

В.И. Постнов, К.Е. Никитин,
В.И. Петухов, О.Л. Бурхан, В.Г. Орзаев

МЕТОД И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛИПКОСТИ ПРЕПРЕГОВ

Описан метод и лабораторная установка для определения липкости препрегов, которая (установка) позволяет исследовать липкость препрегов на основе различных полимерных связующих в широком диапазоне температур. Приведены результаты исследований липкости препрегов из стеклоткани, углеренты, органоткани на связующих ЭДТ-69Н, ФПР-520, ВСО-200 и 5-211Б в интервале температур от 22 до 60 °С.

Ключевые слова: липкость препрегов.

Промышленные препреги – это армирующие материалы, пропитанные определенным количеством связующего, равномерно распределенного по их поверхности. Процесс изготовления препрегов должен гарантировать их физические и технологические свойства. Стандарты, регламентирующие контроль качества препрегов, включают в себя определение следующих показателей: содержание смолы и летучих продуктов; липкость, т. е. величину, характеризующую качество адгезии; текучесть – количество смолы, которое можно выдавить из стандартного образца при его отверждении между плитами пресса; время гелеобразования – отрезок времени, в течение которого стандартный образец должен находиться между нагретыми плитами пресса до полного прекращения прилипания смолы к эталонному материалу [1]. Из перечисленных показателей, определяемых при входном контроле, мало изучен метод определения величины липкости препрегов.

Липкость – это способность адгезива образовывать соединения при контакте с субстратом [2, 3]. Количественно липкость характеризуется удельной силой отрыва или сдвига и зависит от природы, физико-химического состояния связующего, также от условий контактирования. Контроль липкости как адгезионной характеристики необходим для облегчения послойной укладки препрега. Количественно величина липкости препрега зависит от содержания и вида связующего, содержания летучих продуктов, степени подготовки препрега, температуры и влажности в помещении [1]. В некоторых случаях липкость повышается при перераспределении композиции смолы или введении в нее новых добавок. Уровень липкости должен обеспечивать прилипание препрега к подготовленной поверхности выклеочной формы или выложенным слоям препрега при послойной их выкладке, и в то же время должно обеспечиваться удаление разделительной пленки без потери связующего с поверхности препрега.

Методы измерения адгезии основаны на определении приложенного внешнего усилия, под действием которого в адгезионном соединении возникают нормальные и тангенциальные напряжения, приводящие к разрушению соединения. Эти методы испытаний можно классифицировать по способу нарушения адгезионной связи: неравномерный отрыв, равномерный отрыв и сдвиг. Разрушающие методы могут быть статическими и динамическими. Однако следует иметь в виду, что не существует методов, при использовании которых напряжения распределялись бы действительно равномерно и представляли бы собой сдвиг или отрыв в чистом виде. Поэтому такая классификация весьма условна.

Вследствие того что препрег – это тканый наполнитель, пропитанный связующим, не имеющий жесткости и способный вытягиваться при приложении продольной нагрузки, применение методов неравномерного отрыва и сдвига весьма затруднительно без дополнительных приспособлений, способных армировать испытуемый препрег. Это

обстоятельство несколько затрудняет автоматизацию процесса определения липкости препрега. В связи с этим для определения липкости препрега за основу выбран метод равномерного отрыва адгезива от субстрата.

Разработанная методика измерения липкости препрегов основана на измерении силы равномерного отрыва круглых образцов препрега (адгезив) диаметром 2 см от разделительной пленки (субстрат). Испытуемый материал (адгезив) закрепляется на специальном вертикально перемещающемся штоке, субстрат – на неподвижном столике, при этом регулируется сила и интервал времени предварительного прижима исследуемого образца к субстрату. Измерение липкости препрега возможно производить при различных температурах в диапазоне от 20 до 60°C.

Для реализации этой методики разработана специальная установка ИЛП (рис. 1), которая включает в себя систему нагружения, силоизмеритель, устройство термостатирования и прибор, регистрирующий усилие отрыва адгезива от субстрата. Измерение липкости производится следующим образом: исследуемый препрег закрепляется на специальном столике и помещается в термостат, разогревается до определенной температуры, и через определенный интервал времени определяется сила отрыва контактирующей поверхности от препрега. Процесс отрыва происходит с одинаковой скоростью при постоянном прижимном усилии контактирующих поверхностей.

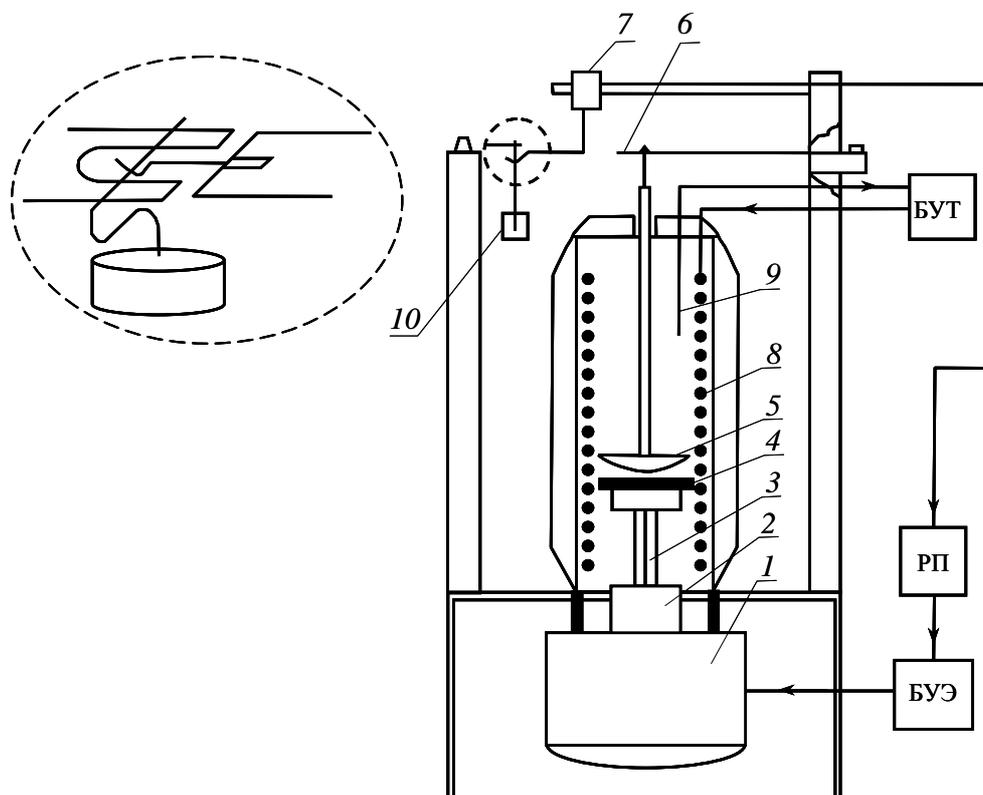


Рис. 1. Структурная схема установки ИЛП:

1 – электродвигатель; 2 – редуктор; 3 – стержень; 4 – столик с образцом; 5 – контактная поверхность; 6 – упругая стальная пластина; 7 – индукционный измеритель линейных перемещений; 8 – нагревательный элемент; 9 – терморезистор; 10 – дополнительные грузы; БУЭ – блок управления электродвигателем; РП – регистрирующий прибор; БУТ – блок управления термостатом

Контактная поверхность – это полипропиленовая пленка (толщиной 0,4 мм), отформованная в виде усеченной сферы и приклеенная с помощью герметика по периметру к круглой пластине из титанового сплава ВТЗ (толщиной 0,4 мм). Внутреннее пространство между ними заполнено демпфирующим слоем из мелкоячеистого полиуретана. Радиус кривизны сферической выпуклой поверхности выбран из следующего соотношения:

$$r/R \leq 0,8,$$

где r – радиус пластины из титанового сплава; R – радиус кривизны контактной поверхности.

Это необходимое условие для создания постоянной области соприкосновения контактирующих поверхностей при различных прижимных усилиях. Кроме того, такая конструкция создает хороший контакт с испытуемым материалом и уменьшает влияние явления смачивания, в результате чего отрыв происходит по механизму симметричного отслаивания [4].

Для изучения процесса отрыва адгезива от субстрата в контактную поверхность 5 (см. рис. 1) вмонтирован датчик акустической эмиссии вязкого контактного разрыва субстрат–адгезив (рис. 2).

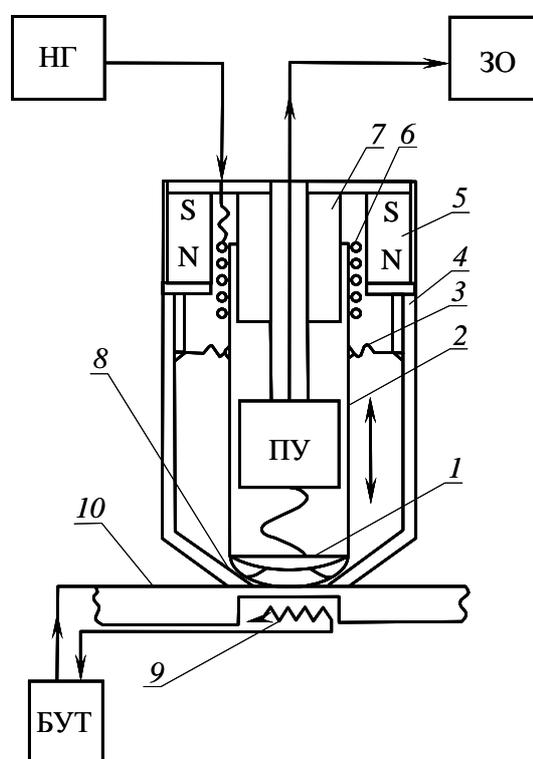


Рис. 2. Датчик акустической эмиссии:

1 – пьезоэлемент; 2 – подвижная гильза; 3 – упругоэластичная диафрагма; 4 – корпус датчика; 5 – постоянный магнит; 6 – катушка; 7 – полюсный наконечник; 8 – термопара; 9 – нагревательный элемент (термостат); 10 – испытуемый материал; НГ – низкочастотный генератор; ЗО – запоминающий осциллограф; ПУ – предварительный усилитель; БУТ – блок управления термостатом

Сигналы датчика акустической эмиссии, полученные при отрыве контактной поверхности от препрега, соответствуют значениям усилия отслаивания в относительных единицах в зависимости от температуры измерений. При этом датчик однозначно фиксирует момент отрыва контактной поверхности от препрега с изменением уровня сигнала при изменении температуры испытаний.

Как видно на рис. 3, наличие демпфирующего слоя 2, расположенного между пьезоэлементом 1 и контактной поверхностью 3, изготовленной из полипропиленовой пленки, выполняет двойную функцию: создает хороший контакт без разрушения структуры армирующего материала, а при отрыве – постепенно меняющееся усилие разрыва контакта, одновременно являясь звукопроводом акустических сигналов происходящего

процесса. Следует учесть, что волны, проходя через материал, имеющий собственный соизмеримый релаксационный спектр частот, видоизменяются из-за нелинейных свойств демпфера и попадают на поверхность пьезодатчика в виде суммарно-разностного частотного сигнала (акустическое гетеродинирование). Затухание таких волн гораздо меньше, чем затухание исходных, что дает некоторое преимущество при регистрации слабых взаимодействий.

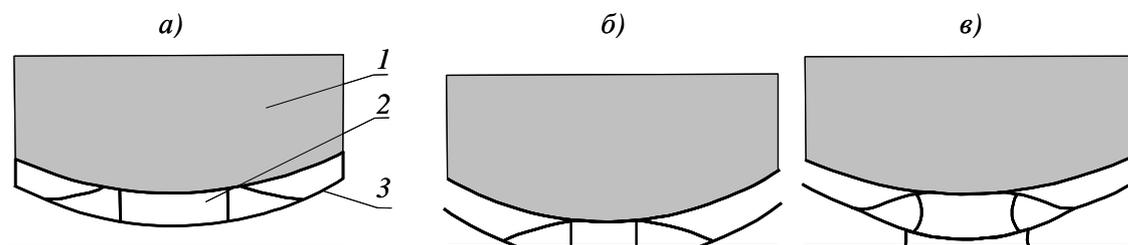


Рис. 3. Характер изменения формы поверхности датчика в динамическом режиме измерения:

a – свободное состояние (*1* – пьезоэлемент; *2* – демпфирующий слой; *3* – контактная поверхность); *б* – контакт; *в* – отрыв

Изучая кинетику отрыва контактной поверхности от препрега, имеющего одну и ту же матричную основу, можно заметить, что вид кривой мало зависит от природы армирующего наполнителя (рис. 4) и вносит вклад только количественный параметр липкости. Характер перегиба для препрегов на связующем ЭДТ-69Н указывает на наличие двух механизмов межмолекулярного взаимодействия. При определенных температурных условиях разрыв связей вначале происходит в слабых звеньях (выдергивание «пучков» молекул с малой молекулярной массой и большой подвижностью), затем вклад вносит процесс отрыва укрупненных кинетических единиц ингредиентов связующего, что указывает на многокомпонентность структуры связующего ЭДТ-69Н.

Немаловажное влияние на количественную характеристику значения липкости оказывает предыстория получения полуфабриката. Например, препрег стеклоткань–расплав ЭДТ-69Н имеет более высокое значение липкости в сравнении с препрегом, полученным из раствора связующего (рис. 5), при этом характер поведения кинетических кривых липкости не меняется.

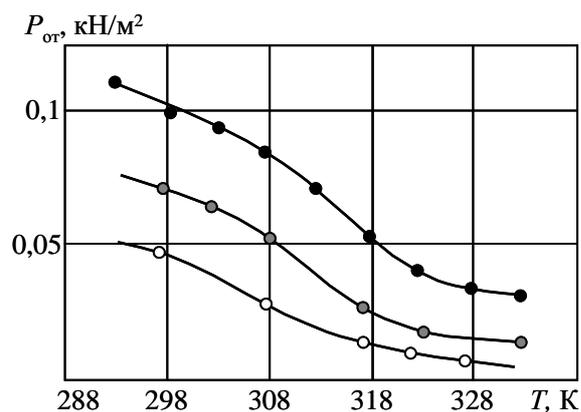


Рис. 4. Температурная зависимость липкости препрега на основе ЭДТ-69Н:

● – углерента ЛУП 0,1; ○ – СВМ;
○ – стеклоткань А2

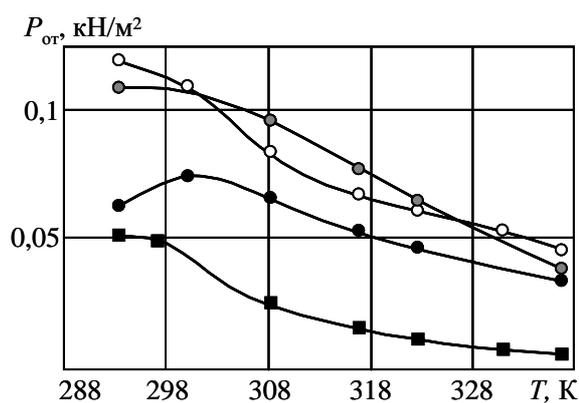


Рис. 5. Температурная зависимость липкости препрега из стеклоткани А2 на основе связующего ЭДТ-69Н:

○ – расплав связующего; ■ – раствор связующего; ○ – после УФ облучения; ● – после обработки парами ацетона

При внешней обработке препрегов парами ацетона и ультрафиолетовым облучением (УФ) начинают проявляться поверхностные свойства испытуемого материала: миграционные явления в присутствии растворителя, структурирование поверхностного слоя под действием УФ облучения. Это подтверждается изменением энергии активации вязкого разрыва адгезив-субстрат. Различие реологических свойств матричной основы препрега наглядно видно на рис. 6, где кривые изменения липкости препрега от температуры для каждого связующего имеют свою форму.

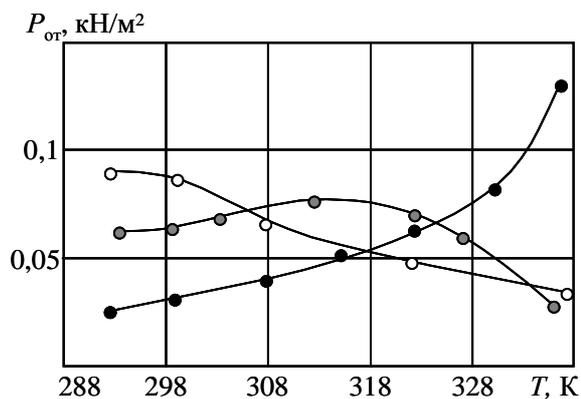


Рис. 6. Температурная зависимость липкости препрега из стеклоткани А2 на различной матричной основе:

● – ФПР-520; ○ – ВСО-200; ◐ – 5-211Б

На основании приведенных результатов можно сделать вывод, что предлагаемые методика и установка позволяют проводить исследования липкости широкого спектра препрегов, изготовленных из различных наполнителей и полимерных связующих.

ЛИТЕРАТУРА

1. Справочник по композиционным материалам. /Под ред. Дж. Любина. М.: Машиностроение. 1988. 580 с.
2. Липатов Ю.С., Веселовский Д.А., Значков Ю.К. //ДАН СССР. 1978. Т. 238. №1. С. 174–176.
3. А.с. 1716398 //Бюл. 1992. №8.
4. Павлов В.И., Галич В.Д., Веселовский Р.А. Повышение точности определения прочности сцепления эластичных материалов с подложкой //Заводская лаборатория. 1989. №3. С. 40–47.