

ĆWICZENIE 1

Otrzymywanie hybrydowych kompozytów epoksydowych z dodatkiem antypirenów

Cel ćwiczenia:

Celem ćwiczenia otrzymanie hybrydowych kompozytów epoksydowych o właściwościach uniepalniających.

Materiały stosowane do badań:

1. Żywica epoksydowa Epidian 6,
2. Utwardzacz Z1 – trietylenotetraamina,
3. Krzemionka koloidalna,
4. Polifosforan amonu (APP),
5. Dipentaerytrol (DPER),
6. Pirofosforan melaminy (MPYP),
7. Ortofosforan melaminy (MP),
8. Hydroksycynian cynku ($ZnSn(OH)_6$),
9. Dietylofosfinian aluminium, Exolite (OP 935),
10. Fosforan tributylu (TBP),
11. Melamina, Mel,
12. Płyty ze stali nierdzewnej o wymiarach 200x300x5 mm,
13. Wałki ryflowane do laminowania ręcznego,
14. Folia teflonowa o grubości 0,05 mm,
15. Myjka ultradźwiękowa U504, ULTRON (Polska),
16. Homogenizator, typ 309 z przystawką do ucierania, producent: Spółdzielnia Pracy „Mechanika precyzyjna” (Polska),
17. Szybkoobrotowy homogenizator Dispermat typu D-51580 z mieszadłem turbinowym GETZMANN GmbH (Niemcy),
18. Tkaniny szklane, węglowe i aramidowe o splocie skośnym 2/2 i gramaturze 200g/m².

Wykonanie ćwiczenia:

1. Otrzymanie kompozycji epoksydowych

Przygotować jeden zestaw kompozycji epoksydowych spośród przedstawionych w tabeli 1.

Zestaw	Nr kompozycji	Zawartość procentowa antypirenu, %							
		APP	DPER	Krzemionka	MP	MPYP	TBP	ZnSn(OH) ₆	OP935
1	1	20	-	-	-	-	-	-	-
	2	15	5	-	-	-	-	-	-
2	1	15	5	-	-	-	-	-	-
	2	13	4	3	-	-	-	-	-
3	1	15	-	-	-	-	-	5	-
	2	-	-	-	15	-	-	5	-
4	1	-	5	-	-	15	-	-	-
	2	-	4	3	-	13	-	-	-
5	1	-	-	-	-	-	5	-	15
	2	-	-	-	-	-	-	-	15
6	1	-	-	-	-	15	-	-	5
	2	-	-	-	-	10	-	-	10

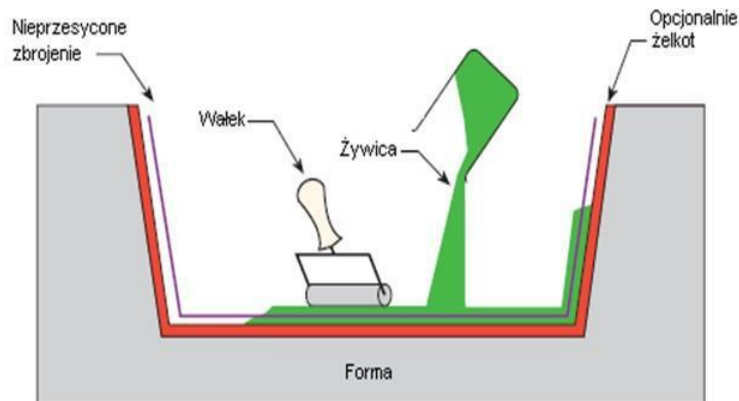
Sporządzić kompozycje epoksydowe z dodatkiem antypirenów. Masa kompozycji epoksydowej ok. 150 g. Po każdorazowym dodaniu antypirenów dyspergować je do momentu otrzymania homogenicznej zawiesiny według następujących etapów.

- mieszanie przez 10 i 45 min w szybkoobrotowym mikserze termostatowanym w temperaturze 50°C z prędkością 2500 i 6000 min⁻¹. Elementem homogenizującym jest mieszadło turbinowe,
- końcowa homogenizacja w homogenizatorze szybkoobrotowym z przystawką do ucierania typu cylinder-cylinder o niewielkiej szczelinie 0,75 mm i prędkości obrotowej ruchomego cylindra równej 6 000 min⁻¹,
- umieszczeniu w kompozycji sonikatora na czas 5 min.,
- umieszczenie na 30 min kompozycji w myjce ultradźwiękowej podgrzanej do temperatury 50°C.

2. Otrzymanie laminatów

Należy wykonać dwa rodzaje laminatów dwuwarstwowych, wzmocnionych włóknem szklanym lub węglowym z osnową epoksydową. Przygotować stanowisko do laminowania ręcznego. Do otrzymania laminatów należy zastosować kontaktową metodę formowania (rys. 1.) przesycając kolejno układane warstwy tkaniny żywicą z użyciem ryflowanego wałka. Warstwy te umieścić na folii politetrafluoroetylenowej (PTFE) stanowiącej środek oddzielający od płyty stalowej o wymiarach 200x300 mm stanowiącej dolną część formy przyszęłego kompozytu. Po dokładnym przesyceniu warstw tkaniny i usunięciu nadmiaru żywicy, wierzchnią warstwę laminatu przykryć drugą formatką folii PTFE i kolejną płytą stalową i ścisnąć. Po dokładnym przesyceniu i zżelowaniu żywicy dalsze utwardzanie prowadzić pod ciśnieniem atmosferycznym przez 24 h, po czym kompozyt usunąć z formy i dotwardzić w temperaturze 100°C przez 6 h w suszarce z wymuszonym obiegiem powietrza. Z tak wykonanych laminatów wyciąć próbki do badań oceny odporności na płomień zgodnie z odpowiednimi normami.

Stosować 13% mas. utwardzacza w stosunku do masy żywicy



Rys. 1. Laminowanie kontaktowe lay-up

3. Otrzymanie kształtek w postaci beleczek.

Wykonać kształtki w postaci beleczek za pomocą odlewania do form silikonowych. Otrzymać w ten sposób ok. 6 beleczek. Po dodaniu dokładnie wymieszać kompozycję i wlać ją powoli, równym strumieniem do poziomo ułożonej formy silikonowej. Przed waniem żywicy, formę należy pokryć cienką warstwą środka antyadhezyjnego. Odlewanie przeprowadzić do form o różnych kształtach gniazd: krążki o kilku średnicach i grubościach, prostokątne belki, stożek ścięty. Zalane kompozycjami żywicznymi formy pozostawić na około 3 godziny (w przypadku żywic epoksydowych ten czas może się okazać dłuższy) w pokojowej temperaturze. Po tym czasie wyjąć odlew formy i wstawić do suszarki włączając ogrzewanie.

Wybrane zagadnienia niezbędne do kolokwium:

1. Metody oceny palności w skali laboratoryjnej.
2. Rodzaje antypirenów.
3. Mechanizmy działania antypirenów.
4. Metody ograniczania palności.
5. Synergizm działania antypirenów.
6. Etapy spalania materiałów polimerowych.
7. Ocena odporności na płomień.

8. Mechanizm powstawania i spalania koksu.
9. Proces karbonizacji z udziałem APP-PER.
10. Degradacja i destrukcja polimerów w trakcie palenia.
11. Budowa mikrokalorymetru i kalorymetru stożkowego.

Opracowanie wyników (ćwiczenie nr 2):

1. Obliczyć procentową zawartość tkaniny w kompozytach.
2. Oznaczyć indeks tlenowy otrzymanych laminatów.
3. Zapisać wyniki ubytku masy i czasów palenia próbek po pomiarze wg UL-94 (test HB i V).
4. Scharakteryzować wykresy HRR i MLR oraz opisać pozostałe wyniki zarejestrowane podczas badania w mikrokalorymetrze stożkowym.
5. Dołączyć zdjęcia próbek po badaniu wraz z opisem.
6. Na podstawie wyników określić wpływ dodatków na palność kompozytów oraz określić prawdopodobny mechanizm uniepalniania (scharakteryzować efekt synergiczny działania dodatków uniepalniających).
7. Porównać odporność na płomień laminatów.

Literatura:

1. Pod redakcją Bolesława Jurkowskiego i Henryka Rydarowskiego, „*Materiały polimerowe o obniżonej palności*”,
2. Grażyna Jankowska, Władysław Przygocki, Andrzej Włochowicz, „*Palność polimerów i materiałów polimerowych*”. WNT, Warszawa,
3. Pod redakcją Bolesława Jurkowskiego i Henryka Rydarowskiego, „*Materiały polimerowe o obniżonej palności*”,