

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-8-32-35

ИССЛЕДОВАНИЕ ОБРАЗЦОВ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ С НЕРОВНОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ МЕТОДОМ ГИДРОСТАТИЧЕСКОГО ВЗВЕШИВАНИЯ¹

© Михаил Иванович Душин, Кирилл Игоревич Донецкий,
Роман Юрьевич Караваев, Александр Алексеевич Платонов

ВИАМ, Москва, Россия; e-mail: doneckijki@viam.ru

Статья поступила 24 октября 2017 г.

Увеличение габаритов и количества изготавливаемых из полимерных композиционных материалов (ПКМ) элементов конструкций летательных аппаратов потребовало поиска новых энергосберегающих и менее затратных безавтоклавных технологий. Одна из них — вакуумная инфузия. Ее использование неизбежно приводит к образованию поверхности неровной формы, что не позволяет определить истинную толщину стандартными способами, а это в свою очередь влияет на определение физико-механических свойств материала. Представлены результаты измерения плотности углепластиков гидростатическим взвешиванием для вычисления истинной толщины материалов, объемного содержания связующего и пористости. Предложенный метод пригоден также и для ПКМ на основе сгораемых армирующих материалов типа органопластиков, гибридных и других материалов, которые не могут быть подвергнуты выжиганию для определения содержания связующего.

Ключевые слова: ПКМ; вакуумная инфузия; истинная толщина образцов; пористость; плотность; содержание связующего; наполнитель; поверхность.

STUDY OF THE SAMPLES OF POLYMER COMPOSITE MATERIALS WITH AN UNEVEN SURFACE USING HYDROSTATIC WEIGHING

© Mikhail I. Dushin, Kirill I. Donetski, Roman Yu. Karavaev, Alexandre A. Platonov

All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials (VIAM), Moscow, Russia; e-mail: doneckijki@viam.ru

Submitted October 24, 2017.

An increase in the size and the number of the elements of the aircraft structures made of polymer composite materials (PCM) required the search for new energy-saving and less expensive non-autoclave technologies. The use of one of them, vacuum infusion, inevitably leads to formation of an uneven surface, thus inhibiting determination of the true thickness by standard methods, and, in turn, affects determination of the physical and mechanical properties of the material. The results of measuring density of carbon plastics by hydrostatic weighing are presented to calculate the true thickness of materials, volume content of binder and porosity. The developed method is also suitable for PCMs based on combustible reinforcing materials like organic plastics, hybrid and other materials that cannot be subjected to burning-off to determine the binder content..

Keywords: polymer composite materials; vacuum infusion; true thickness of samples; porosity; density; binder content; filler; surface.

Оптимизация и минимизация массы летательных аппаратов за счет применения полимерных композиционных материалов (ПКМ) взамен металла потребовали разработки новых высокопрочных и высокомодульных волокон и связующих, способных обеспечить качество и надеж-

ность работы конструкций в экстремальных условиях их эксплуатации (высокие скорости полета, многократно повторяющиеся пиковые нагрузки, часто меняющиеся перепады температур и др.) [1 – 5].

Новые энергосберегающие технологические решения вместо традиционно используемой в авиации технологии автоклавного формования из препрогона позволили увеличить объем и особенно габариты изготавливаемых элементов кон-

¹ Работа выполнена в рамках комплексного научного направления 13.2 «Конструкционные ПКМ» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

структур (отсеков фюзеляжа, частей крыла и оперения и др.). Широкое применение нашли методы изготовления деталей из ПКМ посредством нагнетания связующего в герметичную форму с вложенным пакетом сухого армирующего наполнителя (преформой) (LCM-методы — Liquid Composite Molding). Пакет может представлять собой как послойную укладку слоев ткани, послойную оплетку оснастки с различными схемами армирования (плетеная преформа) или объемно-армирующую преформу (цельнотканая преформа) [6]. LCM-методы подразделяются на: пропитку под давлением (RTM — Resin Transfer Molding); вакуумную пропитку (VaRTM — Vacuum assisted RTM); пропитку пленочным связующим (RFI — Resin Film Infusion) [7 – 10].

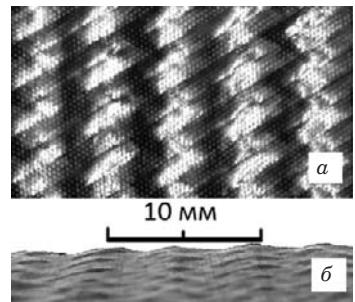
Пропитка под давлением предусматривает наличие двух жестких половин герметичной оснастки — пуансона и матрицы, что позволяет использовать связующее одновременно при избыточном (до 15 кг/см²) давлении и вакууме [11 – 14]. RTM-метод обеспечивает получение изделий требуемой толщины с гладкими наружными поверхностями и малой пористости. Постоянство толщины стенки при заданном соотношении содержания связующего и малой пористости пластика позволяет сохранить диэлектрические характеристики обтекателя в любых условиях его эксплуатации.

При изготовлении изделий методами вакуумной инфузии и пропитки пленочным связующим верхнюю часть жесткой оснастки заменяют эластичным пуансоном в виде вакуумной пленки, что значительно (на 40 %) снижает стоимость оснастки. Замена жесткой части на эластичную пленку дала возможность изменить направление движения связующего при пропитке с продольного, как при пропитке под давлением (вдоль уложенных слоев), на поперечное, что во много раз сократило время пропитки и одновременно позволило увеличить габариты изготавливаемых изделий. Однако использование эластичной пленки ограничило давление пропитки до вакуумного, что может привести к высокой пористости, увеличению массы, избытку связующего в пластике.

Методы жидкостного формования относятся к наиболее простым и дешевым и широко используются при изготовлении изделий, к которым не предъявляются повышенные требования по содержанию связующего, весовым и прочностным характеристикам, пористости (шлюпки, яхты, рыболовные суда и др.) [15].

При использовании технологии безавтоклавного формования углепластиков существует проблема определения истинной толщины образцов.

Пластик, изготовленный на основе плетеной преформы из волокна 50K (а), и профиль его поверхности (б)



Вместе с тем знание ее необходимо при проведении испытаний изделий на растяжение, сжатие, изгиб и сдвиг.

Изделия, изготовленные без применения гладких полированных прокладок — цулаг (особенно сложной формы), имеют неровную наружную поверхность, что не позволяет определить их истинную толщину инструментально. Толщина нарезанных из таких изделий образцов для физико-механических испытаний, измеренная по выступающим неровностям поверхности, будет больше истинной, что, естественно, отразится на полученных результатах (данных по прочности при растяжении, сжатии, сдвиге, толщине монолитного наполнителя, объемному содержанию связующего, пористости пластика). Так, в случае пластиков, изготовленных методом вакуумной инфузии на основе плетеных преформ с использованием жгутов высокого номинала (например, 50K, т.е. 50 000 моноволокон в одном жгуте), разнотолщинность материала, измеренная точечным микрометром, в одном образце может достигать 0,5 мм (см. рисунок).

Цель работы — определение плотности материалов методом гидростатического взвешивания для нахождения истинной толщины углепластиков, изготовленных методом вакуумной инфузии.

Исследовали плоские образцы (плиты) ПКМ, изготовленные инфузионным методом с использованием углеродной однонаправленной ткани. В качестве пропитывающего состава применяли связующее марки ВСЭ-21 [16]. Сборку технологического пакета и пропитку связующим преформы сухих заготовок ткани проводили на обогреваемой нижней части пресс-формы установки МК-3 размером 400 × 400 мм [17]. С наружной стороны образца имели неровную поверхность — отпечаток от жесткой сетки для распределения связующего по поверхности преформы, а также от структуры используемой ткани. Истинную толщину образца определяли с использованием данных о плотности материала, полученных с по-

мощью метода гидростатического взвешивания [18].

Плотность $\rho_{\text{пл}}$ рассчитывали по формуле

$$\rho_{\text{пл}} = \frac{A\rho_{\text{в}}^{t^{\circ}}}{A-B}, \quad (1)$$

где A, B — массы образца в воздухе и воде, г; $\rho_{\text{в}}^{t^{\circ}}$ — плотность воды при температуре испытания, г/см³.

Алгоритм метода следующий: изготовленную плиту размечают и разрезают на образцы для физико-механических испытаний. Перед определением плотности гидростатическим взвешиванием длину и ширину образцов размером 20 × 20 мм измеряют с помощью электронного микрометра до четвертого знака, затем рассчитывают их площадь. Далее определяют толщину образцов посредством деления объема вытесненной воды (объема образца) на его площадь. При этом для получения истинного объема разность $A - B$ делят на плотность воды, определенную при температуре испытаний (например, при температуре 16 °C плотность воды составляет 0,99894 г/см³). Полученную толщину пластика (среднюю всех образцов для гидростатического взвешивания) используют в дальнейшем при расчете площади сечения образцов при испытании на растяжение, сжатие, изгиб и сдвиг.

Исходя из количества слоев ткани в образце, рассчитывают толщину монослоя в пластике и теоретический объем связующего в нем по формуле:

$$V_0 = 1 - \frac{P_{\text{тк}}}{\delta_m \gamma_{\text{в}}} \cdot 10^{-4}, \quad (2)$$

где $P_{\text{тк}}$ — поверхностная плотность 1 м² ткани, г/м²; δ_m — толщина монослоя в пластике, см; $\gamma_{\text{в}}$ — плотность волокна ткани, г/см³.

Как известно, определение объемной доли наполнителя и пористости углепластиков [19] требует длительного (12 – 15 ч) выжигания образцов при температуре 395 ± 5 °C до постоянной массы, что значительно увеличивает время исследований. Кроме того, выжигание может привести к улетучиванию наполнителя или образованию кокса остатков связующего, что исказит получаемые результаты.

Поэтому при определении пористости использовали экспресс-метод, сводящийся к расчету теоретической плотности пластика. При этом учитывали его плотность ($\rho_{\text{пл}}$), полученную гидростатическим взвешиванием, и теоретическую (безпористую) плотность (ρ_t), рассчитанную по

объемному содержанию наполнителя и связующего и их плотности по формуле:

$$\rho_t = \gamma_{\text{в}} - V_0(\gamma_{\text{в}} - \gamma_{\text{св}}), \quad (3)$$

где $\gamma_{\text{в}}$ и $\gamma_{\text{св}}$ — плотности волокна армирующего наполнителя и связующего, г/см³; V_0 — теоретическая объемная доля связующего.

Зная истинную и теоретическую плотности пластика, объемную долю пор (пористость) V_p рассчитывают по формуле:

$$V_p = (1 - \rho_{\text{пл}}/\rho_t) \cdot 100 \%. \quad (4)$$

Видно, что предлагаемый экспресс-метод требует только определения плотности пластика гидростатическим взвешиванием и знания поверхностной плотности наполнителя, плотностей волокна и связующего.

Разброс толщин образцов, измеренных гидростатическим взвешиванием и с помощью точечного микрометра, составил 0,02 – 0,06 мм, что подтверждает правильность выбранного подхода.

В результате получили следующие усредненные данные: объемное содержание волокна — 63,4%; плотность углепластика (гидростатическое взвешивание) — 1,5689 г/см³; толщина монослоя — 0,176 мм; теоретическая плотность — 1,594 г/см³; пористость углепластика — 1,57% (по техническим требованиям на разрабатываемый материал не более 2%). Видно, что плотность, определенная с помощью гидростатического взвешивания, отличается от теоретической. Это объясняется тем, что последняя учитывает лишь два компонента (связующее и углеродный наполнитель), а первая — еще и пористость.

Таким образом, если при определении толщины образца с неровной поверхностью использовать результат измерения обычным микрометром, то, исходя из толщины монослоя, полученного делением толщины образца на количество слоев, теоретическая плотность будет меньше найденной с помощью гидростатического взвешивания, что явно ошибочно. Предложенный метод позволяет оценивать значение пористости, основываясь на истинной толщине образца. Способ вакуумной инфузии при изготовлении конструкций из ПКМ получает все более широкое распространение. Экспресс-метод определения толщины, объемного содержания связующего и пористости в образцах пластика с неровной наружной поверхностью требует лишь знания поверхностной плотности наполнителя и плотностей волокон и связующего.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е. Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года / Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 7 – 17.
2. Каблов Е. Н. России нужны материалы нового поколения / Редкие земли. 2014. № 3. С. 8 – 13.
3. Каблов Е. Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» / Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1(34). С. 3 – 33.
4. Каблов Е. Н. Контроль качества материалов — гарантия безопасности эксплуатации авиационной техники / Авиационные материалы и технологии. 2001. № 1. С. 3 – 8.
5. Каблов Е. Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи / Авиационные материалы: избр. тр. ВИАМ 1932 – 2002. — М.: МИСИС-ВИАМ, 2002. С. 23 – 47.
6. Донецкий К. И., Раскутин А. Е., Хилов П. А., Лукьяненко Ю. В., Белинис П. Г., Коротыгин А. А. Объемные текстильные преформы, используемые при изготовлении полимерных композиционных материалов (обзор) / Труды ВИАМ. 2015. № 9. Ст. 10. On-line: <http://www.viam-works.ru>.
7. Rudd C. D., Long A. C., Kendall K. N. and Mangin C. G. E. Liquid Moulding Technologies. — Woodhead Publishing and SAE International, 1997.
8. Душин М. И., Чурсова Л. В., Хрульков А. В., Коган Д. И. Особенности изготовления полимерных композиционных материалов методом вакуумной инфузии / Вопросы материаловедения. 2013. № 3. С. 33 – 40.
9. Платонов А. А., Коган Д. И., Душин М. И. Изготовление трехмерноразмерных ПКМ методом пропитки пленочным связующим / Пластические массы. 2013. № 6. С. 56 – 61.
10. Душин М. И., Хрульков А. В., Мухаметов Р. Р., Чурсова Л. В. Особенности изготовления изделий из ПКМ методом пропитки под давлением / Авиационные материалы и технологии. 2012. № 1. С. 18 – 27.
11. Душин М. И., Мухаметов Р. Р., Платонов А. А., Меркулова Ю. И. Исследование фильтрационных характеристик армирующих наполнителей и связующих при разработке технологии безавтоклавного формования полимерных композиционных материалов / Авиационные материалы и технологии. 2013. № 2. С. 22 – 25.
12. Душин М. И., Хрульков А. В., Караваев Р. Ю. Пути снижения пористости при изготовлении изделий из ПКМ безавтоклавными методами / Вопросы материаловедения. 2015. № 2. С. 86 – 96.
13. Душин М. И., Донецкий К. И., Караваев Р. Ю. Установление причин образования пористости при изготовлении ПКМ / Труды ВИАМ. 2016. № 6(42). Ст. 08. On-line: <http://www.viam-works.ru>.
14. Донецкий К. И., Караваев Р. Ю., Цыбин А. И., Вешкин Е. А., Михалдыкин Е. С. Конструкционный стеклопластик для изготовления элементов шпунтовых ограждений / Авиационные материалы и технологии. 2017. № 3. С. 56 – 64.
15. Мухаметов Р. Р., Ахмадиева К. Р., Ким М. А., Бабин А. Н. Расплавные связующие для перспективных методов изготовления ПКМ нового поколения / Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 260 – 265.
16. Душин М. И., Платонов А. А., Караваев Р. Ю., Меркулова Ю. И. Параметры, определяющие режимы пропитки армирующих наполнителей ПКМ связующими / Вопросы материаловедения. 2015. № 3. С. 150 – 159.
17. ГОСТ 15139–69. Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы). — М.: Изд-во стандартов, 1988. — 18 с.
18. ГОСТ 28006–88. Лента углеродная конструкционная. Технические условия. — М.: Изд-во стандартов, 1989. — 15 с.

REFERENCES

1. Kablov E. N. Strategic directions of development of materials and technologies for their processing for the period up to 2030 / Aviats. Mater. Tekhnol. 2012. N S. P 7 – 17 [in Russian].
2. Kablov E. N. Russia needs materials of a new generation / Redkie Zemli. 2014. N 3. P. 8 – 13 [in Russian].
3. Kablov E. N. Innovative developments FSUE "VIAM" SSC RF on the implementation of "Strategic directions for the development of materials and technologies for their processing until 2030" / Aviats. Mater. Tekhnol. 2015. N 1(34). P. 3 – 33 [in Russian].
4. Kablov E. N. Quality control of materials is a guarantee of safety in the operation of aviation equipment / Aviats. Mater. Tekhnol. 2001. N 1. P. 3 – 8.
5. Kablov E. N. Aviation materials science in the XXI century. Prospects and tasks / Aviation materials: collected works of VIAM 1932 – 2002. — Moscow: MISIS-VIAM, 2002. P. 23 – 47 [in Russian].
6. Doneckij K. I., Raskutin A. E., Hilov P. A., Luk'yanenko Yu. V., Belinis P. G., Korotygin A. A. Volumetric textile preforms used in the manufacture of polymer composite materials (review) / Trudy VIAM. 2015. N 9. St. 10. On-line: <http://www.viam-works.ru> [in Russian].
7. Rudd C. D., Long A. C., Kendall K. N. and Mangin C. G. E. Liquid Moulding Technologies. — Woodhead Publishing and SAE International, 1997.
8. Dushin M. I., Chursova L. V., Hrul'kov A. V., Kogan D. I. Features of manufacturing polymeric composite materials by the method of vacuum infusion / Vopr. Materialoved. 2013. N 3. P. 33 – 40 [in Russian].
9. Platonov A. A., Kogan D. I., Dushin M. I. Production of three-dimensional PCM by the method of impregnation with a film binder / Plast. Massy. 2013. N 6. P. 56 – 61 [in Russian].
10. Dushin M. I., Hrul'kov A. V., Muhametov R. R., Chursova L. V. Peculiarities of manufacturing products from PCM by the method of impregnation under pressure / Aviats. Mater. Tekhnol. 2012. N 1. P. 18 – 27 [in Russian].
11. Dushin M. I., Muhametov R. R., Platonov A. A., Merkulova Yu. I. Investigation of filtration characteristics of reinforcing fillers and binders in the development of technology of non-autoclave molding of polymeric composite materials / Aviats. Mater. Tekhnol. 2013. N 2. P. 22 – 25 [in Russian].
12. Dushin M. I., Hrul'kov A. V., Karavaev R. Yu. Ways to reduce porosity in the manufacture of products from PCM by non-autoclave methods / Vopr. Materialoved. 2015. N 2. P. 86 – 96 [in Russian].
13. Dushin M. I., Doneckij K. I., Karavaev R. Yu. Determination of the reasons for the formation of porosity in the manufacture of PCM / Trudy VIAM. 2016. N 6(42). St. 08. On-line: <http://www.viam-works.ru> [in Russian].
14. Doneckij K. I., Karavaev R. Yu., Cybin A. I., Veshkin E. A., Mihal'dykin E. S. Structural fiberglass for manufacturing sheet piling elements / Aviats. Mater. Tekhnol. 2017. N 3. P. 56 – 64 [in Russian].
15. Muhametov R. R., Ahmadieva K. R., Kim M. A., Babin A. N. Melt Binders for Advanced Manufacturing Methods for New Generation PCM / Aviats. Mater. Tekhnol. 2012. N S. P. 260 – 265 [in Russian].
16. Dushin M. I., Platonov A. A., Karavaev R. Yu., Merkulova Yu. I. Parameters determining the modes of impregnation of reinforcing fillers with PCM binding agents / Vopr. Materialoved. 2015. N 3. P. 150 – 159 [in Russian].
17. GOST 15139–69. Plastics. Methods for determining the density (bulk mass). — Moscow: Izdatel'stvo standartov, 1988. — 18 p. [in Russian].
18. GOST 28006–88. Tape carbon structural. Technical conditions. — Moscow: Izdatel'stvo standartov, 1989. — 15 p. [in Russian].