
**СИНТЕЗ И ПЕРЕРАБОТКА ПОЛИМЕРОВ
И КОМПОЗИТОВ НА ИХ ОСНОВЕ**

**SYNTHESIS AND PROCESSING OF POLYMERS
AND POLYMERIC COMPOSITES**

ISSN 2410-6593 (Print), ISSN 2686-7575 (Online)

<https://doi.org/10.32362/2410-6593-2022-17-1-65-75>



УДК 678.5.046

НАУЧНАЯ СТАТЬЯ

**Оценка напряженного состояния поликарбонатных
монолитных листов оптико-поляризационными методами**

А.В. Марков[✉], В.Н. Лобанов

МИРЭА – Российский технологический университет (Институт тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова), Москва, 119571 Россия

[✉] Автор для переписки, e-mail: markovan@bk.ru

Аннотация

Цели. Работа посвящена изучению возможности использования оптико-поляризационных методов для количественной оценки напряженного состояния и остаточных напряжений в поликарбонатных монолитных листах. Эти напряжения являются основными причинами растрескивания листов поликарбоната и изделий из них.

Методы. Объектами исследования являлись образцы поликарбонатных монолитных листов различных производителей («Mopogal» и «Novattro»). Для исследования напряженного состояния образцов использовали методы двойного лучепреломления и анализ интерференционных изображений образцов, полученных в поляризованном свете в скрещенных поляроидах.

Результаты. Показана эффективность использования оптико-поляризационных методов исследования: двойного лучепреломления и анализа характеристик объединенного спектра интерференционных изображений напряженных образцов поликарбоната. Проведена оценка остаточных напряжений в монолитных поликарбонатных листах различных производителей.

Выводы. Установлена количественная связь между натяжениями, действующими на образцы поликарбоната, их двойного лучепреломления и характеристиками объединенного спектра интерференционных изображений нагруженных образцов, полученных в поляризованном свете в скрещенных поляроидах. Показана возможность количественной

оценки значений остаточных напряжений в монолитных листах поликарбоната на основе анализа их спектров интерференционных изображений. Измеренные остаточные напряжения не превысили 1 МПа.

Ключевые слова: листовой монолитный поликарбонат, остаточные напряжения, трещиностойкость, двойное лучепреломление, интерференционное изображение

Для цитирования: Марков А.В., Лобанов В.Н. Оценка напряженного состояния поликарбонатных монолитных листов оптико-поляризационными методами. *Тонкие химические технологии*. 2022;17(1):65–75. <https://doi.org/10.32362/2410-6593-2022-17-1-65-75>

RESEARCH ARTICLE

Study of the stress state of polycarbonate monolithic sheets using optical-polarization methods

Anatoly V. Markov✉, Valery A. Lobanov

MIREA – Russian Technological University (M.V. Lomonosov Institute of Fine Chemical Technologies), Moscow, 119571 Russia

✉ Corresponding author, e-mail: markovan@bk.ru

Abstract

Objectives. The study assessed the possibility of using optical-polarization methods to test quantitatively the stress state and residual stress in polycarbonate (PC) monolithic sheets. This stress is the leading cause of the cracking of PC sheets and the products made of them.

Methods. The objects were samples of monolithic PC sheets made by various manufacturers (Monogal and Novattro). The birefringence method was used to study the stress state of the samples, and the interference images obtained in polarized light in crossed polaroids were analyzed.

Results. The efficiency of optical-polarization research methods, such as the birefringence and the analysis of the interference images of stretched PC samples combined into an additive spectrum, was shown. The residual stress in the monolithic PC sheets made by various manufacturers was estimated.

Conclusions. The quantitative relationship between the stress acting on the PC samples, their birefringence, and the characteristics of their additive spectrum of interference images of stressed samples obtained in polarized light in crossed polaroids was established. The possibility of a quantitative assessment of the residual stress in monolithic PC sheets based on an analysis of their additive spectrum of interference images was shown. The measured residual stress did not exceed 1 MPa.

Keywords: monolithic polycarbonate sheets, stretching, residual stress, crack resistance, birefringence, interference image

For citation: Markov A.V., Lobanov V.A. Study of the stress state of polycarbonate monolithic sheets using optical-polarization methods. *Tonk. Khim. Tekhnol. = Fine Chem. Technol.* 2022;17(1):65–75 (Russ., Eng.). <https://doi.org/10.32362/2410-6593-2022-17-1-65-75>

ВВЕДЕНИЕ

Исследование напряженного состояния органических стекол и изделий из них необходимо для более точного прогнозирования их срока службы [1, 2]. Помимо внешних напряжений, ускоряющих растрескивание стекол, которые возникают при их эксплуатации, например, механических (при монтаже остекления) или термических (при его неоднородном нагревании), «вредными» являются также внутренние остаточные напряжения, например, возникающие в процессе формования оргстекла [3]. Можно выделить следующие технологические условия возникновения повышенных остаточных напряжений при изготовлении экструзионного монолитного поликарбонатного (ПК) листа:

- высокая вязкость полимерного расплава ПК при формовании заготовки;
- низкие температуры при калибровании ПК листа;
- высокие деформации заготовки при калибровании ПК листа;
- высокие скорости калибрования ПК листа;
- высокие скорости охлаждения ПК листа;
- неоднородность нагрева и охлаждения ПК листа;
- некачественная резка ПК листа;
- неправильное хранение ПК листа.

Физико-химическая природа влияния внешних и внутренних напряжений на ускорение растрескивания органических стекол и изделий из них одинакова – это деформационное воздействие на молекулярные связи полимера. Процесс растрескивания может рассматриваться в рамках теории долговечности Журкова [2, 4]:

$$\tau_p = \tau_0 \exp\left(\frac{U - v\sigma}{RT}\right) \quad (1)$$

где τ_p – время до начала растрескивания поликарбоната (с); U – энергия активации разрушения макромолекул полимера, связанная с прочностью химических связей поликарбоната, равная 150–160 кДж/(моль·К), [5]; σ – приложенное напряжение (Па); T – температура (К); τ_0 – постоянная, связанная с частотой колебаний атомов молекул при их тепловом движении ($\tau_0 = 10^{-12}$ – 10^{-14} с); v – активационный объем разрушения или структурно-чувствительный параметр, (м³); R (8.314 Дж·К⁻¹·моль⁻¹) – универсальная газовая постоянная.

Существуют методики оценки напряженного состояния в оргстеклах и изделиях из них¹, основанные на выводах теории Журкова (уравнение 1) и связанные с ускорением растрескивания оргстекла при повышенных температурах [6] и напряжениях [1, 2], а также при контакте их поверхности с адсорбционно активными тестовыми жидкостями [7, 8]. Известны попытки количественно связать времена ускоренного растрескивания с величинами остаточных напряжений в ПК листах. Однако использование описанных выше методик приводит к разрушению изделий. Тестовые жидкости² могут быть применены только для выходного контроля готовых изделий, указывающего на допустимый уровень напряжений в ПК листах [8].

Неразрушающими методами оценки напряженного состояния в оргстеклах могут являться оптико-поляризационные методы, а именно метод измерения двойного лучепреломления (ДЛП), а также анализ интерференционных изображений образцов в скрещенных поляроидах (ИИСП), полученных в поляризованном свете [9, 10]. Суть последнего метода заключается в том, что при нагружении вследствие возникновения ДЛП в материале наблюдается циклическое изменение интенсивности проходящего поляризованного белого света, приводящее к появлениям интерференционного изображения с чередующимися цветными полосами – изохромами [9–17]. Точки на этих изохромах соответствуют определенным значениям ДЛП и напряжений. Для одноосного нагружения эти напряжения могут быть рассчитаны следующим образом [13]:

$$N = C\sigma \frac{\delta}{\lambda} \quad (2)$$

где σ – действующее напряжение (Па); N – порядок (число) полос изохром на ИИСП; δ – толщина (м), λ – длина волны света (м); C – оптическая чувствительность материала по напряжению (1/Па).

¹ ГОСТ Р 51372-99. Государственный стандарт Российской Федерации. Методы ускоренных испытаний на долговечность и сохраняемость при воздействии агрессивных и других специальных сред для технических изделий, материалов и систем материалов. М.: Госстандарт; 2000. [GOST Р 51372-99. State standard of the Russian Federation. *Accelerated life and storable life test methods in special aggressive and other special media for technical products, materials and systems of materials*. Moscow: Gosstandart; 2000 (in Russ.).]

² *Склеивание и общие данные по клеям*. Руководство по практической работе компании EVONIK-RÖHM GmbH; 2011. URL: <https://orgsteklo-shop.ru/articles/> [Bonding and general data on adhesives. Practice Guide of the EVONIK-RÖHM GmbH company; 2011 (in Russ.). URL: <https://orgsteklo-shop.ru/articles/>]

В настоящее время эти методики используют в промышленности для оценки качества поликарбонатных болванок для лазерных дисков [13]. Однако они могут быть использованы более широко, в том числе для оценки остаточных напряжений в ПК листах и изделиях из них [14–20].

Целью данной работы являлось изучение возможности использования оптико-поляризационных методов для количественной оценки напряженного состояния и остаточных напряжений в поликарбонатных монолитных листах.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Объектами исследования являлись образцы листового монолитного бесцветного светостабилизированного поликарбоната толщиной 3 мм «Novattro» (*СафПласт*, Казань, Россия, ТУ 2246-03-81057157-2008), а также листового монолитного бесцветного светостабилизированного поликарбоната толщиной 3 мм «Monogal» (*Полигаль Восток*, Куровское, Россия, ТУ 2246-02-93726592-2008). Образцы для испытаний представляли собой пластины длиной 100 ± 1 мм, толщиной 3.0 ± 0.1 мм и шириной 30 ± 1 мм.

Эксперименты по нагружению образцов ПК проводили на универсальной испытательной машине AI-7000-LA5 (Instron) (*GOTECH Testing Machines Inc.*, Тайвань). Крепление образцов в зажимах испытательной машины осуществляли с помощью динамометрического ключа, что обеспечило постоянство и равномерность давления на тянущих зажимов на концы испытуемых образцов [2]. Нагружение образцов сопровождалось непрерывной фиксацией текущих значений удлинений (L_t , м) и нагрузок (P_t , Н). Длина рабочего участка до нагружения (L_0) составляла 60 мм. Относительные деформации (ε) и напряжения (σ , МПа) рассчитывали автоматически (напряжение σ – с учетом уменьшения начального поперечного сечения (s_0 , м²) образца при его деформировании):

$$\sigma_t = P_t(1 - \varepsilon_t) / s_0, \quad (3)$$

$$\varepsilon_t = (L_t - L_0) / L_0. \quad (4)$$

Для оценки напряженного состояния образцов методом ДЛП по ГОСТ 3519-69³ использовали

³ ГОСТ 3519-69. Государственный стандарт СССР. Стекло оптическое. Метод измерения двойного лучепреломления на поляриметре. М.: Издательство стандартов, 1969. [GOST 3519-69. USSR State Standard. Optical glass. Method for determination of stress birefringence on polarimeter. Moscow: Izd. Standartov, 1969 (in Russ.).]

поляризационный микроскоп МИН-10 (*Геологоразведка*, Россия) с поворотным компенсатором [3]. Измерив компенсирующие углы поворота этого компенсатора (α и β), рассчитывали параметр F , пропорциональный величине двойного лучепреломления (Δn) образца:

$$F = d \left(\frac{\alpha - \beta}{2} \right)^e \quad (5)$$

где F – параметр двойного лучепреломления образца (нм); α и β – углы поворота компенсатора относительно нейтрального положения (град); d и e – константы прибора ($d = 3.085$ нм, $e = 1.985$) [2, 3]. Затем рассчитывали величину Δn с учетом толщины испытуемого образца (δ) по следующей формуле [3]:

$$\Delta n = F / \delta. \quad (6)$$

Испытуемые образцы нагружали при 20 °С до достижения заданного напряжения, как и ранее [1, 2], и выдерживали до измерения величин α и β в нагруженном состоянии 600 с. Затем проводили измерение с использованием поляризационного микроскопа МИН-10.

Для фиксации ИИСП нагруженных образцов в проходящем поляризованном свете использовали цифровую фотокамеру с микрообъективом, настроенную на периодическую фиксацию изображения через заданные промежутки времени (5 с).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБУЖДЕНИЕ

Исследования были начаты с оценки ДЛП исходных ненагруженных монолитных ПК листов. Предварительно по всей ширине листа (2000 мм) были вырезаны поперечные полосы, перпендикулярные направлению экструзии. Величины Δn измеряли по ширине листов (H) центральной части полос через каждые 20 мм, чтобы избежать влияния краевых эффектов, связанных с резкой.

Результаты этих испытаний представлены на рис. 1. Следует отметить, что исходные образцы обладают оптической анизотропией, связанной с экструзионным и каландровым эффектами, с величиной Δn_0 . Однако эти данные о неоднородности ДЛП разных монолитных ПК листов не свидетельствуют о «плохом» качестве исследованных материалов, так как величины этой неоднородности малы по сравнению с предельно возможной величиной для поликарбоната, которая составляет 0.106 [3].

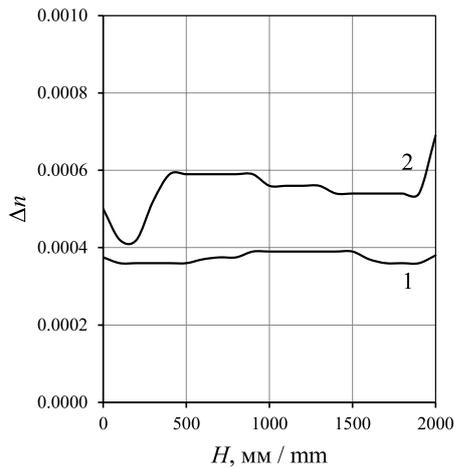


Рис. 1. Изменение величины Δn по ширине монолитных ПК листов для двух промышленных образцов без указания их производителя.
Fig. 1. Change in the value of Δn along the width of monolithic polycarbonate sheets for two industrial samples without specifying their manufacturer.

Особо отметим, что зафиксированные изменения ДЛП напрямую не связаны с разнотолщинностью образцов, так как величина толщины (δ) учитывается при расчете величины Δn (уравнение 6). Однако и сама разнотолщинность может косвенно являться причиной возникновения термической и деформационной напряженности. Явные краевые эффекты связаны с особыми условиями формования краев листа и их механической обработкой, в том числе резкой.

Были проведены исследования напряженного состояния образцов ПК монолитных листов, подвергнутых внешнему одноосному нагружению, оптико-поляризационными методами. На начальном этапе была исследована зависимость $\sigma = f(\epsilon)$ ПК образцов в широком диапазоне напряжений и деформаций. На рис. 2 приведена диаграмма одноосного нагружения (кривая 1), описывающая зависимость $\sigma = f(\epsilon)$ ПК образцов. Характер нарастания напряжения типичен для диаграмм нагружения жесткого аморфного поликарбоната: упругое деформирование при σ до 20–30 МПа дополняется заметными пластическими деформациями при σ более 30 МПа, которые заканчиваются разрушением образцов при напряжении при $\sigma_p = 61.5$ МПа.

При анализе напряженного состояния нагружаемых образцов следует учитывать характерное для полимеров релаксационное снижение достигнутого при деформировании напряжения при выдержке образца в течение некоторого времени при постоянной достигнутой деформации. В связи с этим в дальнейших расчетах были использованы равновесные напряжения (кривая 2 на рис. 2),

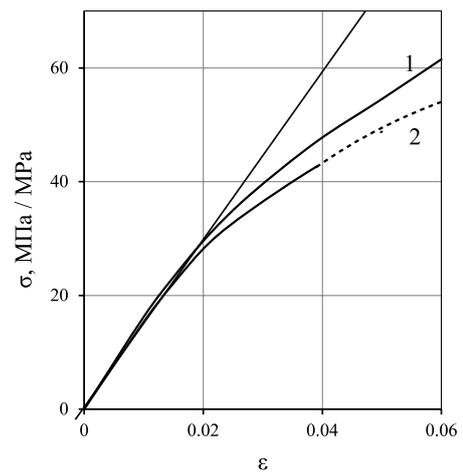


Рис. 2. Диаграммы напряжение – деформация поликарбоната (скорости деформирования 50 мм/мин): (1) измерение в процессе нагружения, (2) измерение после релаксации в течение 600 с.
Fig. 2. Stress–strain diagrams for polycarbonate (strain rate 50 mm/min): (1) measurement during deformation and (2) measurement after relaxation for 600 s.

установившиеся после выдержки нагруженных образцов при постоянной деформации (ползучести) в течение 600 с (рис. 3). Отметим, что при интересующих нас напряжениях менее 30 МПа это релаксационное снижение σ невелико, кривые 1 и 2 на рис. 2 при этих напряжениях совпадают. При напряжениях, превышающих 30 МПа, релаксационный характер зависимостей $\sigma = f(\tau)$ на рис. 3 становится более выраженным, а при напряжениях более 50 МПа образцы разрушаются за время менее 600 с (на рис. 2 этим значениям напряжений соответствует пунктирный участок на кривой 2).

При дальнейших оптико-поляризационных испытаниях образцов напряжения не превышали 30 МПа. В процессе проведения данных экспериментов скорость деформирования была уменьшена до 1 мм/мин, чтобы устранить неопределенность, связанную с протеканием релаксационных процессов (значения зафиксированных при этом напряжений (кривая 2 на рис. 2) совпали с величинами напряжений на кривой 1. Деформации ϵ не превышали 0.5%, что минимизировало влияние ползучести. В таких условиях скорость нагружения практически не влияла на величины напряжений.

Выше указывалось, что наиболее отработанной и часто используемой оптической методикой исследования фотоупругости полимерных материалов является метод двойного лучепреломления. На рис. 4 представлены результаты измерения стандартной величины Δn образцов (ГОСТ 3519-69), находящихся под действием различных по величине заданных внешних напряжений. В процессе этих

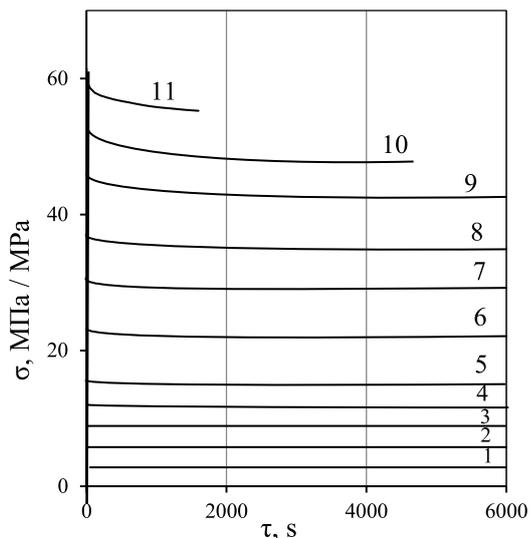


Рис. 3. Зависимости напряжений (σ) от времени (τ) релаксации при постоянных деформациях образцов ε : (1) 0.0015, (2) 0.003, (3) 0.005, (4) 0.007, (5) 0.010, (6) 0.015, (7) 0.020, (8) 0.028, (9) 0.039, (10) 0.050, (11) 0.063.

Fig. 3. Stress (σ)–relaxation time (τ) dependences at constant deformation of samples ε : (1) 0.0015, (2) 0.003, (3) 0.005, (4) 0.007, (5) 0.010, (6) 0.015, (7) 0.020, (8) 0.028, (9) 0.039, (10) 0.050, and (11) 0.063.

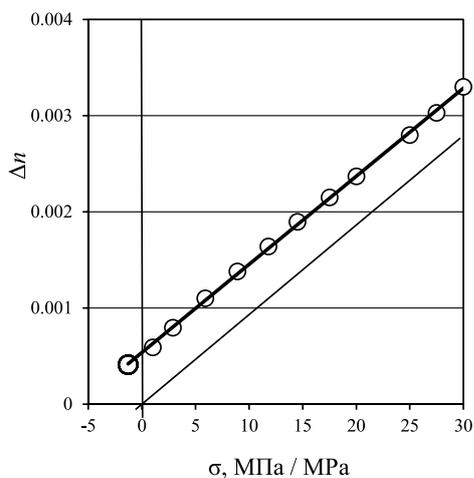


Рис. 4. Диаграмма, описывающая связь величины ДЛП в нагруженных ПК образцах (условия, аналогичные рис. 2) и приложенного к ним напряжения (σ , МПа) (штриховая линия – значения Δn , приведенные к $\Delta n_{\text{ост}} = 0$).

Fig. 4. Diagram describing the relationship between the birefringence value in the loaded polycarbonate specimens (conditions as in Fig. 2) and the stress applied to them (σ , МПа). The dashed line indicates the Δn values reduced to $\Delta n_{\text{res}} = 0$.

испытаний исходный образец (с остаточным двойным лучепреломлением $\Delta n_{\text{ост}} = 0.00039$) ступенчато нагружался до заданных внешних напряжений. Нагружение останавливали при заданном σ_i и проводили измерение величины Δn_i .

Затем нагружение продолжали до σ_{i+1} и определяли значение Δn_{i+1} , и так далее до 30 МПа.

Анализ зависимости фотоупругости позволяет сделать вывод о линейной взаимосвязи величины Δn образца и напряжения, приложенного к нему, в исследованной области напряжений. Штриховая прямая линия на рис. 4 описывает связь внешнего напряжения и Δn при $\Delta n_{\text{ост}} = 0$.

$$\sigma' = a_1 \Delta n \tag{7}$$

где σ' – напряжение в образце при $\Delta n_{\text{ост}} = 0$ в МПа; a_1 – константа ($a_1 = 11000$ МПа). Формула (7) может быть использована в качестве тарифовочной при оценке напряженного состояния в исследованных ПК монолитных листов. С учетом дополнительного остаточного напряжения исходного образца ($\sigma_{\text{ост}}$), которое добавляется к приложенному внешнему напряжению можно записать:

$$\sigma - \sigma_{\text{ост}} = a_1 (\Delta n - \Delta n_{\text{ост}}) \tag{8}$$

где σ – напряжение, приложенное к образцу; $\sigma_{\text{ост}}$ и $\Delta n_{\text{ост}}$ – величины остаточного напряжения (МПа) и исходного значения ДЛП в ненагруженном исходном образце ($\Delta n_{\text{ост}} = 0.00039$).

В соответствии с уравнением (8) на рис. 4 точка, соответствующая ДЛП ненагруженного образца, размещается на линии тренда, описывающей линейную функцию $\Delta n = f(\sigma)$ и экстраполированной в область отрицательных напряжений. Это объясняется тем, что остаточное напряжение в образце является сжимающим, в отличие от растягивающего напряжения, приложенного к образцу. В соответствии с уравнением (8) для исследованного образца в точке измерения ДЛП величина $\sigma_{\text{ост}}$ составляет приблизительно 0.9 МПа (деформация образца менее 0.05%).

Таким образом, данная методика оценки напряженного состояния позволяет количественно охарактеризовать качество изделия, однако у этого метода есть недостатки:

- дискретность измерения ДЛП и сложность оценки неоднородности на очень малых и больших площадях изделия (диаметр луча проходящего через образец света составляет от 1 до 3 мм);
- испытания на больших площадях трудоемки и длительны, а также возникают сложности оценки этим методом изменений напряженности изделия в процессе его нагружения;

- необходимость вырезания образцов из изделия;
- чувствительность этого метода в области малых напряжений невысока.

Явление фотоупругости, вызываемое ДЛП в полимерных изделиях под действием напряжения, можно использовать не только для измерения Δl . Применение неразрушающего метода анализа ИИСП образцов, основано на тех же физических принципах, но при этом анализируемая данным методом площадь образца ограничивается только размером поляризатора (как указывалось выше, в нашем случае источником поляризованного света служил монитор компьютера, настроенный на белый свет). Это позволяет в реальном времени непрерывно на больших площадях фиксировать изменение напряженного состояния, в том числе в процессе внешнего механического или термического воздействия на изделие. При этом не требуется разрезать изделие на образцы для таких испытаний.

На рис. 5 представлено ИИСП ненагруженного образца ПК монолитного листа. Наличие цвета на ИИСП исходного образца при $\sigma = 0$, обусловлено существованием в нем двойного лучепреломления и, следовательно, остаточных напряжений $\sigma_{ост}$. Отметим, что этот цвет зависит не только от величины $\sigma_{ост}$, но и от толщины ПК листа. При полном отсутствии ДЛП у образца поляризованный свет не должен проходить через анализатор, расположенный перпендикулярно к поляризатору, поэтому образцы должны быть черными, как и фон вокруг ИИСП исходного образца на рис. 5.

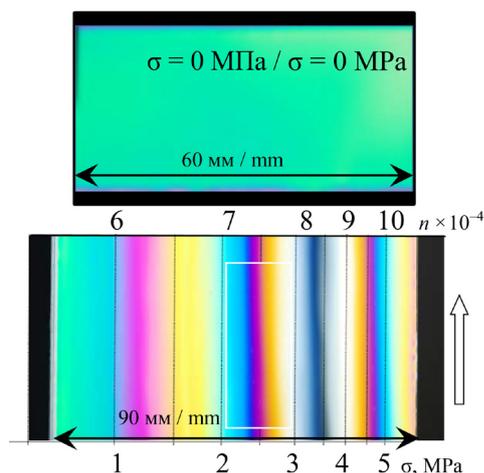


Рис. 5. Интерференционное изображение в скрещенных поляроидах исходного образца ($\sigma = 0$ МПа) и интерференционного спектра его нагружения (стрелка указывает направление нагружения).

Fig. 5. Interference image in crossed polaroids of the initial sample ($\sigma = 0$ МПа) and the interference spectrum of its loading (the arrow indicates the direction of loading).

Неоднородность окрашивания исходного образца при $\sigma = 0$ МПа (появление желтого оттенка в правой части ИИСП ненагруженного исходного образца), указывает на неоднородность его $\Delta l_{ост}$ и $\sigma_{ост}$. Кроме этой «сантиметровой» неоднородности окрашивания ИИСП можно заметить «миллиметровую» неоднородность, а именно изменение цвета (от зеленого к синему и далее к розовому цвету) на боковых краях образца. Это выявляет остаточные напряжения, возникшие при резке листа на полосы, которые невозможно зафиксировать при измерении ДЛП, что следует учитывать при исследовании ИИСП.

Далее было проведено ступенчатое нагружение образцов с одновременной фиксацией значений напряжений (σ_i) и интерференционных изображений образца (аналогично описанному выше ступенчатому нагружению при определении Δl_i). В основе оценки изменения фотоупругости в процессе нагружения принято проводить измерение количества изохроматических полос (N) возникающих на ИИСП образцов. Напряжение σ в рабочей части образца рассчитывается по формуле [13]:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = \frac{N}{\delta} \quad (9)$$

где δ – толщина листа; σ_0 – масштабная цена деления полосы на ИИСП, которая определяется в тарировочных опытах при сравнении вычисленных напряжений с наблюдаемым оптическим эффектом. Затем были разработаны математические программы, которые могут быть использованы для интерпретации ИИСП образцов [13].

В нашей работе мы использовали методику совмещения одинаковых изохромных линий множества фотографий ИИСП нагружаемого образца, сделанных при различных приложенных к нему напряжениях в наиболее интересующей нас области от 0.3 до 5 МПа. Все точки на изохромах ИИСП имеют одинаковые значения Δl . Это позволило объединить все полученные при различных напряжениях ИИСП исследованного образца в его единый спектр изохром. На рис. 5 приведена обобщенная картина окрашенных полос (спектр ИИСП). В качестве примера в спектре ИИСП белым контуром выделена наложенная часть ИИСП образца при напряжении 4.5 МПа. Однако этот процесс может быть автоматизирован. Отметим, что похожий спектр ИИСП при различных напряжениях можно получить в образце достаточной толщины при поперечном изгибе.

При нагружении четко выраженные окрашенные изохромные полосы появляются при внешнем напряжении 1 МПа и выше (у исходных образцов они не выражены). На рис. 5 указаны реальные размеры образца и получившегося спектра ИИСП. Полосы ориентированы вдоль направления растяжения нагружаемых образцов, с увеличением напряжения изохромные «перемещаются» перпендикулярно этому направлению, а также появляются новые изохромные линии. Также на рис. 5 приведены значения приложенных внешних напряжений σ_i (в МПа) и соответствующие им величины Δ_i .

Было установлено, что расстояния (периоды) между изохромными линиями разного порядка Δ_i (где i указывает на величину напряжения 1, 2, 3, 4 и 5 МПа) на спектре ИИСП (рис. 5) сужаются с увеличением действующих напряжений в соответствии с уравнением (9). На рис. 6 приведена зависимость размера этих расстояний от действующих на образец напряжений. Она закономерна и адекватно описывается гиперболической функцией $\sigma_i = f(1/\Delta_i)$.

Это позволило использовать зависимости, аналогичные уравнению (8) для ДЛП, и экстраполировать их значения в область отрицательных значений остаточных напряжений. При этом функцию $\sigma = f(1/\Delta)$ можно описать следующим образом:

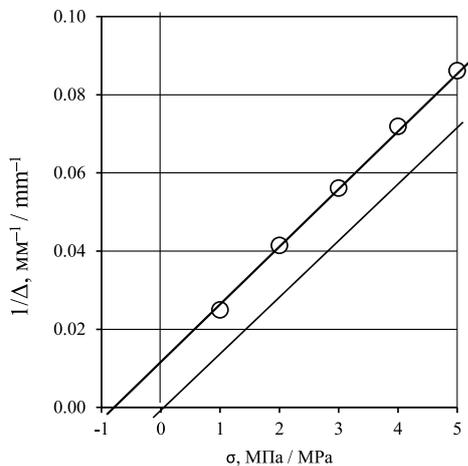


Рис. 6. Диаграмма, описывающая связь величин Δ в мм на спектре ИИСП нагруженных ПК образцов и приложенного к ним напряжений (σ , МПа) (штриховая линия – гипотетические значения $1/\Delta$, приведенные к $1/\Delta_{\text{ост}}$).

Fig. 6. Relationship between the Δ values in mm on spectrum of interference images of samples in crossed polaroids of the loaded polycarbonate samples and the stress applied to them (σ , MPa). The dashed line indicates the hypothetical $1/\Delta$ values reduced to $1/\Delta_{\text{res}}$.

$$\sigma - \sigma_{\text{ост}} = a_2(1/\Delta - 1/\Delta_{\text{ост}}) \quad (10)$$

где σ – напряжение, приложенное к образцу; $\sigma_{\text{ост}}$ и $\Delta_{\text{ост}}$ – величина остаточного напряжения (МПа) и периоды Δ в исходном образце; k_2 – коэффициент, зависящий от масштаба изображения (в нашем случае $a_2 = 0.014$ МПа). В рассматриваемом случае на рис. 6 при наличии $\sigma_{\text{ост}}$ величина $1/\Delta_{\text{ост}} \neq 0$. Для универсализации этой зависимости можно использовать относительные единицы, например, Δ_1/Δ :

$$\sigma - \sigma_{\text{ост}} = a_3(\Delta_1/\Delta - \Delta_1/\Delta_{\text{ост}}) \quad (11)$$

где Δ_1 – расчетное значение $\Delta = 78$ мм от 0 до $\sigma_1 = 1$ МПа на рис. 6, $a_3 = a_2\Delta_1$ приблизительно равен 1 ($a_3 = 1.1$ МПа). В этом случае при $\sigma_1 = 1$ МПа в уравнении (1) величина Δ_1/Δ равна 1. Однако результат анализа при этом не изменится.

Линейность этой зависимости позволяет оценить величину остаточного напряжения в образце, как и ранее при анализе зависимости $\Delta n = f(\sigma)$, экстраполяцией в область отрицательных значений σ (напряжений сжатия). При этом величина $\sigma_{\text{ост}}$ составила 0.7 МПа, что близко к величине $\sigma_{\text{ост}}$, полученной при анализе напряженного состояния с использованием ДЛП величины $\Delta n_{\text{ост}}$ (0.9 МПа). Средняя величина этих напряжений 0.8 ± 0.1 МПа невелика и соответствует упругой деформации поликарбонатного листа менее 0.05%. Это не превышает обычных термических деформаций ПК листов при их эксплуатации, которые можно считать безопасными. Ранее [1, 2] было показано, что безопасные напряжения, обеспечивающие длительную эксплуатацию поликарбонатных листов и изделий из них, составляют менее 10 МПа.

Полученный спектр ИИСП можно использовать для определения напряжений в исследуемых образцах ПК по их интерференционным изображениям. Для этого достаточно совместить одинаковые изохромные линии ИИСП образца и спектра ИИСП и определить координату центра испытываемого образца по длине спектра ИИСП, которая равна сумме:

$$x_k = \sum \Delta_i = \sum_{n=1}^k \left(\frac{1}{n^a} \right) \quad (12)$$

где x – координата испытываемого образца на спектре ИИСП $n = 1, 2, 3$ и т.д., что соответствует σ в МПа на рис. 6; a – показатель степени, приблизительно равный 1 ($a = 1.1$). Возможно, отличие

показателя a от 1 связано с наличием в образце остаточных напряжений. На рис. 7 приведена диаграмма, графически описывающая уравнение (12). Ее можно использовать для определения напряжений при анализе спектра ИИСП, приведенного на рис. 5. Уравнение (12) позволяет экстраполировать эту диаграмму до более высоких напряжений в области упругих деформации. На рис. 7 зависимость экстраполирована до 10 МПа. Ранее было показано [1, 2], что напряжения менее этой величины можно считать допустимыми в течение гарантийного срока службы поликарбонатных листов.

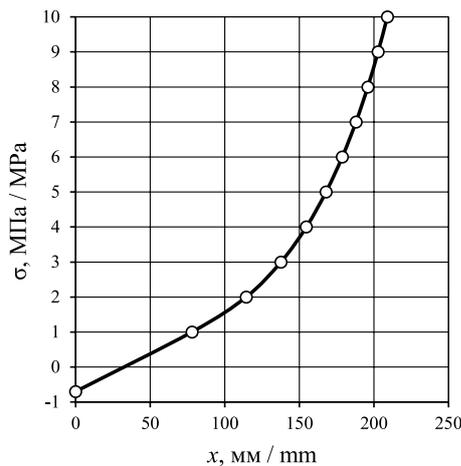


Рис. 7. Диаграмма, графически описывающая уравнение (12) (точки – экспериментальные значения).
Fig. 7. Graphic depiction of Eq. (12). The dots are the experimental values.

Однако следует учитывать, что картина изохром ИИСП зависит не только от напряжений в нем, но и от других факторов, например, от толщины листа и его разнотолщинности, наклона участков изделия и так далее. Это может снижать достоверность количественной оценки его напряженного состояния. Но эта проблема для исходных листов или конкретных идентичных друг другу изделий из них может быть решена разработкой базы эталонных спектров ИИСП качественных изделий, как это уже было сделано для автоматизированной оценки напряженного состояния литевых ПК болванок компакт-дисков [13].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Марков А.В., Семеняк П.А. Растрескивание листового монолитного поликарбоната в напряженном состоянии. *Тонкие химические технологии*. 2018;13(3):72–78. <https://doi.org/10.32362/24106593-2018-13-3-72-78>

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основании проведенных исследований была показана эффективность использования оптико-поляризационных методов при оценке напряженного состояния поликарбонатных монолитных листов различных производителей Российской Федерации.

Установлена количественная связь между напряжениями, действующими на образцы поликарбоната, величинами их двойного лучепреломления и характеристиками объединенного спектра интерференционных изображений нагруженных образцов, полученных в поляризованном свете в скрещенных поляроидах.

Показана возможность количественной оценки значений остаточных напряжений в монолитных листах поликарбоната на основе анализа спектров их интерференционных изображений. Измеренные остаточные напряжения не превысили 1 МПа.

Благодарности

Работа выполнена в соответствии с научно-исследовательской инициативной темой 150-ИТХТ.

Acknowledgments

This work was supported by the research initiative theme 150-ITHT.

Вклад авторов

А.В. Марков – разработка концепции исследования, постановка эксперимента, обсуждение и анализ результатов, написание текста статьи;

В.Н. Лобанов – изучение свойств образцов, обработка и анализ полученных результатов.

Authors' contribution

A.V. Markov – design of the research concept, development of the experiment, discussion and analysis of the results, writing the text of the article;

V.N. Lobanov – studying the properties of samples, processing and analysis of the data obtained, discussion of the results.

*Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.
The authors declare no conflicts of interest.*

REFERENCES

1. Markov A.V., Semenyak P.A. Cracking of monolithic polycarbonate sheets in a stressed state. *Tonk. Khim. Tekhnol. = Fine Chem. Technol.* 2018;13(3):72–78 (in Russ.). <https://doi.org/10.32362/24106593-2018-13-3-72-78>

2. Марков А.В., Дериволков Д.И., Дуванов Д.С. Исследование напряженного состояния и оценка остаточных напряжений в термомодеформированном листовом поликарбонате. *Пластические массы*. 2019;(3–4):21–24. <https://doi.org/10.35164/0554-2901-2019-3-4-21-24>
3. Власов С.В., Марков А.В. *Ориентационные явления в процессах переработки полимерных материалов*. М.: Изд. МИТХТ; 2014. 138 с. ISBN 978-5-904742-29-4
4. Гудимов М.М. Образование неориентированных трещин серебра в органическом стекле под действием внутренних растягивающих напряжений. *Авиационная промышленность*. 1997;(5–6):43–47.
5. Тагер А.А. *Физико-химия полимеров*. М.: Изд. Научный мир; 2007. 576 с. ISBN 978-589-176-437-8
6. Смирнова О.В., Ерофеева С.Б. *Поликарбонаты*. М.: Изд. Химия; 1975. 288 с.
7. Сентюрин Е.Г., Гудимов М.М., Руднев В.П., Тригуб Т.С., Куклина Л.С. Старение органического стекла. *Авиационная промышленность*. 1993;(5–6):50–52.
8. Марков А.В., Дериволков Д.И., Дуванов Д.С. Исследование растрескивания листового поликарбоната методом воздействия на его поверхность адсорбционно активных жидких сред. *Пластические массы*. 2020;(9–10):23–27. <https://doi.org/10.35164/0554-2901-2020-9-10-23-27>
9. Александров А.Я., Ахметзянов М.Х. *Поляризационно-оптические методы механики деформируемого тела*. М.: Наука; 1973. 576 с.
10. Чернышев Г.Н., Попов А.Л., Козинцев В.М., Пономарев И.И. *Остаточные напряжения в деформируемых твердых телах*. М.: Наука; 1996. 231 с. ISBN 5-02-015223-4. URL: https://www.rfbr.ru/rffi/ru/books/o_17893#1
11. Разумовский И.А., Чернятин А.С. Методология и программа для исследования напряженно-деформированного состояния с использованием интерференционно-оптических и численных методов. *Машиностроение и инженерное образование*. 2009;(4):42–51.
12. Луценко А.Н., Одинцев И.Н., Гриневич, А.В., Северов П.Б., Плуатарь Т.П. Исследование процесса деформации материалов оптико-корреляционными методами. *Авиационные материалы и технологии*. 2014;(4):70–86.
13. Gerasimov S.I. Photoelastic method for analyzing residual stresses in compact disks. *J. Appl. Mech. Tech. Phys.* 2004;45(3):453–456. <https://doi.org/10.1023/b:jamt.0000025029.23849.b0>
14. Шарафутдинов Г.З., Мартынова Е.Д. Поляризационно-оптический метод исследования напряжений. М.: МГУ; 2011. 28 с.
15. Чернышев Г.Н., Попов А.Л., Козинцев В.М. Полезные и опасные остаточные напряжения. *Природа*. 2002;10(1046):17–24.
16. Schajer G.S., Steinzig M. Full-field Calculation of Hole Drilling Residual Stresses from Electronic Speckle Pattern Interferometry Data. *Experimental Mechanics*. 2005;45(6):526–532. <https://doi.org/10.1007/BF02427906>
17. Schajer G.S., Rickert T.J. Incremental Computation Technique for Residual Stress Calculations Using the Integral Method. *Experimental Mechanics*. 2011;51(7):1217–1222. https://doi.org/10.1007/978-1-4419-9792-0_35
18. Nelson D. Residual Stress Determination Using Full-Field Optical Methods. *J. Phys. Photonics*. 2021;3(4):044003. <https://doi.org/10.1088/2515-7647/ac1ceb>
19. Diaz F.V., Kaufmann G.H. and Möller O. Residual Stress Determination Using Blind-hole Drilling and Digital Speckle Pattern Interferometry with Automated Data Processing. *Experimental Mechanics*. 2001;41(4):319–323. <https://doi.org/10.1007/BF02323925>
2. Markov A.V., Derivolkov D.I., Duvahov D.S. Stress state investigation and evaluation of residual stresses in thermoformed polycarbonate sheet. *Plasticheskie massy*. 2019;(3–4):21–24 (in Russ.). <https://doi.org/10.35164/0554-2901-2019-3-4-21-24>
3. Vlasov S.V., Markov A.V. *Orientatsionnyye yavleniya v protsessakh pererabotki polimernykh materialov (Orientation phenomena in the processing of polymeric materials)*. Moscow: MITHT; 2014. 138 p. (in Russ.). ISBN 978-5-904742-29-4
4. Gudimov M.M. Formation of unoriented silver cracks in organic glass under the action of internal tensile stresses. *Aviatsionnaya promyshlennost' = Aviation Industry*. 1997;(5–6):43–47 (in Russ.).
5. Tager A.A. *Fiziko-khimiya polimerov (Physico-chemistry of polymers)*. Moscow: Nauchnyi mir; 2007. 576 p. (in Russ.). ISBN 978-589-176-437-8
6. Smirnova O.V., Erofeeva S.B. *Polikarbonaty (Polycarbonates)*. Moscow: Khimiya; 1975. 288 p. (in Russ.).
7. Sentyurin E.G., Gudimov M.M., Rudnev V.P., Trigub T.S., Kuklina L.S. Aging organic glass. *Aviatsionnaya promyshlennost' = Aviation Industry*. 1993;(5–6):50–52 (in Russ.).
8. Markov A.V., Derivolkov D.I., Duvahov D.S. The study of cracking of sheet polycarbonate by the method of exposure to its surface of adsorption active liquid media. *Plasticheskie Massy*. 2020;(9–10):23–27 (in Russ.). <https://doi.org/10.35164/0554-2901-2020-9-10-23-27>
9. Aleksandrov A.Ya., Akhmetzyanov M.Kh. *Polyarizatsionno-opticheskie metody mekhaniki deformiruemogo tela (Polarization-optical methods of deformable solid mechanics)*. Moscow: Nauka; 1973. 576 p. (in Russ.).
10. Chernyshev G.N., Popov A.L., Kozintsev V.M., Ponomarev I.I. *Ostatochnye napryazheniya v deformiruemyykh tverdykh telakh (Residual stresses in deformable solids)*. Moscow: Nauka; 1996. 231 p. ISBN 5-02-015223-4 (in Russ.). https://www.rfbr.ru/rffi/ru/books/o_17893#1
11. Razumovskii I.A., Chernyatin A.S. Methodology and software for analysis of stress-strain state by means of interference optical and numerical techniques. *Mashinostroenie i inzhenernoe obrazovanie = Mechanical Engineering and Engineering Education*. 2009;(4):42–51 (in Russ.).
12. Lutsenko A.N., Odintsev I.N., Grinevich, A.V., Severov P.B., Plugat' T.P. Study of material deformation by optical-correlation methods. *Aviatsionnyye materialy i tekhnologii = Aviation Materials and Technologies*. 2014;(4):70–86 (in Russ.).
13. Gerasimov S.I. Photoelastic method for analyzing residual stresses in compact disks. *J. Appl. Mech. Tech. Phys.* 2004;45(3):453–456. <https://doi.org/10.1023/b:jamt.0000025029.23849.b0>
14. Sharafutdinov G.Z., Martynova E.D. *Polyarizatsionno-opticheskiy metod issledovaniya napryazhenii (Polarization-optical voltage research method)*. Moscow: MGU; 2011. 28 p. (in Russ.).
15. Chernyshev G.N., Popov A.L., Kozintsev V.M. *Useful and hazardous residual stresses. Priroda*. 2002;10(1046):17–24 (in Russ.).
16. Schajer G. S., Steinzig M. Full-field Calculation of Hole Drilling Residual Stresses from Electronic Speckle Pattern Interferometry Data. *Experimental Mechanics*. 2005;45(6):526–532. <https://doi.org/10.1007/BF02427906>

20. Furgiuele F.M., Pagnotta L., Poggialini A. Measuring Residual Stresses by Hole-Drilling and Coherent Optics Techniques: A Numerical Calibration, *J. Eng. Mat. Technol.* 1991;(1):41–50. <https://doi.org/10.1115/1.2903381>

17. Schajer G. S., Rickert T. J. Incremental Computation Technique for Residual Stress Calculations Using the Integral Method. *Experimental Mechanics*. 2011;51(7):1217–1222. https://doi.org/10.1007/978-1-4419-9792-0_35

18. Nelson D. Residual Stress Determination Using Full-Field Optical Methods *J. Phys. Photonics*. 2021;3(4):044003. <https://doi.org/10.1088/2515-7647/ac1ceb>

19. Diaz F.V., Kaufmann G.H. and Möller O. Residual Stress Determination Using Blind-hole Drilling and Digital Speckle Pattern Interferometry with Automated Data Processing. *Experimental Mechanics*. 2001;41(4):319–323. <https://doi.org/10.1007/BF02323925>

20. Furgiuele F.M., Pagnotta L., Poggialini A. Measuring Residual Stresses by Hole-Drilling and Coherent Optics Techniques: A Numerical Calibration, *J. Eng. Mat. Technol.* 1991;(1):41–50. <https://doi.org/10.1115/1.2903381>

Об авторах:

Марков Анатолий Викторович, д.т.н., профессор кафедры химии и технологии переработки пластмасс и полимерных композитов Института тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (119571, Россия, Москва, пр-т Вернадского, д. 86). E-mail: markovan@bk.ru. <https://orcid.org/0000-0001-7952-7419>

Лобанов Валерий Николаевич, ассистент кафедры физики и технической механики Института тонких химических технологий им. М.В. Ломоносова, ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (119571, Россия, Москва, пр-т Вернадского, д. 86). E-mail: lwnk@yandex.ru. <https://orcid.org/0000-0002-9822-973X>

About the authors:

Anatoly V. Markov, Dr. Sci. (Eng.), Professor, Department of Chemistry and Technology of Plastic Processing and Polymer Composites, M.V. Lomonosov Institute of Fine Chemical Technologies, MIREA – Russian Technological University (86, Vernadskogo pr., Moscow, 119571, Russia). E-mail: markovan@bk.ru. <https://orcid.org/0000-0001-7952-7419>

Valery N. Lobanov, Assistant, Department of Physics and Technical Mechanics, M.V. Lomonosov Institute of Fine Chemical Technologies, MIREA – Russian Technological University (86, Vernadskogo pr., Moscow, 119571, Russia). E-mail: lwnk@yandex.ru. <https://orcid.org/0000-0002-9822-973X>

*Поступила: 29.10.2021; получена после доработки: 27.12.2021; принята к опубликованию: 08.02.2022.
The article was submitted: October 29, 2021; approved after reviewing: December 27, 2021; accepted for publication: February 08, 2022.*