



УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-11-6-6

**ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЭТАЛОННЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ ПКМ
С ЗАДАННОЙ ПОРИСТОСТЬЮ МЕТОДОМ ВАКУУМНОЙ
ИНФУЗИИ**

Ю.А. Гусев

М.М. Григорьев

Л.Н. Тимошина

Ноябрь 2014

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-11-6-6

Ю.А. Гусев¹, М.М. Григорьев¹, Л.Н. Тимошина¹

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЭТАЛОННЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ ПКМ С ЗАДАННОЙ ПОРИСТОСТЬЮ МЕТОДОМ ВАКУУМНОЙ ИНФУЗИИ

Рассмотрена технология изготовления методом вакуумной инфузии с использованием полупроницаемой мембраны эталонных образцов из углепластика с заданной пористостью на основе эпоксидного связующего в зависимости от параметров пропитки. Измерение пористости проводилось с помощью шлифов. Образцы плит исследованы эхо-импульсным ультразвуковым методом контроля с использованием фазированных решеток для выявления зависимости между величиной донного сигнала и пористостью в эталонных образцах.

Ключевые слова: полимерные композиционные материалы, безавтоклавное формование, инфузия, эпоксидное связующее, полупроницаемая мембрана, эхо-импульсный ультразвуковой метод контроля.

Y.A. Gusev, M.M. Grigoriev, L.N. Timoshina

PRODUCTION OF STANDARD POLYMER COMPOSITE SAMPLES WITH THE SET POROSITY BY VACUUM INFUSION

In this study the manufacturing technologies of standard CFRP samples with the set porosity by vacuum infusion using a semipermeable membrane, on a basis of epoxy resin depending on impregnation parameters have been considered. Measurement of porosity was carried out visually on sections. Samples of plates were investigated by echo-pulse ultrasonic control method, using phased arrays for detection of dependence between a ground signal and porosity in standard samples.

Keywords: polymer composites, out-of-autoclave molding, vacuum infusion, epoxy-anhydride resin, semi-permeable membrane, ultrasonic echo-pulse control method.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

Введение

В настоящее время ведущие зарубежные и отечественные ученые активно ведут исследования, направленные на разработку материалов и технологий, позволяющих снизить затраты при изготовлении изделий из полимерных композиционных материалов (ПКМ) [1].

Препрегово-автоклавный метод формования ПКМ, который до недавнего времени находил наиболее широкое применение в авиационной промышленности, обеспечивает высокий уровень физико-механических свойств и низкую пористость получаемых пластиков, но характеризуется повышенными энергоемкостью и стоимостью из-за использования автоклава, а также дорогостоящей оснастки [2–5].

В настоящее время разработано большое количество альтернативных технологий, которые предусматривают при формовании изделий из ПКМ только атмосферное давление, поэтому нет необходимости в использовании дорогостоящего оборудования и массивной оснастки. К числу таких передовых безавтоклавных технологий, с помощью которых можно получать композиционные изделия с высокими физико-механическими характеристиками, относится вакуумно-инфузионный метод (VaRTM, Vacuum assisted resin injection). По этой технологии совмещение связующего и наполнителя происходит непосредственно в процессе формования изделия, что позволяет не ограничивать продолжительность сборки технологического пакета в отличие от методов с использованием препрега, где время сборки ограничено временем жизни препрега. Это особенно актуально при выкладке крупногабаритных и толстостенных изделий, однако при производстве подобного рода деталей возникает риск того, что могут возникнуть участки наполнителя, не пропитанные связующим [6–11]. Для предотвращения этого применяются компьютерные программы, позволяющие проводить расчет гидродинамической модели процесса пропитки технологического пакета. На основании такого расчета можно определить количество и места точек подачи связующего, а также отвода воздуха. Существуют также различные модификации сборки технологического пакета (например, с применением полупроницаемой мембраны), позволяющие повысить движущую силу процесса пропитки. Еще одним способом повышения качества изготавливаемого изделия является изменение технологического режима с целью снижения гидродинамического сопротивления пакета наполнителя в процессе пропитки.

В ВИАМ проводятся научно-исследовательские работы, направленные на отработку и совершенствование безавтоклавных технологий изготовления ПКМ с целью сни-

жения стоимости конечных изделий, а также обработка методик оценки пористости получаемых такими способами изделий [12].

Для получения бездефектных низкопористых ПКМ методом вакуумной инфузии необходимо использовать гомогенные связующие, не содержащие в своем составе примеси низкомолекулярных легколетучих веществ, растворителей, а также воздух, инертные газы и влагу [13]. Содержание этих веществ ухудшает качество отвержденных материалов вследствие нарушения монолитности полимерной матрицы в процессе формования. Для уменьшения содержания данных веществ используют вакуумирование связующих, что способствует дегазации и удалению примесей летучих веществ. Эффективное вакуумирование легко осуществить при получении малогабаритных изделий из ПКМ, так как не требуется использования большого объема связующего, однако когда необходимо изготовить крупногабаритные и толстостенные изделия, процесс подготовки связующего становится весьма затруднительным, малорезультативным и весьма энергоемким [14, 15].

Другим технологическим способом повышения качества изделий, получаемых методом вакуумной инфузии, является применение полупроницаемой мембраны, которая позволяет удалять газообразные продукты из пакета наполнителя непосредственно в процессе пропитки и в то же время выполняет барьерную функцию по отношению к связующему. Таким образом, при использовании мембраны удастся создать равномерное давление по всей поверхности формируемого изделия, эффективно удалять из пакета наполнителя газообразные продукты, а также задавать весовое соотношение связующее/наполнитель в готовом изделии.

Использование полупроницаемой мембраны не только со стороны мешка, но и со стороны оснастки позволяет еще лучше осуществлять удаление газообразных продуктов из пакета наполнителя, однако такой метод сборки мешка не всегда приемлем, так как не позволяет получить точный оттиск от оснастки. Кроме того, высокая стоимость мембраны не позволяет говорить о достаточной экономической эффективности данного метода, однако его целесообразно применять в случае изготовления ответственных конструкций, а также небольшой серии изделий за единый цикл формования [16, 17].

Для контроля содержания пор в изделиях из ПКМ при невозможности исследования их разрушающими методами контроля (так как необходимо вырезать образцы из готового изделия), применяют неразрушающие методы контроля [18], одним из которых является эхо-импульсный ультразвуковой метод с использованием фазированных решеток [19]. Однако для сопоставления результатов, полученных данным методом, с

реальным уровнем пористости необходимо провести ряд экспериментов и изготовить эталонные образцы с заданным уровнем пористости. На основе полученных данных можно построить зависимости величины донного сигнала от уровня пористости в исследованной марке углепластика и использовать их при исследовании деталей и конструкций из него [20].

В данной работе рассматривается технологический процесс изготовления методом вакуумной инфузии эталонных образцов-свидетелей с различными заданными уровнями пористости для дальнейшего исследования эхо-импульсным ультразвуковым методом с использованием фазированных решеток, результаты которого можно будет соотнести с результатами исследования готовых деталей.

Материалы и методы

Для изготовления пористых образцов-свидетелей ПКМ использовался отечественный углеродный равнопрочный наполнитель УТ-900 и разработанное в ВИАМ инфузионное связующее ВСЭ-21. Это связующее является гомогенным и не выделяет газы и другие летучие вещества в процессе формования, что могло бы вызвать пористость.

Таким образом, для получения различной пористости в образцах было принято решение варьировать уровень вакуума в процессе пропитки и формования так, чтобы пористость зависела только от количества оставшегося в технологическом пакете воздуха (рис. 1).



Рисунок 1. Технологический пакет в процессе вакуумной инфузии

Собрано три аналогичных технологических пакета с использованием:

– металлической оснастки в виде плиты, накрытой лакотканью;

- двух мембран для создания равномерного давления на всю поверхность формируемого изделия;
- распределительной сетки для равномерной пропитки наполнителя связующим;
- жертвенной ткани для удаления вспомогательных материалов из полученного образца;
- вакуумной пленки и герметизирующего жгута для создания вакуума в технологическом пакете;
- силиконовой трубки для подачи связующего.

Расчетная толщина углепластиковых плит составляла ~6 мм (24 слоя наполнителя размером 250×300 мм, вырезанных и уложенных друг на друга, при расчетной толщине монослоя 0,25 мм). Для исключения дополнительной пористости, вызванной находящейся в наполнителе влагой, пакеты наполнителя просушили в термошкафу при 100°C в течение 2 ч.

Пропитку осуществляли при различных уровнях вакуума (в ат):

- плита 1 1;
- плита 2 -0,9÷-0,8;
- плита 3 -0,8÷-0,7.

Более низкий уровень вакуума использовать нецелесообразно, так как недостаточное давление со стороны атмосферы (разница между атмосферным давлением и уровнем вакуума) не позволило бы получить образец с заданными толщиной и качеством поверхности. Дополнительные эксперименты показали, что при низком уровне вакуума происходит недостаточная пропитка пакета.

Остальные параметры формования и расчетное количество использованного для пропитки связующего во всех трех случаях одинаковы. Расчетное количество содержания связующего составляло ~38%, отверждение проводили в термошкафу при поддержании заданного уровня вакуума по режиму формования, установленному для связующего ВСЭ-21. После формования технологические пакеты разобрали, плиты 1, 2 и 3 отторцевали на отрезном станке с алмазным кругом, измерили их толщину, которая составила $6 \pm 0,1$ мм, что соответствует расчетной толщине.

Результаты и обсуждение

Полученные образцы углепластика визуально не содержат дефектов в виде газовых включений или непропитанных областей, т. е. отсутствует макропористость, которая

может быть вызвана использованием невакуумированного связующего или слишком высокой скоростью его подачи, а также растворенной влагой [5, 21].

Из полученных плит изготовлены образцы и исследованы их шлифы. Установлено, что пористость полученных плит 1–3 составила 0,1; 0,4 и 0,6% соответственно.

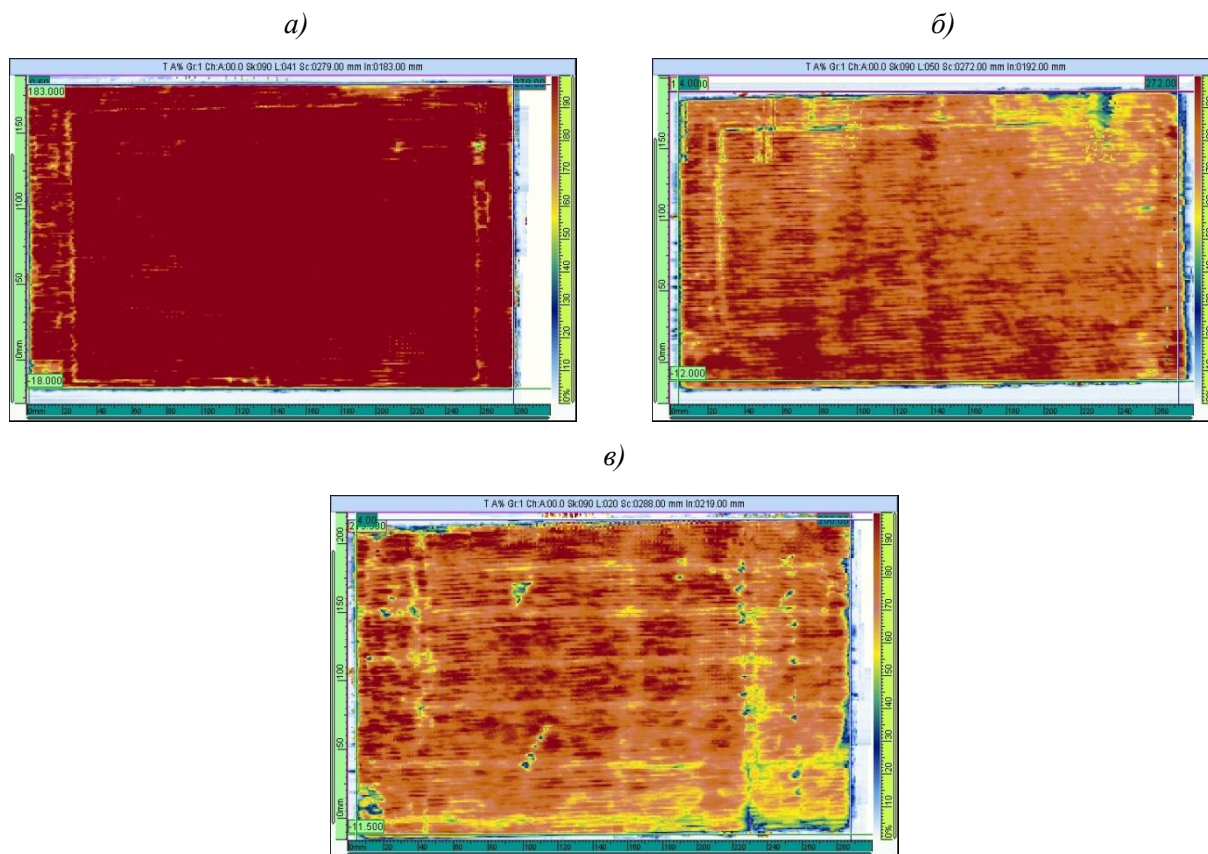


Рисунок 2. Максимальная и минимальная амплитуды УЗ колебаний эхо-сигналов, отраженных от донной поверхности плиты: 1 (а; $A_{\max}=105\%$, $A_{\min}=60\%$); 2 (б; $A_{\max}=107\%$, $A_{\min}=45\%$); 3 (в; $A_{\max}=156\%$, $A_{\min}=97\%$)

Проведены исследования плит эхо-импульсным ультразвуковым методом контроля с использованием фазированных решеток. В результате исследований выявлена зависимость эхо-сигналов, отраженных от донной поверхности, от пористости (рис. 2).

Заключение

Изготовление образцов-свидетелей по приведенной в данной статье технологии позволило получить образцы с различными заданными уровнями пористости, что позволило в дальнейшем выявить их влияние на эхо-сигнал, отраженный от донной по-

верхности, при исследовании эхо-импульсным ультразвуковым методом контроля с использованием фазированных решеток.

На основании проведенных исследований выявлена принципиальная возможность изготовления эталонных образцов для неразрушающего метода контроля на соответствие качеству при производстве деталей из ПКМ методом вакуумной инфузии.

Дальнейшие исследования в данной области позволят производить образцы-свидетели с заданной пористостью из различных ПКМ, исследовать влияние уровня пористости на эхо-сигнал, отраженный от донной поверхности. На основе этих данных станет возможным проводить неразрушающий контроль готовых изделий из исследованных ПКМ эхо-импульсным ультразвуковым методом.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 7–17.
2. Каблов Е.Н. Химия в авиационном материаловедении //Российский химический журнал. 2010. Т. LIV. №1. С. 3–4.
3. Коган Д.И., Чурсова Л.В., Петрова А.П. Полимерные композиционные материалы, полученные путем пропитки пленочным связующим //Композиционные материалы. 2011. №11. С. 2–6.
4. Вешкин Е.А., Постнов В.И., Абрамов П.А. Пути повышения качества деталей из ПКМ при вакуумном формовании //Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2012. Т. 14. №4 (3). С. 831–838.
5. Минаков В.Т., Постнов В.И., Хрульков А.В., Постнов А.В., Плетинь И.И. Особенности склеивания деталей из ПКМ с использованием полимерной оснастки //Клеи. Герметики. Технологии. 2008. №5. С. 24–29.
6. Мухаметов Р.Р., Ахмадиева К.Р., Чурсова Л.В., Коган Д.И. Новые полимерные связующие для перспективных методов изготовления конструкционных волокнистых ПКМ //Авиационные материалы и технологии. 2011. №2. С. 38–42.
7. Михайлин Ю.А. Конструкционные полимерные композиционные материалы. СПб.: НОТ. 2008. 820 с.
8. Кербер М.Л., Виноградов В.М. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология. СПб.: Профессия. 2009. 560 с.

9. Алентьев А.Ю., Яблокова М.Ю. Связующие для полимерных композиционных материалов: Учеб. пособие. М.: МГУ им. М.В. Ломоносова. 2010. 69 с.
10. 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. №5. С. 260–265.
11. Бабин А.Н. Связующие для полимерных композиционных материалов нового поколения //Труды ВИАМ. 2013. №4 (viam-works.ru).
12. Борщев А.В., Хрульков А.В., Халтурина Д.С. Изготовление низкопористого полимерного композиционного материала для применения в слабо- и средненагруженных конструкциях //Труды ВИАМ. 2014 (в печати).
13. Химическая промышленность. Обзорная информация. Сер. «Эпоксидные смолы и материалы на их основе». «Отвердители для эпоксидных смол». М.: НИИТЭХИМ. 1983. 39 с.
14. Эпоксидная композиция: пат. 2447104 Рос. Федерация; опубл. 05.10.2010. (Каблов Е.Н.)
15. Старцев О.В., Каблов Е.Н., Махоньков А.Ю. Закономерности перехода эпоксидных связующих композиционных материалов по данным динамического механического анализа //Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2011. №SP2. С. 104–113.
16. Хрульков А.В., Душин М.И., Попов Ю.О., Коган Д.И. Исследования и разработка автоклавных и безавтоклавных технологий формования ПКМ //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 292–301.
17. Душин М.И., Хрульков А.В., Мухаметов Р.Р. Выбор технологических параметров автоклавного формования деталей из полимерных композиционных материалов //Авиационные материалы и технологии. 2011. №3. С. 20–26.
18. Постнов В.И., Бурхан О.Л., Рахматуллин А.Э., Качура С.М. Неразрушающие методы контроля содержания связующих в препрегах и ПКМ (обзор) //Труды ВИАМ. 2013. №12. Ст. 06 (viam-works.ru).
19. Далин М.А., Генералов А.С., Бойчук А.С., Ложкова Д.С. Основные тенденции развития акустических методов неразрушающего контроля //Авиационные материалы и технологии. 2013. №1. С. 64–69.
20. Бойчук А.С., Степанов А.В., Косарина Е.И., Генералов А.С. Применение технологии ультразвуковых фазированных решеток в неразрушающем контроле дета-

лей и конструкций авиационной техники, изготавливаемых из ПКМ //Авиационные материалы и технологии. 2013. №2. С. 41–46.

21. ГОСТ 15139–69. Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы).

REFERENCES LIST

1. Kablov E.N. Strategicheskie napravlenija razvitija materialov i tehnologij ih pererabotki na period do 2030 goda [Strategic directions of development of materials and technologies to process them for the period up to 2030] //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 7–17.
2. Kablov E.N. Himija v aviacionnom materialovedenii [Chemicals in aviation materials] //Rossijskij himicheskij zhurnal. 2010. T. LIV. №1. С. 3–4.
3. Kogan D.I., Chursova L.V., Petrova A.P. Polimernye kompozicionnye materialy, poluchennye putem propitki plenochnym svjazujushhim [Polymer composite material obtained by impregnating a film binder] //Kompozicionnye materialy. 2011. №11. С. 2–6.
4. Veshkin E.A., Postnov V.I., Abramov P.A. Puti povyshenija kachestva detalej iz PKM pri vakuunnom formovanii [Ways to improve the quality of parts of the PCM with vacuum forming] //Izvestija Samarskogo nauchnogo centra Rossijskoj akademii nauk. 2012. T. 14. №4 (3). С. 831–838.
5. Minakov V.T., Postnov V.I., Hpul'kov A.V., Postnov A.V., Pletin' I.I. Osobennosti skleivanija detalej iz PKM s ispol'zovanijem polimepnoj osnastki [Features gluing parts of PCM using polymeric snap] //Klei. Germetiki. Tehnologii. 2008. №5. С. 24–29.
6. Muhametov P.P., Ahmadijeva K.R., Chursova L.B., Kogan D.I. Novye polimernye svjazuju-shhie dlja perspektivnyh metodov izgotovlenija konstrukcionnyh voloknistyh PKM [New polymeric binders for the promising methods for the manufacture of structural fibrous PCM] //Авиационные материалы и технологии. 2011. №2. С. 38–42.
7. Mihajlin Ju.A. Konstrukcionnye polimernye kompozicionnye materialy [Structural polymer composite materials]. SPb.: NOT. 2008. 820 s.
8. Kerber M.L., Vinogradov V.M. Polimernye kompozicionnye materialy: struktura, svojstva, tehnologija [Polymer composite materials: structure, properties, technology]. SPb.: Professija. 2009. 560 s.
9. Alent'ev A.Ju., Jablokova M.Ju. Svjazujushhie dlja polimernyh kompozicionnyh materialov [Binders for polymeric composite materials]: Ucheb. posobie. M.: MGU im. M.V. Lomono-sova. 2010. 69 s.

10. Muhametov R.R., Ahmadijeva K.R., Kim M.A., Babin A.N. Rasplavnye svjazujushhie dlja perspektivnyh metodov izgotovlenija PKM novogo pokolenija [Melt binders for advanced methods of manufacturing a new generation of PCM] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 260–265.
11. Babin A.N. Svjazujushhie dlja polimernyh kompozicionnyh materialov novogo pokolenija [Binders for polymer composite materials of new generation] //Trudy VIAM. 2013. №4 (viam-works.ru).
12. Borshhev A.V., Hrul'kov A.V., Halturina D.S. Izgotovlenie nizkoporistogo polimernogo kompozicionnogo materiala dlja primenenii v slabo- i srednenagruzhennyh konstrukcijah [Production of low porosity of the polymer composite material for use in low and medium duty designs] //Trudy VIAM. 2014. №7. St. 03 (viam-works.ru).
13. Himicheskaja promyshlennost'. Obzornaja informacija. Ser. «Jepoksidnye smoly i materialy na ih osnove». «Otverditeli dlja jepoksidnyh smol» [Chemical Industry. Overview. Ser. «Epoxy resins and materials based thereon». «Hardeners for epoxy resins»]. M.: NIITJeHIM. 1983. 39 s.
14. Jepoksidnaja kompozicija [Epoxy system]: pat. 2447104 Ros. Federacija; opubl. 05.10.2010.
15. Starcev O.V., Kablov E.N., Mahon'kov A.Ju. Zakonomernosti perehoda jepoksidnyh svjazujushhij kompozicionnyh materialov po dannym dinamicheskogo mehanicheskogo analiza [Laws of the transition epoxy binder composite materials according to the dynamic mechanical analysis] //Vestnik MGTU im. N.Je. Baumana. Ser. «Mashinostroenie». 2011. №SP2. S. 104–113.
16. Hrul'kov A.V., Dushin M.I., Popov Ju.O., Kogan D.I. Issledovanija i razrabotka avtoklavnyh i bezavtoklavnyh tehnologij formovanija PKM [Research and development of autoclave and non-autoclave molding technology PCM] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 292–301.
17. Dushin M.I., Hrul'kov A.V., Muhametov P.P. Vybory tehnologicheskijh parametrov avtoklavnogo formovanija detalej iz polimernyh kompozicionnyh materialov [Selection of process parameters autoclave molding parts made of polymeric composite materials] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2011. №3. S. 20–26.
18. Postnov V.I., Burhan O.L., Rahmatullin A.Je., Kachura S.M. Nerazrushajushhie metody kontrolja sodержanija svjazujushhijh v prepregah i PKM (obzor) [Non-destructive testing binder content of the prepregs and PCM (review)] //Trudy VIAM. 2013. №12. St. 06 (viam-works.ru).

19. Dalin M.A., Generalov A.S., Bojchuk A.S., Lozhkova D.S. Osnovnye tendencii razvitiya akusticheskikh metodov nerazrushajushhego kontrolja [The main trends in the development of acoustic methods of non-destructive testing] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2013. №1. S. 64–69.
20. Bojchuk A.S., Stepanov A.V., Kosarina E.I., Generalov A.S. Primenenie tehnologii ul'trazvukovyh fazirovannyh reshetok v nerazrushajushhem kontrole detalej i konstrukcij aviacionnoj tehniki, izgotovljaemyh iz PKM [Application of ultrasonic phased array technology in nondestructive testing of parts and structures of aircraft, manufactured from PCM] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2013. №2. S. 41–46.
21. GOST 15139–69. Plastmassy. Metody opredelenija plotnosti (ob`emnoj massy) [Plastics. Methods for determining the density (bulk density)].