерах, що містять аліфатичні елементи. При цьому він вважав, що між двома колінарними зв'язками міститься три атоми вуглецю.

Взагалі наявність в полімерному ланцюзі послідовностей  $(-\text{CH}_2-)_n$ , де  $n \geq 3$  між важкими групами призводить до прояви  $\beta$ -релаксації в різних полімерах. Енергія  $\beta$ -релаксації, яка спостерігається в аморфних зонах, складає 50-63 кДж/моль. За моделлю Шатцькі –  $U=54$  кДж/моль. В цій моделі для реалізації руху типу „колінчастого валу” необхідно подолати потенціальний бар'єр такий, як у бутану –  $U=31,4$  кДж/моль, а також потенціальний бар'єр в 21-25кДж/моль,

пов'язаний з енергією когезії. Але навіть і цей найбільш досліджений  $\beta$ -процес не має до кінця обґрунтованої теоретичної моделі. Більшість теорій релаксаційних явищ в полімерах ґрунтується на можливості реалізації внутрішніх обертань окремих елементів макромолекули навколо хімічних зв'язків.

## МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ДІЕЛЕКТРИЧНИХ ПАРАМЕТРІВ ДІЕЛЕКТРИКІВ

При наявності втрат у діелектрику його діелектрична проникність (ДП) подається у вигляді:

$$\varepsilon = \varepsilon' - i\varepsilon'' ,$$

що в свою чергу вимагає розглядати ємність конденсатора також як комплексну величину:

$$C = \varepsilon' C_0 - i\varepsilon'' C_0 = C' - C''$$

Тут  $C_0$  – геометрична ємність даного конденсатора, яку одержують заміною діелектрика між його обкладками високим вакуумом. На практиці замість високого вакууму використовують атмосферу неіонізованого газу, наприклад, азоту, повітря і т.д.

Ємність  $C_0$  плоскопаралельного конденсатора з достатньо великою площею  $S$  пластин визначають за формулою:

$$C_0 = \frac{\varepsilon_0 S}{d} ,$$

тут  $\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12}$  Ф/м – електрична постійна.

Вимірювання  $\varepsilon'$  і  $\operatorname{tg} \delta$  діелектриків на підвищених частотах набуває ряд відмінностей. Необхідно врахувати крайовий ефект конденсатора, пов'язаний з неоднорідністю електричного поля на краях обкладинок. Викривлене і неоднорідне поле на краях пластин конденсатора збільшує його фактичну ємність у порівнянні з розрахованою. Очевидно, що чим менше буде  $d$  відносно  $r$ , тим менше  $C_0$  відрізнятиметься від істинного значення ємності. Оцінку  $\Delta C_0$  краевого ефекту і внесок його в ємність вимірювального

конденсатора можна провести емпіричним шляхом скориставшись таблицею чи графіком залежності  $\Delta C_o = f(d)$ .

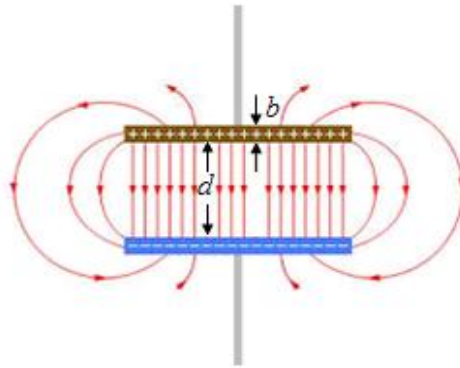


Рис. 4.8

Для конденсаторів правильної геометричної форми  $\Delta C_o$  обчислюється за формулами як для плоского конденсатора з круглими пластинами радіуса  $r$  і товщиною  $b$

$$\Delta C_o = \varepsilon_0 r \left( \ln \frac{16\pi(d+b)r}{d^3} + \frac{b}{d} \ln \frac{d+b}{d} + 1 \right)$$

У випадку тонких пластин, для яких виконується нерівність  $b \ll d$  (нанесені на діелектрик тонкі металеві плівки чи наклеєні фольгові електроди), формула спрощується:

$$\Delta C_o = \varepsilon_0 r \left( 1 + \ln \frac{16\pi r}{d} \right)$$

Заповнення простору між пластинами діелектриком впливає на структуру поля на краях конденсатора. Щоб зберегти форму крайового ефекту, використовують вимірювальні конденсаторні комірки лише з частковим заповненням міжконденсаторного об'єму. Тому при розрахунку істинної ємності заповненого конденсатора враховують поправки  $C_{кр}$  і  $C_{ел}$ .

З урахування цих поправок:

$$C_x = C_{вим} - C_{кр} - C_{ел},$$

де  $C_{вим}$  – виміряна ємність зразка;

$C_{кр}$  – краєва ємність;

$C_{ел}$  – ємність електрода (незаземленого) відносно Землі.



Краєву ємність знаходять, помноживши геометричну ємність даного конденсатора на поправочний коефіцієнт, який знаходять за спеціальним графіком:

$$C_{кр} = \eta C_0 = \eta(\epsilon_0 S)/d$$

Величину ємності електрода відносно Землі знаходять за формулою:

$$C_{ел} = 2D/\epsilon_0 ,$$

де  $D$  – діаметр електрода в метрах.

Для зразків твердих діелектриків використовують охоронний електрод (рис.4.9), необхідний для вирівнювання поля в діелектрику та усунення похибки від краєвого ефекту. Площу  $S$ , яка входить до співвідношення знаходять за формулою:

$$S = \pi(r + 0,5\Delta r)^2 .$$

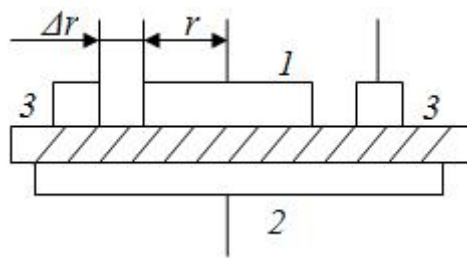


Рис.4 9

### ***Мостові схеми для вимірювання $\epsilon$ і $tg\delta$***

Мостові методи вимірювання  $\epsilon$  і  $tg\delta$  мають ряд переваг перед іншими методами: вони забезпечують високу точність вимірювань. При їх конструюванні можна обійтися одним еталонним конденсатором. За його допомогою можна вимірювати ємності, які за своїми величинами відрізняються від нього на один-два порядки, та ін.

Визначення  $\epsilon$  і  $tg\delta$  в діапазоні частот  $10^3 \dots 10^5$  Гц звичайно проводиться шляхом дворазового зрівноваження (із зразком та без нього). Мета – усунення похибок пов'язаних з впливом інших елементів електричної схеми (ємність, індуктивність та активний опір).

На рис. 4.10 наведена схема одного з таких мостів (ЗГ – генератор звукових частот, ІР – індикатор рівноваги). Ця схема містить однакові безреактивні опори  $R_1$  і  $R_2$ , конденсатор змінної ємності  $C_0$ , Змінний конденсатор  $C_3$  (ступінчастий магазин ємностей), постійний опір  $R_4$  та змінний опір  $R_3$ .

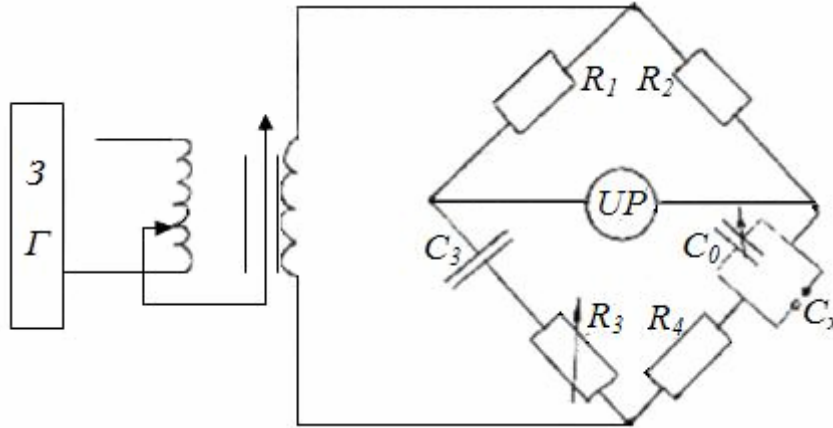


Рис. 4.10.

Втрати в конденсаторах  $C_3$  і  $C_0$  мають бути нескінченно малі. Паралельно до конденсатора під'єднується зразок. Місток зрівноважується шляхом зміни  $C_0$  і  $R_3$  ( $C_0$  має бути мінімальним). Якщо це не вдається перемикають на велику ємність. Нехай перша рівновага досягається при значеннях  $C_0'$  і  $R_3'$ . Відімкнувши зразок, вдруге зрівноважуємо міст при інших значеннях  $C_0''$  і  $R_3''$ .

Ємність зразка можна знайти, взявши до уваги, що коли ємність  $C_3$  незмінна, то ємність в іншому плечі при рівновазі ( $C_0' + C_x$ ) має дорівнювати ємності  $C_0''$  при другій рівновазі містка. Звідси:

$$C_x = C_0'' + C_0'$$

Тангенс кута втрат знаходимо, визначаючи  $R_x$  і  $C_x$ :

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{1}{\omega C_x R_x} = \frac{\omega (C_0'')^2 (R_3' - R_3'') * 10^{-12}}{C_0'' - C_0'}$$

( $C_0'$  і  $C_0''$  в пФ []).

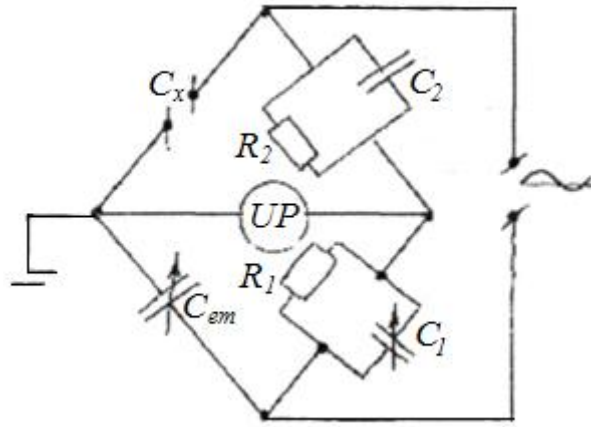


Рис. 4.11

Зрівноваження містка для випробування діелектриків за активною складовою можна проводити не використовуючи змінного опору – за допомогою другого змінного конденсатора  $C_1$ , увімкненого паралельно до опору  $R_1$  (рис.4. 11). При вимірюванні прямим методом зразок приєднують до затискачів  $C_1$  і зрівноважують місток зміною  $C_{em}$  і  $C_1$

Шукані величини:

$$C_x = C_{em} * R_1 / R_2$$

$$tg\delta = R_1 \omega C_1$$

Вираз для  $tg\delta$  показує, що  $C_1$  можна безпосередньо проградувати в значеннях  $tg\delta$  при постійних  $R_1$  і  $\omega$ .

Існують і інші місткові схеми вимірювання  $\epsilon$  і  $tg\delta$ .

До елементів установки ставиться ряд вимог, генератор частот має давати стабільну частоту. Зразковий конденсатор  $C_0$  має  $tg\delta \leq 10^{-4}$ . всі частини містка мають бути надійно екрановані (екрани заземлені) і симетричні.

Як найбільш чутливий індикатор рівноваги використовується індикатор рівноваги на електронно-променевій трубці.

Схему ввімкнення наведено на рис. 4.12. До горизонтальних пластин трубки через підсилювач П1 підводиться напруга джерела живлення  $U$  містка. На вертикальні пластини через трансформатор та підсилювач П2 підводиться напруга діагоналі містка  $U_0$ . Якщо місток не зрівноважено, то напруга  $U$  і  $U_d$  зсунуті за фазою і на екрані з'являється зображення у вигляді еліпса. Коли

зрівноважити місток за реактивною складовою, еліпс вироджується в пряму лінію певного нахилу. За умови рівноваги також і за активною складовою  $U_d = 0$  – пряма лінія займає горизонтальне положення. Таким чином, користуючись зображенням на екрані можна виявити за якою складовою – реактивною чи активною необхідно зрівноважити місток.

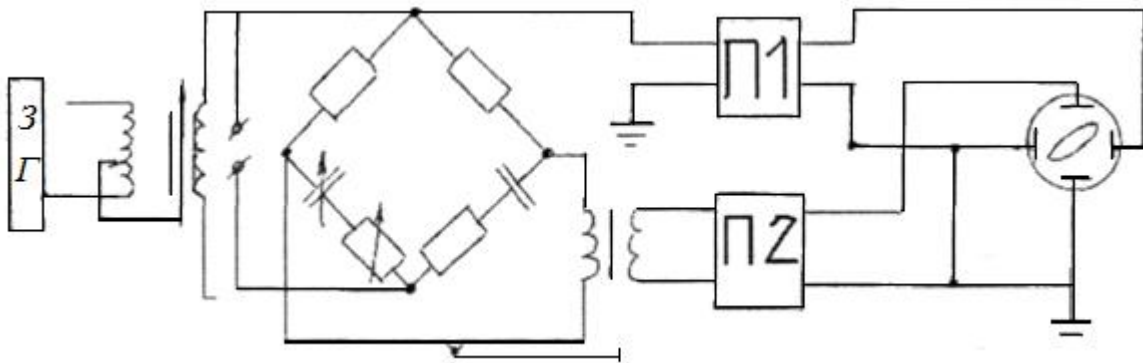


Рис.4. 12

### ***Резонансні методи вимірювання $\epsilon$ і $\text{tg}\delta$ . Куметри.***

Резонансні схеми з зосередженими постійними (містять котушки індуктивності, конденсатори та опори) використовуються в діапазоні частот від кількох десятків кГц до  $\sim 250$  МГц. На більш високих частотах використовуються схеми з розподіленими параметрами (хвилеводи, об'ємні резонатори, симетричні лінії).

Резонансні методи поділяються в основному, на три види:

- 1) метод варіації активної провідності;
- 2) метод варіації реактивної провідності контуру;
- 3) метод варіації частоти.

### ***Метод варіації активної провідності***

Здійснюється, головним чином, за допомогою схеми заміщення рис.4. 13.

Генератор високої частоти (1) індуктивно пов'язаний з вимірювальним контуром (2) ( $L_2, C_2$ ), паралельно до якого може під'єднуватись чи досліджуваний зразок  $C_x$ , чи зразковий конденсатор  $C_0$  з регульованим опором

$R_0$ . Вимірювальний прилад (гальванометр з термоелементом) вмикається в третій контур, що має з ним слабкий індуктивний зв'язок.

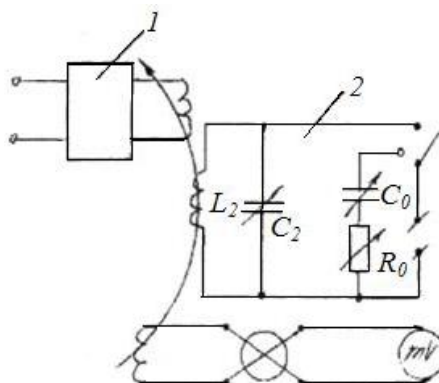


Рис. 4. 13

Умові настання резонансу в контурі відповідає максимальне відхилення стрілки гальванометра.

Під'єднавши  $C_x$  настраюють контур в резонанс за допомогою ємності  $C_2$ . Потім під'єднують еталонний конденсатор  $C_0$  і, змінюючи його ємність, досягають другого резонансу. Щоб відхилення стрілки було таким же як і в першому випадку, користуються змінним опором  $R_0$ . При виконанні цих умов:  $C_x = C_0$  (при  $R_{\text{осл}} = R_0$ );  $C_0$  в пФ;  $R$  – в Ом.

Для одержання задовільних результатів слід забезпечити стабільність частоти і напруги у вимірювальному контурі.

### ***Метод варіації реактивної провідності***

Цей метод передбачає досягнення резонансу шляхом зміни ємності коливального контуру. Напруга на паралельному коливальному контурі при вимірюванні реактивної провідності (ємності) контуру проходить через максимум, а потім зменшується. Якщо по осі абсцис відкласти ємність проградуїрованого зразкового конденсатора і знімати залежність  $U(C_0)$  тобто побудувати резонансну криву: (перший раз – контур без зразка, другий – контур зі зразком) то в другому випадку (рис.4.14) максимум буде зміщеним вліво відносно першого. Для одержання максимуму в цьому випадку

доводиться зменшувати ємність зразкового конденсатора на величину досліджуваного зразка.

Для вимірювання  $\varepsilon$  і  $\operatorname{tg} \delta$  зразка спочатку настроюють в резонанс контур без зразка, визначають ємність зразкового конденсатора  $C_1$ , найбільшу напругу на контурі  $U$ . Шляхом розладнання контуру знаходять величину  $\Delta C_1$ , що відповідає зменшенню напруги до  $\frac{U}{\sqrt{2}}$ .

Потім контур в резонанс настроюють вдруге, з досліджуваним зразком. При цьому знаходять значення:  $C_2, U'', \Delta C_2$ .

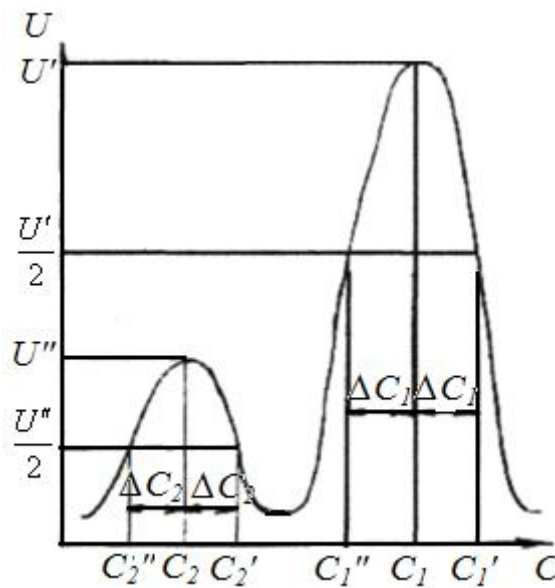


Рис.4. 14.

Ємність зразка дорівнює:  $C_x = C_1 - C_2$ .

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{C_1}{C_x} \left( \frac{1}{Q_2} - \frac{1}{Q_1} \right) = \frac{C_1}{C_1 - C_2} \left( \frac{\Delta C_2}{C_2} - \frac{\Delta C_1}{C_1} \right),$$

де  $Q$  – добротність контуру;

$Q_1 = 2\pi$  – запас енергії в контурі;

$Q_2$  – енергія, яка витрачається за період.

### **Метод варіації частоти.**

Цей метод може бути використаний коли є точний частотомір чи хвильомір. Метод аналогічний попередньому методу. Тут розладнання контура здійснюється за частотою.

$$C_x = C \left[ \left( \frac{\omega_1}{\omega_2} \right)^2 - 1 \right]$$

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{2\omega_2\omega_1}{\omega_1^2 - \omega_2^2} * \frac{U_1 - U_2}{U_2},$$

де  $\omega_1$  і  $\omega_2$  – частоти при першому (без зразка) і при другому резонансі (зі зразком) відповідно;

$U$  – смуга пропускання.

До приладів, які базуються на резонансних методах, відносяться куметри – вимірювачі добротності. В них використовується метод варіації реактивної провідності. Структурну схему куметра наведено на рис. 4.15.

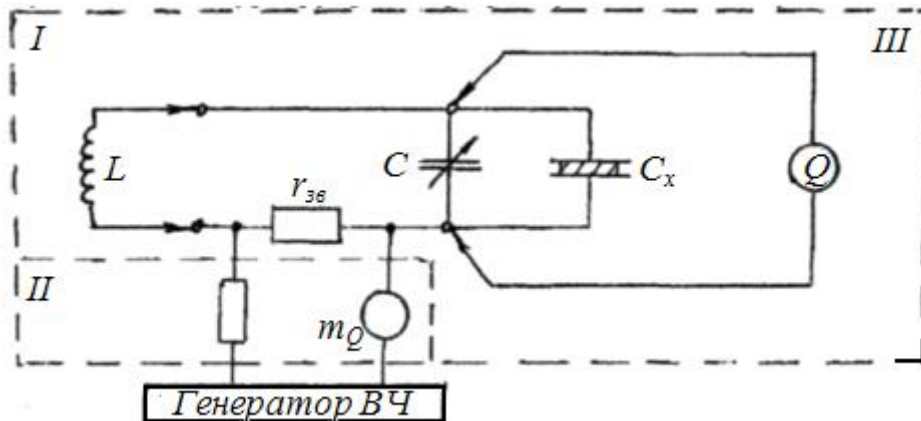


Рис.4. 15.

I – резонансний вимірювальний контур; II – ламповий вольтметр (Q);

III – мікроамперметр – указник множинної добротності ( $m_Q$ );

L – котушка змінної індуктивності; C – конденсатор змінної ємності;

$C_x$  – конденсатор з досліджуваним матеріалом;  $R_{зв}$  – опір зв'язку.

Верхня межа частоти вимірювання цим методом визначається розмірами змінної котушки індуктивності L, яка може бути виготовлена з достатньою добротністю. Куметр дозволяє безпосередньо виміряти добротність матеріалу, вміщеного в конденсатор, який звичайно вмикається паралельно до конденсатора. Вимірювальний контур куметра живиться від генератора ВЧ схема якого виконана так, що його можна розглядати як джерело постійного

струму. Ламповий вольтметр проградуєвано безпосередньо в одиницях добротності  $Q$ .

Діелектричні параметри знаходять за формулами:

$$C_x = C_1 - C_2;$$
$$\operatorname{tg} \delta = \frac{C_1}{C_1 - C_2} \left( \frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_2} \right),$$

де  $C_1$  і  $C_2$  – електроємності конденсаторів;

$Q_1$  і  $Q_2$  – покази вольтметра за умови резонансу без і з ввімкненим конденсатором.

### ***Експериментальна комірка та схема експериментальної установки.***

Експериментальна комірка являє собою – трьохелектродний конденсатор, між струмопідвідними 1 електродами якого вміщено досліджуваний зразок 2. Електроди 1 і захисне (заземлене) кільце 3 ізольованими фторопластовими кільцями 4. Конденсатор разом із спеціальною системою з'єднання 5 вміщено в вакуумну колбу 8, виготовлену з молібденового скла. З'єднуючі провідники 6 впаяно в трубки 7, які на штифтах кріпляться до колби 8. Сама колба вміщена в термокрио-камер 9.

Контроль температури здійснюється за допомогою мідного термометра-опору, відводи якого разом з заземленим кільцем 3 виводяться через спеціальний отвір 10.

Місток ТК-9701 живиться від звукового генератора ГЗ . Він характеризується тим, що проти двох діючих одночасно плечей з опорами  $R_2$  і  $R_1$ , кожний з яких паралельно з'єднаний з повітряним конденсатором змінної ємності, знаходиться два конденсаторних плеча. Одне з яких – це вимірювальна ємність  $C_x$ , друге –  $C_3$  змінної ємності з повітряним діелектриком, який проградуєвано в піко фарадах (пФ). При рівновазі містка ємність конденсатора відраховується безпосередньо за шкалою конденсатора  $C_3$ , а  $\operatorname{tg} \delta$  визначається добутком електроємності  $C_1$  на частоту  $\omega$ .



В комірці створюється вакуум для усунення негативного впливу водяної пари, що міститься в повітрі, та для запобігання обмерзання електродів і корпусу комірки, якщо вимірювання проводять при низьких температурах.

### **ХІД РОБОТИ.**

1 етап. Підготовка досліджуваного зразка та складання дослідної комірки.

1) Перевірити полімерний зразок (плівка діаметром 40 мм і товщиною від 0,25÷1,00 мм) на плоско паралельність. Для цього мікрометром слід провести вимірювання товщини. Визначити товщину зразка з 7-10 дослідів.

2) Зразок помістити в конденсатор між електродами 1, встановити діелектрик 4 та захисне кільце 3.

3) Встановити конденсаторну комірку в з'єднувач 5. Під'єднати до нього з'єднувальні провідники за схемою (рис. 4.17).

4) Змастити штифтові з'єднання вакуумним мастилом і скласти колбу 8.

5) Помістити колбу 8 в термокриокамеру 9.

6) З'єднати провідники за схемою (рис. 4.17).

7) Користуючись форвакуумним насосом відкачати повітря з колби протягом 5хв.

8) Ввімкнути послідовно (один за одним) стабілізатор напруги СН-220, звуковий генератор ГЗ-33, нуль-індикатор Ф-550, місток МО-62.

9) Встановити на ГЗ та нуль-індикаторі (НІ) потрібну для дослідження частоту.

10) Через 1-3 хв на екрані електронно-променевої трубки НІ з'явиться еліпс.

Ручкою „Чутливість dB” домогтися чіткого зображення.

11) Користуючись регулятором змінного конденсатора  $C_3$  „ $C_x$ , ПФ” домогтися перетворення еліпса в пряму лінію, що проходить через 1 і 3 квадранти.

12) Ручкою „ $A_{1x}$ ” перевести зображення прямої лінії в горизонтальне положення.

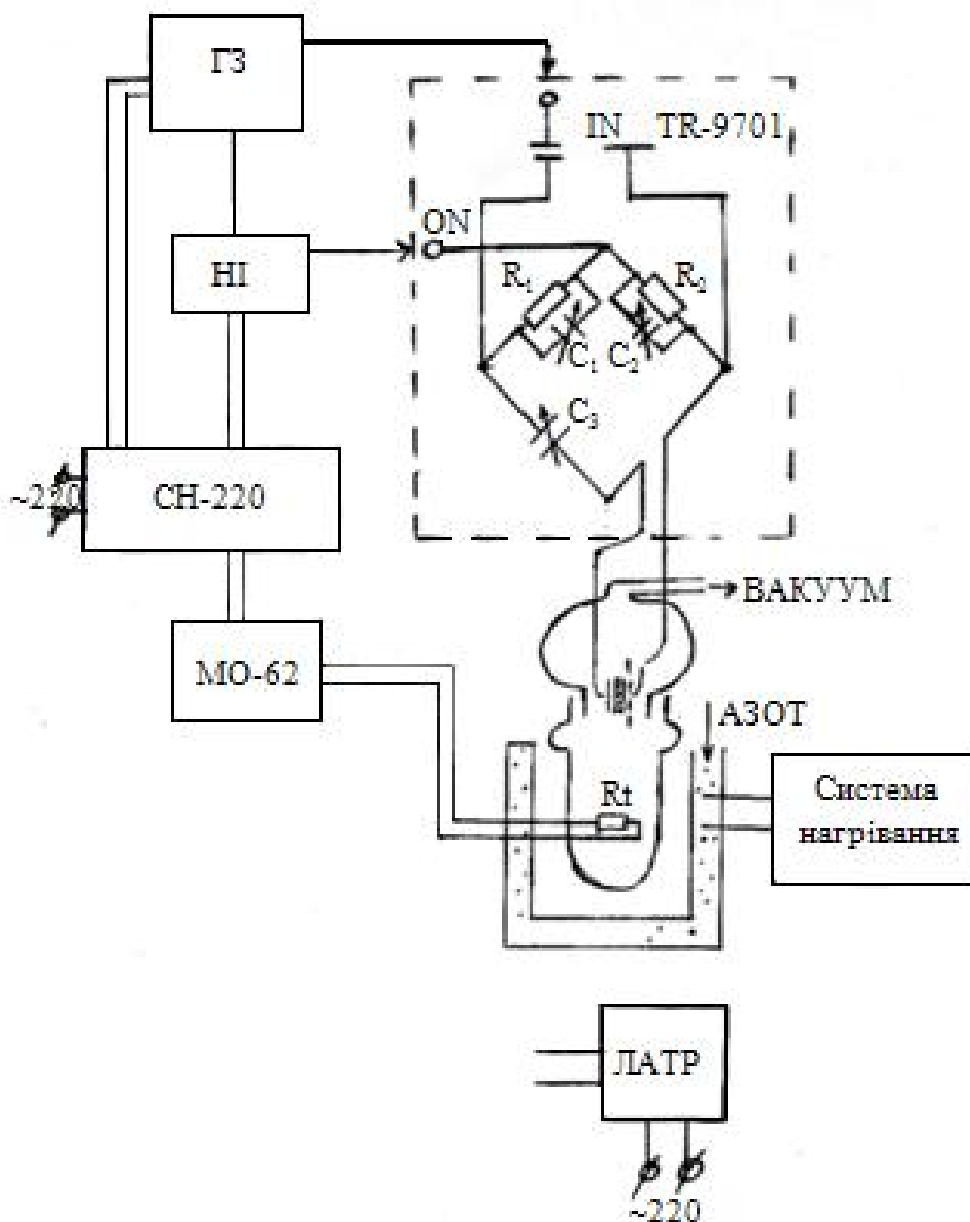


Рис.4. 17.

13) Записати покази електроємності  $C = C_X$  та розрахувати  $tg\delta$  ( $tg\delta = A_1\omega R$ , де  $\omega$  – частота вимірювання; значення коефіцієнта  $R$  беруть з таблиці, вміщеної на передній панелі моста).

14) Розрахувати  $\varepsilon = C/C_0$  ( $C_0$  – ємність конденсатора).

15) Залити в термокамеру рідкий азот.

16) За допомогою напівпровідникового термометра опору, вміщеного в термокамеру („ $R_t$ “, рис. 4.17) та містка опорів МО-62 провести контроль температури.

17) Включити систему нагрівання. Через кожні  $5 \div 10$  градусів (за вказівкою викладача) провести вимірювання  $C$  та  $\operatorname{tg}\delta$  (ПП 9-13).

18) Скласти звітну таблицю та побудувати графік залежностей  $C=f(T)$ , та  $\operatorname{tg}\delta=f(T)$ .

19) Обчислити похибки вимірювань.

### **Література.**

1. И.И Перепечко. Введение в физику полимеров. – М: Химия, 1978. – 312 с.
2. Электрические свойства полимеров. Под ред. Б.И Сажина, Ленинград: Химия, 1977. – 192 с.
3. Г. Фрѐлих. Теория диэлектриков. – М.: ИЛ, 1960. – 251 с.
4. Ю.В. Корицкий. Основы физики диэлектриков. – М.: Энергия, 1979. – 248 с.
5. В.М Носолюк. Діелектричні релаксаційні процеси в твердих полімерах. – К.: Вища школа, 1977. – 204 с.

## Лабораторна робота №11. ВИЗНАЧЕННЯ ЕНЕРГІЇ АКТИВАЦІЇ РЕЛАКСАЦІЙНИХ ПРОЦЕСІВ ДІЕЛЕКТРИЧНИМ МЕТОДОМ.

**Прилади і матеріали:** 1. Експериментальна комірка. 2. Термокриокамера. 3. Експериментальна установка на базі містка TR-9701, нуль-індикатора, звукового генератора ГЗ-33. 4. Досліджуваний зразок з полімерного матеріалу.

### Теоретичні відомості.

На температурній залежності тангенса кута діелектричних втрат полімерних матеріалів, як правило, проявляється два або більше яскраво виражених максимуми (рис.4.18).

Температурні залежності діелектричних втрат поліметилкрилату (1, 2) і полівінілцетату (3, 4), зняті на частоті  $\nu = 20$  Гц (2, 4) та  $\nu = 5$  Гц (1, 3).

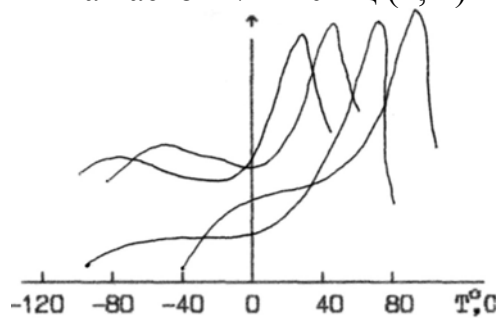


Рис.4.18.

З них низькотемпературний максимум обумовлений дипольногруповими процесами ( $\beta$  – релаксаційний процес), високотемпературний дипольно-сегментальними процесами ( $\alpha$  – релаксаційний процес силування). Згідно з теорією релаксаційної спектроскопії, температура релаксаційного процесу залежить від частоти:

$$\frac{1}{T} = \frac{k}{U_i} \ln \frac{C_i}{2B_i} - \frac{k}{U_i} \ln \nu,$$

де  $U_i$  – енергія активації релаксаційного процесу;  $B_i$  – передекспонента рівняння Больцмана-Арреніуса;  $\nu$  – частота;  $k$  – стала Вольцмана;  $C_i$  – безрозмірна стала. Для дипольно-групових процесів релаксації енергія активації не є функцією температури, і тому її можна розрахувати з нахилу прямої в координатах  $\ln \nu = f(1/T)$ .

Більшість полімерів характеризується залежністю енергії активації дипольно-сегментального процесу ( $\alpha$ -релаксація) від температури. Ця залежність може бути представлена аналітично за допомогою рівняння Фальгера-Таммана-Фогеля:

$$U_\alpha = U_\infty / [1 - (T/T_0)]$$

і графічно – рис.4.19.

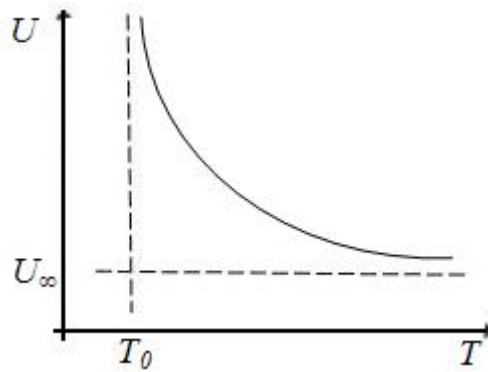


Рис.4.19.

В рівнянні  $U_\infty$  – те найменше значення енергії активації, до якого асимптотично наближається енергії активації при нескінченному зростанні температури;  $T_0$  – те мінімальне значення температури, нижче якого даний процес взагалі неможливий.

#### ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ.

Вимірювання проводяться згідно з інструкцією до лабораторної роботи.

1. Вмістити досліджуваній зразок в конденсатор досліджуваної комірки.
2. Залити рідкий азот в термохриокамеру.
3. Поступово змінюючи і фіксуючи температуру, визначити тангенс кута діелектричних втрат ( $\text{tg}\delta$ ) в інтервалі температур від  $-150^\circ\text{C}$  до  $+250^\circ\text{C}$ . Покази вимірювань зняти при частотах: 100Гц, 500Гц, 1кГц, 10 кГц, 100кГц.
4. Побудувати графіки залежностей  $\text{tg}\delta=f(T)$  для кожної частоти, як це представлено на рис.1.
5. За графіками залежностей  $\text{tg}\delta=f(T)$  визначити значення максимумів для кожної частоти.
6. Побудувати графіки залежностей  $\ln\nu=f(1/T)$  для дипольно-групового та дипольно-сегментального процесів релаксації.
7. Визначити значення енергій активації процесів.
8. Зауваження: якщо графік залежності  $\ln\nu=f(1/T)$  для дипольно-сегментального процесу досліджуваного зразка матиме нелінійний характер, обчислити значення  $U_i$ , яке буде відповідати температурі прояву процесу при стандартній частоті  $\nu=1$  Гц.

## Лабораторна робота №12 ВИЗНАЧЕННЯ ДІЕЛЕКТРИЧНОЇ ПРОНИКНОСТІ РІДИН ТА ДИСПЕРСНИХ СИСТЕМ

ЗАВДАННЯ:

1. Ознайомитись з будовою та принципом дії спірального конденсатора.
2. Навчитись вимірювати діелектричну проникність рідких об'єктів.

ПРИЛАДИ І МАТЕРІАЛИ:

1. Експериментальна установка на базі моста TR-9701.
2. Спеціальна дослідницька комірка.
3. Набір рідин для дослідження.

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ: Описана в лабораторній роботі експериментальна дослідницька комірка дозволяє вимірювати діелектричну проникність  $\epsilon$  і тангенс кута діелектричних втрат  $tg\delta$  твердих діелектриків у вигляді тонких дисків. Використання такої експериментальної комірки стає неможливим при дослідженні рідких, сипучих матеріалів або дисперсних систем. Спеціально для таких систем може бути використана спеціальна дослідницька комірка на базі спірального конденсатора (рис.4.20 та 4.21).

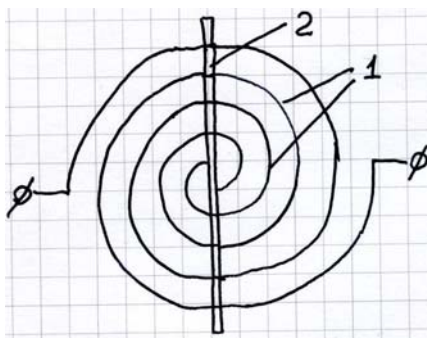


Рис. 4.20. Пластини спірального конденсатора (вигляд згори).

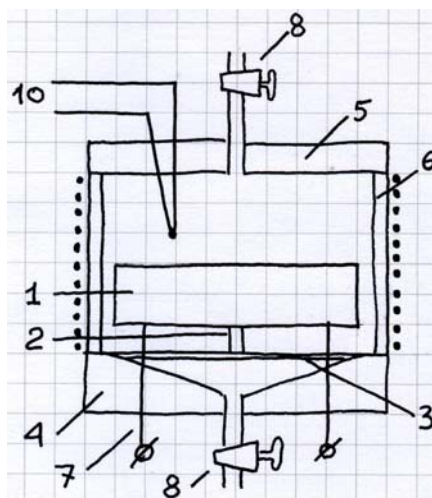


Рис.4. 21. Вимірювальна комірка (спіральний конденсатор).

Пластинки 1 спірального конденсатора виготовлені з нікеля в вигляді двох спіралей, що закріплені на фторопластовій пластині 2 на відстані 2 мм одна від одної так, як показано на рис.1 і 2. Пластина 2 виступом на диску 3, який встановлено на нижній кришці 4 розбірного корпусу комірки. Обидві кришки 4 та 5 і сам корпус 6 виготовлено з фторопласту. Диск 3, в якому просвердлено велику кількість отворів, жорстко кріпиться за допомогою вивідних контактів 7, виготовлених з нікелю, до нижньої кришки 4. Вивідні контакти 7 під'єднуються до клем вимірювального приладу. В верхній і нижній кришках встановлено скляні крани 8, які можуть бути використані для заливу і зливу рідини, а також для прокачування парів рідин для зміни вологості в середині дослідницької комірки. З метою регулювання температури на корпус 6 біфілярно намотано нагрівач, який живиться від програмованого регулятора температури. Температура вимірюється за допомогою диференціальної термопари 10, яка заведена через верхню кришку 5.

### ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. Підготувати установку на базі моста TR та досліджувану комірку до вимірювань.
2. Під'єднати вивідні контакти 7 пластин конденсатора 1 до клем вимірювального моста.
3. Користуючись порядком вимірювань згідно до лабораторної роботи виміряти  $C_0$  – ємність порожнього спірального конденсатора.
4. Закрити нижній кран і крізь верхній кран (або зняти верхню кришку) залити досліджувану рідину в простір між пластинами конденсатора.
5. При цьому необхідно слідкувати за тим, щоб пластини були повністю покриті рідиною і на них не залишилось пухирців повітря.
6. Закрити верхній кран (або верхню кришку).
7. Провести вимірювання ємності  $C_x$  конденсатора з рідиною (див. пункт 3).
8. Розрахувати діелектричну проникність досліджуваної рідини

$$\varepsilon = \frac{C_0}{C_x}.$$

Аналогічно може бути визначена діелектрична проникність для будь-яких сипучих матеріалів, паст, дисперсних систем.

## **Лабораторна робота № 13 ДОСЛІДЖЕННЯ СТАНУ ВОЛОГИ В ДИСПЕРСНИХ СИСТЕМАХ ДІЕКТРИЧНИМ МЕТОДОМ**

**ЗАВДАННЯ:** Визначити залежність діелектричної проникності дисперсних систем від вологості.

**ПРИЛАДИ І МАТЕРІАЛИ:**

1. Експериментальна установка на базі моста TR-9701.
2. Спеціальна дослідницька комірка – спіральний конденсатор.
3. Компресор.
4. Посудина для зволоження повітря.
5. Аналітичні терези.
6. Кварцовий пісок.
7. Дистильована вода.
8. Резинові та скляні з'єднувальні трубки.
9. Програмований регулятор температури.
10. Цифровий вольтметр типу В7-21.

### **ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ ТА ОПИС ПРИЛАДУ.**

Відомо, що вода – полярний діелектрик з високим значення діелектричної проникності. Це накладає відбиток на діелектричні властивості будь-яких колоїдних та дисперсних систем та розчинів на основі води. Але специфічність діелектричних властивостей буде визначатись не лише вкладом води, але і станом її в даній дисперсній системі. Проілюструвати це можна на прикладі зволоження кварцового піску (рис.4.22). На рис.4.22а. представлена схематично ділянка гарнопросушеного кварцового піску. Волога повністю відсутня. Якщо почати зволожувати його, тобто пропускати через цю систему збагачене водою повітря, то частина води при цьому буде сорбуватись поверхнею кварцового піску (рис.4.22б). За рахунок капілярних явищ ця волога буде накопичуватись в місцях найбільш щільної упаковки 810 г. Такий стан вологого піску називається "ущимлена вода". При збільшенні концентрації води система переходить в стан "ущимленого повітря", тобто пухирці повітря з усіх боків оточуються водою (рис.4.22в). Залежність діелектричної проникності  $\epsilon$  від процентного вмісту води буде мати вигляд зростаючої пропорційної залежності.



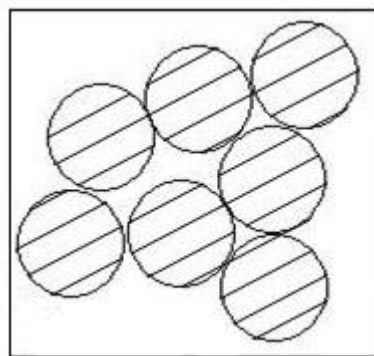


Рис 4.22 а

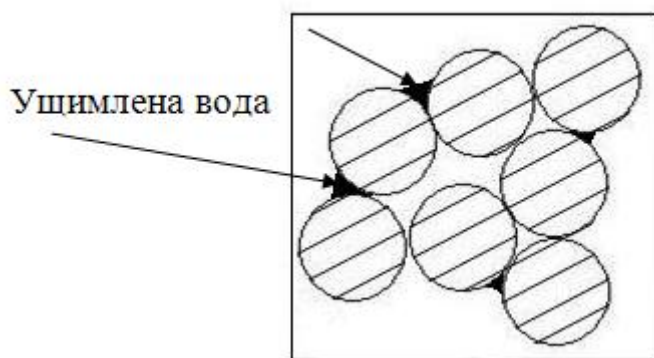


Рис 4.22 б

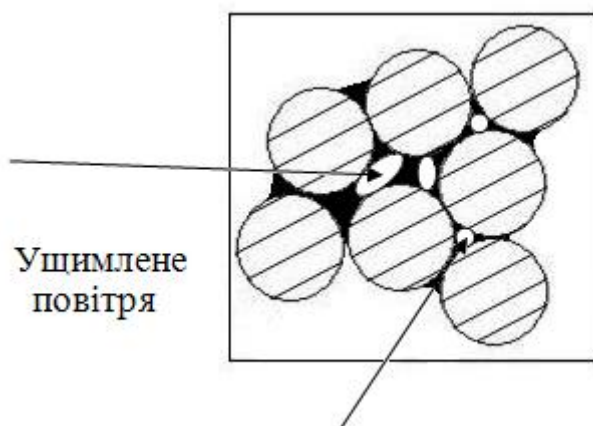


Рис4.22 в

**Схема зволоження кварцового піску.**

Але нахил залежності при переході від стану "ущимлена вода" до стану "ущимлене повітря" змінюється (рис.4.23).

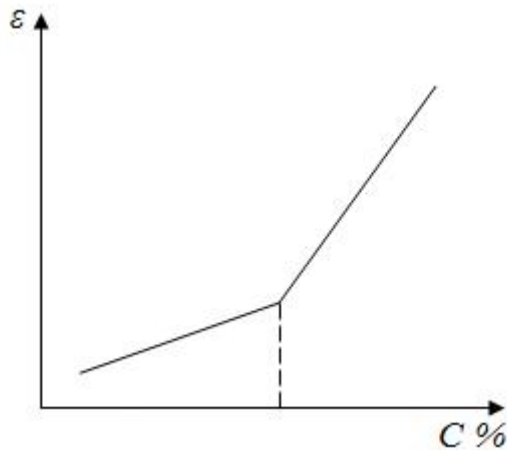


Рис.4.23. Якісна залежність діелектричної проникності вологого кварцового піску від вмісту води.

Процентний вміст води, при якому відбувається перехід з одного стану в інший, буде залежати від ступеня дисперсності кварцового піску, температури тощо.

#### ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. Підготувати експериментальну установку та досліджувану комірку до вимірювань.
2. Пропалений та просушений кварцовий пісок зважити для визначення його маси  $m_{SiO_2}$ .
3. Визначити масу вимірювальної комірки без піску  $m_0$ .
4. Помістити кварцовий пісок через верхню кришку вимірювальної комірки в простір між пластинами 1 закрити верхню кришку.
5. З'єднати, як це показано на рис.3, верхній кран 2 вимірювальної комірки 1 з компресором 5 та нижній кран 3 з посудиною для зволоження повітря 6 за допомогою з'єднувальних трубок 4.
6. Включити експериментальну установку: виміряти ємність конденсатора з сухим піском  $C_1$ , користуючись порядком вимірювань згідно лабораторної роботи.
7. Відкрити крани 2 і 3 і включити на 15-20 хв. компресор 5. При цьому повітря проходить крізь посудину з бідистильованою водою. Волога буде адсорбуватись на частинках.
8. Вимкнути компресор. Перекрыти крани 2 і 3. Повторити пункт , і визначити ємність конденсатора  $C_2$ .
9. Від'єднати з'єднувальні трубки і з'єднувальні провідники і визначити масу вимірювальної комірки із зволеним піском  $m_1$ .
10. Розрахувати масу вологого піску  $m' = m_1 - m_0$ .
11. Розрахувати процентний вміст води (вологість піску) в даній дисперсній системі.

$$x = \frac{m' - m_{\text{SiO}_2}}{m'} \cdot 100\%$$

12. Розрахувати, знаючи ємність  $C_0$  порожнього конденсатора, діелектричну проникність вологого кварцового піску  $\varepsilon_2$ , яка відповідає  $x_2$  вмісту води.

$$\varepsilon_2 = \frac{C_2}{C_0}.$$

13. Обчислити діелектричну проникність сухого кварцового піску, яка відповідає вмісту води  $x_1 = 0\%$ .

14. Змінити вміст води і виміряти нові значення  $\varepsilon_3$  і  $x_3$ , повторивши пункти 7, 8, 9, 10, 11, 12. Повторити вимірювання 8-10 раз.

15. Скласти таблицю значень 1 побудувати графік залежності  $\varepsilon = f(T)$ .

16. По точці перетину визначити критичне значення концентрації води при якому дана дисперсна система переходить з стану "ущимлена вода" в стан "ущимленого повітря".

## Література

1. Агранат Б.А., Дубровин М.Н., Ескин Г.И. Основы физики и техники ультразвука. – М.: 1987.
2. Берклеевский курс физики. Ф.Крауфорд. Вольны. – М.: 1976.
3. Физическая акустика / Под ред. У.Мазона. – Т.2, ч. А и Б. – М.: 1968; Т.3, ч. Б. – М.: 1969.
4. Берман Н. Ультразвук и его применение в науке и технике. – М.: 1975.
5. Ультразвук. Маленькая энциклопедия / под. ред. И.П.Гальминой. – М.: 1969.
6. Інструкція до вимірювача швидкості поширення і коефіцієнта поглинання ультразвуку «УС-12-ИМ».
7. Бартенев Г.М., Сандитов Д.С. Релаксационные процессы в стеклообразных системах. – Новосибирск: Наука, 1986. – 238 с.
8. Бартенев Г.М., Шут Н.И., Дущенко В.П., Сичкарь Т.Г. Релаксационные переходы в эпоксидных полимерах. Высокомолек.соед. 1986, сер. А, Т. XXVIII, №3, С. 627-633
9. Волькенштейн М.В., Птицин О.Б., / Журн.техн.физ. – 1956. – Т.26, № 10.– С.2204.
10. Янчевский Л.К., Шут Н.И., Лазоренко М.В., Левандовский В.В, // Высокомолек. соед. – А.: 1980. – С.32, № 2. – С.307
11. Бартенев Г.М., Шут Н.И., Лазоренко М.В., Баглюк С.В. // Высокомолек. соед. – А.: 1987. – Т.20, № 11. – С.2426.
12. Shut N.I., Sichkar T.G., Bartenew G.M. Relaxation spectrometry of highly cross-linked polymer with epoxy lacquer resin base. Acta Polymerica, 1987, vol. 38, №8, p. 477– 482.
13. Бартенев Г.М., Лазоренко М.В. // Высокомолек. соед. – Б.: 1984. – Т.26, № 51. – С.380.
14. Привалко В.П. Свойства полимера в блочном состоянии. Справочник по физической химии полимеров. – Т.2. – К.: 1984. – 330 с.
15. Абрамова С.К., Лазарев И.И., Заводская лабораторія. – № 9. – 1966. – С.1156.
16. Барановский В.М., Левандовский В.В. / в сб. «Физика твердого тела». – К.: КГПИ, 1972. – 143 с.
17. Платунов Е.С. Теплофизические измерения в монотонном режиме. – М.: 1973.

18. Сергеев О.А. Метрологические основы теплофизических измерений. – М.: 1973.
19. Хайкин С.Е. – Физические основы механики. – М.: Наука, 1971. – 751 с.
20. Стрелков С.П. Механика. – М.: Наука, 1975. – 559 с.
21. Перепечко И.И. Свойства полимеров при низких температурах. – М.: Химия, 1971. – 271 с.
22. Бакунцева М.В., Гаркуша О.М., Горбик П.П., Левандовський В.В., Янчевський Л.К. Особливості поведінки температурного коефіцієнта лінійного розширення системи поліхлортрифторетилен – йодид срібла / Доповіді НАН України. – 2002. – №9. – С.95-99.
23. Янчевський Л.К., Левандовський В.В.. Определение комплекса релаксационных характеристик процесса стеклования полимеров по данным калориметрических исследований / Высокомолек. соед. – Б. – 1990. – Т.33, №5. – С.323-325.
24. Yanchevsky L.K., Levandovsky V.V. Determination of the parameters of relaxation spectrum of polymers from the results of calorimetric measurements. / Acta Polymer. – 1993. – Vol. 44. – p. 29-30.
25. Новикова С.И. Тепловое расширение твердых тел. – М.: Наука 1974. – 292 с.
26. Чудновский А.Ф. Теплофизические характеристики дисперсных материалов. – М.: Физматгиз, 1962. – 456 с.
27. Лыков А.В. Теория теплопроводности. – Высш. шк., 1967. - 600 с.
28. Дульнев Г.Н., Олейник Б.Н., Платунов Е.С. Известия высших учебных заведений. – Приборостроение, 4, № 6, 1961.
29. Генгринович Б.И., Фогель В.О. Каучуки и резина. – 1957, № 9. – С. 27-30.
30. Holzmüller W., Tantz H. Plaste und Kautschuk, 9, № 6, 264, 1962.
31. Anderson D.R., Chem. Revs., 1966, 66, № 6, p. 667.
32. Лыков А.В. Строительная промышленность, № 5, 28, - 1952.
33. Кондратьев Г.М. Регулярный тепловой режим. – Гостехиздат, 1954, 462с.
34. Буравой С.Е., Курепин В.В., Платунов Е.С. О теплофизических измерениях в монотонном режиме (обзор). ИФЖ, т. 21, 1971, № 4. – С. 750-760.
35. Платунов Е.С. Метод скоростного измерения температуропроводности теплоизоляционных и полупроводниковых материалов в широком интервале температур. – Известия вузов. «Приборостроение», 1961, № 1. – С. 84-93.

36. Платунов Е.С. Метод скоростных измерений теплопроводности и теплоемкости материалов в широком интервале температур. – Известия вузов. «Приборостроение», 1961, № 4. – С. 90-97.
37. Платунов Е.С. Температурное поле тонкой пластины в режиме монотонного разогрева. – ИФЖ, 1965, № 4. – С. 507-511.
38. Платунов Е.С., Курепин В.В. Метод комплексного определения теплофизических параметров в режиме монотонного разогрева. // В кн.: Исследования по теплопроводности. – Минск: ИТМО АН БССР, 1967. – С. 273-282.
39. Eiermann K., Hellwege K.H., Knappe W. / Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen im Temperaturbereich von  $-180^{\circ}\text{C}$  bis  $+90^{\circ}\text{C}$ . – «Kolloid Zeitschrift», 1961, № 2. – Ss. 134-142.
40. Буравой С.Е., Платунов Е.С., Шрамко Ю.П. Методы исследования теплофизических свойств твердых материалов в режиме монотонного изменения температуры. / В кн. «Тепло- и массоперенос» – Т. 7. – Минск: «Наука и техника», 1968. – С. 238-249.
41. Годовский Ю.К. Теплофизические методы исследования полимеров. – М.: Химия. 1976. – 216 с.
42. Бернштейн В.А., Егоров В.М. Дифференциальная сканирующая калориметрия в физикохимии полимеров. – Л.: Химия, 1990. – 248 с.
43. Курепин В.В., Платунов Е.С. Изв. вузов. «Приборостроение», 1961, № 4. – С. 119-123.
44. Eiermann K., E.A. Koll. – Z. u Z. Polymere. – 1961. – P. 174-184.
45. Дульнев Г.П., Платунов Е.С., Курепин В.В. Прибор для скоростных измерений теплопроводности в интервале температур от  $-100^{\circ}\text{C}$  до  $+400^{\circ}\text{C}$ . – ГОСИНТИ, 1966. – № 18-66-688/41. – 20 с.
46. Платунов Е.С., Курепин В.В. Приборы для исследования температуропроводности и теплоемкости в режиме монотонного разогрева. – Изв. вузов. «Приборостроение», 1966, № 3 – С. 127-130.
47. Волькенштейн В.С. Скоростной метод определения теплофизических характеристик материалов. – Л.: «Энергия», 1971. – 144 с.
48. Янчевский Л.К., Левандовский В.В., Дущенко В.П., Горносталь П.М. Повышение точности и расширение возможности прибора для определения теплофизических характеристик материалов методом двух температурно-временных интервалов // Промышленная теплотехника, т. 6, № 4, 1984. – С. 76-78.

Навчальне видання

**М.І. Шут, В.В. Левандовський, Т.Г. Січкара,  
Л.К. Янчевський**

# **ЗАГАЛЬНА ФІЗИКА**

## **СПЕЦІАЛЬНИЙ ФІЗИЧНИЙ ПРАКТИКУМ**



Підписано до друку 25.01.2017 р. Формат 60x84/16.

Папір офісний. Гарнітура Times New Roman.

Ум. др. арк. 11,04. Обл.-вид. арк. 6,09

Тир. 300 прим. Зам. № 204.

Віддруковано з оригіналів.

---

Видавництво Національного педагогічного університету  
імені М.П. Драгоманова. 01601, м. Київ-30, вул. Пирогова, 9  
Свідоцтво про реєстрацію ДК № 1101 від 29.10.2002. (044) 234-75-87  
Віддруковано в друкарні Національного педагогічного університету  
імені М.П. Драгоманова (044) 239-30-26