

УДК 678.747.2

А.С. Бойчук¹, В.Ю. Чертищев¹, И.А. Диков¹**ИЗГОТОВЛЕНИЕ ТЕСТ-ОБРАЗЦОВ ИЗ УГЛЕПЛАСТИКА С РАЗЛИЧНОЙ ПОРИСТОСТЬЮ ДЛЯ РАЗРАБОТКИ МЕТОДИК ОЦЕНКИ ПОРИСТОСТИ НЕРАЗРУШАЮЩИМ МЕТОДОМ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-1-11-11

Рассмотрено опробование способов получения специальных образцов из углепластика с различным значением пористости при автоклавном формовании и методом инфузии. Приведены результаты опробования способов получения пористости в образцах методом инфузии при пониженном давлении, путем закачивания воздуха в связующее, при уменьшении количества закачиваемого связующего, а также при добавлении в связующее порообразователей. Представлены результаты опробования получения пористости в углепластике путем автоклавного формования без внешнего давления и формования в термошкафу при снижении разрежения под вакуумным мешком до 0,03–0,05 ат.

Ключевые слова: углепластик, пористость, автоклавное формование, метод инфузии.

Test of ways of obtaining special CFRP specimens with different porosity by autoclave molding and infusion method are observed in this paper. For infusion method these results were obtained by low compression, air pumping-in to binder, lower binder input and addition of pore-forming agent. For autoclave molding these results were obtained without external pressure and molding at heat chamber with vacuum slide into the bag to 0,03–0,05 at.

Keywords: CFRP, porosity, autoclave molding, infusion.

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

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2.3. «Методы неразрушающих исследований и контроля» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

В настоящее время ведущими предприятиями авиастроительной промышленности ведется активное внедрение полимерных композиционных материалов (ПКМ) в детали и конструкции авиационной техники [1–3]. Это связано с тем, что материалы данного класса позволяют существенно снизить массу и повысить прочность конструкций.

Изготовление деталей и конструкций авиационной техники из ПКМ в настоящее время осуществляется в основном методами автоклавного формования и инфузии [4–6]. Несмотря на совершенствование технологий формования, в процессе изготовления могут происходить сбои, а также нарушения технологических процессов. Эти факторы, а также несоблюдение требований к наполнителю и связующему для изготовления монолитных деталей и конструкций из ПКМ приводят к образованию (наряду с макродефектами) пористости в изготавливаемой продукции.

Для определения содержания пористости в изделиях из ПКМ при невозможности использования разрушающих методов (требуется оценить пористость уже в готовых деталях и конструкциях без их разрушения) приходится использовать неразрушающие методы контроля. Поэтому одной из важнейших задач при оценке качества

изготавливаемых монолитных деталей и конструкций из углепластика является разработка методик оценки пористости материала без его разрушения.

Данной проблемой уже много лет занимаются как отечественные, так и зарубежные ученые, и имеется множество научных публикаций на эту тему [7–11]. Как показывает их анализ, в настоящее время неразрушающими методами для оценки пористости в ПКМ в основном являются ультразвуковые методы. Однако эта тема до сих пор остается неисчерпанной. Это связано с тем, что разработанные методы при оценке пористости углепластиков не учитывают множества факторов, влияющих на определение пористости косвенным методом, к которым в данном случае относятся методы неразрушающего контроля, вследствие чего они имеют довольно высокую погрешность. В частности, все исследования проводятся на простых образцах с плоскопараллельными поверхностями, в то время как конструкции из ПКМ, применяемые в авиационной технике, могут иметь криволинейные поверхности, зоны непараллельности поверхностей, различное качество поверхностей изготавливаемых деталей.

Одной из сложностей при разработке способов оценки пористости углепластиков неразрушающими методами является изготовление специальных тест-образцов с различной величиной пористости в требуемом диапазоне с целью проведения испытаний и построения корреляционных связей между информативным параметром неразрушающего контроля и реальным значением пористости. Данная задача является нестандартной, поскольку при разработке технологий формования изделий из углепластика технологи, наоборот, стараются обеспечить минимальную, близкую к нулю пористость, а при изготовлении тест-образцов для разработки методов оценки пористости неразрушающим методом необходимо обеспечить содержание пор в образцах.

В данной статье приводятся результаты опробования различных способов получения специальных тест-образцов из углепластика, изготавливаемых методами автоклавного формования и инфузии, с величиной объемной доли пор в диапазоне от 0 до 5%. В частности, получение пор в образцах осуществлялось путем изменения режимов формования и добавления летучих веществ в полимерное связующее.

Материалы и методы

Для проведения исследований с целью выбора способов изготовления тест-образцов из углепластика с различным значением величины пористости методом инфузии использованы отечественные углепластики на основе однонаправленной углеродной ленты ЭЛУР-П и равноосной ткани УТ-900; в качестве матрицы – связующее ВСЭ-21.

При получении образцов с нулевой и близкой к нулю пористостью формование проводили по стандартному режиму без нарушения технологии. Пористость в углепластике получали следующими способами:

- 1 – пропитка с вакуумным разрежением 0,6–0,7 ат;
- 2 – пропитка под вакуумом с закачиванием воздуха в канал для подачи связующего;
- 3 – уменьшение количества закачиваемого связующего;
- 4 – введение в связующее ВСЭ-21 порообразователя – изопропилового спирта.

Для проведения исследований по изготовлению тест-образцов из углепластика с различным значением величины пористости, изготавливаемых по автоклавной технологии формования, использовали клеевой препрег на основе углеродной ткани ЭЛУР-П и клея ВК-36Р.

Как и при проведении исследований методом инфузии, изготовление образцов методом автоклавного формования с нулевой пористостью осуществляли без нарушения режимов формования. Для получения пористости в углепластике опробовали следующие способы:

- без внешнего давления;
- формование в термошкафу при снижении разрежения под вакуумным мешком до 0,03–0,05 ат.

Оценку получаемой пористости в отформованных образцах осуществляли металлографическим способом с использованием электронной микроскопии. Для этого отформованные образцы подвергали ультразвуковым исследованиям с построением *C*-сканов, по которым выбирали области с разными значениями величины амплитуды донного эхо-сигнала. Из этих областей вырезали фрагменты размером 15×20 мм и изготавливали шлифы. Полученные микрошлифы анализировали с помощью специальной программы – проводили расчет содержания пор в исследуемых образцах.

Ультразвуковые исследования проводили с использованием методик эхо-импульсного ультразвукового контроля с применением фазированных антенных решеток [12–15]. Определение объемных долей пористости и распределения пор по размерам проводили на металлографическом комплексе фирмы Leica при увеличении ×50 по специальной методике.

Результаты

Опробование способов получения пористости в образцах из углепластика, изготавливаемых методом инфузии

Исследования по получению пористости в образцах из углепластика, изготовленных методом инфузионного формования, изначально проводили с углепластиком на основе углеродной равноосной ткани УТ-900 и полимерного связующего ВСЭ-21. Поскольку данное связующее является гомогенным и не выделяет газы и другие летучие вещества, опробование получения пористости в образцах осуществляли по способам 1–3.

Сначала отформовали образец толщиной 6 мм (24 слоя наполнителя) без нарушения режимов формования, т. е. при атмосферном давлении 0,9 ат. Для исключения образования пористости вследствие наличия влаги в наполнителе, пакеты наполнителей просушивали в термошкафу. После формования образец размером 200×250 мм просканировали ультразвуковым методом с построением *C*-скана по донному эхо-сигналу. Результаты сканирования представлены на рисунке, *а*.

В соответствии с полученным *C*-сканом (см. рисунок, *а*), из образца вырезаны два фрагмента 1 и 2 с амплитудами донных эхо-сигналов 105 и 70% соответственно. После изготовления микрошлифов образцов и подсчета величины пористости в них установлено, что данные фрагменты содержат 0,65 и 0,7% объемной доли пор.

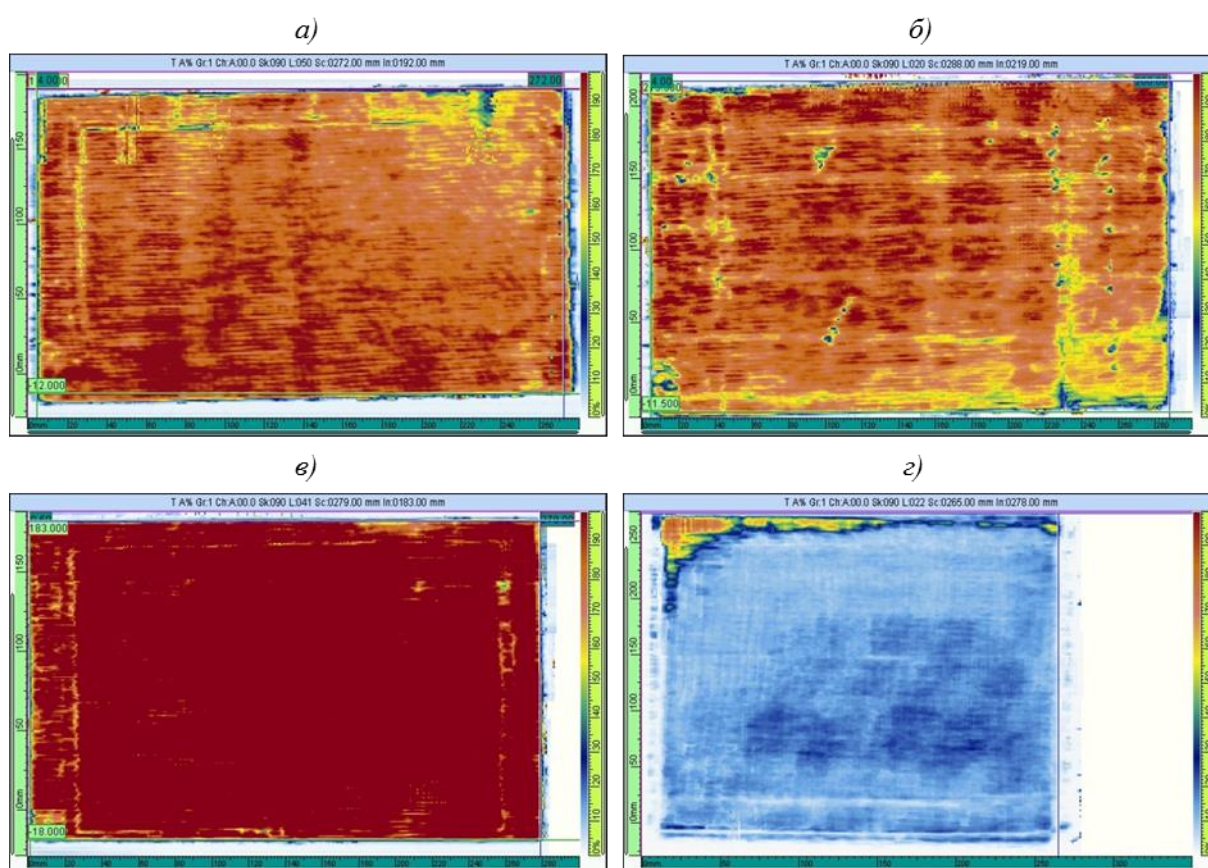
Отформованная плита методом инфузии по способу 1 также состояла из 24 слоев наполнителя. *C*-скан по донному эхо-сигналу плиты, изготовленной при атмосферном давлении 0,6–0,7 ат, представлен на рисунке, *б*. Видно, что амплитуды донных эхо-сигналов в образцах, полученных методом инфузии без нарушения режима формования и с вакуумным разрежением 0,6–0,7 ат, сопоставимы и пористость получается одинаковой при этих режимах формования. С целью подтверждения этой гипотезы из образца, полученного при вакуумном разрежении, вырезаны два фрагмента 1 и 2 (см. рисунок, *б*) с амплитудами донных эхо-сигналов 96 и 65% соответственно. Результаты подсчета пористости в вырезанных фрагментах, которая составила 0,4 и 0,6% объемной доли пор, подтвердили предположение.

Следующий способ получения пористости в углепластике УТ-900/ВСЭ-21 методом инфузии опробовали путем пропитки под вакуумом с закачиванием воздуха в канал для подачи связующего – способ 2. После формования по данному способу образец просканировали и получили *C*-скан по донному эхо-сигналу (см. рисунок, *в*). Видно, что результаты оказались неожиданными, поскольку предполагалось, что закачивание воздуха в связующее должно было обеспечить появление пор в образце. Амплитуды

донных эхо-сигналов во фрагментах 1 и 2 (см. рисунок, *в*) при замере составили 154 и 96% соответственно, измеренная пористость в обоих фрагментах равнялась нулю.

Дальнейшее опробование способов получения пористости в углепластике методом инфузии осуществляли с углепластиком на основе однонаправленной углеродной ленты ЭЛУР-П и связующего ВСЭ-21. Проведение исследований с углепластиком на другом наполнителе связано с тем, что при изготовлении деталей крыла самолета МС-21, которые формуются методом инфузии, используются однонаправленные углеродные наполнители.

Опробование способа 3 получения пористости в углепластике методом инфузии проводили путем изготовления плит размером 250×250 мм и толщиной 5 мм. Отформованный образец с подачей меньшего количества связующего при пропитке просканировали и получили *C*-скан по донному эхо-сигналу (см. рисунок, *з*). Результаты в виде *C*-скана показали, что образец при использовании инфузионного формования по способу 3 получился с пористостью. Амплитуды донных эхо-сигналов фрагментов 1 и 2 (см. рисунок, *з*) составили 13 и 5% соответственно. После измерения величины пористости в фрагментах показано, что образец действительно пористый, а величина объемной доли пор в фрагментах 1 и 2 составила 6,31 и 6,48%. Однако повторное формование образцов методом инфузии по способу 3 не дало в дальнейшем стабильных результатов. В углепластике часто появлялись непропитанные участки наполнителя, а образцы толщиной >6 мм и вовсе не пропитывались. Но технологи в данном случае объяснили это тем, что для пропитки углеродной ленты ЭЛУР-П не очень подходит связующее ВСЭ-21.



C-скан по донному эхо-сигналу образца из углепластика УТ-900/ВСЭ-21, отформованного методом инфузии с соблюдением режимов формования (*а*) и по способам 1 (*б*), 2 (*в*) и 3 (*з*)

Опробование способа 4 получения пористости в углепластике при инфузионном формовании проводили на образцах толщиной 3 и 5 мм. Способ 4 заключался в добавлении в связующее ВСЭ-21 порообразователя – изопропилового спирта. После формования образцов (как и в предыдущих случаях) их исследовали ультразвуковым методом с построением *C*-сканов образцов, которые имели вид, аналогичный виду на рисунке, 2, что свидетельствует о содержании пористости в образцах. По результатам определения фактической величины объемной доли пор металлографическим методом, пористость в образцах составила ~5%. При дальнейших опробованиях различные значения пористости при использовании данного способа получали путем варьирования количества добавляемого порообразователя в связующее. Данный способ в отличие от предыдущего давал более стабильные результаты.

Опробование способов получения пористости в образцах из углепластика, изготавливаемых методом автоклавного формования

Для получения близкой к нулю пористости на начальном этапе опробования способов получения пористости в углепластике при автоклавном формовании (как и при инфузии) изготовили образец по стандартному режиму, рекомендованному для этого типа препрегов. Для этого из клея ВК-36Р изготовили расплав клеевой массы (связующее ВСК-14-3). На установке «Фрегат» путем нанесения расплава клеевого связующего на антиадгезионную бумагу (подложку) из верхнего и нижнего клеенаносящих узлов с использованием систем обогреваемых валков и последующего двухстороннего дублирования угленополнителя с пленками клеевого связующего изготовили партию клеевого препрега КМКУ-3.150.Э0,1.

С использованием этого клеевого препрега методом автоклавного формования по стандартному режиму изготовили две плоские панели размером 250×250 мм с укладкой [0°/90°] и толщиной 5 и 8,6 мм. Из панелей вырезали образцы размером 15×20 мм для определения фактической величины объемной доли пор. Как и ожидалось, объемная доля пористости панелей, измеренная на образцах металлографическим методом, была очень мала (0,05%). Ультразвуковые исследования с построением *C*-скана донного эхосигнала показали низкое и равномерное по площади панелей затухание (вид *C*-сканов аналогичен виду, представленному на рисунке, а), а величины амплитуд донных эхосигналов составляли от 80 до 102%.

Для получения образцов с высокой (~4–5%) пористостью изготовили образцы (две плоские панели размером 250×250 мм с укладкой [0°/90°] и толщиной 5 и 8,6 мм) углепластиков методом автоклавного формования без применения внешнего давления.

Предполагалось, что отсутствие внешнего давления вызовет образование пор. Однако объемная доля пористости образцов, изготовленных вакуумным формованием, составила ноль. Аналогично образцам, полученным в автоклаве при соблюдении всех режимов, исследования с построением *C*-скана донного сигнала показали низкое и равномерное по площади панелей затухание ультразвука на частоте 5 МГц (*C*-сканы – аналогичны представленному на рисунке, а).

Для получения необходимой объемной доли пористости углепластика при автоклавном формовании опробовали способ с применением вакуумного мешка. Для этого провели корректировку стандартных режимов формования и снизили разрежение под вакуумным мешком до 0,03–0,05 ат.

При формовании образца со снижением разрежения под вакуумным мешком до 0,03 ат при ультразвуковом исследовании образца донный эхо-сигнал по всему образцу сливался со структурным шумом материала (сильно затухал), при формовании образца с разрежением до 0,05 ат амплитуда донного эхо-сигнала по всему образцу составляла 8–12%, что свидетельствует о наличии высокой пористости в получаемых таким

способом образцах. Результаты металлографических исследований показали, что в образцах объемные доли пор составляют от 4,07 до 5,38% и от 3,77 до 4,32% соответственно для величин давления 0,03 и 0,05 ат. При дальнейших опробованиях формования по этому способу путем варьирования разрежения под вакуумным мешком удавалось получать пористость в образцах в диапазоне от 0 до 5–6%.

Обсуждение и заключения

Проведение опробования способов получения тест-образцов из углепластика с содержанием различной пористости для дальнейших испытаний и установления корреляции между пористостью и информативными параметрами неразрушающего контроля показало, что для инфузионного формования образцов из углепластика наилучшими способами варьирования величины объемной доли пор в образцах является добавление порообразователей в связующее. В данном случае при использовании наполнителя из углеродной ленты ЭЛУР-П в связующее ВСЭ-21 необходимо добавлять изопропиловый спирт. Еще одним способом получения пор в углепластике методом инфузии является уменьшение количества закачиваемого связующего, однако данный способ является нестабильным и зависит от многих факторов. При автоклавном формовании для получения пористости в углепластике можно использовать снижение разрежения под вакуумным мешком до 0,03–0,05 ат.

ЛИТЕРАТУРА

1. 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. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // *Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2002*. М., 2002. С. 23–47.
3. Каблов Е.Н. Конструкционные и функциональные материалы – основа экономического и научно-технического развития России // *Вопросы материаловедения*. 2006. №1. С. 64–67.
4. Меркулова Ю.И., Мухаметов Р.Р. Низковязкое эпоксидное связующее для переработки методом вакуумной инфузии // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №1. С. 39–41. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-1-39-41.
5. 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.
6. Душин М.И., Хрульков А.В., Платонов А.А., Ахмадиева К.Р. Безавтоклавное формование углепластиков на основе препрегов, полученных по растворной технологии // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №2. С. 43–48.
7. Lin L., Luo M., Tian H.T., Li X.M., Guo G.P. Experimental investigation on porosity of carbon fiber-reinforced composite using ultrasonic attenuation coefficient // *17th World Conference on Nondestructive Testing*. Shanghai, China. October 25–28, 2008. URL: <http://www.ndt.net/article/wcndt2008/papers/222.pdf> (дата обращения: 11.07.2016).
8. Daniel I.M., Wooh S.C., Komsky I. Quantitative Porosity Characterization of Composite Materials by Means of Ultrasonic Attenuation Measurements // *Journal of Nondestructive, Evaluation*. 1992. Vol. 1L. No. L. URL: <http://link.springer.com/article/10.1007/BF00566012> (дата обращения: 11.07.2016).
9. Ding S., Jin S., Luo Z., Liu H., Chen J., Lin L. Investigations on relationship between porosity and ultrasonic attenuation efficient in CFRP laminates based on RMVM // *7th International Symposium on NDT in Aerospace*. Mo.5.A.1. URL: <https://www.ndt-aerospace.com/Portals/aerospace2015/BB/mo5a1.pdf> (дата обращения: 11.07.2016).

10. Dominguez N., Mascaro B. Ultrasonic Non-Destructive Inspection of Localised Porosity in Composite Materials // ECNDT. 2006. Tu.2.1.4. URL: <https://www.ndt-aerospace.com/Portals/aerospace2015/BB/mo5a1.pdf> (дата обращения: 11.07.2016).
11. Hillger W., Elze S. Determination of porosity in aerospace structures by ultrasonic pulse echo technique // 8 th ECNDT. Barcelona. 2002. URL: http://www.dlr.de/fa/Portaldata/17/Resources/dokumente/institut/2002/u2002_2.pdf (дата обращения: 11.07.2016).
12. Бойчук А.С. Неразрушающий контроль деталей и конструкций авиационной техники из полимерных композиционных материалов при использовании ультразвуковых фазированных решеток // Тез. докл. 19-й Всерос. науч.-технич. конф. по неразрушающему контролю и технической диагностике. Самара, 2011. С. 289–291.
13. Бойчук А.С., Генералов А.С., Далин М.А., Степанов А.В. Контроль технологических и эксплуатационных нарушений плоскости плоских панелей из полимерных композиционных материалов при использовании ультразвуковых фазированных решеток // Тез. докл. Всерос. конференции по испытаниям и исследованиям материалов «ТестМат 2012». М.: ВИАМ, 2012. С. 6.
14. Бойчук А.С., Генералов А.С., Степанов А.В. Юхацкова О.В. Неразрушающий контроль ПКМ с использованием ультразвуковых фазированных решеток // Промышленные АСУ и контроллеры. 2013. №2. С. 54–58.
15. Бойчук А.С., Степанов А.В., Косарина Е.И., Генералов А.С. Применение технологии ультразвуковых фазированных решеток в неразрушающем контроле деталей и конструкций авиационной техники, изготавливаемых из ПКМ // Авиационные материалы и технологии. 2013. №2. С. 41–46.