

Міністерство освіти і науки України

Луцький національний технічний університет
Факультет митної справи, матеріалів та технологій
Кафедра матеріалознавства

**КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА
ЗА СТУПЕНЕМ ВИЩОЇ ОСВІТИ «БАКАЛАВР»**

**Розробка технологічного процесу виготовлення
полімеркомпозитів наповнених волокнами
целюлози /Development of a technological process for
the manufacture of polymer composites filled with
cellulose fibers**

спеціальність 132 Матеріалознавство

освітня програма «Матеріалознавство»

Виконав: здобувач вищої освіти
групи ПМс-31

Денисюк Вадим Андрійович

(підпис)

Керівник:

к.т.н., доцент

Мельничук Микола Дмитрович

Кваліфікаційну роботу

допущено до захисту

« 11 » 06 2025 р.

к.т.н., професор

Гарант освітньої програми:

Кашицький Віталій Павлович

Луцьк – 2025 року

ЛУЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Факультет митної справи, матеріалів та технологій
Кафедра матеріалознавства
Ступінь вищої освіти: бакалавр
Галузь знань: 13 Механічна інженерія
Спеціальність: 132 Матеріалознавство
Освітня програма: Матеріалознавство

ЗАТВЕРДЖУЮ
Завідувач кафедри

Мельничук М.Д.

"11" 02 2025 року

ЗАВДАННЯ НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ ЗДОБУВАЧУ ВИЩОЇ ОСВІТИ

Яценюку Владиславу Анатолійовичу
(прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема роботи «Розробка теплової мережі процесу виготовлення полімеркомпозитів на основі кевларових волокон у цементній матриці»
керівник роботи к.т.н., доцент Мельничук М.Д.
(прізвище, ім'я, по батькові, науковий ступінь, вчене звання)

затверджені наказом вищого навчального закладу від "02" 02 2025 року № 78/01-02

2. Строк подання здобувачем вищої освіти кваліфікаційної роботи «05» 06 2025 р.

3. Вихідні дані до роботи волокно цементу, графіт поліпропілену

4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, які потрібно розробити) 1. Вступ; Розділ 1: Аналіз актуальних досліджень полімеркомпозитних матеріалів з волоконним цементом; Розділ 2: Матеріали та методи дослідження; Розділ 3: Аналіз результатів дослідження; Висновки; Список використаних джерел; Додатки

5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень)

10 слайдів

6. Консультанти розділів роботи

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Н. контроль	Мисюбач С.В. <i>доцент, к.т.н.</i>	11.04.25	12.04.25

7. Дата видачі завдання « 07 » 02 2024 р.

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ з/п	Назва етапів кваліфікаційної роботи	Термін виконання етапів кваліфікаційної роботи	Примітка
1.	Вступ; Розділ 1: Аналіз сучасних досліджень померкванопозитивних матеріалів у волокнутому середовищі; 3 слайди	23.04.25	Викон.
2.	Розділ 2: Матеріали та методи дослідження; 3 слайди	08.05.25	Викон.
3.	Розділ 3: Аналіз результатів дослідження; Висновки; 4 слайди	30.05.25	Викон.

Здобувач вищої освіти

[Redacted Signature]

Демченко
(прізвище та ініціали)

Керівник кваліфікаційної роботи

[Redacted Signature]

Мельничук
(прізвище та ініціали)

АНОТАЦІЯ

Денисюк В.А. Розробка технологічного процесу виготовлення полімеркомпозитів наповнених волокнами целюлози

Кваліфікаційна робота бакалавра ОП «Матеріалознавство» спеціальності 132 Матеріалознавство. Луцький національний технічний університет. Луцьк, 2025.

Кваліфікаційна робота бакалавра складається з таких розділів: аналіз сучасних досліджень полімеркомозитних матеріалів з волокнами целюлози, матеріали та методи дослідження, аналіз результатів дослідження.

В даній бакалаврській роботі досліджено особливості отримання целюлози різних типів та виготовлення полімерних композитів наповнених натуральними волокнами.

У роботі співвіднесені змінні процесу та склад з дисперсією целюлозних волокон у полімерній матриці та характеристиками полімерних композитів.

Результати досліджень показали, що вакуумний тиск і консистенція були параметрами, які мали більший вплив на якість композиту. Додавання поліпропіленових волокон і поверхнево-активної речовини зменшило агрегацію целюлозних волокон, що дає можливість виготовляти зразки, відлиті під тиском, без необхідності попередньої екструзії.

Ключові слова: полімер композити, целюлозні волокна, екструзія, механічні характеристики.

БР 0925.00.00.000 ПЗ

Зм.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата	Розробка технологічного процесу виготовлення полімеркомпозитів наповнених волокнами	Літ.	Арк.	Акрушів
Розробила		Денисюк		05.05				
Перевірив		Мельничук		10.05			3	57
Н. Контр		Мисковець		11.06.25		ЛНТУ, каф. М, гр. ПМс-31		
Затв.		Мельничук		12.06				

ANNOTATION

Denisyuk V.A. Development of a technological process for the manufacture of polymer composites filled with cellulose fibers

Bachelor's thesis in the study program Materials Science, specialty 132 Materials Science. Lutsk National Technical University. Lutsk, 2025.

The bachelor's thesis consists of the following sections: analysis of current research on polymer-cellulose composite materials, materials and research methods, analysis of research results.

This bachelor's thesis examines the characteristics of obtaining different types of cellulose and manufacturing polymer composites filled with natural fibers.

The thesis correlates process variables and composition with the dispersion of cellulose fibers in the polymer matrix and the characteristics of polymer composites.

The research results showed that vacuum pressure and consistency were the parameters that had the greatest impact on the quality of the composite. The addition of polypropylene fibers and a surfactant reduced the aggregation of cellulose fibers, making it possible to produce pressure-molded samples without the need for preliminary extrusion.

Keywords: polymer composites, cellulose fibers, extrusion, mechanical properties.

					БП 0925.00.00.000 ПЗ	Арк.
						4
Зм.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

ЗМІСТ

ВСТУП.....	6
РОЗДІЛ 1 АНАЛІЗ СУЧАСНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ ПОЛІМЕРКОМОЗИТНИХ МАТЕРІАЛІВ З ВОЛОКНАМИ ЦЕЛЮЛОЗИ.....	9
1.1 Будова та властивості полімеркомпозитних матеріалів	9
1.2 Властивості целюлозних волокон.....	17
1.3 Фільтрація полімеркомпозитів.....	21
1.4 Мета дослідження	24
РОЗДІЛ 2 МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	26
2.1 Характеристика вихідних матеріалів.....	26
2.2 Методика виготовлення фільтрувального осаду та його дослідження.....	27
2.3 Методика проведення фільтрації та екструзії	28
РОЗДІЛ 3 АНАЛІЗ РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	38
3.1 Результати виготовлення фільтрувального осаду	38
3.2 Результати проведення фільтрації	39
3.3 Результати виготовлення полімеркомпозитів наповнених волокнами целюлози.....	48
Висновки.....	52
Список використаних джерел	53
Додатки	

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		5

ВСТУП

Через економічні, політичні та екологічні проблеми кількість досліджень матеріалів на основі стійких джерел значно зросли за останні роки. Тому на ринку спостерігається тенденція до значного збільшення використання натуральних волокон для армування пластикових матеріалів. Це пов'язано з такими факторами, як коливання цін на нафтохімічні пластмаси та прагнення до недорогих, відновлюваних та екологічно чистих сировинних матеріалів.

Натуральні волокна здебільшого задовольняють цю потребу, оскільки вони мають досить хороші механічні властивості, низьку вартість, низьку щільність, високу питому міцність, неабразивні, відновлювані, екологічні та біорозкладні характеристики. Натуральні волокна використовуються як заміна іншим синтетичним волокнам, таким як скляні, арамідні та вуглецеві [1, 2]. Маючи таку кількість позитивних характеристик, натуральні волокна можуть застосуватися для покращення експлуатаційних характеристик пластикових матеріалів, що є цікавим аспектом для досліджень. Багато пластикових композитів містять певний відсоток одного або кількох типів натуральних волокон, які можна отримати з льону, конопель, джуту, сизалю, кенафу, койри, капоку, бананів, генеквену та багатьох інших джерел.

Композитні матеріали використовуються для аерокосмічної, рекреаційної, будівельної, спортивної, пакувальної та автомобільної промисловості. Необхідність покращення властивостей матеріалів в транспортних засобах спонукала до значного розвитку у виробництві легких матеріалів з невеликою вартістю. Скловолокно домінує в армуванні композитів для автомобільного застосування, оскільки воно має чудовий баланс властивостей та вартості. Вуглецеве волокно було широко досліджено для використання в композитах в автомобільній промисловості, але його висока вартість обмежила його застосування у великосерійному виробництві

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						6
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

транспортних засобів. Використання натуральних волокон швидко зросло в автомобільній промисловості.

Целюлозне волокно виготовляється в основному для паперової та пакувальної промисловості. Однак целюлозне волокно, яке використовується в звичайних процесах, не підходить для полімерних композитів, оскільки воно сильно агреговане. Більшість досліджень у літературі про зневоднення (фільтрацію) целюлози базуються на періодичних процесах. Відомо, що в літературі немає досліджень про постійне зневоднення (фільтрацію) целюлози з добавками, придатними для полімерних композитів. З цієї причини в цій роботі вивчалися змінні в безперервному процесі фільтрації (обертвий барабан), які впливають на дегідратацію (швидкість фільтрації) суміші целюлози та добавок для ширшого спектру застосувань полімерних композитів. Також в роботі співвіднесені змінні процесу та склад з дисперсією целюлозних волокон у полімерній матриці та характеристиками полімерних композитів.

Результати досліджень показали, що вакуумний тиск і консистенція були параметрами, які мали більший вплив на якість композиту. Додавання поліпропіленових волокон і поверхнево-активної речовини зменшило агрегацію целюлозних волокон, що дає можливість виготовляти зразки, відлиті під тиском, без необхідності попередньої екструзії.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						7
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

РОЗДІЛ 1
АНАЛІЗ СУЧАСНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ ПОЛІМЕРКОМОЗИТНИХ
МАТЕРІАЛІВ З ВОЛОКНАМИ ЦЕЛЮЛОЗИ

1.1. Будова та властивості полімеркомпозитних матеріалів

Протягом останніх кількох років екологічні проблеми стимулювали заміну композитів, армованих синтетичними волокнами, композитами, виготовленими з натуральних волокон. Це було пов'язано з численними перевагами композитів з рослинними волокнами, такими як біорозкладність, відновлюваність джерел, відносно низька вартість сировини, що використовується для їх виробництва, а також з тим, що такі матеріали легкі. Згідно з останніми дослідженнями, целюлозні волокна мають високий потенціал для армування поліпропіленових композитів з отриманням високих механічних властивостей [3, 4].

Композити утворюються шляхом поєднання двох або більше матеріалів або фаз різної природи, які називаються матрицею та наповнювачем. Матриця (безперервна фаза) та наповнювач (переривчаста, дисперсна або завантажувальна фаза) об'єднуються, утворюючи багатофазний матеріал, який демонструє значну частку властивостей обох складових. Метою створення композиту є досягнення вищих експлуатаційних властивостей порівняно з його окремими складовими [5, 6].

Властивості композитного матеріалу визначаються властивостями його складових, тобто геометрією армуючих елементів (наповнювач), їх розподілом, орієнтацією та концентрацією в матриці (останнє зазвичай вимірюється об'ємною часткою або об'ємним співвідношенням волокон), а також характером та якістю межі розподілу між матрицею та армуванням. На рисунку 1.1 показано приклади композитних матеріалів з різними формами складових та розподілом армування. Композити можна класифікувати за

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						8
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

формою та розподілом їхніх складових. Армовані частинками композити утворюються великими частинками або шляхом дисперсії. Композити, армовані волокнами, утворюються з безперервних або переривчастих волокон, які або вирівняні, або орієнтовані хаотично [5,6,7].

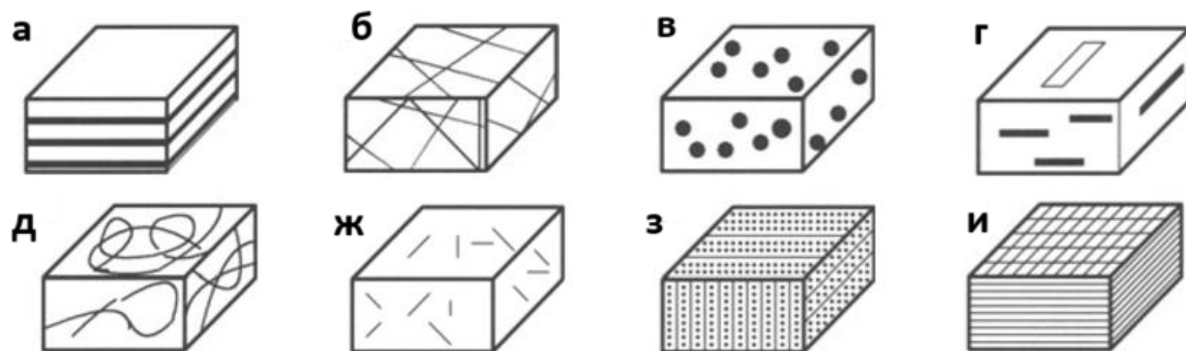


Рисунок 1.1 – Приклади композитних матеріалів з різними формами складових та розподілом армування:

а – композит з одно- або двонаправленими шарами; б – нерівномірне армування довгими волокнами; в – армування частинками; г – армування пластинчастими частинками; д – випадкове розташування безперервних волокон; ж – нерівномірне армування короткими волокнами; з – просторове армування; и – армування поверхневими тканинами, такими як мати, ткани матеріали

Тип армування, що використовується, може бути обраний таким чином, щоб відповідати всім або деяким вимогам до нового матеріалу, таким як міцність, жорсткість, термостійкість, корозія та провідність. Однак, щоб армування було доцільним, воно повинно бути міцнішим та жорсткішим за матрицю. Тому міцну взаємодію між матрицею та армуванням можна гарантувати, створюючи межу розподілу між ними, де жорсткість армування адаптується до пластичності матриці [5,6].

Пластикові композити розроблені для покращення експлуатаційних характеристик виробів та задоволення конкретних потреб суспільства [7]. Основною метою композитного матеріалу є покращення властивостей

									Арк
									9
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата					

шляхом поєднання двох або більше різних матеріалів. Ідея композиту застосовується не лише до пластмас, але й до металів та кераміки.

Передумовою для формування адгезійного зв'язку між волокном та поліпропіленою матрицею є те, що вони повинні вступати в тісний молекулярний контакт. Для полімерних композитів, армованих волокном, здатність розплавленого полімеру змочувати поверхню волокна залежить від поверхневого натягу обох матеріалів. Загальна умова, яка повинна бути виконана для змочування, існує, коли полярності двох фаз збігаються. Механізми, що змушують два матеріали зчеплюватися один з одним, недостатньо вивчені, і можливі різні механізми переходу через межу розділення. Найбільш прийнятними теоріями є адсорбція і зв'язування, дифузія, електростатичне притягання та механічне зчеплення. На рисунку 1.2 показані схеми цих теорій [8, 9].

Адсорбція та притягання можуть бути результатом відносно слабких взаємодій або первинних зв'язків (іонних, ковалентних) через межу розділу. Первинні зв'язки являють собою один з найсильніших типів взаємодії і, отже, важливий механізм міжфазної адгезії. Електростатичне притягання є результатом концентрації частинок, заряджених з протилежною полярністю на кожній поверхні, які притягуються одна до одної. Механічна адгезія зчеплення є результатом механічного зчеплення і, отже, сильно залежить від шорсткості поверхні. Міжфазна адгезія може бути результатом комбінованого впливу кількох із цих механізмів, отже, інтерпретація міцності міжфазного зв'язку ускладнюється [8, 9].

Деякі труднощі використання натуральних волокон як армуючого матеріалу в полімерно-матричних композитах пов'язані з кількома факторами, такими як відносно низька термостабільність натурального волокна, схильність до вологи та розкладання волокна під час змішування з полімерною матрицею, що призводить до значного розриву волокна та зміни морфології та кінцевих властивостей композиту.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						10
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

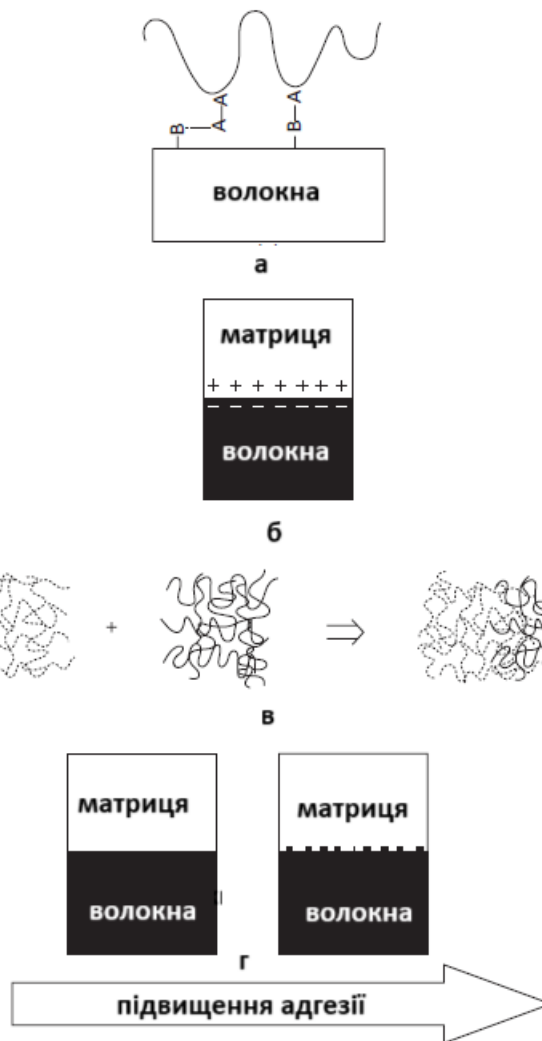


Рисунок 1.2 – Схематичні зображення найбільш прийнятих теорій механізму адгезії волокнисто-полімерних композитних матеріалів:

а – адсорбція та зв'язування, б – електростатичне притягання, в – дифузія або взаємопроникна мережа, г – механічне зчеплення [7]

Однак однією з найбільших і фундаментальних проблем у поліолефінових композитах, армованих натуральним волокном, є низька адгезія між волокном і полімерною матрицею. Зв'язок між матрицею і волокном залежить від атомного розташування та хімічних властивостей волокна, а також від молекулярних конформацій і хімічного складу

полімерної матриці. Таким чином, інтерфейс є специфічним для кожної системи волокно-матриця [1, 10].

Крім того, висока дисперсія волокон у полімерній матриці є важливим фактором, що впливає на експлуатаційні характеристики композитів. Полімерні матеріали масового виробництва повинні бути економічно ефективними, доступними та перевіреними. Відповідні композити можна виготовляти з використанням поліпропілену зі скловолокном, тальком, глиною або целюлозним волокном та застосуванням таких методів обробки, як лиття під тиском [11].

Поліпропілен зі скловолокном та тальком

Для покращення механічних властивостей поліпропілену (PP) використовується кілька неорганічних наповнювачів. Серед цих наповнювачів скловолокно використовується як армуючий матеріал протягом десятиліть [6]. Скло є чудовим армуючим агентом, оскільки воно має високу міцність на розтяг (вище $3,6 \text{ ГН/м}^2$) та високий модуль Юнга (94 ГН/м^2).

Скловолокна мають високу розмірну стабільність, не піддаються повзучості, і ці характеристики передаються композитам, армованим цими волокнами. Оскільки скло є відносно інертним матеріалом, волокна також стійкі до біологічних атак та стійкі до впливу розчинників та хімічних речовин. Скловолокна негорючі та мають хороші електричні властивості [12, 13].

Скловолокна зазвичай мають діаметр від 5 до 20 мкм, а їхня поверхня не є ідеальною. Під час обробки волокна стають коротшими, особливо у випадку лиття під тиском, при якому до розплаву прикладається велике навантаження [13].

Хімані та Пурніма [14] вивчали механічні властивості та морфологію поліпропілену, армованого скловолокном.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						12
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Серед багатьох різних мінеральних наповнювачів для дисперсної фази в композитах, тальк виділяється завдяки своїй геометрії частинок, що дозволяє покращити інші механічні властивості композитів шляхом зміни механізму руйнування цих матеріалів [5, 15, 16].

Тальк отримують з мінеральних родовищ, відомих як водний силікат магнію, які можна знайти по всьому світу. Типовий склад тальку складається з 31,7% MgO, 63,5% SiO₂ та 4,8% H₂O, але це може змінюватися залежно від руди. Тальк – це дуже м'який мінерал (твердість за Моосом = 1) і має високу гідрофобну природу. Розмір його частинок зазвичай коливається від 1 мкм до 30 мкм [17, 18].

При додаванні в якості наповнювача з термопластами (поліпропілен) тальк підвищує жорсткість композиту та покращує його розмірну стабільність [17]. Кількість тальку також впливає на жорсткість композиту [19, 20]. Кілька досліджень талькових композитів на основі PP-матриць показали покращення механічних властивостей, таких як міцність на розтяг та модуль пружності, а також зниження ударної в'язкості [17, 21].

Дослідження поліпропіленових композитів з дисперсною тальковою фазою значно розвинулося, враховуючи, що вони широко використовуються в автомобільній промисловості протягом багатьох років. Вони відрізняються завдяки своїм численним перевагам, низькій вартості та тому, що сприяють модифікації механічних властивостей, таких як підвищений модуль пружності [17, 21].

Поліпропілен з целюлозою

Хоча звичайні армуючі наповнювачі, такі як скловолокно та тальк, змогли подолати проблеми з розмірною стабільністю та ефективно покращити механічні властивості, біологічні наповнювачі отримали підвищену увагу завдяки своїм унікальним характеристикам. Багато біологічних волокон можна використовувати як наповнювачі в поліпропілені. Прикладами є деревна маса, джут, кенаф, сизаль, коноплі та

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		13

багато інших. Ці целюлозні волокна не тільки мають високу питому міцність і жорсткість, низьку щільність, високе співвідношення сторін, але й мають такі переваги як: біорозкладність, нетоксичність, відновлюваність, низька вартість та неабразивність для обладнання [22, 23]. Композит на основі поліпропілену з целюлозними волокнами може бути особливо цікавим для автомобільної промисловості. Вони легкі, що покращує паливну ефективність, і мають кращу звукоізоляцію та стійкість до ударів, ніж скловолокнисті композити [24].

Целюлозні волокна є гідрофільними та полярними, тоді як поліпропілен є гідрофобним та неполярним за своєю природою. Слабкий зв'язок між полімерною матрицею та волокном спричинений великою різницею у відповідних поверхневих енергіях двох матеріалів, що пов'язано з наявністю гідроксильних груп та зв'язків С-О-С на поверхні целюлозного волокна. Це призводить до поганого зв'язку між волокнами та матрицею, що запобігає необхідному змочуванню волокон розплавленим полімером, що призводить до поганої дисперсії волокон, недостатнього армування та поганих механічних властивостей. Крім того, слабкий інтерфейс означає недостатню передачу напружень від матриці до волокон через зсувні напруження на межі розподілу [9, 10].

Huang та ін. [26] розробили процес, у якому оцтово-олеїновий ангідрид реагує механохімічно з целюлозою в кульовому млині. Реакція була успішною для обох ефірних залишків (ацетильних та олеїнових груп), і ступінь заміщення збільшувалася зі збільшенням часу помелу. Кілька композитів було отримано з використанням поверхнево модифікованих частинок целюлози з різними значеннями DS та в діапазоні співвідношень від 10 до 90% з РР. Поверхнево модифіковані частинки целюлози спричиняють зниження значення крутного моменту плавлення та комплексної в'язкості композитів, покращуючи оброблюваність розплаву. Модифіковані поверхневі частинки демонстрували нижче водопоглинання та покращення

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		14

подовження при розриві порівняно з немодифікованими; це можна пояснити кращою дисперсією частинок, покращеним міжфазним зв'язком частинок/матриць та наявністю кристалічної фази В. Крім того, композити з високим вмістом DS частинок демонстрували кращу технологічність, вищу в'язкість, нижчий модуль Юнга та кращу водовідштовхувальну здатність. Використання методу без розчинників, заснованого на механохімічній реакції в кульовому млині, дозволило уникнути використання токсичних органічних розчинників та необхідності сушіння, очищення та переробки, таким чином усуваючи етапи процесу та утворюючи менше відходів, роблячи процес менш дорогим та екологічнішим.

Поліпропілен, прищеплений малеїновим ангідридом.

Використання поліпропілену, прищепленого малеїновим ангідридом (МАРР), є дуже поширеним інструментом для покращення міжфазного зв'язку між двома фазами. Існує багато досліджень, які довели покращення фізичних властивостей використання малеатного поліолефіну в композитних матеріалах. МАРР забезпечує ковалентні зв'язки на межі розподілу (рисунок 1.3) і, як зрозуміло, поверхнева енергія волокон зростає [11]. Міцну кристалічну структуру можна порушити, замінивши гідроксильні групи іншими хімічними функціональними групами.

Цей процес допомагає покращити термопластичність целюлози, оскільки новий замінник діє як пластифікатор. Існує багато методів термопластифікації натуральних волокон, включаючи обробку лугами, прищеплену кополімеризацію, використання сполучних агентів, таких як малеатований поліолефін тощо. Завдяки обробці досягається краща змочуваність та міжфазна адгезія.

Оптимальні концентрації МАРР визначаються експериментально для отримання найкращих результатів. На ринку є різні МАРР. Теоретично, дуже довгі ланцюги сполучних агентів (МАРР) з високим вмістом малеїнового ангідриду забезпечать чудовий ковалентний зв'язок з поверхнею волокна.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		15

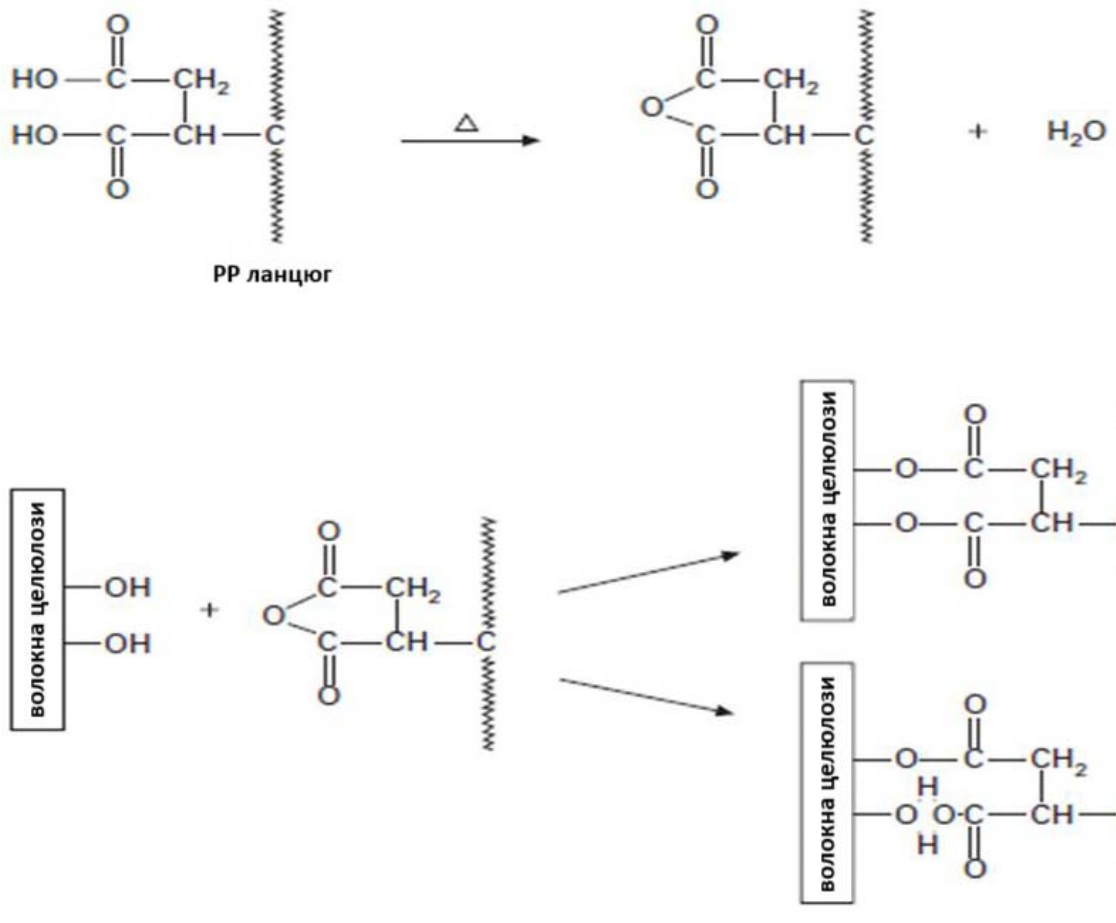


Рисунок 1.3 – Модель реакції між целюлозними волокнами та співполімером PP-MAPP [11]

Це пояснюється тим, що дуже довгому ланцюгу MAPP буде важко мігрувати на поверхню через короткий час обробки. Однак, якщо довжина ланцюга занадто велика, сполучним агентам буде важко знайти гідроксильні групи на поверхні волокна [18].

1.2. Властивості целюлозних волокон

Натуральні волокна можна отримати з різних джерел; більшість їх продукується з лісового господарства або водоростей. Основними хімічними структурами рослинних волокон є целюлоза, геміцелюлоза, пектин та лігнін, і їх відсоток відрізняється залежно від волокна [7]. Концентрація цих компонентів змінюється залежно від джерела, віку та вологості, відіграючи

									Арк
									16
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата	БР 0925.00.00.000.ПЗ				

важливу роль у механічних та хімічних властивостях кінцевих продуктів. На рисунку 1.4 показано хімічну структуру основних компонентів натуральних волокон, які є полісахаридами з п'ятьма та шістьма вуглецевими кільцями. Гідроксильні групи, приєднані до структури, зазвичай надають натуральним волокнам сильний гідрофільний характер.

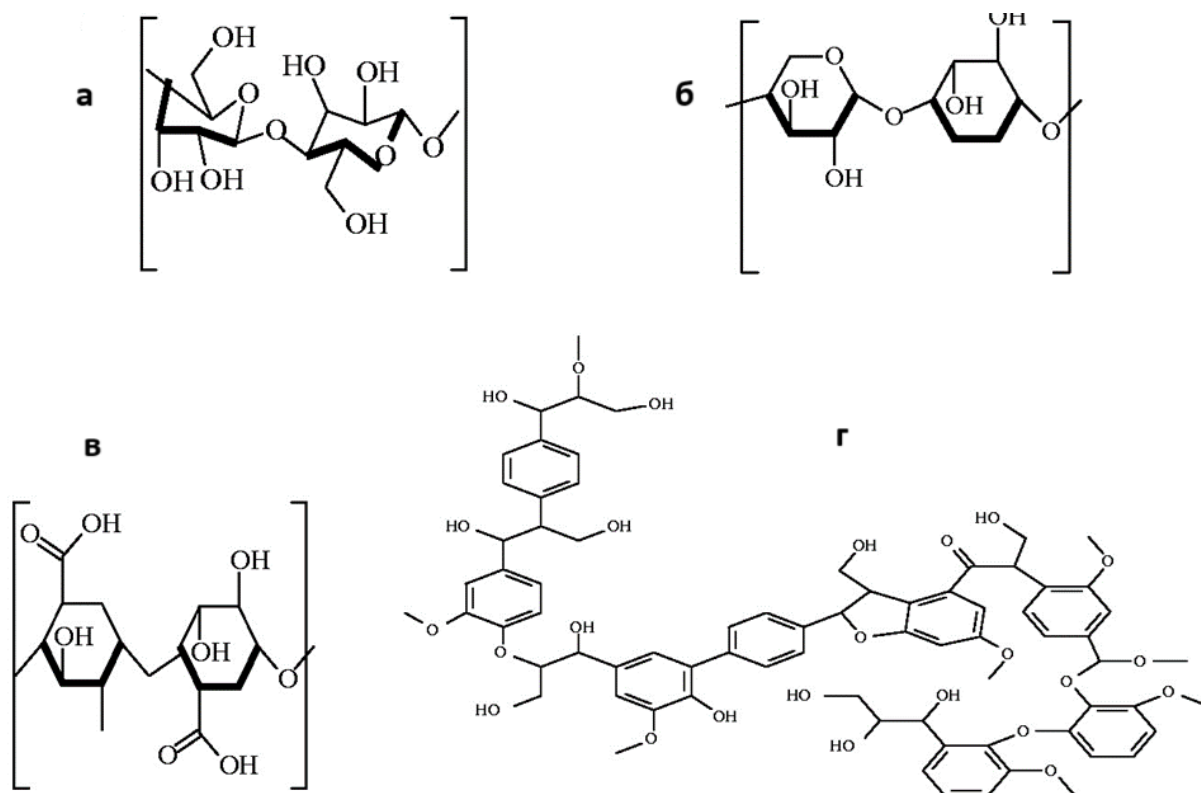


Рисунок 1.4 – Структурні зображення: а – целюлози, б – геміцелюлози, в – пектину та г – лігніну

На відміну від більшості компонентів натуральних волокон, лігнін є гідрофобним, і його вміст сильно впливає на змочуваність волокна та адгезійні характеристики як зміцнюючого агента для збільшення жорсткості [1, 7]. Хоча лігнін також відіграє роль у структурній підтримці, він може спричинити проблеми, коли волокна змішуються з пластиком. Це пояснюється тим, що лігнін має низьку термостабільність і може сприяти термічній деградації під час обробки полімерних композитів. Натуральні волокна, коли їх додають до складу пластикових виробів, можна обробляти

практично всіма традиційними методами обробки пластмас, такими як екструзія, лиття під тиском, пресування [2, 11].

Целюлоза відповідає за гідрофільну природу рослинного волокна, є напівкристалічною, її вміст має вирішальне значення для високої міцності, жорсткості та стабільності, тоді як геміцелюлоза є аморфним полісахаридом, частково розчинним у лужному розчині та воді, а також сприяє структурній стабільності [7].

Хімічно целюлозу можна представити (рисунок 1.5) як лінійний гомополісахарид, що складається з повторюваних кільцевих одиниць d-ангідроглюкози ($C_6H_{10}O_5$)_n

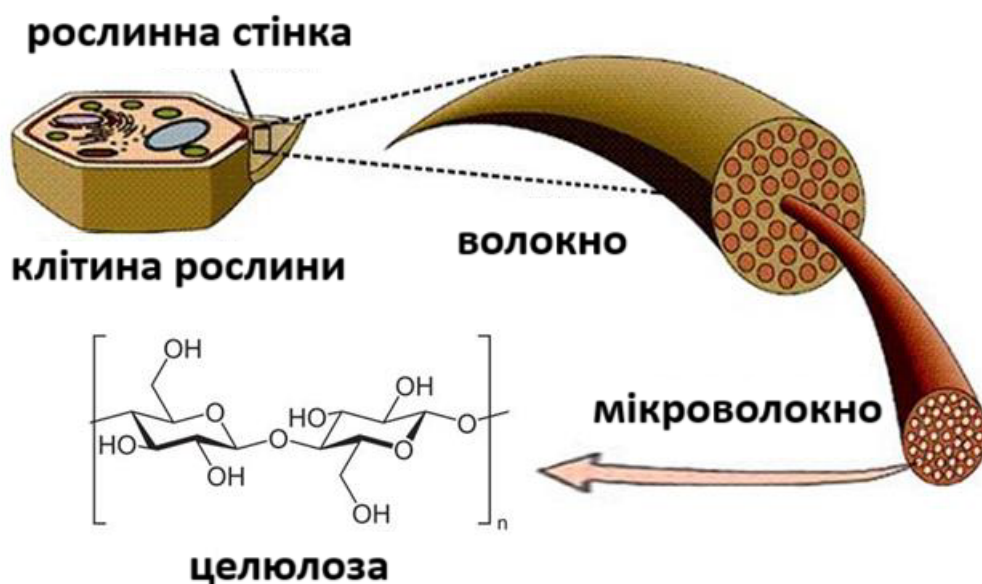


Рисунок 1.5 – Хімічна структура целюлози

Молекула целюлози має області з упорядкованими, жорсткими та негнучкими структурами (кристалічна целюлоза) та інші області з гнучкими структурами (аморфна целюлоза) [4]. Ці структурні відмінності відповідають за певні варіації фізичної поведінки, які можна спостерігати в молекулі целюлози. Наприклад, поглинання води та набування молекули целюлози обмежується аморфними областями молекули. Міцна мережа водневих зв'язків у кристалічних областях запобігає процесу набування в цих областях [3, 4, 12].

Мережа водневих зв'язків надає целюлозі високу стабільність, осьову жорсткість та робить полімер нерозчинним у більшості розчинників. Висока енергія, необхідна для розриву цих взаємодій, робить температуру плавлення целюлози набагато вищою за температуру розкладання [8, 13].

Целюлозне волокно, отримане з рослин, по суті складається з самої целюлози, але залежно від процесу, що використовується для отримання волокна, воно може містити невеликі фрагменти геміцелюлози та лігніну [7].

Целюлозні волокна зазвичай мають низьку щільність, що ускладнює процес екструзійної подачі. Поширеним методом уникнення обробки легких волокон є гранулювання. Гранулювання дозволяє значно простіший та безпечніший процес подачі целюлози при екструзійному компаундуванні, але також негативно впливає на дисперсію волокон. Механічне заплутування та збільшення водневих зв'язків між волокнами можуть спричинити незворотне затвердіння та запобігти повторному диспергуванню волокон. Ще однією проблемою є вкорочення волокон, спричинене силами зсуву, що прикладаються під час компаундування. Високе співвідношення сторін целюлозних волокон є однією з найважливіших властивостей, що робить цей матеріал хорошим армуючим наповнювачем. Уникнення розриву волокон під час процесу диспергування є важливим для досягнення кращого зміцнення [5].

Хістала та ін. [13] використовували мастило для покращення дисперсії волокон та зменшення водневих зв'язків. Вони застосували двошнекову екструзію для компаундування гранульованого целюлозного волокна на поліпропіленовій матриці. Додавання 4-6 мас.% мастила до целюлозних гранул дозволило отримати композит з 50 мас.% з покращеними механічними властивостями. Мастило не впливало на ламкість волокон, але виявилось перспективним методом, що дозволяє використовувати целюлозне волокно з низькою об'ємною щільністю.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						19
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Субасінгхе та ін. [14] компаундували волокна кенафу з поліпропіленом, додаючи малеїновий ангідрид. Було оцінено довжину та розподіл волокон після кожного етапу обробки. Автори виявили, що обробка двошнековим екструдуванням завдає значної шкоди волокнам, але досягає хорошого розподілу. Вони також спостерігали збільшення міцності та жорсткості при використанні малеїнового ангідриду як компатибілізатора.

1.3. Фільтрація полімеркомпозитів

Фільтрація – це єдина операція, метою якої є механічне розділення твердої або рідкої речовини, незалежно від того, чи є ця рідина рідиною чи газом, за допомогою пористого середовища. Коли суспензія проштовхується через середовище, тверда речовина в суспензії затримується фільтром, утворюючи осад, який формує шар, товщина якого збільшується. Рідина, яка проходить через фільтрувальне середовище (або «фільтруючий шар»), називається фільтратом [6]. Таким чином, фільтрація – це також процес видалення частинок з рідкої суспензії, що виникає в результаті механізмів транспортування, адгезії та відшарування, що існують у фільтруючих шарах. На ці механізми впливають головним чином фізичні та хімічні характеристики частинок, що складають фільтруючий шар та фільтровану рідину, а також швидкість фільтрації [14].

Цілі фільтрації загалом можна розділити на одну з наступних класифікацій: освітлення для очищення луку, розділення для відновлення твердих речовин, розділення як для відновлення рідких, так і для твердих речовин та/або розділення, спрямоване на сприяння або покращення інших видів діяльності установки [14].

У 1865 році французький інженер Генрі Дарсі експериментував з потоком через пористий шар і продемонстрував, що швидкість потоку корелює з перепадом тиску над шаром. На основі цього він розробив закон

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						20
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Дарсі, який зазвичай використовується для опису більшості процесів фільтрації.

Фільтрування – це процес розділення однієї або кількох різних фаз одна від одної, де між фазами існують фізичні відмінності, такі як розмір молекули, щільність та електричні заряди.

Хоча інші механізми розділення можуть співіснувати з фільтрацією в системах фільтрації, зосередимся на фільтрації тверда-рідка речовина, враховуючи, що в цій роботі зневоднення целюлози вимагає використання цього механізму.

У різних промислових секторах використовуються три основні методи фільтрації: механічна, хімічна та термічна [6]. У межах цих трьох категорій існує ряд добре перевірених та розроблених процесів, які також можуть бути використані для конкретних застосувань [3].

Метод механічної фільтрації «тверда речовина-рідина» є одним із найстаріших та широко використовуваних методів, хоча такий метод розділення економічно не доцільний для всіх застосувань. Для розділення твердої та рідкої речовин використовуються три стандартні установки: фільтр-прес, стрічковий прес та роторний вакуум-фільтр [3].

Типи фільтрувальних матеріалів

Існує два основних типи фільтрів, що використовуються для розділення твердих і рідких речовин: синтетичні тканинні та металеві. Вибір матеріалу залежить від різних факторів; цей вибір може визначатися ефективністю фільтрації, вимогами процедури та технологією фільтрації, характеристиками твердих речовин і рідин, а також іншими параметрами.

Для виготовлення синтетичних тканинних фільтрів можна використовувати низку різних матеріалів, таких як поліпропілен, нейлон, поліестер, поліефіретеркетон, полівініліденфторид або фторполімери. Ступінь відкритості матеріалу можна класифікувати як простий, де квадратні переплетення мають видимі або майже видимі отвори переплетення, зазвичай

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		21

більше 200 мкм, або як закритий фільтрувальний матеріал, де отвори можуть варіюватися від 1 до 200 мкм [8].

Синтетичні тканинні фільтри можуть бути виготовлені з використанням двох різних типів волокон: монофіламентів та мультифіламентів. Монофіламенти – це однопіткові нитки з гладкішими поверхнями, які менш схильні до прилипання твердих частинок і легше миються. Мультифіламенти – це текстури, виготовлені з тонких ниток, сплетених разом у струни. Їх важче чистити, і вони можуть утримувати певні тверді частинки. Існують фільтрувальні матеріали, які можуть бути як монофіламентними, так і мультифіламентними [6].

Металеві фільтрувальні матеріали можуть бути одношаровими або багатошаровими та виготовляються з різних видів загартованої сталі та комбінацій металів, таких як титан, нікель, монель, інконель та інші. Одношарові металеві переплетення подібні до тканинних переплетень. Що стосується багатошарових, вони можуть бути спеченими або неспеченими. У неспечених матеріалах дроти не рухаються через переплетення. Коли застосовується процес спікання, він повністю обмежує рух дротів, що робить відстань між ними фіксованою.

Цей тип матеріалу побудований з різних шарів дротяної роботи та призначений для точного контролю проникності, статичних розмірів пор та розподілу. Покриття постійно армовані за точних умов утримання розсіювання під час процесу спікання. Стандартні структури можуть бути утворені двома, трьома або п'ятьма шарами. Внутрішній шар зазвичай забезпечує евакуаційну здатність, тоді як верхній шар є захисним шаром, а базові шари призначені для дренажу.

Багато параметрів можуть впливати на процес фільтрації та повинні враховуватися та переглядатися в випробуваннях. До них належать, але не обмежуються: тиск, в'язкість, вміст твердих речовин, розподіл розмірів

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		22

частинок (PSD), форма та розмір частинок, стисливість, деформованість, поведінка утворення агломератів, дзета-потенціал та інші [12].

При роботі з суспензіями слід приймати рішення щодо випробувань системи під тиском або вакуумом.

1.4. Мета дослідження

Дисперсія целюлози в поліпропіленовій матриці з подальшим етапом сушіння є основною проблемою для використання целюлозної пульпи в термопластичних композитах. Інші матеріали, такі як скловолокно та тальк, наприклад, не потребують суттєвого сушіння перед змішуванням з поліпропіленом. Процес змішування поліпропілену та целюлози за допомогою екструдера вимагає або сушіння целюлозного волокна перед подачею в екструдер, або видалення вологи під час екструзії. У цьому дослідженні розроблено лабораторну систему безперервного барабанного фільтра та співвіднесено змінні операції фільтрації з якістю виготовлення полімерного композиту з метою отримання целюлози. Ці гібридні композити поєднують целюлозне волокно в поліпропіленовій (PP) матриці для покращення загальних властивостей композиту. Зокрема, у цьому дослідженні буде представлено роторний барабан безперервної фільтрації та оцінено його роботу, цей пристрій здійснює дегідратацію (швидкість фільтрації) целюлозної суміші, як варіант для армування поліпропілену.

Цілі цього дослідження :

- зібрати лабораторну систему безперервного барабанного фільтра як інструмент для дослідження;
- оцінити вплив умов експлуатації на швидкість фільтрації та візуальний вигляд шару осаду;
- отримати різні суміші целюлози та PP за допомогою лабораторної системи безперервної барабанної фільтрації;

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						23
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Композити були виготовлені з різними целюлозними наповнювачами, отриманими за допомогою системи фільтрації. Ці наповнювачі склалися з целюлозних волокон, РР волокон та добавок. Змінні системи фільтрації (тиск, консистенція та обертання) досліджувалися для оптимізації швидкості фільтрації та отримання безперервної та однорідної пульпи. У цьому дослідженні також оцінювався вплив комбінованого завантаження целюлози на властивості композиту (мікроскопія та механіка) для дослідження стратегій оптимізації експлуатаційних властивостей композитних матеріалів.

Це дослідження є спробою провести комплексне дослідження розробки безперервної дегідратації (фільтрації) целюлози з добавками, придатними для полімерних композитів. Целюлозне волокно, отримане зі звичайних процесів, не підходить для полімерних композитів, оскільки воно має високу агрегацію. Ще однією проблемою включення целюлози до поліолефінів, таких як поліпропілен, є сумісність з поверхнею, враховуючи гідрофільну природу целюлози та гідрофобну природу поліпропілену. Адгезія наповнювача до полімерної матриці є критично важливою, оскільки роль матриці в структурі з армованого волокном пластику полягає в передачі навантаження на жорсткі волокна через напруження зсуву на межі розділення; це вимагає міцної адгезії [3]. Бажаний результат – гарне диспергування волокон та міцні зв'язуючі властивості між наповнювачем та матрицею. Крім того, слабке зв'язування сприяє утворенню порожнистих структур та агломерації частинок. Тому важливо забезпечити та максимально підвищити міжфазну дисперсію, взаємодію наповнювача та матриці для досягнення кращої технологічності та властивостей матеріалу.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						24
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

РОЗДІЛ 2

МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

2.1. Характеристика вихідних матеріалів

Сухі целюлозні волокна, які використовувалися в дослідженні були виготовлені переважно з сосни ложеподібної та білої ялини за допомогою термомеханічного процесу обробки целюлози з подальшим відбілюванням. Целюлозні волокна були у вигляді сухих листів товщиною близько 1 мм. Вміст целюлози становив щонайменше 99,6% сухої основи.

Гомополімер поліпропілену (PP) був поставлений компанією Sabic (PP 500P). Використаний тип PP був середньої плинності, універсального призначення для лиття під тиском та екструзії з щільністю 0,905 г/см³ та індексом плинності розплаву (MFI) 3,1 г/10 хв при 230 °С та вагою 2,16 кг.

Поліпропіленові волокна (Ecofabril) мали довжину близько 64 мм, круглу форму, діаметр 15 мкм та температуру плавлення 160 °С.

Поліпропілен-щеплений малеїновий ангідрид (МАРР) маркою G-3015, що є поліпропіленом, щепленим малеїновим ангідридом, рекомендованим як сполучний агент для поліпропіленових композитів. Ця марка має молекулярну масу 47 000 г/моль, кислотне число 15 мг КОН/г та в'язкість 18 000 сП при 190 °С.

Як поверхнево-активну речовину було використано Arquad 2НТ-75. Його склад, зазначений постачальником, такий: ди(гідрогенізований таловий) диметиламоній хлорид (~75%), що містить 14% 2-пропанолу та 11% води як домішки. Гідрогенізований таловий диметиламоній хлорид– це твердий насичений жир, що складається з гліцеролових ефірів олеїнової, пальмітинової та стеаринової кислот (16–18 вуглецевих ланцюгів) та екстрагується з жирових відкладень тварин, особливо з сала (жирових тканин навколо нирок великої рогатої худоби та овець). Ця поверхнево-активна

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						25
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

речовина не має точної молекулярної маси через присутність у ньому домішок та гомологів [18].

2.2. Методика виготовлення фільтрувального осаду

Процедура приготування всіх фільтрувальних осадів була однаковою: компоненти перемішували протягом двох хвилин у блендері, а потім переносили в чан для шламу. Лопаті блендера були злегка затуплені, щоб уникнути порізу целюлозних волокон.

Результатами, що вимірювалися для оцінки прогонів, були швидкість фільтрації ($\text{г/см}^2 \cdot \text{хв}$) та візуальний вигляд. Швидкість фільтрації розраховували шляхом ділення маси сухих твердих речовин (M_c , г) на площу зануреної фільтрації (A_c , см^2), помножену на час вакуумування (коли фільтр був занурений, t_v , хв), як зазначено в рівнянні 2.1. Усі зразки осаду збирали протягом перших 60 секунд після активації вакуумного насоса.

$$V_{\phi} = \frac{M_c}{A_c \cdot t_v} \quad 2.1$$

Візуальний вигляд осадового шару оцінювався як «задовільний» або «незадовільний», як описано в таблиці 2.1.

Таблиця 2.1 – Критерії для ранжування осадового шару за візуальним виглядом

«Задовільний»	«Незадовільний»
– видаляється з барабанного фільтра безперервно (без розривів)	– ламається та розпадається під час вивантаження з барабанного фільтра
– легко видаляється з барабанного фільтра	– важко видалити з барабанного фільтра скребком
– рівномірна товщина	– неоднорідна товщина
– має рівну поверхню	– прогалини в осаді

2.3. Методика проведення фільтрації та екструзії

В процесі дослідження ми спроектували та зібрали систему безперервної фільтрації лабораторного масштабу, оцінили фільтрацію пульпи та вплив поліпропілену і добавок на процес фільтрації.

Створення блок-схеми, що описує систему фільтрації лабораторного масштабу, вибір компонентів (фільтр, сітка, насос, труби тощо) та складання та введення в експлуатацію системи безперервної фільтрації. Результати роботи системи фільтрації, побудованої в лабораторії (лабораторна система ротаційної барабанної фільтрації. Оцінка поведінки цього пристрою, що характеризується впливом тиску, швидкості обертання та консистенції. Метою було отримати найвищі швидкості фільтрації при отриманні фільтрату (шару осаду) з відносно хорошою однорідністю. Характеристики фільтрату (целюлозного) оцінювалися з якісних аспектів (візуальний огляд). Також метою було оцінити фільтрацію при додаванні поліпропіленового волокна до компонентів, спочатку без будь-яких добавок, а потім з поверхнево-активною речовиною.

Обертові барабанні системи для зневоднення оригінальної системи фільтрації показано на рисунку 2.1. Було розроблено та додано до барабанного фільтра допоміжний пакет. Цей пакет складався з ємності для шламу (пластикове відро), занурювального насоса та вакуумного насоса. Барабанний фільтр було модифіковано, щоб краще відповідати процесу та фільтрувальному матеріалу, що використовується в целюлозно-паперовій промисловості. Було оцінено кілька типів фільтрувальних матеріалів. Зрештою, найбільш підходящим фільтрувальним матеріалом наданий целюлозно-паперовою компанією, який був тим самим фільтрувальним матеріалом, що використовується в їхній барабанній фільтрувальній системі для зневоднення целюлози.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		27

Експериментальна система складається з трьох частин: 1 – системи подачі, 2 – фільтруючого матеріалу та вакууму, і 3 – системи розвантаження. Конструкція та конструкція кожної частини пояснюються нижче.

Систему подачі спочатку було сконструйовано, з прямокутною ванною для шламу, механічним змішувачем (для підтримки однорідності системи) та занурювальним насосом для проштовхування шламу до барабанного фільтра. Використовувалися однодюймові труби, фітинги та кульові клапани, оскільки вхідний отвір чану барабанного фільтра має діаметр одного дюйма. Потік, що надходить у чан барабанного фільтра, контролювався за допомогою кульового клапана. Швидкість потоку, що подається цим насосом, не вимірювалася через складність вимірювання потоку целюлозних шламів. Швидкість потоку контролювалася для забезпечення постійного рівня шламу в чані барабанного фільтра.



Рисунок 2.1 –Вакуумний барабанний фільтр лабораторного масштабу

Проблеми, що виникли, та модифікації, внесені для покращення системи подачі (показано на рисунку 3.3), описані відповідно нижче:

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						28
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

1. Проблема: Повне відкриття клапана регулювання потоку подачі призвело до переповнення барабанного фільтрувального бака. Крім того, тиск подачі був настільки високим, що барабанний фільтр «змивався» пульпою, що запобігало утворенню осаду на фільтрувальному середовищі, розташованому на поверхні циліндра. Відкриття клапана частково призвело до засмічення труб через природу целюлозної пульпи. Загальновідомо, що перекачування целюлозної пульпи є поширеною проблемою в целюлозній промисловості.

Рішення: Заміна труб, фітінгів та клапанів з 1-дюймових на 2-дюймові деталі для покращення потоку пульпи, що, у свою чергу, мінімізує засмічення труб.

2. Проблема: Мертві зони в прямокутному шламовому баку накопичували матеріал через швидке осідання целюлозної пульпи, що перешкоджало гомогенізації. Крім того, після кількох хвилин роботи механічний змішувач заклинив целюлозними волокнами, що обплутали його крильчатку.

Різні типи та конфігурації робочих коліс були випробувані без успіху або з незначним успіхом, щоб спробувати вирішити цю проблему.

Рішення: Додавання ще одного клапана для створення рефлюксу суспензії перед подачею в барабанний фільтрувальний бак.

Таким чином, рефлюкс гомогенізував суспензію, усуваючи потребу в механічному змішувачі.

Використання двох клапанів також дозволило покращити ручне керування потоком подачі. Щоб підтримувати постійний потік у барабанний фільтрувальний бак, у бак було розміщено пластину для стабілізації потоку та запобігання «змиванню» циліндра самою суспензією. Цей захід забезпечив однорідне утворення осаду на фільтрувальному матеріалі. Прямокутний бак для суспензії був замінений циліндричним, що усунуло так звані «мертві зони» без гомогенізації та запобігло осадженню целюлозного волокна.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						29
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Фільтруючий матеріал та вакуум: барабанна фільтрувальна система мала фільтруючий матеріал, який відрізнявся від того, що використовується в целюлозно-паперовій промисловості. Система була інкапсульована в акриловий матеріал, що запобігало прямому доступу до барабана та фільтруючого матеріалу. Для доступу до барабанного фільтра, що дозволяє змінювати фільтруючий матеріал та полегшує внутрішнє очищення, верхню частину акрилової капсули було видалено. Для імітації промислових умов фільтруючий матеріал був замінений фільтруючим матеріалом, наданим промисловим партнером. Використовувалися чотири різні типи фільтрів (показано на рисунку 2.2 та рисунку 2.3). Порівняльні випробування потоку були проведені з чотирма фільтруючими матеріалами. Найвища швидкість потоку була отримана з фільтруючим матеріалом г) на рисунку 2.2 Фільтруючий матеріал також був випробуваний у барабанному фільтрі щодо утворення осаду.

Однак отримати зразки осаду вдалося лише з фільтруючим матеріалом г) на рисунку 2.2. Тому цей фільтруючий матеріал був обраний для цього проєкту.

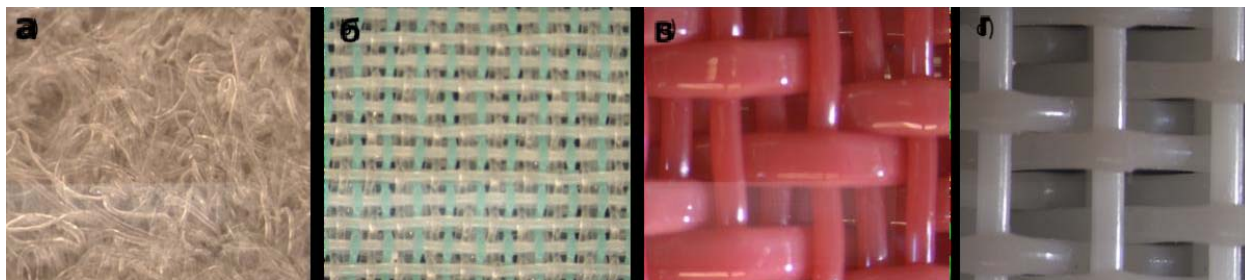


Рисунок 2.2 – Мікроскопічні оптичні зображення фільтрувального елемента, що використовується в промислових масштабах.

Система розвантаження: Для видалення твердих частинок з циліндра було встановлено фіксований скребок в оригінальній системі розвантаження барабанного фільтра. Однак після заміни фільтрувального матеріалу відстань між фіксованим скребком і барабанним фільтром стала значно більшою, що унеможливило розвантаження зразків. Тому фіксований розвантажувальний скребок було видалено та змінено його розмір за допомогою нової акрилової

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		30

пластини. Цей змінений скребок був оснащений гвинтами, що дозволяють регулювати відстань від барабанного фільтра та кут контакту. Таким чином, розвантажувальний скребок було встановлено та відрегульовано для забезпечення збору осаду.

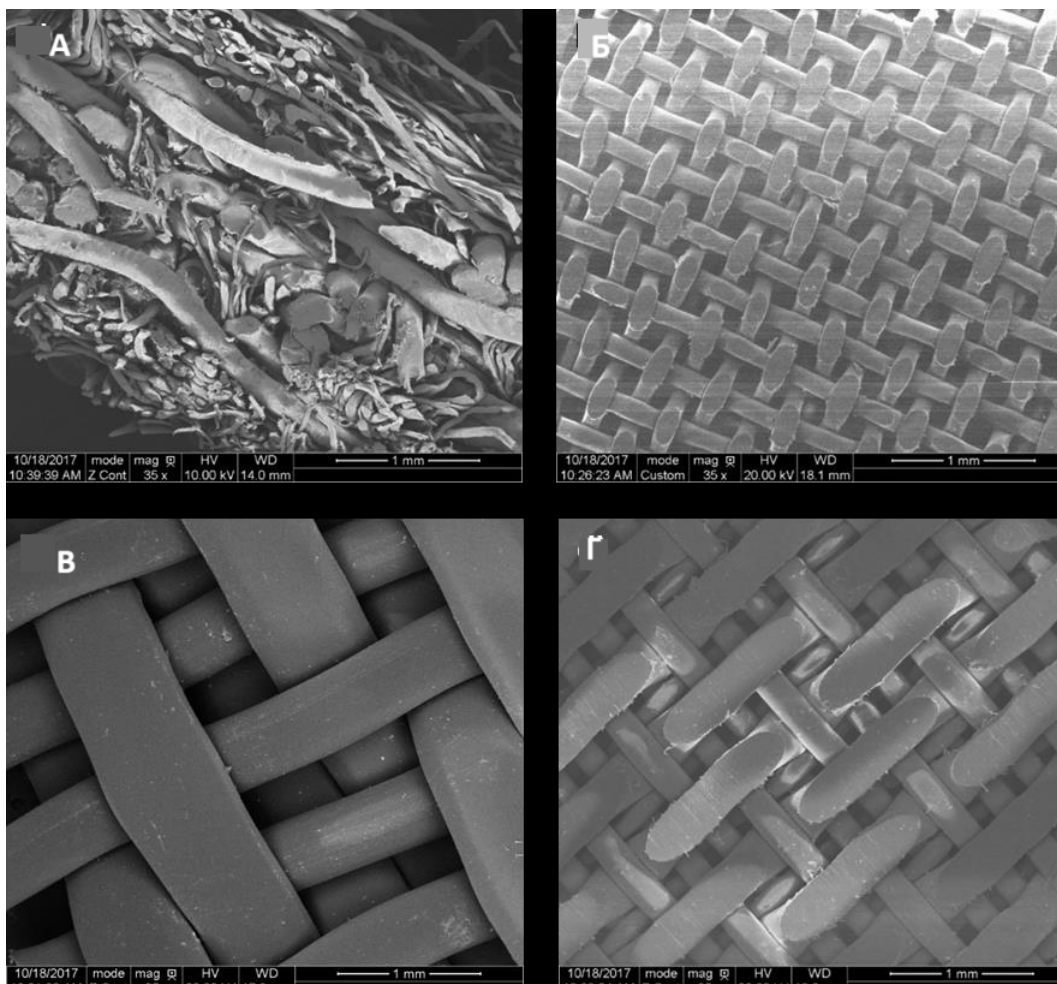


Рисунок 2.3 – SEM-зображення фільтруючого елемента, що використовується в промислових масштабах

На рисунку 2.4 показано спрощену схему барабанного фільтра лабораторного масштабу, а на рисунку 2.5 показано всю систему.

Фільтрація лише з целюлозою та водою (CW)

Початкові випробування фільтрувального обладнання мали на меті встановити найкращі умови експлуатації – вакуум, швидкість обертання та консистенцію суспензії – для системи. На цьому етапі всі прогони виконувалися з використанням сухої целюлози та демінералізованої води.

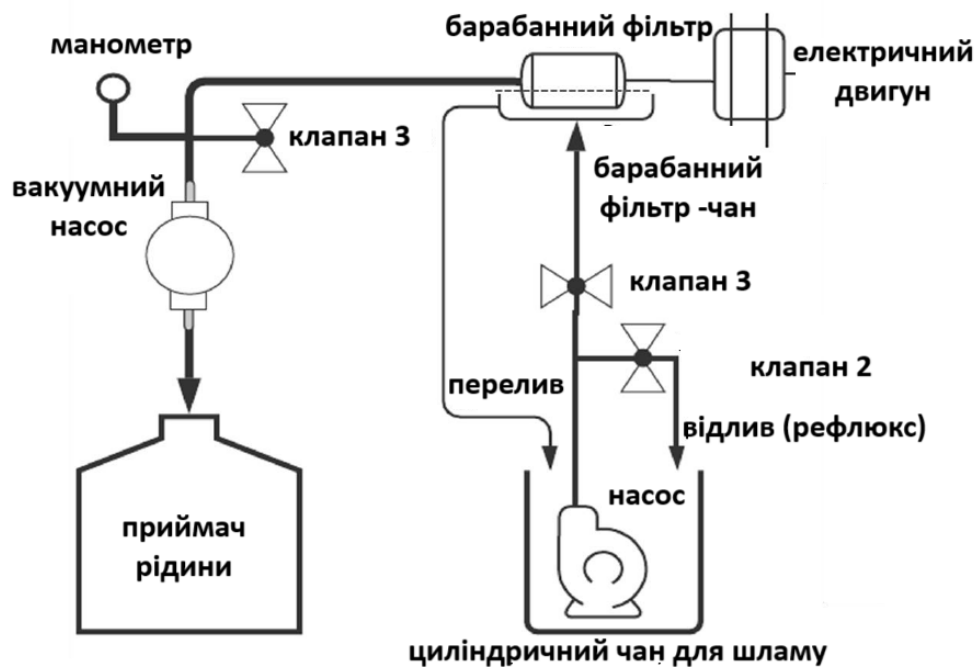


Рисунок 2.4 – Спрощена схема барабанного фільтра лабораторного масштабу

Експеримент було розроблено відповідно до 23-факторного плану з центральними точками для оцінки лінійності системи. Факторний план максимізує інформацію, яку можна отримати за допомогою заздалегідь визначеної кількості запуску, щоб оцінити вплив основних робочих параметрів системи, а також взаємодію між ними. Межі для кожної змінної були встановлені відповідно до робочої потужності системи. Основними досліджуваними робочими параметрами були:

- вакуум, що застосовується в системі, з мінімальним значенням 0,05 бар, середнім значенням 0,08 бар та максимальним значенням 0,11 бар;
- швидкість обертання барабанного фільтра з мінімальним значенням 3,8 об/хв, середнім значенням 9,4 об/хв та максимальним значенням 14,7 об/хв;
- час фільтрації з мінімальним значенням 4,1 с, середнім часом фільтрації 6,4 с та максимальним часом фільтрації 4,1 с.

– консистенція: відсоток целюлози від загальної ваги (мас.%) суміші, що містить воду (мас.%), з низьким значенням 0,3 (мас.%), центральним значенням 0,5 (мас.%) та високим значенням 0,7 (мас.%).



Рисунок 2.5 – Система фільтрації лабораторного масштабу

Було перевірено варіабельність процесу. Кілька прогонів було проведено перед тими, що були з остаточного експериментального плану. Ці попередні прогони були проаналізовані та показали великі відмінності між результатами повторень. Джерела варіабельності були визначені та мінімізовані. В результаті варіабельність між повторностями зменшилася, і стало можливим визначити не лише фактори з сильним впливом на результати (вакуум та консистенція), але й змінну з меншим впливом (обертання). Також було підтверджено відсутність взаємодії між факторами. Використовуючи 2 повторності для факторіальних точок (CW1 - CW8) плюс 5 повторень у центральній точці (CWCP), загалом 21 прогін, дисперсійний

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		33

аналіз мав 12 ступенів свободи, пов'язаних з членом похибки, що зазвичай є достатньо високим.

Фільтрація з целюлозою, водою та поліпропіленовим волокном (CW6PP)

Результати, отримані в ході випробувань з целюлозою та водою (CW), дозволили розпочати оцінку системи фільтрації з використанням поліпропіленових волокон. Знаючи, що вищі швидкості фільтрації досягаються з вищими значеннями вакууму та консистенції, і що швидкість обертання можна змінювати без значного впливу на швидкість фільтрації, для експерименту було обрано низьку швидкість обертання. Це пояснюється тим, що низька швидкість обертання повинна забезпечити легше керування системою фільтрації. Таким чином, змінні для системи фільтрації були визначені наступним чином: вакуум = 0,11 бар; консистенція = 0,7 мас.% та швидкість обертання = 3,8 об/хв (тобто значення параметрів для CW6 вище).

Додавання поліпропілену до вологої целюлозної суспензії дозволяє виключити целюлозні волокна та поліпропілен перед сушінням целюлозних волокон після фільтрації. Поліпропілен, обраний для змішування з целюлозною суспензією, був поліпропіленовими волокнами. По результатах досліджень можна оцінити чи може змішування певної кількості поліпропіленових волокон з целюлозними волокнами в суспензії створити шар з целюлози та поліпропілену, що дозволить покращити екструзію та лиття під тиском. Обґрунтуванням для перевірки цієї гіпотези є створення суміші поліпропіленової фази та целюлозної фази перед сушінням целюлози. Поліпропіленову фазу було обрано у формі поліпропіленових волокон.

Вибір поліпропіленових волокон базувався на тому, чи ці волокна матимуть високу ймовірність заплутування з целюлозними волокнами під час процесу безперервної фільтрації. Очікується, що переплутаність волокон та висока швидкість фільтрації можуть створити целюлозний пиріг зі значною кількістю поліпропілену, добре перемішаного між собою. Більше

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		34

того, переплутаність поліпропіленових волокон та целюлозних волокон може сприяти запобіганню сегрегації кожної фази окремо одна від одної. Такої потенційної сегрегації фаз можна очікувати, якщо фази були б порошками, наприклад, з різною питомою вагою, поганою турбулентністю та низькою швидкістю фільтрації. Тому поліпропіленові волокна були додані до суспензії CW6 (яку потім можна позначити як CW6PP).

Методика проведення екструзії

Композити екструдували за допомогою е настільного двошнекового кінцевого екструдера. Гранульовані зразки макета, гранули PP та MAPPP вручну завантажували в екструдер. Температура екструдера становила 200 °C зі швидкістю обертання шнека 80 об/хв.

Для подрібнення зразків композиту після екструзії використовували лабораторний млин. Зразки перемелювали доти, доки вони не проходили крізь отвір сітки 1/8 дюйма (3,1 мм).

Лиття під тиском

Прутки для механічних випробувань готували за допомогою ливарної машини Ray-Ran RR/TSMР інжектор. Зразки гранул вводили за температури 200 °C та 80 °C у бочку та форму відповідно.

Випробування на видиму консистенцію було розроблено для спостереження за поведінкою та взаємодією поліпропіленових волокон та целюлозних волокон у водному середовищі. Це випробування має на меті відстежити та виміряти утворення двох фаз (розділення) у суміші вода-волокно як функцію часу без впливу перемішування.

Випробування проводилося з консистенцією 0,7% мас. для всіх сумішей, використовуючи поліпропіленові волокна, з целюлозою та без неї, а також демінералізовану воду. Суміш перемішували в змішувачі протягом 2 хвилин, а потім негайно поміщали в мірний циліндр (500 мл). Суміші давали відстоятися без будь-якого перемішування або будь-якого перемішування. Для отримання результатів видимої консистенції, фаза волокон (як показано

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		35

на рисунку 2.6) вимірювали через 1 хв, 3 хв, 10 хв, 30 хв, 60 хв, 90 хв, 120 хв, 180 хв, 240 хв, 300 хв та 1440 хв (24 години). Результати вимірювали як частку загального об'єму, зайнятого об'ємом води з волокнами, згідно з рівнянням 2.2

$$\text{Видима консистенція, \%} = \frac{\text{Об'єм фази волокон}}{\text{Загальний об'єм суміші}} \quad 2.2$$

Для спостереження за морфологією осаду та отриманих композитів використовували скануючий електронний мікроскоп Zeiss LEO 1530 Gemini, що працює на 5 кВ. Для поперечного перерізу зразків осаду розрізали за допомогою чистого леза бритви, а композити кріофрактували рідким азотом. Всі зразки були покриті золотом перед SEM-аналізом.

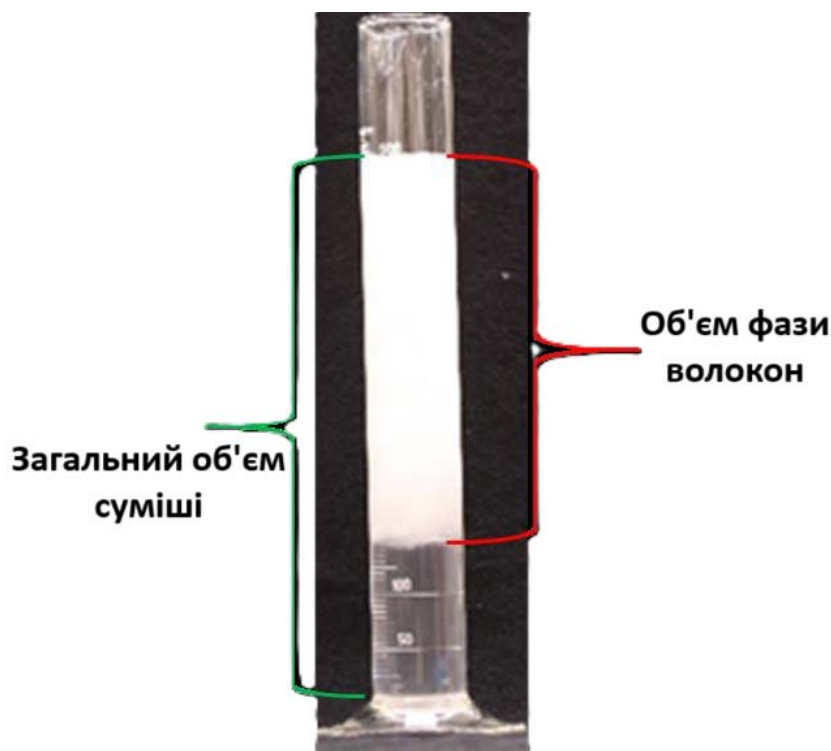


Рисунок 2.6 – Результати видимої консистенції: загальний об'єм суміші (мл) та об'єм фази волокон (мл).

РОЗДІЛ 3

АНАЛІЗ РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДЖЕННЯ

3.1. Результати виготовлення фільтрувального осаду

Шари осаду утворені за допомогою пристрою безперервної фільтрації, використаного в цьому дослідженні, були гранульовані за допомогою ручного гільйотиноріза для паперу. Гранули мали форму квадратів приблизно 5 мм, як показано на рисунку 3.1.



Рисунок 3.1 – Гранули з целюлозного осаду

Під час виробництва целюлози виробники можуть використовувати целюлозу безпосередньо для виробництва паперу або зберігати її. Найпоширенішим методом підготовки целюлози до зберігання є виробництво листів за допомогою процесу зневоднення (барабанний фільтр).

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		37

Диспергування сухої целюлози в поліпропілені за допомогою екструзії відомо як складний процес. Подача звичайних листів сухої целюлози в екструдер для змішування з поліпропіленом часто засмічує його. Використовувався млина для подрібнення звичайного листа сухої целюлози, щоб розкласти лист і отримати пухнасту целюлозу.

Подрібнення листа сухої целюлози дає пухнасту целюлозу, схожу на ватні кульки. Пухнаста целюлоза має дуже малу об'ємну щільність, що ускладнює її подачу в екструдер. Більшість екструзійних систем розроблені з живильниками, які можуть обробляти пластикові гранули (зазвичай близько 3-5 мм) або порошки (добавки). Сухий лист целюлози розрізали гільйотиною розміром приблизно 0,5 см, що підходило для подачі в екструдер лабораторного масштабу. Потім такий зразок целюлози змішували всередині склянки з гранулами поліпропілену для утворення суміші; цей процес відомий як сухе змішування. Потім цю суміш подавали в екструдер та формувальну машину під тиском. Схема, що пояснює цей процес, показана на рисунку 49. Була зроблена спроба обробити суміш гранул поліпропілену та шматків целюлози, вирізаних з листа, за допомогою екструдера лабораторного масштабу та форми для лиття під тиском. Цей процес не був успішним. Ні процеси лиття під тиском, ні процеси екструзії не змогли переробити суміш сировини в термопластичний композит. Розрізаний лист целюлози (приблизно 0,5 см x 0,5 см) призвів до блокування сопла інжектора, що перешкоджало потоку матеріалу. Те саме відбувалося в процесі екструзії, коли целюлоза блокувала вихідний отвір та перешкоджала потоку матеріалу. Зображення засміченого екструдера показано на рисунку 50. Таку поведінку можна пояснити високоупакованим целюлозним волокном, присутнім у розрізаному целюлозному листі. Целюлозний лист демонструє високий ступінь переплетення волокон. Розуміння результатів цього експерименту є важливим, оскільки він є значною перешкодою для розробки технології виготовлення термопластичних композитів з поліпропілену та целюлозного

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						38
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

волокон. Пояснення цього полягає в тому, що дисперсія розрізаного целюлозного листа під час екструзії з поліпропіленом не відбулася, оскільки сили зсуву, спричинені розплавленими поліпропіленовими гранулами під час екструзії, не змогли подолати сили тяжіння та переплетення целюлозних волокон, присутніх у целюлозному листі.

Подальше збільшення сил зсуву під час екструзії можна було б досягти, значно збільшивши швидкість екструзійних шнеків (об/хв). Але це рішення було б неможливим, оскільки надмірний зсув під час екструзії призвів б до розриву ланцюга та термічної деградації поліпропілену, що призвело б до погіршення механічних властивостей.

3.2. Результати проведення фільтрації

Фільтрація лише з целюлозою та водою – CW-фільтрація.

Візуальна оцінка целюлозного листа оцінювалася «задовільна» або «незадовільна», як описано в таблиці 2.1. Задовільна характеристика вказує на безперервний та однорідний осад (показано на рисунку 3.1). Навпаки, осад оцінювався як незадовільний, коли були прогалини, поломки та розпад листа та/або неоднорідність товщини осаду (показано на рисунку 3.2).

Найвище значення вакууму (0,11 бар) призвело до кращих результатів листів осаду, як показано в таблиці 3.1. Інші змінні (обертання та консистенція) не впливали на візуальну оцінку осаду.

Щодо швидкості фільтрації, найкращий результат $0,302 \text{ г/см}^2 \cdot \text{хв}$ було досягнуто, коли всі робочі параметри були встановлені на найвищих рівнях: 0,11 бар, 14,7 об/хв, 0,7 мас.%. Натомість, при найнижчих рівнях робочих параметрів (0,05 бар, 3,8 об/хв та 0,3 мас.%) була отримана найнижча швидкість фільтрації $0,041 \text{ г/см}^2 \cdot \text{хв}$.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		39

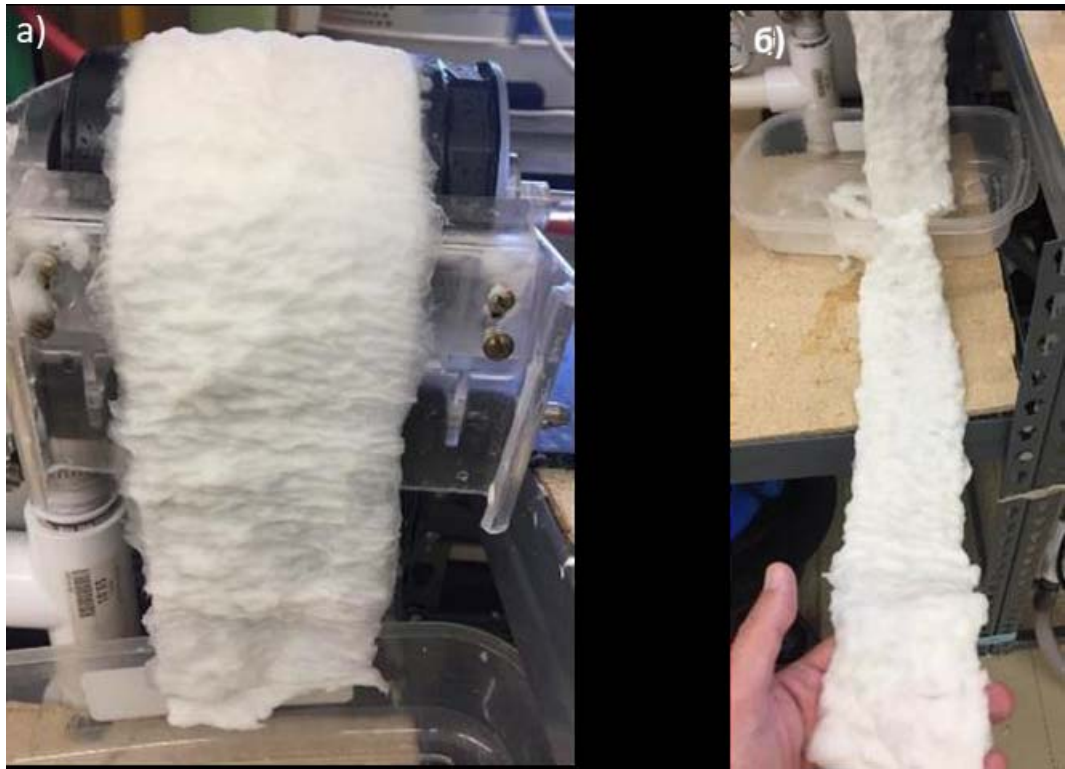


Рисунок 3.2 – Осад оцінено як «задовільний» за візуальної оцінки:
 а – на барабанному фільтрі; б – осад на вивантаженні.

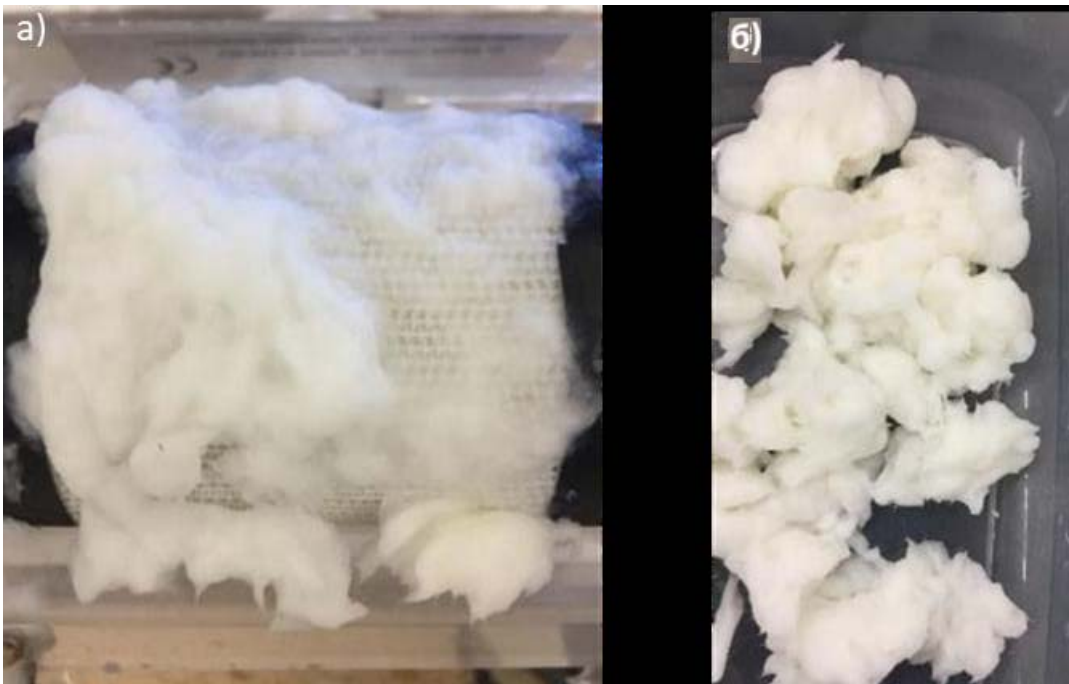


Рисунок 3.3 – Осад оцінено як «незадовільний» за візуальної оцінки:
 а – на барабанному фільтрі; б – осад на вивантаженні.

Таблиця 3.1– Швидкість фільтрації та візуальний вигляд осаду

Шар осаду	Вакуум, бар	Обертання, об/хв	Час фільтрації,	Консистенція, мас. %	Швидкість фільтрації (г/см ² ·хв)	Візуальна оцінка
CW1	0,05	3,8	7,9	0,3	0,043±0,001	незадовільний
CW2	0,11	3,8	7,9	0,3	0,164±0,002	задовільний
CW3	0,05	14,7	2,0	0,3	0,059±0,001	незадовільний
CW4	0,11	14,7	2,0	0,3	0,167±0,002	задовільний
CW5	0,05	3,8	7,9	0,7	0,124±0,010	незадовільний
CW6	0,11	3,8	7,9	0,7	0,234±0,009	задовільний
CW7	0,05	14,7	2,0	0,7	0,119±0,013	незадовільний
CW8	0,11	14,7	2,0	0,7	0,302±0,001	задовільний
CWCP	0,08	9,4	3,2	0,5	0,170±0,005	незадовільний

Дисперсійний аналіз результатів показав, що вакуум та консистенція мали сильний вплив на швидкість фільтрації ($p < 0,0001$), тоді як швидкість обертання мала слабкий вплив ($p = 0,0487$). Значення p визначається як найменший рівень значущості (α). Традиційний підхід полягав у використанні фіксованого рівня значущості, зазвичай $\alpha = 0,05$, та висновку про те, що фактор або взаємодія вплинули на результат ($p < 0,05$) чи ні ($p > 0,05$) при цьому фіксованому α , за допомогою F-тесту. Однак ця інформація є неповною, оскільки вона не дає особі, яка приймає рішення, уявлення про те, чи був результат тесту незначущим (ротація, $p = 0,0487$), чи дуже значущим (вакуум та консистенція, $p < 0,0001$). Щоб уникнути цих труднощів, підхід p -значення був широко прийнятий на практиці [7].

Система була лінійною, а взаємодії між факторами були незначними. Усі незначущі взаємодії були виключені. Тому для отримання графіків, представлених нижче, враховувалися лише значущі фактори. Для всіх статистичних аналізів результатів у цьому проекті використовувався програмний пакет Statsoft Statistica. Швидкість фільтрації збільшувалася зі збільшенням вакууму та консистенції, як показано на рисунку 3.4. При

збільшенні вакууму з 0,05 бар до 0,11 бар за постійних умов консистенції швидкість фільтрації збільшилася в середньому з 0,086 г/см²·хв до 0,217 г/см²·хв. Тобто, збільшення вакууму в 2,2 раза призвело до середнього збільшення швидкості фільтрації в 2,5 раза. Аналогічно, при збільшенні консистенції з 0,3 мас.% до 0,7 мас.% швидкість фільтрації збільшилася з 0,108 г/см²·хв до 0,198 г/см²·хв за постійних умов вакууму. Іншими словами, збільшення консистенції в 2,3 раза призвело до зміни швидкості фільтрації в 2,0 раза. Найвищі рівні вакууму та консистенції, оцінені тут, призвели до найвищої швидкості фільтрації.

Навпаки, найнижчі рівні консистенції та вакууму призвели до найнижчої швидкості фільтрації.

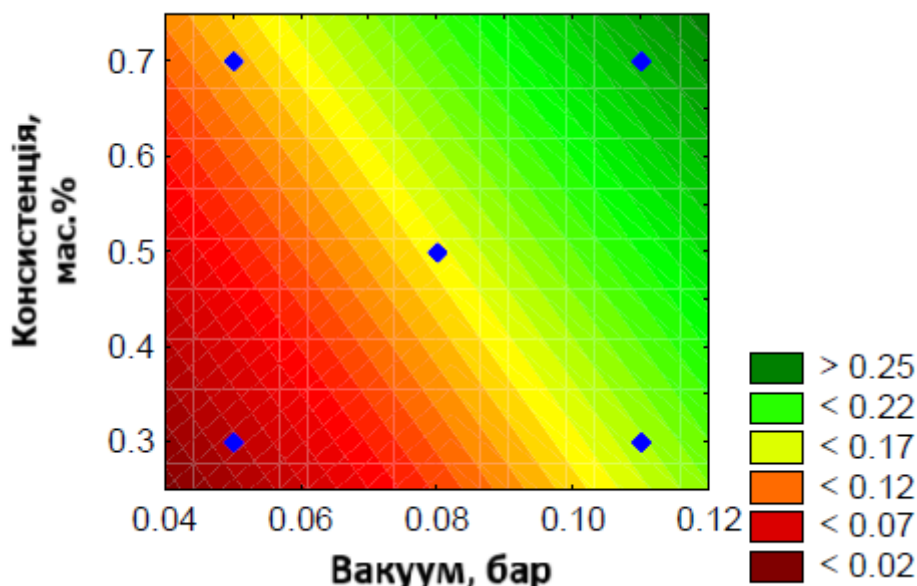


Рисунок 3.4 – Швидкість фільтрації (г/см²·см), показана кольором (від темно-зеленого до коричневого) як функція консистенції (мас.%) та вакууму (бар)

Швидкість обертання показала слабкий вплив на швидкість фільтрації порівняно з іншими змінними в межах поточного експериментального діапазону. При збільшенні швидкості обертання з 3 об/хв до 14,7 об/хв за постійних умов консистенції швидкість фільтрації збільшилася приблизно на 30%. Тобто, збільшення швидкості обертання циліндра в 4,6 раза призвело до

збільшення швидкості фільтрації лише приблизно на 30%, як показано на рисунку 3.5 а. Аналогічно, вплив обертання був слабким за умов постійного вакууму. Збільшення швидкості обертання з 3 об/хв до 14,7 об/хв (у 4,6 раза) за умов постійного вакууму призвело лише до збільшення швидкості фільтрації приблизно на 30%, як показано на рисунку 3.5 б.

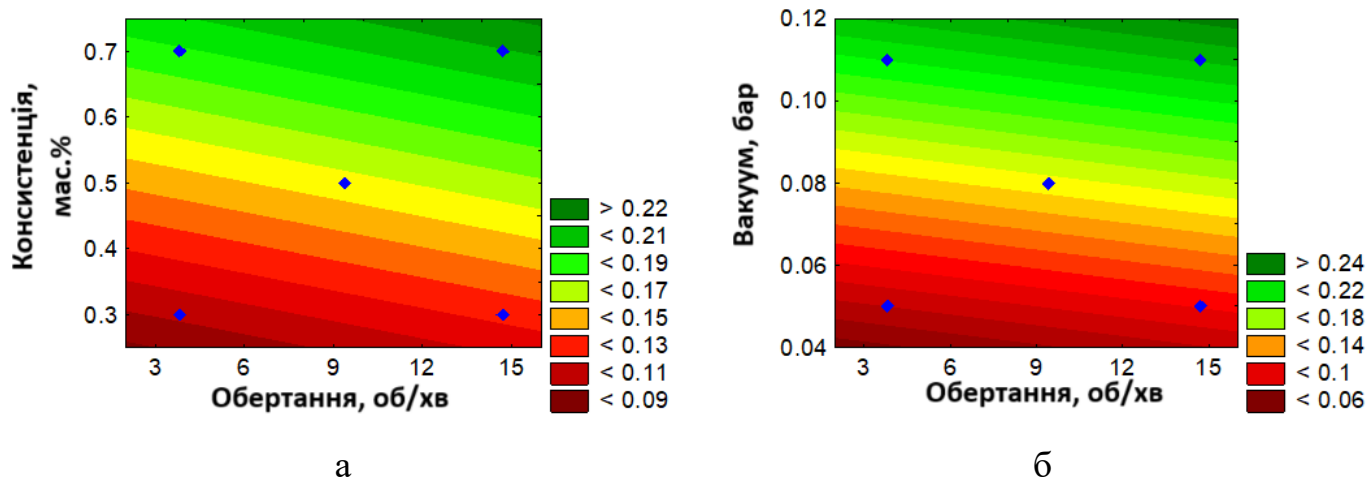


Рисунок 3.5: а – Швидкість фільтрації ($\text{г/см}^2 \cdot \text{хв}$) як функція швидкості обертання (об/хв) та консистенції (мас.%) б) – швидкість фільтрації ($\text{г/см}^2 \cdot \text{хв}$) як функція швидкості обертання (об/хв) та вакууму (бар)

Фільтрація з целюлозою, водою та поліпропіленовим волокном – SW6PP-фільтрація.

Було приготовано п'ять сумішей з різною кількістю поліпропіленового волокна: SW6PP20, SW6PP25, SW6PP33, SW6PP50, SW6PP66 та SW6PP75. Останні дві цифри кожної назви (20, 25, 33, 50, 66 та 75) відносяться до відсотка (мас.%) поліпропіленового волокна (PP-волокна) у твердих осадах. Наприклад, осад SW6PP-20 містить 20% PP-волокна та 80% целюлози.

Для всіх осадів консистенція 0,7% мас. підтримувалася в суспензії, що використовувалася як сировина для процесу фільтрації. У таблиці 3.2 наведено швидкість фільтрації та результати візуального огляду цих осадів.

Таблиця 3.2 – Осад CW6PP з 0,7% консистенції

Шар осаду	Компоненти, г			Візуальна оцінка
	Целюлоза	Поліпропіленові волокна	Вода	
CW6PP-20	0,560	0,140	99,300	задовільний
CW6PP-25	0,525	0,175	99,300	задовільний
CW6PP-33	0,490	0,210	99,300	задовільний
CW6PP-50	0,350	0,50	99,300	незадовільний
CW6PP-66	0,233	0,466	99,300	незадовільний
CW6PP-75	0,175	0,525	99,300	незадовільний

Рейтинг візуального вигляду CW6PP-20, CW6PP-25 та CW6PP-33 був хорошим, враховуючи суцільність їхньої структури та однорідний вигляд (рисунок 3.6 а). Суміші CWPP-50, CWPP-66 та CWPP-75 не були отримані через закупорку труб у системі фільтрації. Збільшення кількості PP-волокна в сумішах призвело до його заплутування з целюлозним волокном, що, у свою чергу, призвело до закупорки труб.

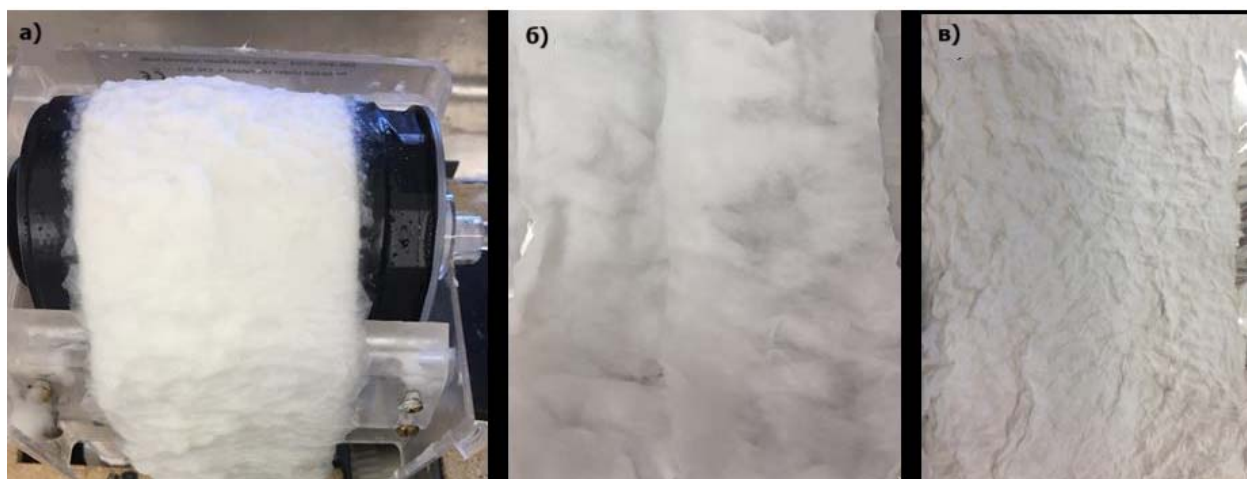


Рисунок 3.6 – Осад CWPP-33: а – на роторному барабанному фільтрі; б – вологий; в – сухий.

Було зроблено кілька спроб, але труби, що ведуть до барабанного фільтра, завжди закупорювалися. Це показано на рисунку 3.7. Враховуючи цей результат, було розроблено тест на видиму консистенцію з використанням методології, описаної в розділі 2.

Результати випробувань на видиму консистенцію показали, що консистенція суспензії змінюється з часом залежно від кількості PP-волокна,

доданого до водо-целюлозної суміші. В останньому досліді, коли використовувалася суміш зі 100% РР-волокна та води (без целюлози), видима консистенція швидко зростала майже на 30% протягом першої хвилини. Потім вона змінювалася більш регулярно, поки не досягла пікового значення 55% через 24 години (загальна тривалість випробування). Таку поведінку можна пояснити тим, що густина РР-волокна становить $0,95 \text{ г/см}^3$, що менше, ніж у води, а також нижчою спорідненістю РР з водою (гідрофобність). Таким чином, чисті РР-волокна мають тенденцію досить швидко плавати у воді спочатку за відсутності перемішування, що призводить до накопичення РР-волокон на поверхні рідини.

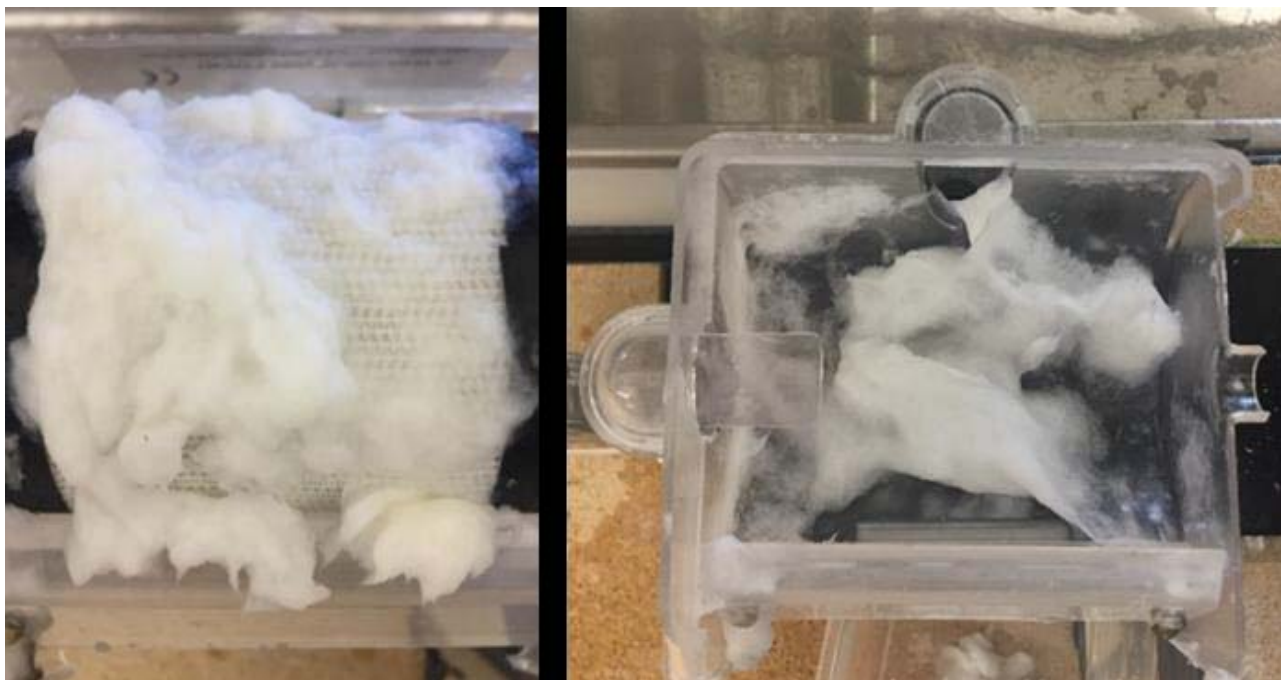


Рисунок 3.7 – Осад CWPP-50 на роторному барабанному фільтрі.

На противагу цьому, коли до суміші не додавали РР волокна, видима консистенція взагалі не змінювалася протягом 24 годин. Тобто, навіть без перемішування суміш целюлози та води (без РР) залишалася однорідною до 24 годин. У цьому випадку можна було очікувати, що целюлоза осяде на дні циліндра, оскільки її щільність $1,5 \text{ г/см}^3$ вища, ніж у води. Однак целюлоза є дуже гідрофільною та утворює стабільну мережу волокон у воді.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		45

На рисунку 3.8 показано порівняння результатів випробувань для суміші з водою та 100% целюлози (консистенція 0,7 мас.%) та суміші зі 100% PP волокна та водою (консистенція 0,7 мас.%), через одну хвилину, 1 хвилину та 24 години без перемішування.

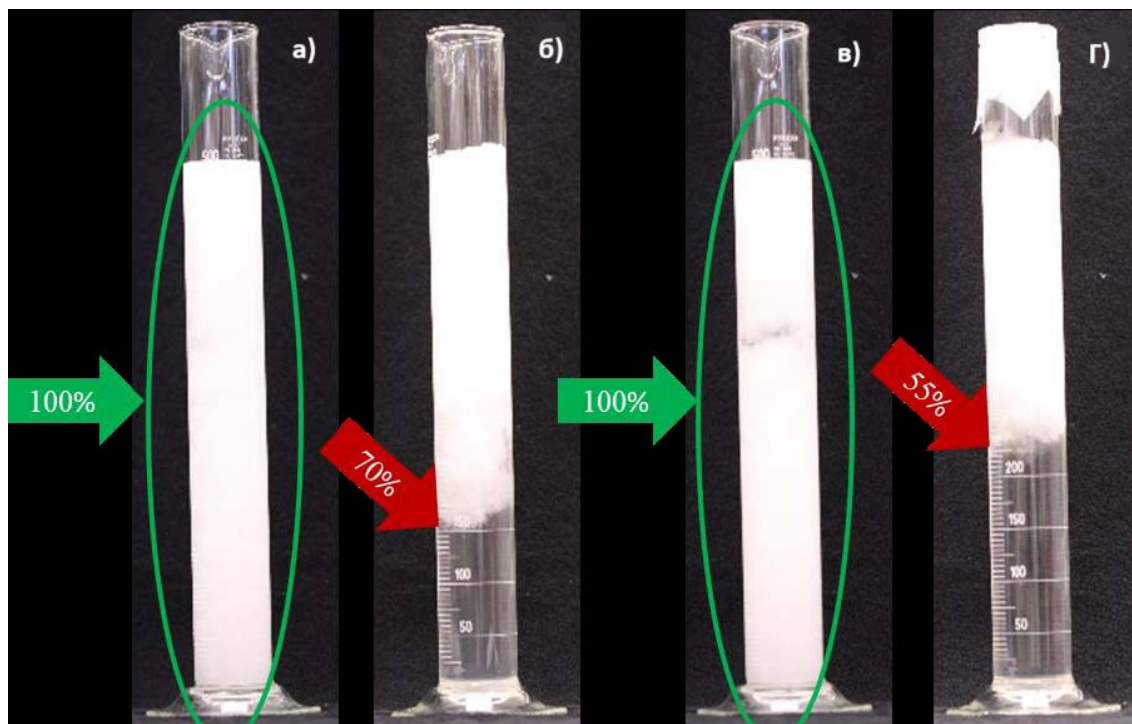


Рисунок 3.8 – Випробування на видиму консистенцію: а – 100% целюлозних волокон та б – 100% PP-волокон - обидва через одну хвилину; в – 100% целюлозних волокон та г – 100% PP-волокон - обидва через 24 години.

Для проміжних сумішей видима консистенція помітно змінювалася зі змінами вмісту PP волокон, як показано на рисунку 3.9. Суміші з вищим вмістом PP волокон мають тенденцію швидше спливати, що збільшує здатність до заплутування між волокнами. Це фазове розділення, спричинене додаванням поліпропіленових волокон, є значною проблемою для перекачування суспензії та подачі на барабанний фільтр.

Отже, стабільність поведінки заплутування суспензії, що використовується для системи фільтрації, залежить від додавання поліпропіленових волокон. Закупорка труб спостерігалася, коли в суміші використовувалося понад 33% поліпропіленових волокон.

Формулу CWPP-33 було обрано для використання в решті цього дослідження на основі її характеристик, виміряних хорошим візуальним виглядом та високим вмістом волокна PP.

Ця характеристика цієї формули була кращою, ніж у формул CWPP-20 та CWPP-25. Цей вибір має збільшити шанси отримання результуючого композиту шляхом лиття під тиском.

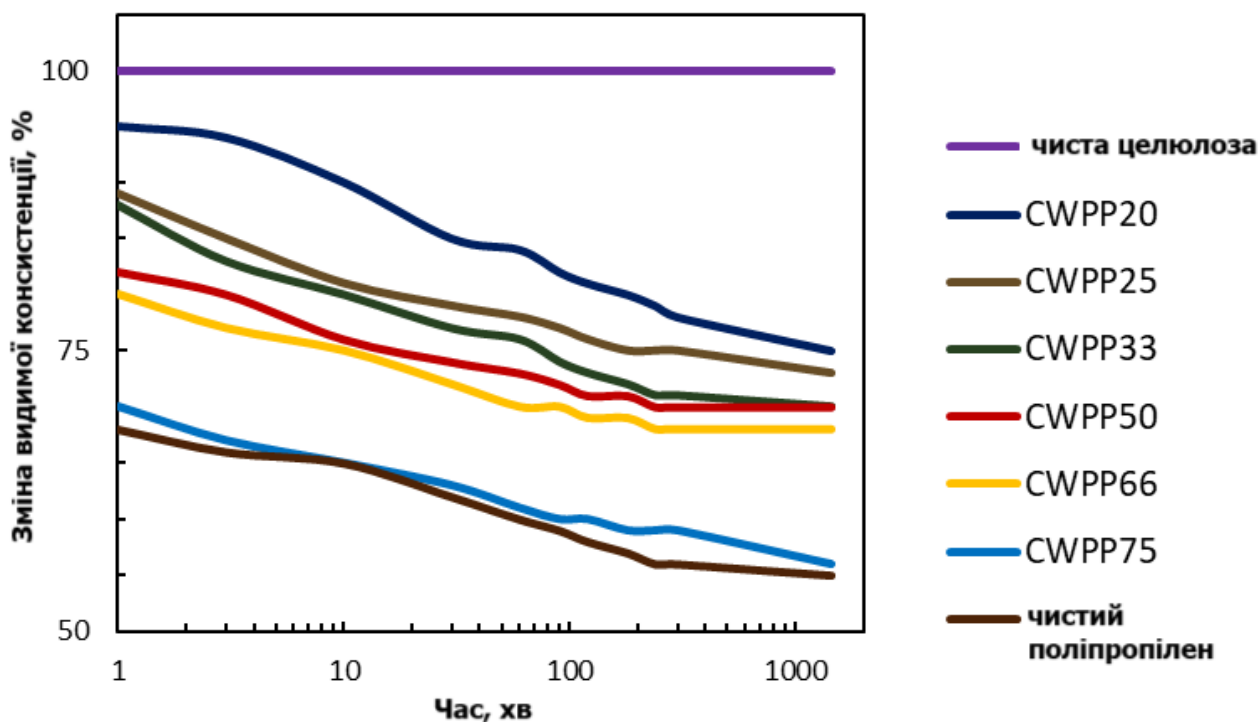


Рисунок 3.9 – Зміна видимої консистенції (%) як функція часу (хв).

Фільтрація з целюлозою, водою, поліпропіленовим волокном та поверхнево-активною речовиною – CWPP-33S фільтрація

Візуальна оцінка CW6PP33S0.5 була задовільною, враховуючи його безперервний та однорідний вигляд (показано на рисунку 3.10). Осад CW6PP33S1 не був отриманий через утворення значної кількості піни, що призвело до переповнення резервуара пульпою.

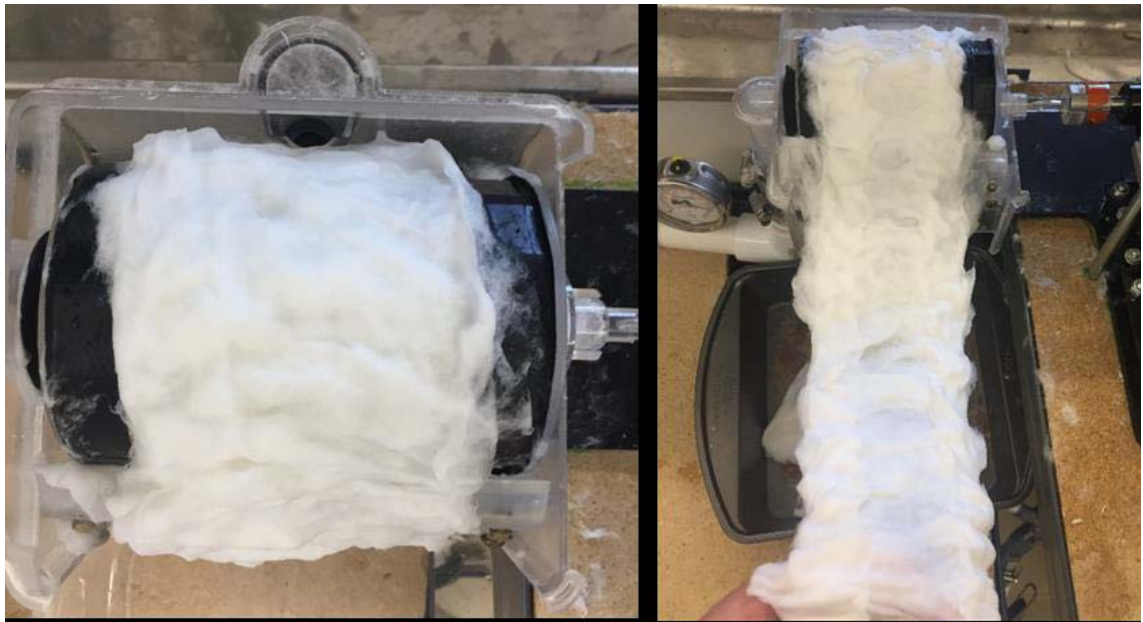


Рисунок 3.10 – Осад SW6PP33S0.5 на обертовому барабанному фільтрі.

3.3 Результати виготовлення полімеркомпозитів наповнених волокнами целюлози

Було отримано 5 зразків з 10% вмістом целюлози (мас.%) за допомогою процесу інжекції з екструзією та без неї. Ці зразки описані в таблиці 3.3 нижче.

Після дослідження технологічності сполук, отриманих в результаті додавання гранул PP до целюлози, отриманих за допомогою барабанної фільтраційної системи лабораторного масштабу, було проведено оцінку впливу целюлозних волокон на згин та удар властивості PP-композитів.

Модуль пружності при згині та міцність для чистого PP та композитів показано на рисунку 3.11 та рисунку 3.12 відповідно. Видно, що композити показали збільшення модуля згину приблизно на 20% порівняно з чистим PP, тоді як міцність на згин була на 10% вищою.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						48
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Таблиця 3.3 – Технологічність зразків

Зразок	Компоненти	Технологічність (вдалося, не вдалося, не визначено)	
		пряме вприскування	екструдер – вприскування
Суха целюлоза	целюлоза	не вдалося	не вдалося
CW6	целюлоза	не вдалося	не вдалося
CW6PP33_X_I	целюлоза, PP-волокно,	не вдалося	вдалося
CW6PP33S0.5_DI	целюлоза, PP-волокно, поверхнево-активна речовина	вдалося	не визначено
CW6PP33S0.5_X_I	целюлоза, PP-волокно, поверхнево-активна речовина	не визначено	вдалося
CW6PP33S0.5MA_DI	целюлоза, PP-волокно, поверхнево-активна речовина, поліпропілен-щеплений малеїновий ангідрид	вдалося	не визначено
CW6PP33S0.5MA_X_I	целюлоза, PP-волокно, поверхнево-активна речовина, поліпропілен-щеплений малеїновий ангідрид	не визначено	вдалося

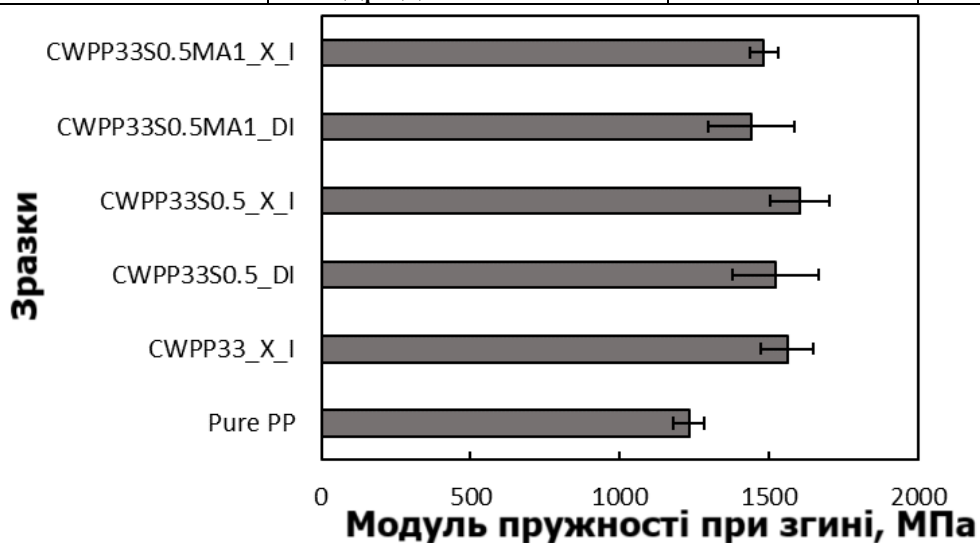


Рисунок 3.11 – Результати випробування модуля пружності на згин

Жоден із зразків не зламався під час випробування на згин, що призвело до однакової деформації при розриві (0,05) для всіх зразків.

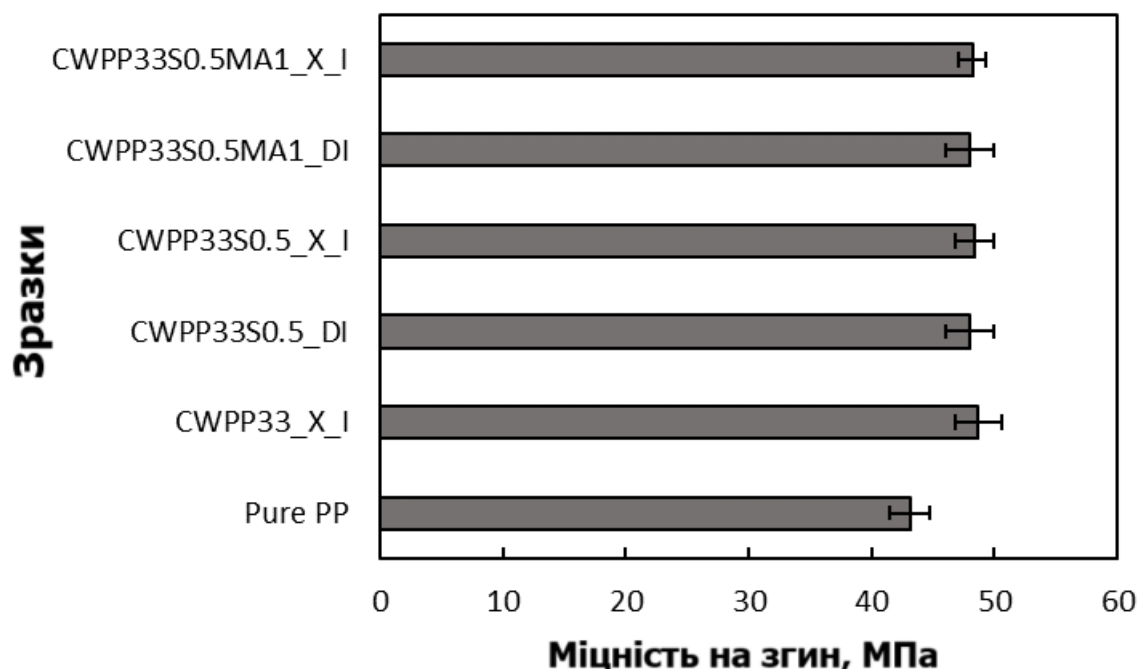


Рисунок 3.12 – Результати випробування міцності на згин

Для оцінки того, чи була різниця між результатами різних композитів значущою, було застосовано тест Тьюкі (рівень значущості 5%). Однак результати не показали значущих відмінностей між ними. Тест Тьюкі – це популярний метод порівняння середніх значень обробки та визначення значущості відмінностей. Він використовує мінливість усіх результатів одночасно для порівняння середніх значень вибірки попарно при фіксованому рівні значущості (α). Зазвичай його виконують після дисперсійного аналізу однофакторних експериментів.

Ці результати демонструють, що шари целюлози, отримані за допомогою барабанної фільтраційної системи лабораторного масштабу, є ефективним матеріалом для армування в PP-матриці, що призводить до значного покращення жорсткості матеріалу.

Значного збільшення модуля пружності на згин або міцності на згин при додаванні 1% мас. МАРР не спостерігалось. Можливо, відносно погана дисперсія волокна в процесі прямого вприскування не була оптимальною для виявлення переваг МАРР.

Результати ударної в'язкості для чистого РР та композитів показано на рисунку 3.13. Додавання целюлозних волокон до матриці РР призводить до невеликого зниження ударної в'язкості. Це можна пояснити агломерацією волокон, що сприяє концентрації напружень, які у свою чергу, призводять до утворення, поширення тріщин при ударі та остаточного зруйнування.

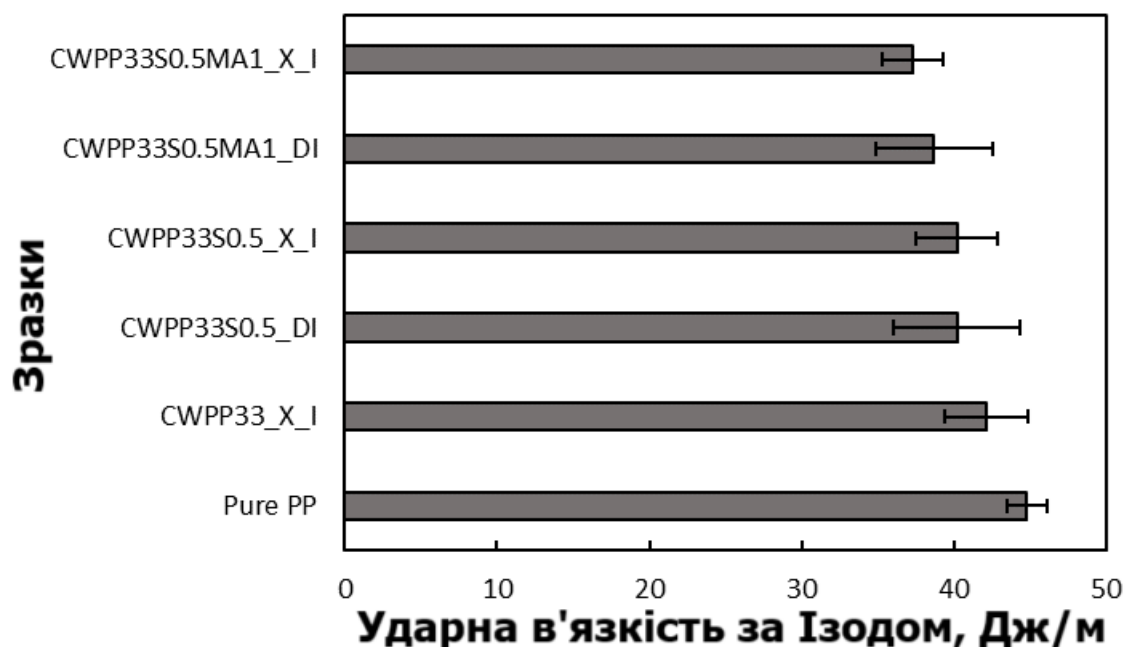


Рисунок 3.13 – Результати випробування на ударну в'язкість за Ізодом

Композит з дисперсною фазою може потребувати менше енергії для руйнування під час випробування на удар. Різні процеси та добавки, що використовуються у виробництві композитів, мали незначний вплив на ударну в'язкість, хоча ударна в'язкість мала тенденцію до зниження зі збільшенням кількості добавок.

ВИСНОВКИ

- в даному дослідженні було розроблено та зібрано систему безперервної фільтрації лабораторного масштабу. Вона була побудована з модифікованим стандартним барабанним фільтром лабораторного масштабу, з'єднаним з вакуумним насосом, занурювальним насосом, трубами та клапанами.
- змінними, що використовувалися для оцінки швидкості фільтрації та візуального вигляду осаду, були: вакуумний тиск, швидкість обертання барабанного фільтра та консистенція пульпи.
- на швидкість фільтрації значно впливає збільшення консистенції та вакуумний тиск.
- вакуумний тиск значно впливає на однорідність осаду (візуальний вигляд - тільки при використанні високого вакуумного тиску осад мав задовільний візуальний вигляд.
- швидкість обертання незначно впливає на швидкість фільтрації порівняно з іншими змінними в межах поточного експериментального діапазону.
- найкращою комбінацією параметрів була наступна (осад CW6): високий вакуум (0,11 бар), висока консистенція (0,7 мас.%) та низьке обертання (3,8 об/хв).
- при використанні PP-волокна найкраща загальна продуктивність була досягнута з 33 мас.% PP-волокна (CW6PP-33).
- суміші з вищим вмістом PP-волокна (50 мас.%) перешкоджали системі, що робило неможливим виготовлення зразків. З метою подальшого покращення CW6PP-33 було випробувано поверхнево-активну речовину (дебондер) для отримання зразка CW6PP33S0.5. Роль дебондера полягала у зменшенні міцності міжволокнистого зв'язку целюлози.
- термопластичні композити були виготовлені з 3 різними складами (CW6, CW6PP33, CW6PP33S0.5), а також сухою целюлозою. PP-

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						52
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

гранули змішували з волокнами целюлози (підтримуючи вміст целюлози 10 мас.% для всіх композитів).

- композити були отримані за допомогою лиття під тиском, з попередньою екструзією або без неї.
- результати показали, що композити не могли бути отримані з волокнами CW6, а також не могли бути отримані з сухою целюлозою (з целюлозного листа). Наявність волокна PP дозволила виготовляти зразки композиту за допомогою екструзійного компаундування з подальшим литтям під тиском. Однак без екструзії композит не міг бути отриманий.
- зразки композиту, отримані з CW6PP33S0.5 (які містили поверхнево-активну речовину), були успішно оброблені з екструзією та без неї перед литтям під тиском.
- для покращення адгезії між целюлозою та матрицею PP, сполучний агент (МАРР) був змішаний з волокнами CW6PP33S0.5 та додатковими гранулами PP. Отриману суміш було позначено як CW6PP33S0.5МА. Композити з цією сумішшю були успішно відлиті з попередньою екструзією та без неї. Однак ці композити не показали значного збільшення модуля згину.

Підсумовуючи, можна зазначити, що виробництво целюлозних та поліпропіленових волоконних композитів за допомогою лабораторної барабанної системи фільтрації є ефективним для змішування целюлози та поліпропіленових волокон. Це є перевагою, оскільки поліпропіленові волокна можна легко додавати до целюлозної суспензії під час її виробництва з мінімальними витратами та незначними коригуваннями процесу зневоднення. Ці целюлозно-поліпропіленові композити з добавками були успішно оброблені методом лиття під тиском без необхідності екструзійного компаундування. Цей результат може мати значний вплив на виробництво стійких термопластів з целюлозною пульпою, оскільки він

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		53

вирішує проблему змішування целюлози та поліпропілену, усуваючи при цьому необхідність екструзії.

Композити, отримані за допомогою екструзії, були більш однорідними щодо дисперсії волокон, ніж ті, що були отримані просто за допомогою прямого лиття під тиском. Однак перші не мали суттєвих відмінностей щодо механічних властивостей, що вказує на те, що процес екструзії можна виключити для зниження витрат у промислових масштабах. Такі композити можна використовувати в автомобільній галузі, зокрема для лиття внутрішніх деталей.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
						54
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Список використаних джерел

1. H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoop, and M. Trada, “A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, no. 4, pp. 856–873, 2011.
2. L. Mohammed, M. N. M. Ansari, G. Pua, M. Jawaid, and M. S. Islam, “A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications,” *Int. J. Polym. Sci.*, vol. 2015, pp. 1–15, 2015.
3. A. K. Mohanty, M. Misra, and L. T. Drzal, *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*, 1sted. Baton Rouge: CRC Press, 2005.
4. A. K. Diallo, C. Jahier, R. Drolet, B. Tolnai, and D. Montplaisir, “Cellulose filaments reinforced low-density polyethylene,” *Polym. Compos.*, vol. 40, no. 1, pp. 16–23, 2019.
5. D. K. Rajak, D. D. Pagar, P. L. Menezes, and E. Linul, “Fiber-reinforced polymer composites: manufacturing, properties, and applications,” *Polymers (Basel)*, vol. 11, no. 10, p. 1667, Oct.2019.
6. H. Abramovich, *Introduction to composite materials*. IntechOpen, 2017.
7. H. Quan, Z. M. Li, M. B. Yang, and R. Huang, “On transcrystallinity in semi-crystalline polymer composites,” *Composites Science and Technology*, vol. 65, no. 7–8. pp. 999–1021, Jun-2005.
8. C. Scarponi and C. S. Pizzinelli, “Interface and mechanical properties of natural fibres reinforced composites: a review,” *Int. J. Mater. Prod. Technol.*, vol. 36, no. 1–2, pp. 278–303, 2009.
9. N. E. Zafeiropoulos, Ed., *Interface Engineering of Natural Fibre Composites for Maximum Performance*, 1st ed. Oxford: Woodhead Pub, 2011.
10. A. R. Sanadi, D. F. Caulfield, and R. M. Rowell, “Reinforcing polypropylene with natural fibers,” *Plast. Eng.*, vol. 50, no. 4, p. 27, 1994.
11. M. A. López-Manchado, J. Biagitti, and J. M. Kenny, “Comparative study of the effects of

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		55

different fibers on the processing and properties of ternary composites based on PP-EPDM blends,” Polym. Compos., vol. 23, no. 5, pp. 779–789, 2002.

12. J. L. Thomason and M. A. Vluc, “Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 4. Impact properties,” Compos. Part A Appl. Sci. Manuf., 110 vol. 28, no. 3, pp. 277–288, 1997.

13. Y. Yoo, M. W. Spencer, and D. R. Paul, “Morphology and mechanical properties of glass fiber reinforced Nylon 6 nanocomposites,” Polymer (Guildf), vol. 52, no. 1, pp. 180–190, Jan. 2011.

14. J. Himani and J. Purnima, “Development of glass fiber, wollastonite reinforced polypropylene hybrid composite: Mechanical properties and morphology,” Mater. Sci. Eng. A, vol. 527, no. 7, pp. 1946–1951, 2010.

15. T. Bárány, T. Czigány, and J. Karger-Kocsis, “Application of the essential work of fracture concept for polymers, related blends and composites: A review,” Prog. Polym. Sci., vol. 35, no. 10, pp. 1257–1287, 2010.

16. G. He, F. Zhang, L. Huang, J. Li, and S. Guo, “Evaluation of the fracture behaviors of multilayered propylene-ethylene copolymer/polypropylene homopolymer composites with the essential work of fracture,” J. Appl. Polym. Sci., vol. 131, no. 15, Aug. 2014.

17. A. M. Sharma, “Mechanical behaviour, water absorption and morphology of wheat straw, talc, mica and wollastonite filled polypropylene composites,” University of Waterloo, Waterloo, Ont, 2012.

18. W. Steen and R. Clark, “Talc in Polypropylene,” in Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites, I. Marcel Dekker, Ed. New York, 2003, pp. 1–30.

19. L. Lapcik, P. Jindrova, B. Lapcikova, R. Tamblyn, R. Greenwood, and N. Rowson, “Effect of the talc filler content on the mechanical properties of polypropylene composites,” J. Appl. Polym. Sci., vol. 110, no. 5, pp. 2742–2747, 2008.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		56

20. S. Maiti and K. Sharma, “Studies on polypropylene composites filled with talc particles,” *J.Mater. Sci.*, vol. 27, no. 17, pp. 4605–4613, 1992.

21. J. Karger-Kocsis, *Polypropylene: Structure, Blends and Composites*, 1st ed. London: Chapman & Hall, 1993.

22. B. Kaynak, M. Spoerk, A. Shirole, W. Ziegler, and J. Sapkota, “Polypropylene/cellulose composites for material extrusion additive manufacturing,” *Macromol. Mater. Eng.*, vol. 303, no. 5, p. 1800037, 2018.

23. N. Saba, M. Jawaid, O. Y. Alothman, and M. T. Paridah, “A review on dynamic mechanical 111 properties of natural fibre reinforced polymer composites,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 106, pp. 149–159, 2016.

24. R. Malkapuram, V. Kumar, and Y. S. Negi, “Recent development in natural fiber reinforced polypropylene composites,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 28, no. 10, pp. 1169–1189, 2009.

25. K. Suzuki, Y. Homma, Y. Igarashi, H. Okumura, and H. Yano, “Effect of preparation process o microfibrillated cellulose-reinforced polypropylene upon dispersion and mechanical properties,” *Cellulose*, vol. 24, no. 9, pp. 3789–3801, 2017.

26. L. Huang, Q. Wu, Q. Wang, R. Ou, and M. Wolcott, “Solvent-free pulverization and surface fatty acylation of pulp fiber for property-enhanced cellulose/polypropylene composites,” *J. Clean Prod.*, vol. 244, p. 118811, 2020.

					БР 0925.00.00.000.ПЗ	Арк
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		57