

УДК 662.215.25:666.223.9

ИЗМЕРЕНИЕ ЯРКОСТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ЭПОКСИДНОЙ СМОЛЫ ПРИ УДАРНОМ СЖАТИИ

С. А. Бордзиловский^{1,3}, С. М. Караханов¹, К. В. Хищенко²¹Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН, 630090 Новосибирск, bordz@ngs.ru²Объединенный институт высоких температур РАН, 125412 Москва³Новосибирский государственный университет, 630090 Новосибирск

Пирометрическим методом измерена яркостная температура ударно-сжатой эпоксидной смолы EC141 NF в диапазоне давлений $19 \div 42$ ГПа. Экспериментальные точки в пределах ошибки удовлетворительно согласуются с расчетом, проведенным в работе. Из результатов экспериментов следует, что область предполагаемого фазового перехода на плоскости температура — давление явно не выражена. На основании регистрации профилей массовой скорости на границе раздела смола — вода сделан вывод об отсутствии химического превращения в эпоксидном компаунде EC141 NF при давлении 22.5 ГПа в течение времени наблюдения.

Ключевые слова: ударная волна, эпоксидный компаунд, температура, лазерный интерферометр.

ВВЕДЕНИЕ

Интерес к термодинамическим свойствам полимерных материалов в условиях высоких давлений и температур обусловлен их применением в качестве конструкционных материалов. Кроме того, термодинамическое описание полимеров необходимо для численного моделирования процессов при высоких плотностях энергии [1, 2]. Физико-химические изменения при их динамическом нагружении до нескольких десятков гигапаскалей типичны для органических соединений и усложняют построение уравнения состояния. Поэтому новые экспериментальные данные в области перехода позволяют тестировать вид уравнения состояния.

Ударно-волновые данные для эпоксидной смолы указывают на увеличение сжимаемости в диапазоне давлений $18 \div 35$ ГПа [3]. Для эпоксидной смолы ЭД-5 на основе данных по сжимаемости разработано уравнение состояния и проведен расчет фазовой диаграммы на плоскости давление — температура [4]. При этом увеличение сжимаемости связывается с фазовым переходом первого рода либо с химическим превращением. Из расчета следует, что в области

фазового перехода температура уменьшается с увеличением давления. Однако данные по измерению температуры ударно-сжатой эпоксидной смолы в этой области отсутствуют, поэтому получение таких экспериментальных данных, подтверждающих расчеты, представляет большой интерес.

В диапазоне низких давлений существуют ограничения пирометрического метода измерения температуры, связанные с низкой светимостью ударно-сжатого вещества, кроме того, образцы могут сохранять частичную прозрачность при сжатии. В данной работе исследовалась спектральная светимость образцов эпоксидного компаунда EC141 NF при ударном сжатии в диапазоне $19 \div 42$ ГПа. Целью исследований было определение яркостной температуры ударно-сжатого эпоксидного компаунда в области предполагаемого фазового перехода и сопоставление с существующими уравнениями состояния.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ТЕХНИКА

Образцы изготавливали из эпоксидной смолы EC141 NF с временем полимеризации 48 ч. EC141 NF — это продукт поликонденсации эпихлоргидрина с бисфенолом А (средняя молекулярная масса смолы 700), отвердитель — полиэтерамин, 31 % от массы смолы. Зависимости спектрального пропускания образцов показали, что в диапазоне длин волн $400 \div 900$ нм они практически постоянны и

Работа выполнена при поддержке фонда Президента РФ по государственной поддержке ведущих научных школ (НШ-247.2012.1 и НШ-7241.2012.2), Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 11-08-01225) и программы Президиума РАН 2.9.

© Бордзиловский С. А., Караханов С. М., Хищенко К. В., 2013.

близки к пропусканию плексигласа. Так же, как и для плексигласа, на длине волны 300 нм наблюдается резкое падение пропускания.

Схема ударно-волнового нагружения показана на рис. 1. Ударные волны (УВ) в экране из Д16Т толщиной $3 \div 5$ мм генерировались ударниками из Д16Т толщиной $3 \div 6$ мм, ускоренными до $3.7 \div 6$ км/с с помощью взрывных метательных устройств. Ударная волна из экрана проходила в образец из эпоксидной смолы толщиной $5 \div 10$ мм.

Используемая смола близка по составу к эпоксидному компаунду, для которого известна ударная адиабата [3]. Для проверки того, насколько ударно-нагруженные состояния в смоле ЕС141 NF близки к адиабате из [3], проведено определение состояния в одной точке на адиабате путем одновременного измерения скорости УВ (u_s) и давления (p_{sh}) двумя мanganовыми датчиками. Параметры ударно-сжатого состояния системы ЕС141 NF $u_s = 7.45 \pm 0.18$ км/с, $p_{sh} = 28 \pm 1$ ГПа хорошо согласуются с ударной адиабатой эпоксидной смолы [3] при начальной плотности эпоксидного компаунда ЕС141 NF $\rho = 1.13$ г/см³. В дальнейшем для определения ударного давления в образцах измерялась скорость u_s , и затем оно рассчитывалось по ударной адиабате [3].

Для определения яркостной температуры проводилось сравнение спектральных светимостей эталонного источника и ударно-сжатого образца при идентичной геометрии оптической схемы, одинаковых чувствительности фотокатода и усилении фотоумножителей (ФЭУ). В качестве эталона использовали образцовую

ленточную вольфрамовую лампу накаливания типа ТРУ 1100-2350, которая является температурным стандартом в видимом диапазоне света и имеет ленточный излучатель размером 2.5×20 мм. Согласно техническим характеристикам этой лампы яркостная температура излучателя равна 2350 К при силе тока через лампу 30 А. Детальное описание пирометра, использованного в опытах, приведено в [5].

Тепловое излучение из зоны, непосредственно примыкающей к фронту УВ, падало на торцы пучка световодов, расположенных на расстоянии 50 мм от поверхности образца, и затем по световодам длиной 10 м передавалось из взрывной камеры к ФЭУ. Тыльная поверхность образца, обращенная в сторону световодов, закрыта непрозрачной маской с прямоугольной апертурой размером 2.5×20 мм. Диаметр защитной оболочки световода 0.75 мм, диаметр кварцевой сердцевины 0.2 мм, апертурный угол входа света в световод $\approx 18^\circ$. Для того чтобы избежать искажений спектрального состава излучения, в опытах не применяли дополнительные оконные материалы на торце образца. В измерительных каналах между торцами световодов и фотокатодами ФЭУ устанавливали интерференционные светофильтры на линиях $\lambda = 550$ и 630 нм с шириной полосы пропускания $\Delta\lambda = 10$ и 20 нм соответственно. Для улучшения отношения сигнал/шум использовались комбинированный светофильтр КС-СЗС из цветного стекла ($\lambda = 660$ нм, $\Delta\lambda = 120$ нм) и светофильтр из стекла ОС-12 с нижней границей пропускания 560 нм. В качестве детекторов излучения применялись ФЭУ-51. Временное разрешение регистрирующего тракта ≈ 25 нс.

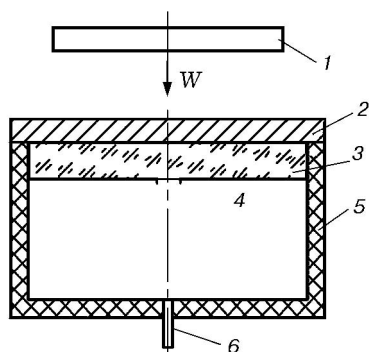


Рис. 1. Схема ударно-волнового нагружения:

1 — ударник, 2 — экран, 3 — образец, 4 — маска, 5 — светонепроницаемый контейнер, 6 — пучок световодов

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Типичные профили пирометрических сигналов в эпоксидной смоле при регистрации излучения в направлении распространения фронта УВ приведены на рис. 2. Сигналы спектральной светимости получены в опыте с интенсивностью УВ 41.8 ГПа на линиях $\lambda = 550$ и 630 нм. Момент входа УВ в образец и начало свечения отмечены стрелкой t_0 , а момент выхода УВ из образца в воздух и резкий скачок амплитуды сигнала — t_1 . Для определения момента входа УВ в образец чувствительность одного из четырех каналов пирометра устанавливалась максимальной.

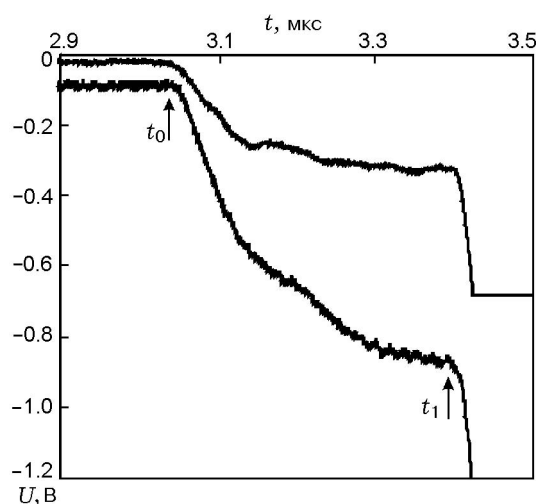


Рис. 2. Профили сигналов спектральной светимости при $p_{sh} = 41.8$ ГПа:

верхняя кривая — $\lambda = 550$ нм, нижняя — 630 нм, t_0 и t_1 — соответственно моменты входа УВ в образец и выхода

Сигнал спектральной светимости характеризуется достаточно простой временной зависимостью, в которой можно выделить короткий интервал времени, в течение которого возрастает коэффициент поглощения ударно-сжатой эпоксидной смолы, а затем происходит асимптотический рост сигнала светимости, связанный с увеличением толщины слоя светящегося вещества за фронтом УВ. Аналогичные профили нарастания яркости излучения наблюдались ранее при определении температур ударно-сжатых образцов NaCl и KCl [6] и при нарастании яркости излучения при ударном сжатии криптона [7]. Значение яркостной температуры (T_b) ударно-сжатого вещества определялось по максимальной амплитуде сигнала, достигнутой перед выходом УВ из образца в воздух.

В таблице представлены результаты и условия экспериментов. Величина ошибки (ΔT_b) получена суммированием ошибки, связанной с шумами ФЭУ, и ошибки при определении калибровочной зависимости эталонного источника. Согласно расчету относительная ошибка $\Delta T_b/T_b$ составила 8 %. Погрешность в определении скорости ударной волны $1.5 \div 4$ % приводит к ошибке при расчете давления $3 \div 8$ %. Отметим, что значения T_b , полученные при $\lambda = 550$ нм, в каждом отдельном опыте превышают значения T_b при $\lambda = 630$ нм на $2 \div 10$ %, что, по-видимому, связано со спектральной зависи-

Результаты измерения T_b и u_s при ударном сжатии эпоксидной системы EC141 NF

Номер опыта	$u_s \pm \Delta u_s$, км/с	$p_{sh} \pm \Delta p_{sh}$, ГПа	λ , нм	$T_b \pm \Delta T_b$, К
1	6.47 ± 0.15	18.3 ± 0.9	>560	940 ± 80
2	7.28 ± 0.19	26.0 ± 1.3	630	1250 ± 100
			>560	1300 ± 100
3	7.22 ± 0.18	25.3 ± 1.3	660	1200 ± 100
			>560	1210 ± 100
4	7.54 ± 0.13	29.0 ± 1.0	550	1450 ± 110
			630	1300 ± 110
5	7.83 ± 0.12	32.4 ± 1.0	550	1540 ± 120
			630	1470 ± 120
6	7.86 ± 0.12	32.8 ± 1.0	550	1580 ± 120
			630	1410 ± 110
			660	1480 ± 120
7	8.62 ± 0.34	41.4 ± 3.3	550	1900 ± 150
			630	1830 ± 150
8	8.41 ± 0.18	38.9 ± 1.7	550	2170 ± 170
			630	2110 ± 170

мостью излучательной способности вещества. Значения температур в зависимости от давления приведены на T - p -диаграмме рис. 3. Каждая точка соответствует результатам одного эксперимента, а значение температуры получено осреднением данных по длинам волн (см. таблицу).

В работе [4] выдвинуто предположение об эндотермической реакции в районе фазового перехода и на основе достаточно простого уравнения состояния рассчитана ударная адиабата фазы высокой плотности (см. рис. 3). Эндотермическое превращение происходит при относительно низкой температуре в диапазоне давлений $18 \div 35$ ГПа.

В настоящей работе также рассчитана температура ударно-сжатой эпоксидной смолы с использованием модели уравнения состояния [8, 9]. Результаты расчета с учетом и без учета вклада электронов в уравнение состояния представлены на рис. 3. Как видно из него, экспериментальные точки в большей степени соответствуют проведенному нами расчету, особенно в области низких давлений. В то же время, как следует из результатов экспериментов, область

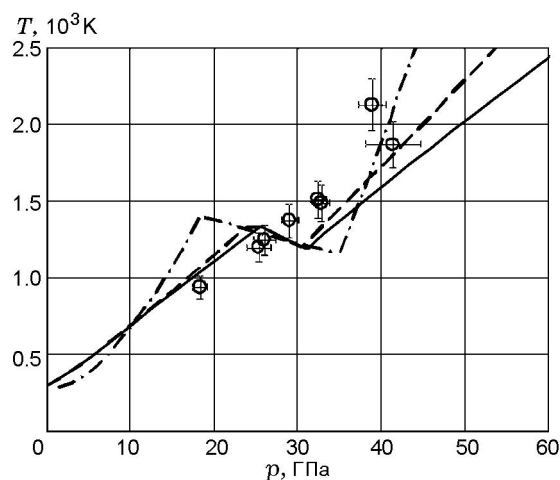


Рис. 3. T - p -диаграмма эпоксидной смолы: сплошная и штриховая линии — результаты расчета настоящей работы соответственно с учетом и без учета вклада электронов, штрихпунктирная — [4]; экспериментальные точки — осредненные данные из таблицы

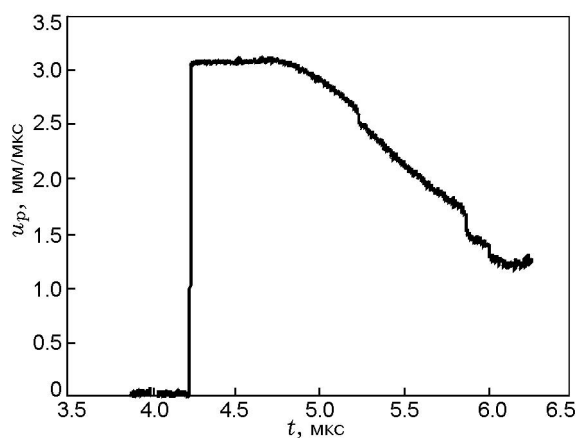


Рис. 4. Профиль массовой скорости границы раздела смола — вода

предполагаемого фазового перехода явно не выражена, и, по-видимому, для ее идентификации необходимы более детальные и точные эксперименты.

Идентификация химического или фазового превращения в ударно-сжатом веществе возможна при регистрации профилей массовой скорости или давления. В данной работе для регистрации профиля массовой скорости в образцах эпоксидной смолы применяли лазерный интерферометр VALYN VISAR [10]. В качестве материала окна использовали воду, динамический импеданс которой близок к импе-

дансу смолы. Профиль массовой скорости, соответствующий давлению в падающей волне 22.5 ГПа, показан на рис. 4, и он типичен для жидкости без химических превращений. Это означает, что в падающей волне при этой интенсивности УВ не происходит химической реакции либо фазового перехода. Следовательно, фазовый переход (химическое превращение) начинается при более высоком давлении.

ВЫВОДЫ

Измерена яркостная температура ударно-сжатой эпоксидной смолы EC141 NF в диапазоне давлений 19 ÷ 42 ГПа. Экспериментальные точки в пределах экспериментальной ошибки удовлетворительно согласуются с расчетом, проведенным в настоящей работе. На основании регистрации профилей массовой скорости на границе раздела смола — вода сделан вывод об отсутствии химического превращения в эпоксидном компаунде EC141 NF при давлении 22.5 ГПа в течение времени наблюдения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Khishchenko K. V., Charakhch'yan A. A., Fortov V. E., Frolova A. A., Milyavskiy V. V., Shurshalov L. V. Hydrodynamic simulation of converging shock waves in porous conical samples enclosed within solid targets // *J. Appl. Phys.* — 2011. — V. 110, N 5. — 053501.
2. Povarnitsyn M. E., Andreev N. E., Levashov P. R., Khishchenko K. V., Rosmej O. N. Dynamics of thin metal foils irradiated by moderate-contrast high-intensity laser beams // *Phys. of Plasmas.* — 2012. — V. 19, N 2. — 023110.
3. LASL Shock Hugoniot Data / S. P. Marsh (Ed.). — Berkeley: Univ. of California Press, 1980.
4. Krupnikov K. K., Krupnikova V. P. Equations of state and matter transformation parameters under shock compression for epoxy resin // *Shock Waves @ Marseille III.* — Berlin: Springer Verlag, 1995.
5. Бордзиловский С. А., Караханов С. М. Измерение температуры полиметилметакрилата при ударном сжатии // *Вестн. Новосиб. гос. ун-та. Сер. физ.* — 2011. — № 1. — С. 116–122.
6. Кормер С. Б., Сеницын М. В., Кириллов Г. А., Урлин В. Д. Экспериментальное определение температур ударно сжатых NaCl и KCl и их кривых плавления до давлений 700 кбар // *ЖЭТФ.* — 1965. — Т. 48, вып. 4. — С. 1033–1049.

7. Глуходедов В. Д., Киршанов С. И., Лебедева Т. С., Мочалов М. А. Свойства ударно-сжатого жидкого криптона при давлениях до 90 ГПа // ЖЭТФ. — 1999. — Т. 116, вып. 2. — С. 551–562.
8. Khishchenko K. V., Lomonosov I. V., Fortov V. E. Thermodynamic properties and physical-chemical transformations of polymer materials at high temperatures and pressures // International J. Thermophys. — 2002. — V. 23, N 1. — P. 211–219.
9. Хищенко К. В. Температура и теплоемкость полиметилметакрилата за фронтом сильных ударных волн // Теплофизика высоких температур. — 1997. — Т. 35, № 6. — С. 1002–1005.
10. [www. valynvisar.com](http://www.valynvisar.com).

Поступила в редакцию 17/V 2012 г.
