

УДК 621.763

П.П.Савчук¹, А.Г.Косторнов²¹Луцький національний технічний університет²Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України

ТЕХНОЛОГІЇ ОТРИМАННЯ І ОСОБЛИВОСТІ ЗАСТОСУВАННЯ У ПРОМИСЛОВОСТІ ЕПОКСИДНИХ КОМПОЗИТІВ З РІЗНИМ СТУПЕНЕМ НАПОВНЕННЯ

В роботі запропоновані варіанти практичного застосування розроблених епоксидних композиційних матеріалів з різним ступенем наповнення. Показано їх переваги у порівнянні з аналогами.

Ключові слова: *структура, властивості, технології отримання, ступінь наповнення, епоксидний композит*

Постановка проблеми. Широка гамма використання епоксидних композиційних матеріалів (ЕКМ) в техніці є вагомим показником їх ефективності. При цьому актуальним є класифікаційний поділ епоксидних композитів на мало-, середньо- та високонаповнені композиційні системи [1, 2].

Класифікування ЕКМ-систем за ступенем їх наповнення, виділення для кожної із груп характерних особливостей, що впливають на функціональні властивості матеріалів, дозволило оптимізувати технології отримання та склади композицій для їх наступного використання як клейових з'єднань, конструкційних, триботехнічних та теплоізоляційних матеріалів, захисних зносо-, термо- й корозійностійких покриттів [3, 4].

Метою досліджень є узагальнена оцінка потенційних можливостей застосування розроблених епоксидних композитів.

Матеріали і методи досліджень. Як вихідний матеріал матриці використано епоксидно-діанову смолу марки ЕД-20 (ГОСТ 10587-84), що твердне при нормальній або підвищених температурах без зовнішнього тиску, забезпечує високу щільність матеріалів. Для отвердіння епоксидних композицій застосовували поліетиленполіамін – ПЕПА (ТУ 6-05-241-202-78).

Як модифікатори застосували кремнійорганічні лаки (наприклад, марки КО-921) та інші розчини [2].

Для наповнення композицій використовували вуглецеве волокно (ВВ), базальтові тонке (БТВ) та супертонке (БСТВ) волокна, базальтову луску (БЛ), порошки технічного (ТГ), силіційованого (СГ) і лускатого (ЛГ) графітів, фторопласту (ВДФ), карбиду титану (ТіС), оксиду міді (CuO) та ШХ15 дисперсністю від 0,05-0,1 до 90-125 мкм.

При введенні твердофазних компонентів зразки матеріалів були поділені на групи залежно від ступеня поліфункціонального наповнення: мало-, середньо- та високонаповнені. В еквіваленті масових часток (відносно 100 мас. ч. епоксидного зв'язуючого) це складає 0,5-12, 12-100, 100 і більше, а в об'ємному співвідношенні – відповідно 0,05-8% (об.), 8-30% (об.) та понад 30% (об.) наповнювача.

Композиції формували методом гідродинамічного суміщення компонентів з наступною обробкою енергетичними полями. При цьому використано установки для обробки епоксикомпозитів на стадії формування ультразвуком, ультрафіолетовим опроміненням та магнітним полем.

Ступінь отвердіння матеріалів визначали за вмістом гель-золь-фракцій шляхом виявлення не зв'язаних в полімерну сітку фрагментів на екстракторі Соксклета.

Структурні зміни та процеси термоокислювальної деструкції епоксикремнійорганічних композитів вивчали також методом диференційно-термічного аналізу на дериватографі системи Ф. Паулік, І. Паулік, Л. Ердей. Нагрів здійснювали на повітрі в динамічному режимі зі швидкістю 10 град/хв в інтервалі температур 293-773 К.

Характер розвиненості поверхонь часток, розподіл структурних складових в об'ємі матеріалу, наявність дефектів у системі аналізували на модульному комплексі Dimic 1000, що становить оптичну 3D-систему контролю [2].

Дослідження структур ЕКМ проводили методом пластмасографії шляхом аналізу отриманих зображень після додаткової комплексної плазмохімічної обробки поверхні шліфів у полі

високоіонізованого газового розряду на установці ВУП-5М та подальшого промивання зразків в ультразвуковій ванні у середовищі етилового спирту.

Фрактограми зламу досліджували на скануючому електронному мікроскопі SUPERPROBE 733 (фірми JEOL, Японія) при прискорюючій напрузі 25 кВ.

Визначення фізико-механічних та теплофізичних характеристик проводили за стандартними методиками.

Обговорення результатів. Введення в полімерну матрицю модифікаторів, а в полімерматричну мультинаповнену систему інгредієнтів, що виконують армуючу функцію (порошку оксиду міді, подрібнені вуглецеве та базальтове волокна, базальтову луску тощо) дозволило отримати матеріали із стабільними фізико-механічними характеристиками в діапазоні низького, середнього та високого наповнення, а застосування функціональних добавок (високодисперсних карбїду титану, графіту та фторопласту) – досягнути відповідних експлуатаційних характеристик на завершальному етапі їх створення.

При цьому поетапно була вирішена проблема створення ЕКМ різного функційного призначення:

1. Вибір полімерного зв'язуючого при формуванні епоксидних композитів.

При створенні ЕКМ-систем із заданими функційними характеристиками, керуючись відповідними умовами експлуатації, насамперед здійснювали вибір полімерного зв'язуючого на базі оптимізованих композицій, отриманих в результаті структурної та фізичної модифікації (патенти №№ 57994А, 71272А, 31129, 34758, 36796, 37236, 38797, 45630) [5-12].

Зокрема, нами отримана композиція (пат. № 34758) на основі епоксидно-діанової смоли ЕД-20, твердника та модифікатора у формі поліметилфенілсилоксану КО-08К (20-90 мас. ч.), що являє собою розчинений в толуолі кремнійорганічний лак і дозволяє максимально поліпшити реологічні властивості епоксидних композицій при формуванні, підвищити адгезійну міцність, теплостійкість та знизити залишкові напруження в сформованій системі. Досягнуте поліпшення властивостей полімерного зв'язуючого збільшило термін експлуатації одержаних матеріалів на вказаній основі.

Полімерне зв'язуюче формують за такою технологією: підготовка і дозування компонентів; почергове введення в епоксидний олігомер модифікатора і твердника (кількісний вміст компонентів згідно формули винаходу); перемішування композиції для досягнення однорідної консистенції; вакуумування композиції протягом 40-60 хв; термічна обробка; контроль якості сформованої композиції. На етапі перемішування здійснюється додаткова комплексна ультразвукова та ультрафіолетова обробка системи. Технологія отримання композиції реалізується методом пневматичного розпилення або формування тиском у відповідності із в'язкістю та сферою застосування матеріалу. Полімеризація здійснюється за ступінчастим температурним режимом: 0,5-1,5 год при 333К + 0,5-1,5 год при 393К + 1,0-2,5 год при 433К з наступним охолодженням на спокійному повітрі. Це дозволяє зменшити внутрішні напруження при появі первинних вузлів зшивання, прискорити структуроутворюючий процес на другому етапі і максимально підвищити ступінь зшивання системи на завершальній стадії.

Виходячи з порівняльних результатів (прототип – а.с. №1495345), наведених в таблиці 1, присутність в епоксидному полімері модифікатора у формі поліметилфенілсилоксану КО-08К суттєво підвищило адгезійно-міцнісні та теплофізичні характеристики системи заявленого складу.

Таблиця 1

Склад і характеристики досліджуваних композицій

Компоненти, мас. ч.	Приклади композицій згідно патенту №34758			Прототип		
Епоксидна смола ЕД-20	100	100	100	100	100	100
Твердник ПЕПА	10	12	14	8	10	12
Модифікатор КО-08К	10	90	50	–	–	–
Антипірен	–	–	–	5	7	10
Характеристики матеріалу:						
Адгезійна міцність на розрив, МПа	67,9	66,0	65,5	30,2	34,7	33,9
Внутрішні напруження, МПа	3,01	3,99	2,79	3,56	3,87	3,45
Вміст гель-фракцій, %	96,6	95,2	94,6	92,5	93,6	91,9

Границя міцності при стисканні, МПа	77,1	68,2	72,9	59,4	61,2	60,5
Теплостійкість, К	414	463	433	318	324	313

Підвищення вказаних а також експлуатаційних характеристик спостерігається і при введенні в полімерну матрицю модифікаторів КО-921 (пат. № 71272А), КО-978 (пат. № 31129) та КО-915Б (пат. № 38797).

Позитивний зміцнювальний вплив термічної та фізичної модифікації на властивості полімерних зв'язуючих найбільш наглядний при порівняній оцінці запропонованих способів отвердіння епоксидних композицій (пат. №№ 36796, 37236) з прототипом (патент України № 51962А). Нами показано [2], що термічна обробка композицій при температурі $T = 323-343\text{K}$ протягом часу $\tau = 1,8-2,0$ год забезпечує утворення оптимальних фізичних і хімічних зв'язків між макромолекулами зв'язуючого і активними центрами на поверхні основи. Оброблення епоксидно-діанової смоли фізичними полями інтенсифікує взаємодію макромолекул між собою та підвищує вміст гель-фракції.

2. Розробка епоксидних композитів триботехнічного призначення.

Одним із напрямків застосування розроблених ЕКМ-систем є вузли тертя ковзання (пат. №№ 60554А, 72410А) [13, 14]. Зокрема, нами отримано композиційний матеріал, який містить епоксидно-діанову смолу ЕД-20, модифіковану кремнійорганічним лаком КО-921, і наповнювачі: порошки лускатого графіту, фторопласту, оксиду міді та подрібненого вуглецевого волокна.

Композицію формують за наступною технологією: підготовка і дозування компонентів; введення в епоксидний олігомер твердника і модифікатора; механічне перемішування композиції для досягнення однорідної консистенції; почергове введення подрібненого механічним способом вуглецевого волокна, порошоків титану, фторопласту і лускатого графіту з наступним перемішуванням та одночасним вакуумуванням композиції. Антифрикційний матеріал, придатний для використання в машинобудуванні як зносостійке покриття або підшипник ковзання. Технологія отримання підшипників ковзання реалізується методом лиття під тиском у відповідності з типорозміром. Полімеризація композиту здійснюється за ступінчастим температурним режимом: одна доба при температурі $293\text{K} + 1$ година при $373\text{K} + 1$ година при $433\text{K} + 2$ години при 503K з наступним охолодженням на спокійному повітрі. Антифрикційний полімеркомпозиційний матеріал з описаними властивостями отримується в повному діапазоні співвідношень компонентів, що подані у таблиці 2.

Розроблений матеріал характеризується наступними техніко-економічними перевагами над прототипом (патент України №49436А):

- в 9-12 раз вища зносостійкість композиту за рахунок раціонального введення модифікатора і функціональних наповнювачів при оптимальному їх співвідношенні, а також інтенсивнішого режиму термічної обробки;
- можливість експлуатації розробленого матеріалу трибовиробів при жорсткіших навантажувально-швидкісних режимах роботи ($P = 1,4\text{МПа}$; $v \leq 2,5$ м/с);
- вища технологічність композиції та краща змочуваність часток наповнювачів полімерним в'язучим при формуванні через введення в систему модифікатора з низькою в'язкістю.

Таблиця 2

Склад і характеристики досліджуваних ЕКМ-систем. Умови тертя: $v = 2,3$ м/с; $P = 1$ МПа; матеріал контртіла – сталь45; шлях тертя без мастила – 1000 м

Компоненти	Композиція згідно винаходу			Прототип		
Полімерне зв'язуюче, мас. ч.:						
Епоксидна смола ЕД-20	100	100	100	100	100	100
Твердник ПЕПА	10	12	12	10	12	12
Модифікатор КО-921	30	60	60	–	–	–
Наповнювачі, мас. ч.:						
Вуглецеве волокно	1	2	1,5	1	2	1,2
Оксид міді	3	5	4,5	3	5	4,5
Фторопласт	12	14	18	12	14	18
Лускатий графіт	6	8	6	6	8	6

Характеристики композиційного матеріалу:						
Границя міцності при стисканні, МПа	75,7	74,2	72,1	70,9	72,2	71,6
Інтенсивність зносу, мг/км	1,95	2,25	2,16	9,73	7,88	9,6
Коефіцієнт тертя	0,12	0,16	0,15	0,16	0,11	0,14

3. Розробка теплоізоляційних матеріалів на основі епоксидних композитів.

Результати проведених досліджень показали ефективність взаємодії розроблених полімерних зв'язуючих з базальтовими наповнювачами, що дозволило створити нові теплоізоляційні матеріали (пат. №№ 34758, 44102) [9, 15].

Використання в композиції кремнійорганічного модифікатора – поліметилфенілсилоксан (20-90 мас. ч.) дозволяє значно поліпшити реологічні властивості епоксидних композицій при формуванні, підвищити адгезійну міцність, однак не забезпечує достатню тепло- та термостійкість через помітні залишкові напруження в системі, що ініціюють руйнування зв'язків та появу мікрodefектів. Це підтверджується результатами диференційно-термічного аналізу та електронної мікроскопії.

При введенні в полімерну композицію базальтового наповнювача у формі луски, з оптимізацією діапазону концентраційного співвідношення, спостерігається значний ріст не тільки фізико-механічних, але й теплофізичних характеристик. Таке поліпшення властивостей полімерної композиції дозволяє збільшити термін експлуатації одержаних матеріалів на вказаній основі.

Полімеризація композиції здійснюється за таким температурним режимом: 0,5-1,5 год при 333К + 0,5-1,5 год при 393К + 1,0-2,5 год при 433К з наступним охолодженням на спокійному повітрі. Базальтонаповнений полімерний композит з описаними властивостями отримують в повному діапазоні співвідношень компонентів, що представлені у таблиці 3.

Таблиця 3

Склад і характеристики досліджуваних ЕКМ-систем

Компоненти, мас. ч.	Приклади композицій згідно патенту № 44102			Прототип		
Епоксидна смола ЕД-20	100	100	100	100	100	100
Твердник ПЕПА	10	12	14	10	12	14
Модифікатор КО-08К	10	90	50	10	90	50
Базальтова луска	30	60	90	–	–	–
Характеристики матеріалу:						
Адгезійна міцність на розрив, МПа	64,4	63,2	62,7	67,9	66,0	65,5
Внутрішні напруження, МПа	2,88	2,64	2,72	3,01	3,99	2,79
Вміст гель-фракцій, %	97,2	97,5	97,9	96,6	95,2	94,6
Міцність при стисканні, МПа	88,1	88,4	88,9	77,1	68,2	72,9
Теплостійкість, К	473	483	498	414	463	433

Виходячи з порівняльних результатів (прототип – патент України №34758), наведених в таблиці 3 нами показано, що присутність в ЕКМ базальтового наповнювача при оптимізації термічної та фізичної модифікації сприяє підвищенню фізико-механічних та теплофізичних характеристик системи заявленого складу, насамперед міцності і теплостійкості при зниженні внутрішніх напружень.

4. Розробка функціональних багат шарових покриттів на основі ЕКМ.

Зазвичай повне отвердіння ЕКМ-систем відбувається протягом 40-50 діб. При цьому введення до складу епоксидних композитів кремнійорганічних лаків додатково сповільнює процеси структурування, що є недоліком у технологічному процесі отримання покриттів. Так, вміст гель-фракції для не модифікованого епоксиолімеру, структурованого при кімнатній температурі протягом 24 год, складає 74,3%, а при введенні модифікаторів в оптимальній кількості 30-40 мас.ч. – знижується до 56,4% [2]. Тому для скорочення тривалості зшивання епоксиолімерної матриці та досягнення високих степеней структурування запропоновано додаткову термічну обробку, яка полягає в ступінчастому нагріві до температури 483К та ізотермічній витримці при цій температурі протягом 4-х год.

Введення до складу композиції наповнювачів в оптимальній кількості (без присутності модифікатора) знижує вміст гель-фракції ($G = 71,0\%$), порівняно з не модифікованим епоксиполімером, структурованим при температурі 293К.

Мікроструктурні дослідження екстрагованих в ацетоні зразків, термічно оброблених при температурі 433 К, показали високу здатність матеріалу чинити опір агресивній дії розчинника [2]. Поверхня зразків залишається непошкодженою, без явних дефектів, порівняно з зразками без додаткової високотемпературної обробки, в яких зафіксовано наявність тріщин та інших макродефектів. При цьому модифіковані епоксиполімери значно стійкіші до впливу розчинника порівняно з не модифікованими, незалежно від режиму термічної обробки ЕКМ.

Розглянуті вище режими додаткової термічної обробки застосовувались для епоксикомпозитних матеріалів, структурованих протягом 24 год при температурі 293К. Для прискорення технологічного процесу виготовлення виробів на основі ЕКМ запропоновано на першому етапі заміну довготривалого структурування на короткотривале при підвищеній температурі 393К. Температуру 393К вибрано виходячи з умови, що кремнійорганічний модифікатор містить у собі толуол, який повинен видалятися з системи при даній температурі. Однак, було припущення, що при даному режимі термообробки можливе підвищення внутрішніх напружень через інтенсифікацію процесів структурування та формування нерівноважної структурної сітки епоксикремнійорганічної матриці.

Перед проведенням термічної обробки при $T_k = 393$ К важливим було визначення тривалості витримки композицій при нормальних умовах. Експериментально встановлено [2], що мінімальна витримка (10 хв) при температурі 293 К з наступною термообробкою ($T_k = 393$ К) зумовлює високі внутрішні напруження ($\sigma_{вн} = 0,24-0,27$ МПа) в епоксиполімері, модифікованому КО-921.

Підвищення тривалості витримки за нормальних умов призводить до зниження досліджуваної характеристики. Визначено, що найнижчі внутрішні напруження ($\sigma_{вн} = 0,03$ МПа) мають епоксиполімери, структуровані при температурі 293 К протягом 240 хв з наступною ізотермічною обробкою при 393 К протягом 60 хв. Подальше підвищення тривалості отверднення до 360 хв при температурі 293 К призводить до підвищення внутрішніх напружень у 2,3 рази.

При цьому встановлено [2], що вища тривалість витримки (60 хв) при температурі 393 К забезпечує формування структурної сітки матриці з нижчими внутрішніми напруженнями, порівняно з витримкою до 30 хв. Однак, даний ефект не простежується після витримки 360 хв при температурі 293 К. Підвищення напружень відбувається за тривалої витримки при температурі, нижчій за температуру структурування, оскільки епоксиполімерна матриця перебуває у "незшитому" стані, що підтверджується результатами ІЧ-спектроскопії та літературними даними.

При нагріві покриттів відбувається зміна маси виробу, що пов'язано з інтенсивним видаленням залишків толуолу при температурах вищих за кімнатну [2]. Найбільшу зміну маси покриття ($\Delta m/m_0 = 1,3\%$) зафіксовано після нагріву до температури 423К, оскільки інтенсивність процесів є найвищою. Відповідно при нижчих температурах (363 К та 393 К) зміна маси є нижчою 0,25% та 0,68%. При цьому важливе значення має товщина покриття, яка регламентує степінь видалення летких сполук з композиту. Встановлено, що ймовірність повного виходу толуолу є найвищою при максимальній товщині покриття (до 300 мкм), оскільки при цьому зафіксовано найвищу зміну маси.

Експериментально показано, що покриття товщиною 500 та 800 мкм після термічної обробки при 423 К є непридатними, оскільки відбувається їх "вспіння" через інтенсивний нагрів покриття та різке видалення з нього залишків толуолу (рис. 1). При цьому для покриття товщиною до 300 мкм після нагріву при температурі 423К не зафіксовано зміни розмірів та дефектів структури.

За даними досліджень [2] найвищу адгезійну міцність ($\sigma_a = 39,2$ МПа) мають модифіковані епоксиполімери, сформовані за оптимальним температурно-часовим режимом. При формуванні покриттів на основі епоксикремнійорганічних композитів адгезійна міцність знижується ($\sigma_a = 20,4$ МПа), оскільки наповнювачі підвищують дефектність структури. Тому для підвищення досліджуваної характеристики та виходячи з технологічних умов нами запропоновано використати двошарове покриття [16], адгезійна міцність якого складає 28,0 МПа.

При цьому важливе значення має якість механічної обробки та шорсткість поверхні. Зафіксовано, що значення адгезійної міцності вищі на 7,4-8,8% для покриттів, сформованих на металевих поверхнях, які містять сліди від абразиву в різних напрямках, порівняно із однонаправленими.

На основі проведених досліджень нами розроблено нові покриття та технології їх отримання (пат. №№ 29452, 34730, 34752, 34755, 36398, 36784, 36798, 39201, 40524) [16-24].

Одношарові покриття являють собою мультинаповнену полімерматричну систему. Як приклад (пат. № 29452), нами отримано зносостійке покриття, що містить вуглецеве волокно, фторопласт, титан та терморозширений графіт. Для набуття відповідного реологічного стану в композиції вводять розчинник перед їх нанесенням на поверхню субстрату.

Розроблене епоксикомпозитне покриття може бути використане в машинобудуванні як матеріал з високими зносо- та корозійною стійкістю. Полімеркомпозиційний матеріал з описаними

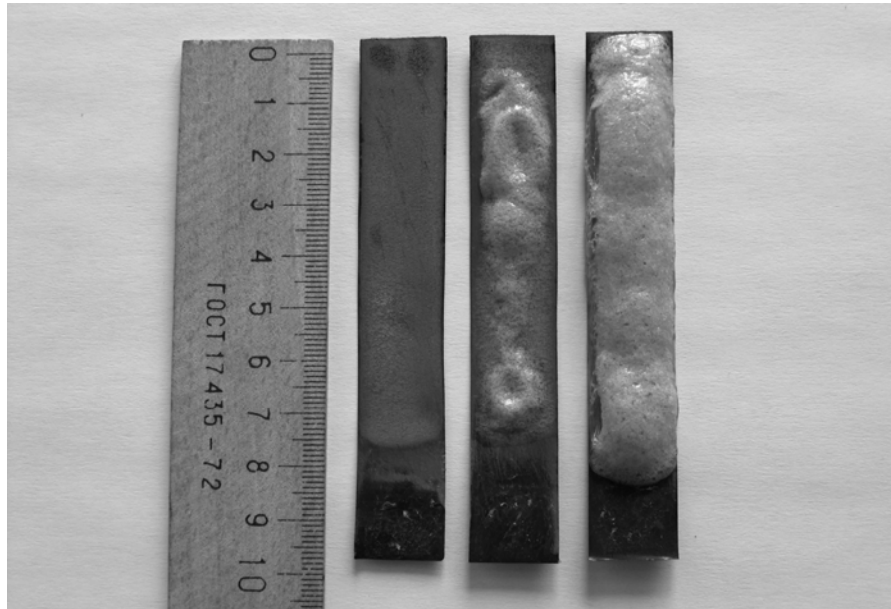


Рис. 1. Загальний вигляд епоксикремнійорганічного покриття після термічної обробки при $T_k=423$ К з товщиною: 1 – 300 мкм; 2 – 500 мкм; 3 – 800 мкм

властивостями отримується в повному діапазоні співвідношень компонентів, що подані у таблиці 4.

ЕКМ-покриття характеризується наступними техніко-економічними перевагами над прототипом (патент України №72410 А):

- підвищення в 1,7 раз зносостійкості (при $P = 1$ МПа, $v = 1,2$ м/с в умовах сухого тертя) полімеркомпозитного покриття при його додатковій комплексній ультразвуковій та ультрафіолетовій обробці в порівнянні з необробленою системою;

- в 1,3-1,8 раз вища границя міцності при стисканні внаслідок додаткового введення порошку титану в систему, заміни лускатого графіту на терморозширений та оптимізації способу отримання матеріалу;

- вища на 20-28% корозійна стійкість отриманого полімеркомпозитного покриття.

Таблиця 4

Склад і характеристики досліджуваних ЕКМ-систем

Компоненти	Приклади композицій згідно патенту № 29452			Прототип		
	1	2	3	1	2	3
Полімерне зв'язуюче, мас. ч.:						
Епоксидна смола ЕД-20	100	100	100	100	100	100
Твердник ПЕПА	10	12	14	10	12	14
Модифікатор КО-921	10	20	30	30	90	60
Наповнювачі, мас. ч.:						
Вуглеволокно	0,5	1	2	1	2	3,5
Титан	3	10	6	–	–	–
Фторопласт	8	10	12	12	14	18
Терморозширений графіт.	3	6	10	–	–	–
Лускатий графіт	–	–	–	6	8	6
Оксид міді	–	–	–	3	12	5

Характеристики композиційного матеріалу:						
Границя міцності при стисканні, МПа	88,9	91,3	94,8	73,5	72,8	77,7
Інтенсивність зношування, 10^{-3} г/км	0,74	0,71	0,42	1,76	2,25	1,58
Корозійна стійкість (25% розчин H_2SO_4), %	8,4	8,3	8,8	11,8	10,6	12,7
Вміст гель-фракцій, %	96,6	95,2	94,6	96,3	91,9	93,5

У двошаровому покритті нижній (адгезійний) шар являє собою модифікований епоксиполімер, що має підвищені термостійкість і адгезійну міцність до субстрату. Верхній (зносостійкий) шар складається з оптимізованого епоксикремнійорганічного композиту.

Формування двошарового покриття здійснювали за двома етапами: на першому – наносилась композиція товщиною 50-100 мкм на знежирену механічно оброблену металеву поверхню субстрату. Отвердіння нижнього шару покриття проводили при використанні термічної обробки із кінцевою температурою 393 К для повного видалення толуолу. Після охолодження виробу на спокійному повітрі (другий етап) на адгезійний шар наносили зносостійкий шар товщиною до 300 мкм. Твердіння ЕКМ-покриття відбувалось за ступінчастим режимом із кінцевою температурою обробки 483 К.

Нами показано, що проведення додаткової високотемпературної обробки скорочує тривалість формування просторової сітки епоксиполімерної матриці, яка характеризується високим ступенем структурування. Ступінчастий температурно-часовий режим полімеризації покриттів на основному етапі забезпечує найнижчі внутрішні напруження в ЕКМ-системі.

Важливим фактором забезпечення необхідних функціональних характеристик покриттів є оптимальна технологія їх отримання. Нами запропоновано способи одержання одно-, дво- та багатошарових епоксидних композиційних покриттів, а також модифікованих та багатофункціональних покриттів. Зокрема, показано (пат. № 34730), що за цим способом створюють щонайменше одношарове покриття, здійснюють багатоступеневий нагрів та додаткову комплексну ультрафіолетову і ультразвукову модифікацію композиції на стадії її формування. Оптимальна частота коливань при обробці ультразвуком становить 22-25 кГц, амплітуда коливань – 10-60 мкм, тривалість – 5-8 хвилин. Оптимальна тривалість обробки ультрафіолетовим випромінюванням складає 20-30 хв.

Порівняльні дослідження з прототипом (таблиця 5, патент України №6883) підтвердили ефективність запропонованої технології одержання ЕКМ-систем, зокрема, підвищення адгезійної міцності у 1,7 раз та зносостійкості на 7,9%.

Таблиця 5

Технології отримання і характеристики досліджуваних ЕКМ-систем

Параметри	Способи формування			Прототип		
Температура термообробки епоксидної композиції, К	473	483	493	398	398	398
Тривалість термообробки епоксидної композиції, год	4,0	6,0	8,0	2,0	2,0	2,0
Температура твердіння адгезійного шару, К	–	–	–	313	323	333
Тривалість твердіння адгезійного шару, хв.	–	–	–	20	25	30
Товщина поверхневого шару, мм	–	–	–	1,5	1,8	2,0
Товщина адгезійного шару, мм	–	–	–	0,1	0,2	0,3
Комплексна ультрафіолетова і ультразвукова обробка епоксидної композиції	+	+	+	–	–	–
Обробка епоксидного олігомеру електрогідролічним розрядом	–	–	–	+	+	+
Характеристики епоксидного композиційного покриття						
Адгезійна міцність на розрив, МПа	68,8/	69,4/	67,9/	41,2	39,9	42,8

	68,1	68,7	67,2			
Руйнівне напруження при згинанні, МПа	104,9/ 102,9	109,5/ 106,9	105,2/ 104,0	64,5	60,2	68,3
*Інтенсивність зносу, 10^{-3} г/км	0,78/ 0,84	0,71/ 0,79	0,74/ 0,88	9,66	8,79	9,52

Примітка: (+) комплексна ультрафіолетова і ультразвукова обробка епоксидної композиції, (-) відсутність обробки; чисельник – ступінчастий режим нагріву при термообробці, знаменник – відсутність ступінчастого нагріву; *умови тертя: $v = 1,2$ м/с; $P = 1$ МПа; матеріал контртіла – сталь 45; шлях тертя без мастила – 2000 м.

Також важливим з точки зору уніфікації технологічного процесу є спосіб отримання багат шарового епоксидного композиційного покриття (пат. № 39201), згідно якого створюють щонайменше тришарове покриття з адгезійним, проміжним та поверхневим шарами, термообробку здійснюють шляхом багатоступеневого нагріву з додатковою комплексною ультрафіолетовою і ультразвуковою обробкою композицій при формуванні.

Полімеризація шарів при температурах, які вищі відносно оптимальних режимів та тривалістю більше 8 годин, а також надто швидкий нагрів композиції ініціюють ріст внутрішніх напружень в системі, погіршуючи функціональні властивості епоксидних композитів. Полімеризація шарів при температурно-часових режимах, які нижчі від оптимальних значень, ускладнює технологію формування покриттів та знижують їх фізико-механічні та експлуатаційні характеристики.

Нами показано (таблиця 6), що запропоновані режими також сприяють підвищенню фізико-механічних та експлуатаційних характеристик ЕКМ.

Таблиця 6

Технології отримання і характеристики досліджуваних композицій

Параметри	Способи формування			Прототип		
Тривалість тверднення адгезійного шару, хв.	20	30	40	20	25	30
Температура тверднення адгезійного шару, К	363	383	393	313	323	333
Тривалість твердіння проміжного шару, хв.	60	120	240	–	–	–
Температура твердіння проміжного шару, К	363	383	393	–	–	–
Температура термообробки епоксидної композиції, К	493	483	473	398	398	398
Тривалість термообробки епоксидної композиції, год	3,0	8,0	12,0	2,0	2,0	2,0
Товщина адгезійного шару, мм	–	–	–	0,1	0,2	0,3
Товщина поверхневого шару, мм	–	–	–	1,5	1,8	2,0
Комплексна ультрафіолетова і ультразвукова обробка епоксидної композиції	+	+	+	–	–	–
Обробка епоксидного олігомеру електрогідравлічним розрядом	–	–	–	+	+	+
Характеристики покриттів						
Ударна міцність, кДж	8,1	10,9	9,4	6,2	6,9	6,8
Руйнівне напруження при згинанні, МПа	95,9	100,3	98,2	84,3	85,1	86,6
Відносна зносостійкість*	71,6	85,9	83,1	66,4	68,2	69,7

*Зносостійкість відносно сталі Ст.3

Висновки та перспективи розвитку. Таким чином, розроблені ЕКМ та технології їх отримання рекомендовані до використання як покриття та монолітні функціональні матеріали, успішно захищено патентами України. Порівняльна оцінка представлених властивостей показала переваги створених матеріалів над існуючими аналогами. В перспективі актуальною є оцінка довговічності та стабільності функціональних властивостей розроблених ЕКМ-систем.

1. Косторнов А. Г. Закономерности создания эпоксидных композиционных материалов с управляемыми свойствами / А. Г. Косторнов, П. П. Савчук // *Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследования, применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий* : материалы V-й международной конференции, 22-26 сентября 2008 г. – К., 2008. – С. 28.
2. Савчук П.П. Наукові і технологічні основи створення та керованого функціонування епоксидних композитів з різним ступенем наповнення: дис... д-ра техн. наук: 05.02.01 – Київ: ІПМ, 2010. – 320 с.
3. Букетов А.В. Закономірності впливу обробки енергетичними полями зв'язуючого і наповнювачів на властивості епоксикомпозитних матеріалів для захисних покриттів: дис... д-ра техн. наук: 05.02.01 – Тернопіль: ТДТУ, 2007. – 337 с.
4. Савчук П. П. Особливості застосування епоксидних композиційних матеріалів у триботехніці / П. П. Савчук // *Проблеми трибології*. – 2008. – № 4 (50). – С. 120–125.
5. Пат. 31129 Україна, МПК⁶ C08L63/00. Епоксидне в'язуче / Савчук П. П., Отченашенко О.А. ; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № u 2007 13622 ; заявл. 06.12.07; опубл. 25.03.08, Бюл. № 6.
6. Пат. 38797 Україна, МПК⁶ C08L3/00. Полімерна композиція для захисних покриттів / Савчук П. П., Савчук Л. А.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № u200800115 ; заявл. 02.01.08 ; опубл. 26.01.09, Бюл. № 2.
7. Пат. 57994 А Україна, МПК⁶ C09D163/00. Полімерна композиція з підвищеними фізико-механічними характеристиками / Букетов А. В., Кальба Є. М., Микитишин А. Г., Савчук П. П., Голотенко С. М.; заявник і патентовласник Тернопільський державний технічний ун-т. – № 2002075347 ; заявл. 01.07.02 ; опубл. 15.07.03, Бюл. № 7.
8. Пат. 71272 А Україна, МПК⁶ C08L63/00. Епоксидне в'язуче / Савчук П. П., Іванюк В. Б.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № 20031211658 ; заявл. 16.12.03 ; опубл. 15.11.04, Бюл. № 11.
9. Пат. 34758 Україна, МПК⁶ C08L63/00. Полімерне в'язуче для теплоізоляційного матеріалу / Савчук П. П., Отченашенко О. А., Мельничук М. Д.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № u200802447 ; заявл. 25.02.08 ; опубл. 26.08.08, Бюл. № 16.
10. Пат. 36796 Україна, МПК⁶ C09D163/00. Спосіб отвердіння епоксидної композиції / Добротвор І. Г., Букетов А. В., Митник М. М., Шкодзінський О. К., Пастух О. А., Савчук П. П.; заявник і патентовласник Тернопільський національний економічний ун-т. – № u200806264 ; заявл. 12.05.08 ; опубл. 10.11.08, Бюл. № 21.
11. Пат. 37236 Україна, МПК⁶ C09D163/00. Спосіб отвердіння епоксидної композиції / Добротвор І. Г., Букетов А. В., Митник М. М., Шкодзінський О. К., Пастух О. А., Савчук П. П.; заявник і патентовласник Тернопільський національний економічний ун-т. – № u200806175 ; заявл. 12.05.08 ; опубл. 25.11.08, Бюл. № 22.
12. Пат. 45630 Україна, МПК⁶ C08L 63/00. Полімерна композиція / Савчук П. П., Отченашенко О.А., Кальба Є.М.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № u200714545 ; заявл. 24.12.07 ; опубл. 25.11.09, Бюл. № 22.
13. Пат. 60554 А Україна, МПК⁶ C08K3/00. Антифрикційний полімеркомпозиційний матеріал / Савчук П. П., Кашицький В. П., Маткова А. В.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № 2002129699 ; заявл. 04.12.02 ; опубл. 15.10.03, Бюл. № 10.
14. Пат. 72410 А Україна, МПК⁶ C08K3/00, F16C 33/00. Антифрикційний полімеркомпозиційний матеріал / Савчук П. П., Кашицький В. П.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № 20031212973 ; заявл. 30.12.03 ; опубл. 15.02.05, Бюл. № 2.
15. Пат. 44102 Україна, МПК⁹ C04B 38/02, C08L 63/00. Полімерна композиція для теплоізоляційного матеріалу / Савчук П. П., Косторнов А.Г., Чувашов Ю.М., Дідук І.І., Яценко О.М.; заявник і патентовласник Луцький національний технічний ун-т. – № u200813236 ; заявл. 17.11.08 ; опубл. 25.09.09, Бюл. № 18.
16. Пат. 34752 Україна, МПК⁶ C08K3/00, C09D163/00, C23C14/00. Спосіб одержання двошарового епоксидного композиційного покриття / Савчук П. П., Косторнов А. Г., Кашицький В. П.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № u200802352 ; заявл. 25.02.08 ; опубл. 26.08.08, Бюл. № 16.

17. Пат. 29452 Україна, МПК⁶ C08K3/00, F16C33/00. Епоксикомпозитне покриття / Савчук П. П., Косторнов А. Г., Кашицький В. П.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № u 2007 10948; заявл. 03.10.07; опубл. 10.01.08, Бюл. № 1.
18. Пат. 34730 Україна, МПК⁶ C08K3/00, C09D163/00, C23C14/00. Спосіб одержання епоксидного композиційного покриття / Савчук П. П., Кашицький В. П., Мельничук М. Д.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № u200801737; заявл. 11.02.08; опубл. 26.08.08, Бюл. № 16.
19. Пат. 34755 Україна, МПК⁶ C08K3/00, C09D163/00, C23C14/00. Спосіб одержання модифікованого епоксидного композиційного покриття / Савчук П. П., Кашицький В. П., Мельничук М. Д.; заявник і патентовласник Луцький державний технічний ун-т. – № u200802375; заявл. 25.02.08; опубл. 26.08.08, Бюл. № 16.
20. Пат. 36398 Україна, МПК⁶ C09D163/00. Спосіб отримання модифікованого епоксикомпозитного покриття / Добротвор І. Г., Букетов А. В., Митник М. М., Шкодзінський О. К., Пастух О. А., Савчук П. П.; заявник і патентовласник Тернопільський національний економічний ун-т. – № u200806252; заявл. 12.05.08; опубл. 27.10.08, Бюл. № 20.
21. Пат. 36784 Україна, МПК⁶ B05D7/14. Спосіб отримання модифікованого епоксикомпозитного покриття / Добротвор І. Г., Букетов А. В., Митник М. М., Шкодзінський О. К., Пастух О. А., Савчук П. П.; заявник і патентовласник Тернопільський національний економічний ун-т. – № u200806113; заявл. 12.05.08; опубл. 10.11.08, Бюл. № 21.
22. Пат. 36798 Україна, МПК⁶ C09D163/00. Спосіб отримання модифікованого епоксикомпозитного покриття / Добротвор І. Г., Букетов А. В., Митник М. М., Шкодзінський О. К., Пастух О. А., Савчук П. П.; заявник і патентовласник Тернопільський національний економічний ун-т. – № u200806268; заявл. 12.05.08; опубл. 10.11.08, Бюл. № 21.
23. Пат. 39201 Україна, МПК⁹ C08K3/00, C09D163/00, C23C14/00. Спосіб одержання багатошарового епоксидного композиційного покриття / Савчук П. П., Косторнов А. Г., Кашицький В. П., Букетов А. В., Тунік І. Г.; заявник і патентовласник Луцький національний технічний ун-т. – № u200811525; заявл. 23.09.08; опубл. 10.02.09, Бюл. № 3.
24. Пат. 40524 Україна, МПК⁹ C08K3/00, C09D163/00, C23C14/00. Спосіб одержання багатофункціонального композиційного покриття / Савчук П. П., Кальба Є. М., Лучка М. В., Жигінас В. В., Тіт В. А., Кіндрачук М. В.; заявник і патентовласник Луцький національний технічний ун-т. – № u200813742; заявл. 28.11.08; опубл. 10.04.09, Бюл. № 7.