

*I.I. Пікула, О.С. Кабат***ВИЗНАЧЕННЯ ОПТИМАЛЬНИХ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ  
БРИКЕТУВАННЯ ФТОРПОЛІМЕРІВ**

ДВНЗ «Український державний хіміко-технологічний університет», м. Дніпро, Україна

У роботі розглянуті основи технології перероблення фторполімерів у виробу та викладені основні операції, які проводяться на кожному окремому технологічному етапі їх перероблення. Доведено, що підготовчий етап перероблення фторполімерів у виробу суттєво впливає на якість отриманих виробів та їх собівартість. Наведені структурні формули досліджуваних фторполімерів. З метою встановлення граничного тиску при брикетуванні проведено гранулометричний аналіз прес-порошків політетрафторетилену, кополімеру тетрафторетилену з етиленом і полівініліденфториду. Згідно з результатами досліджень основний розмір частинок політетрафторетилену 20–30 мкм, кополімеру тетрафторетилену з етиленом – 2 мкм та полівініліденфториду – 5–10 мкм. Це свідчить про те, що ці полімери повинні добре брикетуватися при відносно невеликих тисках до 50 МПа. Визначені оптимальні технологічні параметри при брикетуванні прес-порошків такі як, тиск та час витримки під тиском. Розглянуто їх вплив на міцнісні властивості брикетованих матеріалів на основі фторполімерів. Визначено, що для досліджених прес-порошків на основі фторполімерів оптимальний тиск брикетування та час витримання під тиском складають 25–30 МПа та 60–90 с, відповідно.

**Ключові слова:** фторполімери, брикетування, густина, політетрафторетилен, кополімер тетрафторетилену з етиленом, полівініліденфторид.

**DOI:** 10.32434/0321-4095-2024-153-2-70-74

**Вступ**

Сучасна техніка практично не може існувати без використання полімерів. Їх відрізняють від інших матеріалів відносно високий рівень фізико-механічних і теплофізичних властивостей, підвищена хімічна стійкість, можливість роботи у вузлах тертя без та із змащуванням тощо [1–4]. До одних із найбільш розповсюджених полімерів, які використовуються у вузлах машин і механізмів, можна віднести фторполімери.

Фторполімери являють собою групу полімерів, що мають низку унікальних властивостей. За своєю хімічною та термічною стійкістю вони є одними з найбільш стійких полімерів (не розкладаються та не набухають під дією більшості активних середовищ і зберігають свою хімічну структуру при температурах до 440°C) [5,6]. Фторполімери також мають досить високий рівень три-

бологічних властивостей; тому виробу з них знайшли широке розповсюдження у вузлах тертя та герметизації технологічного обладнання, які працюють без та із змащуванням при дії досить високого рівня навантажень та температур в агресивних та абразивних середовищах [7–9].

Фторполімери переробляються у виробу наступними методами [6]: спікання, компресійне пресування у формах із підігрівом, лиття під тиском, екструзія.

Високопродуктивні методи лиття під тиском та екструзія використовуються у більшості випадків для одержання виробів із фторполімерів на масових та серійних виробництвах, що є оптимальним з точки зору витрат та прибутків. Однак досить висока собівартість обладнання (литтєві машини та екструдери) та оснащення до них (литтєві форми, екструзійні головки тощо) обме-



жують використання таких методів перероблення у виробі на одиничних виробництвах, що актуалізує використання відносно низькопродуктивних методів переробки фторполімерів у виробі, а саме спікання та компресійного пресування у формах із підігрівом [10].

Технологічний процес виготовлення виробів із фторполімерів розділяється на 3 основні етапи [11]: підготовчий, основний, завершальний.

На підготовчому етапі відбуваються операції подрібнення дисперсного полімеру та брикетування. При подрібненні відбувається руйнування агломератів вихідних компонентів фторполімерів чи композицій на їх основі із відбором необхідної фракції полімеру, наповнювачів тощо. При брикетуванні відбувається одержання суцільних брикетів із фторполімерів чи полімерних композицій на їх основі для покращення технологічності при переробці їх у виробі.

На основному етапі відбувається процес безпосереднього перероблення фторполімерів у виробі з високоеластичного чи в'язкотекучого станів.

Завершальний етап складається із операцій придання одержаним виробам із фторполімерів необхідної (заданої у технічній документації) геометричної форми та шорсткості (видалення ливників, механічне оброблення поверхонь тощо).

Слід відмітити, що досить суттєвий внесок у технологічність процесу перероблення фторполімерів у виробі вносить підготовчий етап [12], зокрема операція брикетування.

Брикетування – це операція із формування фторполімеру чи полімерних композитів на його основі, які мають вигляд порошків або волокон, у однорідні за масою та формою заготовки. Використання брикетів із полімерів, як із інших матеріалів, має низку переваг перед не брикетованими [13]:

- заміняє дозування за об'ємом або за масою на поштучне;
- покращує умови попереднього підігріву;
- зменшує розміри камер завантаження у формі для переробки.

Все це дозволяє зменшити витрати часу на виготовлення виробів із фторполімерів та покращує умови праці, що значно підвищує рівень технологічності при переробленні їх у виробі. Тому актуальним питанням є визначення оптимальних параметрів таблетування при переробці фторполімерів у виробі.

#### **Методика експерименту**

##### *Об'єкти досліджень*

Як об'єкти досліджень були обрані фторомісні полімери: політетрафторетилен, кополімер тетрафторетилена з етиленом, полівініліденфторид (рис. 1).

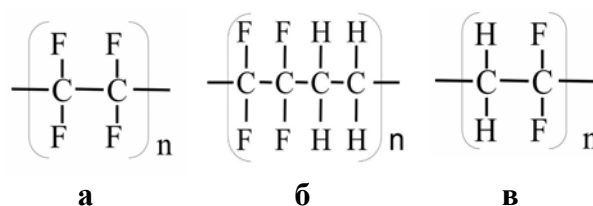


Рис. 1. Структурні формули досліджених фторполімерів: а – політетрафторетилен; б – кополімер тетрафторетилена з етиленом; в – полівініліденфторид

У вихідному вигляді досліджені фторполімери являють собою дрібнодисперсні порошки білого кольору із насипною щільністю 0,35–0,50 г/см<sup>3</sup>.

#### *Методи досліджень*

Гранулометричний аналіз розмірів вихідних частинок фторполімерів виконували згідно із стандартом ISO 13322-1(2):2021. Для одержання мікрофотографій частинок використовували оптичний мікроскоп Carl Zeiss Jena Ergaval, який обладнано цифровим окуляром SCOPETEK DEM-130 (1.3MP). Фотографії брикетів із фторполімерів отримували за допомогою фотокамери Canon DS126271.

Щільність брикетів із полімерів та ПКМ на їх основі визначено відповідно до ISO 1183 за допомогою вимірювально-зважувального методу на аналітичних вагах ВЛР-200.

Брикетування виконували у формах для брикетування із діаметром формуючої порожнини 10 мм на гідравлічному пресі із зусиллям пресування 5 т.

#### *Результати та обговорення*

Однією із основних характеристик, яка впливає на можливість брикетування полімерів, є розміри їх елементарних частинок. Так, відомо [14], що матеріали із розмірами менше 200 мкм добре брикетуються при тисках до 50 МПа. Тому доцільно визначити розміри частинок досліджених полімерів (рис. 2).

Відповідно до результатів здійснених досліджень основний розмір частинок політетрафторетилена становить 20–30 мкм, кополімеру тетрафторетилена з етиленом – 2 мкм та полівініліденфториду – 5–10 мкм. Все це свідчить про те, що ці полімери повинні добре брикетуватися при відносно невеликих тисках до 50 МПа. [10].

До основних технологічних параметрів процесу перероблення фторполімерів у виробі на стадії брикетування відносяться тиск брикетування ( $P_6$ ) та час ( $t_6$ ) витримки під тиском [12]. Вибір їх оптимальних значень і є основним завданням даної роботи. При недостатньому тиску та часу витримки не вдається одержати суцільний брикет (рис. 3в), який руйнується, як при брикетуванні

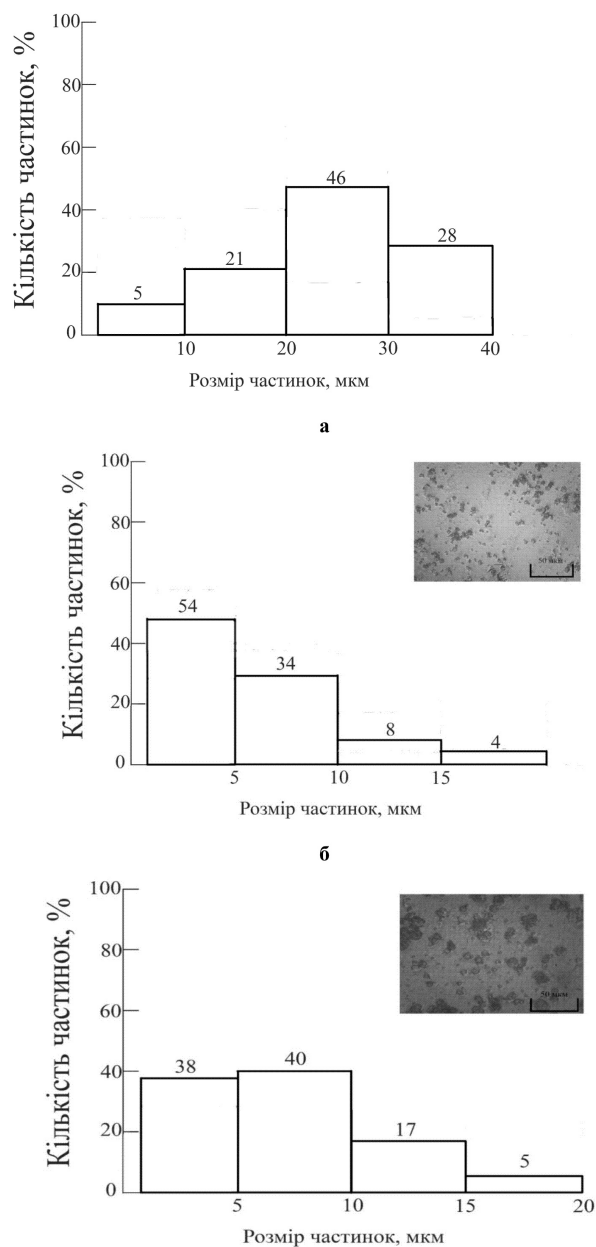


Рис. 2. Гранулометричний склад фторполімерів: а – політетрафторетилен; б – кополімеру тетрафторетилену з етиленом; в – полівініліденфторид

(рис. 3а), так і у процесі подальшої переробки (рис. 3б).

Тому важливо визначити оптимальні значення тиску при брикетуванні та часу витримки під тиском з точки зору одержання суцільного брикету та витрати мінімальних ресурсів. Суцільність брикетів у даній роботі визначається непрямим методом по значенням їх щільності. Відповідно до цього суцільним можна вважати брикет, який має близькі до максимального чи

максимальні значення щільності. Відомо [15], що найбільш щільні матеріали є найміцнішими. Результати залежності щільності брикетів із фторполімерів від тиску брикетування наведені на рис. 4.

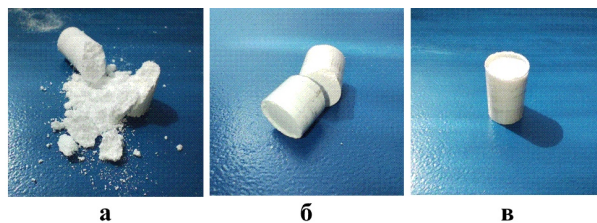


Рис. 3. Брикети із фторполімеру: а – зруйнований в процесі брикетування, б – завантаження у прес-форму із підігрівом, в – суцільний брикет

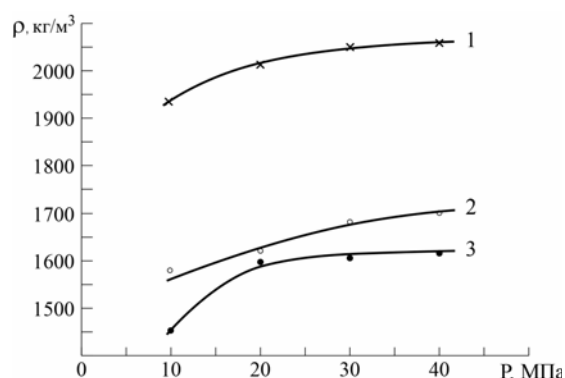


Рис. 4. Залежність щільності брикетів від тиску брикетування прес-порошків на основі фторполімерів: 1 – політетрафторетилен; 2 – кополімер тетрафторетилену з етиленом; 3 – полівініліденфторид. Час витримки під тиском 60 с

Відповідно до отриманих результатів (рис. 4) можна стверджувати, що для всіх досліджених матеріалів із підвищенням тиску брикетування спостерігається збільшення значень щільності брикетів. Це пов'язано із перерозподілом частинок прес порошку в об'ємі формуючої порожнини прес-форми і з їх деяким деформуванням. Слід відмітити, що інтенсивність збільшення щільності зі збільшенням тиску брикетування зменшується. Її максимальні значення досягаються у межі досліджених тисків від 10 до 20 МПа. При подальшому збільшенні тиску брикетування інтенсивність зростання щільності брикетів значно зменшується і її значення стабілізуються, що свідчить про досягнення максимального можливих значень щільності брикетів при умовах проведення експерименту. Відповідно до отриманих результатів для всіх досліджених прес-порошків на основі фторполімерів можна рекомендувати оптимальний тиск брикетування в інтервалі 25–30 МПа. Це обумовлено, з одного

боку, практично максимальними значеннями щільності, а, з іншого, – економічною доцільністю, яка пов'язана із використанням додаткової енергії при брикетуванні для створення більших тисків.

Результати досліджень впливу часу витримки під тиском брикетів зі фторполімерів наведені на рис. 5.

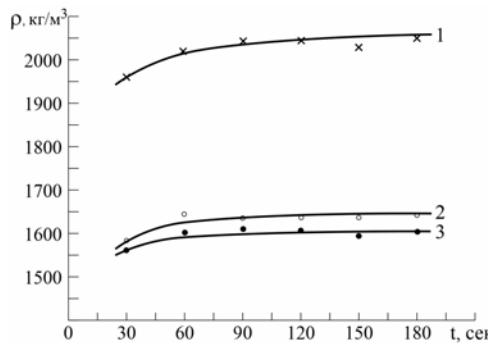


Рис. 5. Залежність щільності брикетів від часу витримки під тиском прес-порошків на основі фторполімерів: 1 – політетрафторетилен; 2 – кополімер тетрафторетилену з етиленом; 3 – полівініліденфторид. Тиск брикетування 20 МПа

Відповідно до отриманих результатів (рис. 5) щільність брикетів збільшується із зростанням часу витримки їх під тиском. При цьому із збільшенням часу витримки під тиском інтенсивність збільшення щільності брикетів зменшується. Своїх максимальних значень щільність досягає починаючи з 60 секунд витримки. При подальшому збільшенні часу витримання під тиском вона незначно зростає.

Згідно з отриманими результатами для всіх досліджених прес-порошків на основі фторполімерів як оптимальний час витримання під тиском при брикетуванні можна рекомендувати 60–90 с. Це пояснюється практично максимальними значеннями щільності брикетів, що були досягнуті, а також оптимумом з точки зору енерговитрат на брикетування.

Відповідно до здійснених досліджень оптимальними значеннями тиску брикетування та часу витримання брикетів під тиском є 25–30 МПа та 60–90 с, відповідно. При цих параметрах перероблення нами були одержані суцільні брикети, які не руйнуються в процесі перероблення їх у виробі.

### Висновки

В результаті виконання гранулометричного аналізу визначено основні розміри частинок досліджених фторполімерів, які для політетрафторетилену дорівнюють 20–30 мкм, кополімеру

тетрафторетилену з етиленом – 1–5 мкм та полівініліденфториду – 5–10 мкм. За результатами дослідження підібрані максимальні значення тиску при їх брикетуванні, які дорівнюють 50 МПа.

Визначено оптимальний тиск при брикетуванні досліджених фторполімерів. Так, для досліджуваних прес-порошків оптимальні значення тиску при брикетуванні знаходяться в інтервалі 25–30 МПа.

Визначено оптимальний час витримання під тиском при брикетуванні досліджених фторполімерів. Згідно з отриманими результатами оптимальний час витримання під тиском при брикетуванні для досліджуваних фторполімерів дорівнює 60–90 с.

## СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. *Lightweight polymer composite structures: design and manufacturing techniques* / Rangappa S.M., Parameswaranpillai J., Siengchin S., Kroll L. – Boca Raton: CRC Press, 2020. – 410 p.
2. *Polymeric composite materials of tribotechnical purpose with a high level of physical, mechanical and thermal properties* / Kabat O., Sytar V., Derkach O., Sukhyy K. // *Chem. Chem. Technol.* – 2021. – Vol.15. – No. 4. – P.543-550.
3. Friedrich K. *Polymer composites for tribological applications* // *Adv. Ind. Eng. Polym. Res.* – 2018. – Vol.1. – P.3-39.
4. *Determining the influence of the filler on the properties of structural thermal-resistant polymeric materials based on phenylone C1* / Kabat O., Makarenko D., Derkach O., Muranov Y. // *East. Eur. J. Enterprise Technol.* – 2021. – Vol.6(113). – P.24-29.
5. *Kargin V.A. Entsiklopediya polimerov.* – M.: Sovetskaya Entsiklopediya, 1972. – P.578-581.
6. *Smith D., Iacono S., Iyer S. Handbook of fluoropolymer science and technology.* – Hoboken, New Jersey: Wiley, 2014. – P.1-21.
7. *Polymeric composites of tribotechnical purpose based on fluoropolymers* / Kabat O., Derkach O., Pavlushkina N., Pikula I. // *Probl. Tribol.* – 2019. – Vol.24(2/92). – P.75-81.
8. He Y., Walsh D., Shi C. *Fluoropolymer composite coating for condensing heat exchangers: characterization of the mechanical, tribological and thermal properties* // *Appl. Therm. Eng.* – 2015. – Vol.91. P.387-398.
9. *Dudka A.M., Sitar V.I., Nachovny I.I. Research of tribotechnical characteristics of polymer composites for thermally loaded friction units of machines and chemical equipment devices* // *Voprosy Khimii i Khimicheskoi Tekhnologii.* – 2010. – No. 6. – P.148-151.

10. *Polymer* composites based on fluoroplastic and method for the production thereof / Kabat O.S., Kharchenko B.G., Derkach O.D., Artemchuk V.V., Babenko V.G. // *Voprosy Khimii i Khimicheskoi Tekhnologii*. – 2019. – No. 3. – P.116-122.

11. Drobny J., Ebnesajjad S. *Technology of fluoropolymers: a concise handbook*. – Boca Raton, Florida: CRC Press, 2023.

12. Suberljak O.V., Bastannyk P.I. *Tekhnologiya pererobky polimeriv ta kompozytsiinykh materialiv*. – Lviv, Dnipropetrovsk, 2006. – P.11-23.

13. Deniz V. A new binder in production of water-resistant briquettes from bituminous coals: co-polymer binder // *Energy Sources A – Recovery Util. Environ. Eff.* – 2016. – Vol.38. – P.1068-1074.

14. Ozhogin V.V. *Osnovy teorii i tekhnologii briketirovaniya*. – Mariupol, 2010. – P.71-82.

15. Callister W.D., Rethwisch D.G. *Fundamentals of materials science and engineering: an integrated approach*. – 6th Edition. – Hoboken, New Jersey: Wiley, 2021. – 976 p.

Надійшла до редакції 08.08.2023

## DETERMINATION OF OPTIMAL TECHNOLOGICAL PARAMETERS OF FLUOROPOLYMER BRIQUETTING

I.I. Pikula, O.S. Kabat \*

Ukrainian State University of Chemical Technology, Dnipro, Ukraine

\* e-mail: Amber\_UDHTU@i.ua

The paper discusses the fundamentals of processing fluoropolymers into products and outlines the main operations carried out at each individual technological stage of their processing. It is proven that the preparatory stage of processing fluoropolymers into products significantly affects the quality of the resulting products and their cost. To establish the maximum pressure during briquetting, a granulometric analysis of press powders of polytetrafluoroethylene, copolymer of tetrafluoroethylene with ethylene, and polyvinylidene fluoride was conducted. According to the research results, the main particle size of polytetrafluoroethylene is 20–30  $\mu\text{m}$ , for the copolymer of tetrafluoroethylene with ethylene it is 2  $\mu\text{m}$ , and for polyvinylidene fluoride it is 5–10  $\mu\text{m}$ . This indicates that these polymers should briquette well at relatively low pressures up to 50 MPa. The optimal technological parameters for briquetting press powders such as pressure and holding time under pressure were determined. Their influence on the strength properties of briquetted materials based on fluoropolymers is discussed. It was determined that for the investigated press powders based on fluoropolymers, the optimal briquetting pressure and holding time under pressure are 25–30 MPa and 60–90 s, respectively.

**Keywords:** fluoropolymers; briquetting; density; polytetrafluoroethylene; copolymer of tetrafluoroethylene with ethylene; polyvinylidene fluoride.

## REFERENCES

1. Rangappa SM, Parameswaranpillai J, Siengchin S, Kroll L. *Lightweight polymer composite structures: design and manufacturing techniques*. Boca Raton: CRC Press; 2020. 410 p. doi: 10.1201/9780429244087.

2. Kabat O, Sytar V, Derkach O, Sukhyy K. Polymeric composite materials of tribotechnical purpose with a high level of physical, mechanical and thermal properties. *Chem Chem Technol*. 2021; 15(4): 543-550. doi: 10.23939/chcht15.04.543.

3. Friedrich K. Polymer composites for tribological applications. *Adv Ind Eng Polym Res*. 2018; 1: 3-39. doi: 10.1016/j.aiepr.2018.05.001.

4. Kabat O, Makarenko D, Derkach O, Muranov Y. Determining the influence of the filler on the properties of structural thermal-resistant polymeric materials based on phenylene C1. *East Eur J Enterprise Technol*. 2021; 6(113): 24-29. doi: 10.15587/1729-4061.2021.243100.

5. Kargin VA. *Entsyklopediya polimerov* [Encyclopedia of polymers]. Moscow: Sovetskaya Entsyklopediya; 1972. (in Russian).

6. Smith D, Iacono S, Iyer S. *Handbook of fluoropolymer science and technology*. Hoboken, New Jersey, Wiley; 2014.

7. Kabat O, Derkach O, Pavlushkina N, Pikula I. Polymeric composites of tribotechnical purpose based on fluoropolymers. *Probl Tribol*. 2019; 24(2/92): 75-81. doi: 10.31891/2079-1372-2019-92-2-75-81.

8. He Y, Walsh D, Shi C. Fluoropolymer composite coating for condensing heat exchangers: characterization of the mechanical, tribological and thermal properties. *Appl Therm Eng*. 2015; 91: 387-398. doi: 10.1016/j.applthermaleng.2015.08.035.

9. Dudka AM, Sitar VI, Nachovny II. Research of tribotechnical characteristics of polymer composites for thermally loaded friction units of machines and chemical equipment devices. *Voprosy Khimii i Khimicheskoi Tekhnologii*. 2010; (6): 148-151. (in Ukrainian).

10. Kabat OS, Kharchenko BG, Derkach OD, Artemchuk VV, Babenko VG. Polymer composites based on fluoroplastic and method for the production thereof. *Voprosy Khimii i Khimicheskoi Tekhnologii*. 2019; (3): 116-122. doi: 10.32434/0321-4095-2019-124-3-116-122.

11. Drobny J, Ebnesajjad S. *Technology of fluoropolymers: a concise handbook*. Boca Raton, Florida: CRC Press; 2023.

12. Suberljak OV, Bastannyk PI. *Tekhnologiya pererobky polimeriv ta kompozytsiinykh materialiv* [Technology of processing polymers and composite materials]. Lviv, Dnipropetrovsk; 2006. (in Ukrainian).

13. Deniz V. A new binder in production of water-resistant briquettes from bituminous coals: co-polymer binder. *Energy Sources A Recovery Util Environ Eff*. 2016; 38: 1068-1074. doi: 10.1080/15567036.2011.654311.

14. Ozhogin VV. *Osnovy teorii i tekhnologii briketirovaniya* [Fundamentals of briquetting theory and technology]. Mariupol; 2010. (in Russian).

15. Callister WD, Rethwisch DG. *Fundamentals of materials science and engineering: an integrated approach*. 6th Edition. Hoboken, New Jersey: Wiley; 2021. 976 p.