

# Влияние технологических параметров получения пластифицированных поливинилбутиральных плёнок на их оптические и физико-механические свойства

## The influence of technological parameters for the production of plasticized polyvinylbutyral films on their optical and physico-mechanical properties

М.М. ЕГОРОВ<sup>1</sup>, В.И. МИЛОВ<sup>1</sup>, М.К. ТИМИН<sup>1</sup>, Т.П. МУХИНА<sup>1</sup>, В.С. СМЕРНОВ<sup>1</sup>,  
О.А. СИВОВА<sup>1</sup>, Е.В. ТАБАЕВА<sup>1</sup>, Н.И. ГОРБУЛЯ<sup>1</sup>, И.И. КОЗЛОВА<sup>1</sup>, К.В. ШИРШИН<sup>1,2</sup>

М.М. EGOROV<sup>1</sup>, V.I. MILOV<sup>1</sup>, M.K. TIMIN<sup>1</sup>, T.P. MUKHINA<sup>1</sup>, V.S. SMIRNOV<sup>1</sup>,  
O.A. SIVOVA<sup>1</sup>, E.V. TABAEVA<sup>1</sup>, N.I. GORBULYA<sup>1</sup>, I.I. KOZLOVA<sup>1</sup>, K.V. SHIRSHIN<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Акционерное общество «Научно-исследовательский институт химии и технологии полимеров имени академика В.А. Каргина с опытным заводом», г. Дзержинск Нижегородской области

<sup>2</sup> Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева, г. Нижний Новгород

<sup>1</sup> JSC V.A. Kargin Polymer Chemistry and Technology Research Institute with a pilot-production plant, Nizhny Novgorod Region, Dzerzhinsk

<sup>2</sup> R.E. Alekseev Nizhny Novgorod State Technical University

Egorov@nicp.ru

Исследовано влияние давления, температуры и времени в процессе прямого прессования на прочностные и оптические характеристики склеивающих пластифицированных поливинилбутиральных плёнок. Проведен математический анализ результатов полного факторного эксперимента и построены уравнения регрессии.

**Ключевые слова:** поливинилбутираль, склеивающие пленки, полный факторный эксперимент, прессование, давление, температура

The effect of pressure, temperature and time during direct pressing on the strength and optical characteristics of adhesive plasticized polyvinyl butyral films is studied. A mathematical analysis of the results of a full factorial experiment is carried out and the regression equations are derived.

**Keywords:** polyvinyl butyral, gluing film, a full factorial experiment, pressing, pressure, temperature

DOI: 10.35164/0554-2901-2019-7-8-7-8

### Введение

Плёнки из поливинилбутираля (ПВБ) применяются в качестве склеивающего слоя при получении триплексов, которые используются при изготовлении защитного многослойного остекления транспортных средств и зданий. Для триплексов крайне важно, чтобы склеивающая плёнка имела хорошие оптические характеристики, а также высокие физико-механические свойства для удержания осколков стекла на своей поверхности при повреждении.

Одним из способов изготовления поливинилбутиральной плёнки является прямое прессование. При прямом прессовании формование пластифицированного полимера происходит за счет заполнения формирующей полости под воздействием давления и температуры [1]. При этом основными технологическими параметрами процесса являются давление, температура и время прессования.

С целью выяснения уровня воздействия каждого из перечисленных параметров процесса получения плёнок на их оптические и физико-механические свойства, а также оптимизации технологии прессования склеивающих ПВБ плёнок, был проведен полный факторный эксперимент (ПФЭ) [2]. В ходе эксперимента исследовалось влияние давления, температуры и времени прессования на физико-механические (прочность и относительное удлинение при разрыве) и оптические показатели (коэффициент пропускания, коэффициент желтизны) ПВБ плёнок.

### Экспериментальная часть

Для проведения экспериментов использовали композицию, содержащую ПВБ (ГОСТ 9439-85), ДОА (ГОСТ 8728-88) и Агидол-110 (ТУ 2492-447-05742686-2006). ПВБ-композицию изготавливали на лабораторном смесителе фирмы Henkel.

При прессовании использовали цилиндрическую трехчастную разборную форму с внутренним диаметром 195 мм. Плунжеры изготовлены из дюралюминия, а корпус – из нержавеющей стали. Для создания ровной поверхности на плунжеры помещали

листы зеркальной полированной стали толщиной 3 мм, а для предотвращения прилипания пленки ПВБ прокладывали ПЭТ пленкой толщиной 200 мкм. Перед началом прессования по выбранной программе эксперимента полимерную композицию выдерживали в форме при требуемой температуре в течение 15 минут для полного расплавления материала.

Изготовленные пленки (3 параллельных образца) испытывали на прочность ( $\sigma_{pp}$ ) и относительное удлинение ( $\epsilon_{pp}$ ) при разрыве по ГОСТ 11262-2017; коэффициент пропускания ( $\tau$ ) определяли по ГОСТ Р 8.829-2013, коэффициент желтизны ( $K_J$ ) – по ГОСТ Р 56500-2015.

При проведении эксперимента в качестве основных факторов, действующих на образец, были выбраны:

$Z_1$  – температура прессования,  $T$ , °C;

$Z_2$  – давление,  $P$ , бар;

$Z_3$  – время прессования,  $t$ , мин.

Уровни и интервал варьирования приведены в табл. 1.

**Таблица 1. Кодирование факторов.**

Факторы	Верхний уровень $z_i^+$	Нижний уровень $z_i^-$	Центр $z_i^0$	Интервал варьирования $\lambda_i$	Зависимость кодированной переменной от натуральной
$z_1$	210	160	185	25	$x_1 = (z_1 - 185)/25$
$z_2$	50	20	35	15	$x_2 = (z_2 - 35)/15$
$z_3$	40	20	30	10	$x_3 = (z_3 - 30)/10$

Математический вид уравнения регрессии для трехфакторного эксперимента следующий:

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{1,2}x_1x_2 + b_{1,3}x_1x_3 + b_{2,3}x_2x_3 + b_{1,2,3}x_1x_2x_3 \quad (1)$$

Для расчетов коэффициентов уравнений регрессии выбранных показателей были построены матрицы планирования эксперимента и результатов опыта (табл. 2).

Таблица 2. Расширенная матрица плана 2<sup>3</sup> и результатов опытов.

№	Исследуемые факторы							Результаты испытаний (усреднее)			
	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	x <sub>3</sub>	x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>	x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	σ <sub>pp</sub> , МПа	ε <sub>pp</sub> , %	τ, %	K <sub>ж</sub> , %
1	–	–	–	+	+	+	–	32,9	167	88,90	1,39
2	+	–	–	–	–	+	+	32,5	173	86,90	2,66
3	–	+	–	–	+	–	+	32,2	167	89,40	1,40
4	+	+	–	+	–	–	–	32,9	160	85,50	2,90
5	–	–	+	+	–	–	+	32,0	167	88,67	1,50
6	+	–	+	–	+	–	–	32,6	167	85,97	3,30
7	–	+	+	–	–	+	–	31,9	167	88,73	1,39
8	+	+	+	+	+	+	+	31,7	167	86,40	3,36
Среднее								32,3	167	87,56	2,24

Обработку результатов проводили по известным методикам [2, 3]. Вычисленные коэффициенты уравнений регрессии подставили в уравнение (1) и получили уравнения регрессии для различных показателей ПВБ пленок.

Прочность при разрыве:

$$y = 32,34 + 0,08x_1 - 0,15x_2 - 0,29x_3 + 0,03x_{1,2} + 0,01x_{1,3} - 0,09x_{2,3} - 0,24x_{1,2,3} \quad (2)$$

Относительное удлинение при разрыве:

$$y = 166,67 + 0,00x_1 - 1,67x_2 + 0,00x_3 - 1,67x_{1,2} + 0,00x_{1,3} + 1,67x_{2,3} + 1,67x_{1,2,3} \quad (3)$$

Коэффициент пропуска:

$$y = 87,56 - 1,37x_1 - 0,05x_2 - 0,12x_3 - 0,19x_{1,2} + 0,11x_{1,3} + 0,17x_{2,3} + 0,28x_{1,2,3} \quad (4)$$

Коэффициент желтизны:

$$y = 2,24 + 0,82x_1 + 0,03x_2 + 0,15x_3 + 0,05x_{1,2} + 0,13x_{1,3} - 0,04x_{2,3} - 0,01x_{1,2,3} \quad (5)$$

Каждый из коэффициентов был проверен на значимость с помощью критерия Стьюдента (*t*). После определения значимости уравнения (2–5) принимают вид:

Прочность при разрыве, при *t* = 0,72:

$$y = 32,34 \quad (6)$$

Относительное удлинение при разрыве, при *t* = 4,67:

$$y = 166,67 \quad (7)$$

Коэффициент пропуска, при *t* = 0,12:

$$y = 87,56 - 1,37x_1 - 0,12x_3 - 0,19x_{1,2} + 0,17x_{2,3} + 0,28x_{1,2,3} \quad (8)$$

Коэффициент желтизны, при *t* = 0,03:

$$y = 2,24 + 0,82x_1 + 0,03x_2 + 0,15x_3 + 0,05x_{1,2} + 0,13x_{1,3} - 0,04x_{2,3} \quad (9)$$

Полученные для оптических характеристик уравнения регрессии были проверены по критерию Фишера (*F*) и признаны адекватными эксперименту.

#### Результаты и их обсуждение

Из выражений (6) и (7) видно, что в выбранных пределах указанные выше факторы прессования не оказывают влияния на физико-механические характеристики пленок. При прямом прессовании отсутствует четко выраженное однонаправленное движение молекул, расплавленный полимер подвержен низким сдвиговым нагрузкам. Поэтому при подобном методе переработки не происходит однонаправленной ориентации макромолекул, которая могла бы повлиять на характеристики конечного продукта. Этим и объясняется отсутствие влияния давления прессования на прочность и относительное удлинение при разрыве изготовленных пленок [4].

Температура и время прессования не влияют на физико-механические показатели пленок в связи с узкими рамками выбранных технологических параметров переработки. Как будет показано ниже, при более высокой температуре происходит процесс деструкции полимера, однако в указанных пределах температура переработки не оказывает ощутимого влияния на прочность пленок.

Для коэффициентов желтизны и пропуска ПВБ пленки хорошо прослеживается зависимость показателей от факторов прессования. Для большей наглядности построены диаграммы влияния факторов на коэффициенты пропуска и желтизны (рис. 1 и 2).

Как видно из приведенных результатов, наибольшее влияние на оптические характеристики оказывает температура прессования. При её увеличении коэффициент пропуска снижается, а желтизна пленки усиливается. Подобным же образом, хоть и в меньшей мере, на оптические свойства пленки влияет увеличение времени прессования.

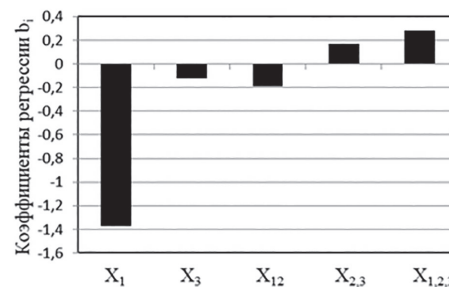


Рис. 1. Влияние значимых факторов прессования на коэффициент пропуска.

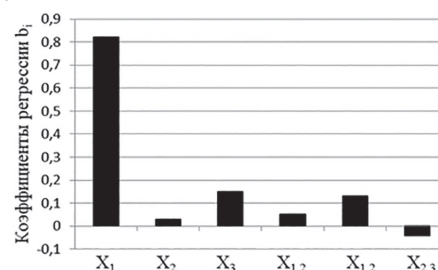


Рис. 2. Влияние значимых факторов прессования на коэффициент желтизны.

Увеличение показателя желтизны косвенно говорит о начале процесса деструкции полимера. При этом цвет прозрачных ПВБ-пленок меняется раньше, чем мы видим изменение их физико-механических характеристик.

Изменение давления прессования пленок не влияет на величину их коэффициента пропуска, однако наблюдается отклик при межфакторном взаимодействии совместно с более значительными факторами – температуры и времени прессования. Влияние давления и связанных с ним межфакторных взаимодействий на коэффициент желтизны незначительно.

Уравнения (8, 9) были переведены из кодированных в натуральные переменные. Вычислено, что при сохранении давления и времени прессования на нижнем уровне варьирования повышение температуры прессования на 10°С уменьшает коэффициент пропуска на 0,36% и увеличивает коэффициент желтизны на 0,26%.

В результате использования метода ПФЭ для подбора оптимальных параметров изготовления ПВБ пленки было показано, что:

- на физико-механические свойства ПВБ пленок параметры прессования в выбранных пределах не влияют;
- на коэффициенты пропуска и желтизны наибольшее влияние оказывают температура и время прессования. Построена математическая модель зависимости характеристик пленки от этих показателей.

#### Литература

- Шварц О., Эбелинг Ф.-В., Фурб Б. Переработка пластмасс. СПб.: Профессия, 2005, с. 168.
- Грачёв Ю.П., Плаксин Ю.П. Математические методы планирования экспериментов. М.: ДеЛи принт, 2005. с. 62–78.
- Дингилевский С.Д. Методика использования MS Excel для расчета уравнений регрессии полного факторного эксперимента при исследовании свойств жидкостекольных смесей. Литье и металлургия 3(67), 2012 с. 267–269.
- Спормакер Ян Л., Хайдвалер А.Х. 10 примеров для понимания механических свойств полимеров. Полимерные материалы, № 9 (76), 2005, с. 14–18.