

ТЕРМІЧНИЙ АНАЛІЗ ТЕРМОЗБІЖНОЇ ТРУБКИ: ВИЯВЛЕННЯ НЕОЧІКУВАНИХ ОСОБЛИВОСТЕЙ ПОВЕДІНКИ МАТЕРІАЛУ ЗА ДОПОМОГОЮ ДСК, ТМА ТА ТГА

Morgan Ulrich, Jennifer Schott, *TA Instruments*

Переклад та підготовка: *ЛЕМ Україна*

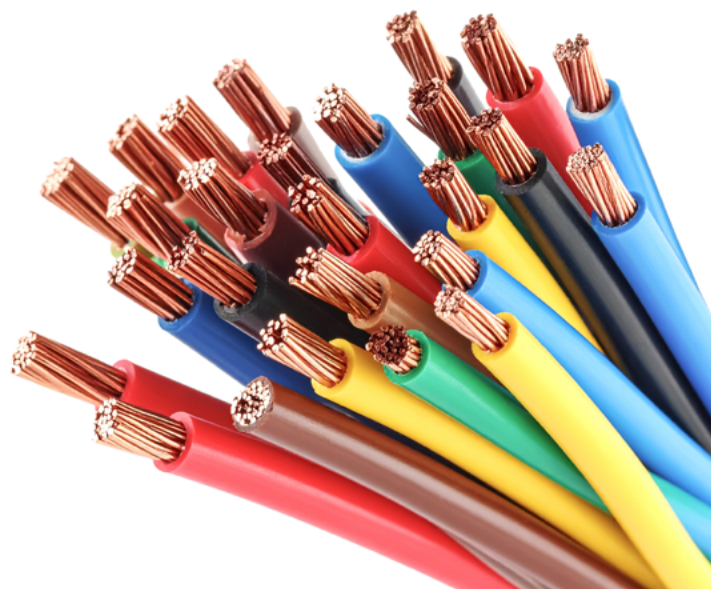
На перший погляд, термозбіжна (термоусаджувальна, термоусадочна) трубка є простою річчю: надягаєте її на електричні проводи, обдуваєте феном і, вуаля, отримуєте проводи з ідеальною ізоляцією. Але такі трубки насправді є складнішими, ніж здаються.

Майже всі матеріали, починаючи від гуми та металу й закінчуючи водою та склом, розширюються при нагріванні. Проте термозбіжна трубка спеціально розроблена такою, щоб стискатися (усаджуватися) за певної температури: не дуже низької, бо інакше стискання може ставатися випадково при транспортуванні або зберіганні, але й не занадто високої, бо інакше виникатиме ризик пошкодження проводів або розташованих поряд електронних компонентів. До того ж, більшість видів термозбіжної трубки також є вогнетривкими, щоб забезпечувати додатковий захист тонким проводам, і це потребує подальшого вдосконалення матеріалів трубок.

Термозбіжні трубки є вражаючим досягненням і попит на них зростає, особливо останнім часом на фоні швидкого розвитку центрів опрацювання даних (ЦОД) систем штучного інтелекту (ШІ). Протягом десятиріч термозбіжні трубки використовувались в ЦОД для маркування кабелів, їхнього об'єднання в джгути та захисту від механічних і теплових пошкоджень. Потужне обладнання нових ЦОД систем ШІ вивільнює більше тепла, що потребує складних систем терморегулювання. Відповідно, термозбіжні трубки повинні не просто відповідати поточним вимогам, але й бути придатними для подальшої адаптації під все більш жорсткі умови оточуючого середовища, як-от в подібних ЦОД з високим тепловиділенням.

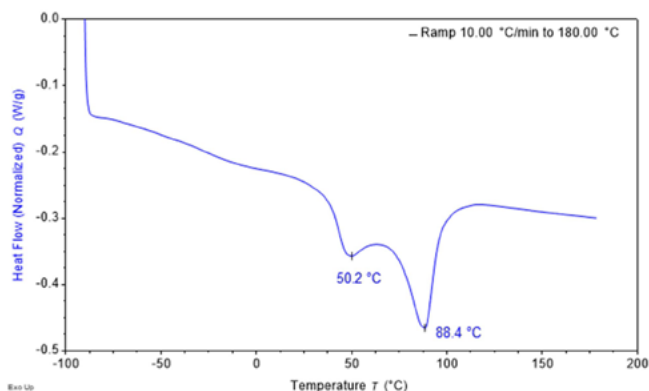
Яким же чином матеріалознавцям вдається знаходити такий тонкий баланс між термостійкістю та термічно-стимульованою усадкою ізоляції проводів?

За допомогою трьох методів термічного аналізу, ми дослідили зразки наявної на ринку термозбіжної трубки для того, щоб краще зрозуміти їхні властивості, а також показати, яким чином виробники трубок можуть отримувати користь від визначення повного набору характеристик, що описують поведінку їхніх матеріалів.



ДИФЕРЕНЦІАЛЬНА СКАНУВАЛЬНА КАЛОРИМЕТРІЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕРМІЧНО-СТИМУЛЬОВАНИХ ЗМІН В ТРУБКАХ

Диференціальний сканувальний калориметр (ДСК) здійснює вимірювання температури та теплових потоків, пов'язаних з термічними перетвореннями в матеріалі. ДСК є ідеальним приладом для спостереження ендотермічних процесів, що відбуваються під час нагрівання термозбіжної трубки.



Дослідження при скануванні по температурі з постійною швидкістю нагріву, яке ми провели в ДСК, виявило неочікувані ендотермічні перетворення в досліджуваній трубці при температурах 50 °C і 88 °C, які є значно нижчими за заявлену в специфікації температуру розм'якшення 125 °C, Рис. 1. Перше сканування відображає теплову передісторію зразка та дозволяє оцінити матеріал в стані "як отримано".

Рисунок 1. Результати аналізу термозбіжної трубки в ДСК

Ранній пік при 50 °C може вказувати на процес релаксації або відновлення в матеріалі, але не на його розм'якшення, оскільки при повторному нагріванні цей пік вже не спостерігається. Пов'язане з ним перетворення можна додатково вивчити в режимі **температурно модульованої диференціальної сканувальної калориметрії (МДСК, Modulated DSC, MDSC)**, який за замовчанням доступний в кожному ДСК серії Discovery компанії TA Instruments, або ж за допомогою опціонального мікроскопа DSC Microscope, Рис. 2. Режим Modulated DSC допоможе прояснити дане питання через відокремлений аналіз двох типів теплових подій: реверсивних (як-от розм'якшення та інші процеси, пов'язані зі зміною теплоємності) та нереверсивних (наприклад, кінетичні ефекти).

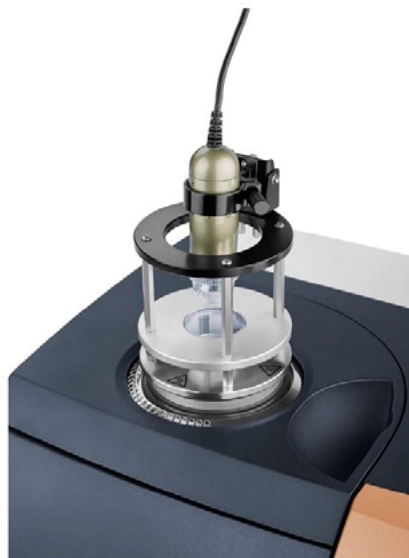


Рисунок 2. ДСК Discovery DSC 250 з встановленим мікроскопом DSC Microscope

Ми використали DSC Microscope для запису відео (повне) та фото (через кожні 30 секунд) поведінки зразка впродовж його нагрівання. З цих даних ми побачили, що при температурах менших за 80 °C трубка зазнає лише незначних змін, тоді як в діапазоні від 88 °C до 103 °C відбувається порівняно швидка її усадка. Таким чином, ДСК забезпечує первинне дослідження теплових подій в матеріалі, а от подальший термомеханічний аналіз (ТМА) дозволяє визначити характеристики механічних змін, які відбуваються з трубкою при знайдених температурах.

ТЕРМОМЕХАНІЧНИЙ АНАЛІЗ: ЯК САМЕ УСАДЖУЄТЬСЯ ТРУБКА?

Термомеханічний аналізатор (ТМА) дозволяє визначати зміни розмірів зразка в залежності від часу, температури та прикладеної до нього сили в умовах контрольованої атмосфери. ТМА є особливо цінним приладом для нашого дослідження термозбіжної трубки, оскільки він допомагає зрозуміти, як саме відбувається стиснення матеріалу, а також знайти температуру усадки трубки.

Отримані ТМА-результати, показують, що матеріал термозбіжної трубки розширюється приблизно до 88 °С, Рис. 3. Це очікувано, оскільки під час нагрівання більшість матеріалів розширюються. Проте при 88 °С зразок починає стискатися, і його розміри змінюються дуже різко.

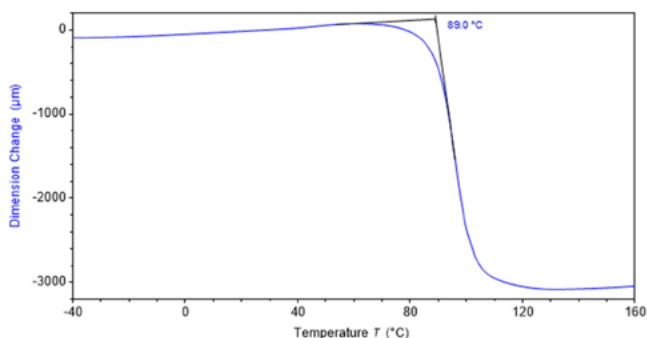


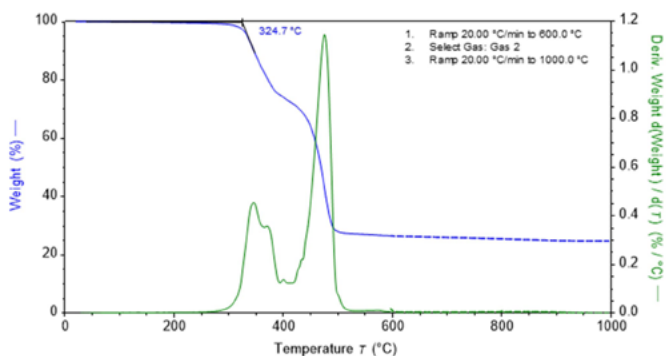
Рисунок 3. Результати аналізу термозбіжної трубки в ТМА

Початок процесу стискання матеріалу трубки корелює з виникненням великого ендотермічного теплового потоку, як це показали результати ДСК-аналізу, Рис. 1. Знову-таки, початок стискання при 88 °С – це нижче, ніж температура усадки трубки 125 °С, вказана виробником у специфікації, проте саме поблизу 125 °С процес стискання матеріалу завершується, Рис. 3. Отже в даному випадку виробник вказує температуру, потрібну для повної усадки, щоб користувачі мали змогу створити надійну ізоляцію проводів.

На зображеннях матеріалу термозбіжної трубки, отриманих під час ДСК-вимірювань, ми побачили, що його стискання відбувається переважно в одному напрямку. ТМА може бути особливо корисним саме при вивченні матеріалів, які поведуться по-різному в залежності від орієнтації. Зразки, що містять наповнювачі або мають шарувату структуру, при ТМА-дослідженнях зазвичай розміщуються в приладі під різними орієнтаціями, які відповідають осям x, y та z, та для кожного випадку проводиться окреме вимірювання. Відповідно, можна визначати кількісні характеристики процесу розширення (або стиснення) для декількох орієнтацій.

ТЕРМОГРАВІМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ: ПОГЛИБЛЕНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ПОВЕДІНКИ МАТЕРІАЛУ

Термогравіметричний аналізатор (ТГА) дозволяє визначати зміну (втрату або приріст) маси зразка, а також швидкість цієї зміни залежно від температури, часу й атмосфери. ТГА є особливо корисним для виявлення термічної деградації при високих температурах, а отже він допомагає переконатися в тому, що термозбіжна трубка має достатньо високу термостабільність.



За допомогою ТГА ми провели первинні вимірювання маси матеріалу трубки при типовому нагріванні від 25 °С до 1000 °С, і побачили, що втрата маси, яка сигналізує про деградацію, відбувається приблизно при 325 °С, Рис. 4 (синя лінія). Це суттєво перевищує температуру, до якої необхідно нагрівати термозбіжні трубки при цільовому використанні.

Рисунок 4. Результати аналізу термозбіжної трубки в ТГА

Якби це був звичайний поліолефін, то температурна залежність першої похідної маси по температурі просто відображала б одну подію повної втрати маси. Однак, в даному випадку спостерігається більше ніж одна теплова подія, Рис. 4 (зелена лінія). Така складна форма кривої наводить на думку, що досліджувана термозбіжна трубка виготовлена з декількох матеріалів. Висока чутливість приладу TA Instruments Discovery TGA 5500 дозволяє побачити цю приховану особливість. Для легкого розділення подій, що перекриваються між собою, можна використовувати додаткові функції цього ТГА, на кшталт методу **Hi-Res TGA**, який автоматичного корегує швидкість нагріву зразка на основі його профілю втрати маси.

Прецизійні прилади ТГА можуть допомогти матеріалознавцям виявляти деградацію матеріалів, а також ідентифікувати наявність складної композиції у, здавалося б, простих виробів. Так, розглянута термозбіжна трубка, схоже, містить поліолефін, змішаний з великою кількістю домішок, як-от антиоксиданти, УФ-стабілізатори, наповнювачі, технологічні домішки й антипірен [1, 2]. Виробники та інженери можуть використовувати ТГА для кількісного визначення таких домішок та оцінювати їхній вплив на характеристики кінцевої продукції й деградацію матеріалів. При цьому ТГА серії Discovery від TA Instruments мають два вбудованих регулятори масової витрати (mass-flow controller, MFC) для автоматичного переключення подачі інертного та окислювального газів, що спрощує проведення випробувань.

ВИСНОВКИ: ТЕРМІЧНИЙ АНАЛІЗ ДЛЯ ПОВНОГО РОЗУМІННЯ ТЕРМОЗБІЖНИХ ТРУБОК

Ми поєднали три методи термічного аналізу та змогли розширити уявлення про властивості термозбіжної трубки, визначивши деякі цікаві взаємозв'язки й результати:

- ДСК ідентифікував ендотермічні процеси в матеріалі при його нагріванні до 50 °C та 88 °C, що значно менше за температуру розм'якшення, зазначену в специфікації трубки.
- ТМА показав, що стискання матеріалу (усадка трубки) починається приблизно при 88 °C, і це корелює з відповідним ендотермічним процесом, спостереженим в ДСК.
- ТГА показав, що температурна залежність першої похідної маси по температурі відповідає складному характеру деградації матеріалу, і це свідчить про наявність домішок, що змінюють поведінку поліолефіну.

*Проведений аналіз став можливим завдяки передовим інженерним рішенням компанії TA Instruments, які забезпечують найточніше та найдостовірніше вимірювання термічних характеристик матеріалів. Ознайомтеся з повною лінійкою провідних в галузі **термічних аналізаторів** та зв'яжіться з нами або з нашими регіональними представниками (ТОВ «ЛЕМ Україна» в Україні) для отримання індивідуальних рекомендацій щодо вдосконалення Ваших виробничих процесів.*

ПОСИЛАННЯ

1. Використання ТГА для визначення відмінностей вогнестійких полімерів від стандартних полімерів (EN): TA135. – TA Instruments. https://lem-ukraine.com.ua/storage/app/media/TA_Dosc/Application_Notes/TA135.pdf
2. Визначення зольності формульованої продукції за допомогою термогравіметричного аналізу (EN): TA447. – TA Instruments. https://lem-ukraine.com.ua/storage/app/media/TA_Dosc/Application_Notes/TA447.pdf



ТОВ «ЛЕМ УКРАЇНА»
вул. Рибальська, 2, оф. 302
Київ, 01011, Україна

тел.: +380 95 637 78 52
e-mail: info@lem-ukraine.com.ua
lem-ukraine.com.ua

