



Seventh Framework Programme
Marie Curie Action "International Research Staff
Exchange Scheme"

ИЭС им. Е. О. Патона,
г. Киев, Украина

Протокол испытаний композитного материала и его составляющих

Содержание

1. Материал армирующего элемента и связующего	стр. 2
2. Подготовка образцов композитного материала на растяжение	4
3. Результаты испытаний композитного материала	6
4. Испытание на растяжение ровинга	12
5. Сопоставление результатов испытания ровинга и композитного материала	15
6. Дополнительные исследования материала	16
7. Свойства заполнителя дефекта	18
8. Перечень ссылок	18

1. Материал армирующего элемента и связующего

В качестве армирующего элемента используется прямой ровинг (рис. 1) из стекловолокна ЕС 10 1680Н-У10(168) [2], в качестве заполнителя - эпоксидное связующее марки КДА-ХИ [1]. Здесь, и далее в тексте протокола, ровинг - отдельная прядь стекловолокна, состоящая из ~1200 элементарных нитей.

Таблица 1. Результаты испытания ровинга ЕС 10 1680Н¹⁾

№	Параметр	ЕС 10 1680Н-У10(168) ³⁾	ЕС 10 1680Н-У11(168)
1	Линейная плотность, текс	1760	1748
2	Влажность, %	0,02	0,02
3	Содержание веществ, удаляемых при прокаливании, %	1,0	0,81
4	Удельная разрывная нагрузка, мН/текс ²⁾	599,1	653,4

Примечания:

¹⁾ Испытания проведены 28.04.2005 испытательным центром ОАО «Объединение стеклопластик» согласно [4, 5]. Для намотки использован ровинг ЕС 10 1680Н на замасливателе У10, результаты испытания ровинга на замасливателе У11 приведены в качестве справочных;

²⁾ 1текс = 1гр/1км;

³⁾ Обозначение ровинга согласно [2]: Е - стекло общего назначения, (алюмоборосиликатное или магнезиально-алюмосиликатное); С - непрерывная нить; 10 - номинальный диаметр элементарной нити, мкм; 1680 - номинальная линейная плотность, текс; Н - для намотки; У10 замасливатель; 168 линейная плотность комплексных нитей, текс.



Рис. 1. Ровинг, используемый в качестве армирующего элемента: а - ровинг, уложенный в бобину; б - поперечное сечение ровинга; в - конец ровинга в свободном состоянии.

Согласно [2] удельная разрывная нагрузка ровинга для намотки из стекла типа Е не менее: 396 мН/текс (40 гс/текс).

Теоретическая разрывная нагрузка рассчитывается как произведение линейной плотности на удельную разрывную нагрузку:

У10: $1760 \times 599,1 = 1054416$ мН = 1054,416 Н = 107,5205 кгс.

У11: $1748 \times 653,4 = 1143891$ мН = 1143,891 Н = 116,6444 кгс.

Таблица 2. Характеристики эпоксидного связующего КДА-ХИ согласно сертификату¹⁾

№	Наименование показателя	Согласно [1]	Фактически
1	Внешний вид	Однородная жидкость средней вязкости от светло-желтого до светло-коричневого цвета без механических включений и сгустков.	
2	Условная вязкость по вискозиметру ВЗ-246 (диаметр сопла 6 мм) при 25 ± 2 °С, мин	0,5 - 2,0	0,1
3	Время гелеобразования в массе 2 гр, с, в пределах при 180 ± 2 °С или при 160 ± 2 °С	50 - 105 80 - 120	94

Примечание:

¹⁾ Дата изготовления 7.04.2005, гарантийный срок хранения - 12 мес.

Информация изготовителя (НПП «Синтез», г. Донецк) о прочностных характеристиках полимерной матрицы связующего КДА-ХИ после стандартного режима отверждения ($100..180$ °С в течение 2-х час), предоставленная дополнительно:

- предел прочности при изгибе - 90...110 МПа;
- предел прочности при растяжении - 75...80 МПа;
- ударная вязкость – 5...10 КДж/мм²;
- относительное удлинение - 5,5...8 %.

Дополнительная информация.

- при намотке бандажа на цилиндрическую трубу, размеры поперечного сечения ровинга, обычно принимают: $3 \times 0,3$ мм;
- при намотке на трубу диаметром 320 мм, плотность заполнения составляла 0,7...0,72;
- при усилии натяжения ровинга >5 кгс происходит разрыв некоторых элементарных нитей;
- плотность заполнения определяется как отношение веса стекла, после температурного удаления связующего при температуре $400..450$ °С в течении 2...3 часов, к первоначальному весу вырезанного из бандажа элемента;
- полимеризация материала бандажа после его установки, осуществляется при температуре $120..180$ °С. При таких же температурах происходила и полимеризация петель.

2. Подготовка образцов композитного материала на растяжение

Для определения механических свойств композиционного материала изготавливались петлеобразные образцы, состоявшие из двух ветвей, а и б (рис. 2, 3). Петли формировались при намотке ровинга, пропитываемого эпоксидным связующим, на специальную оснастку (рис. 2а, 2д). Укладка ровинга осуществлялась с предварительным натяжением (Табл. 3).

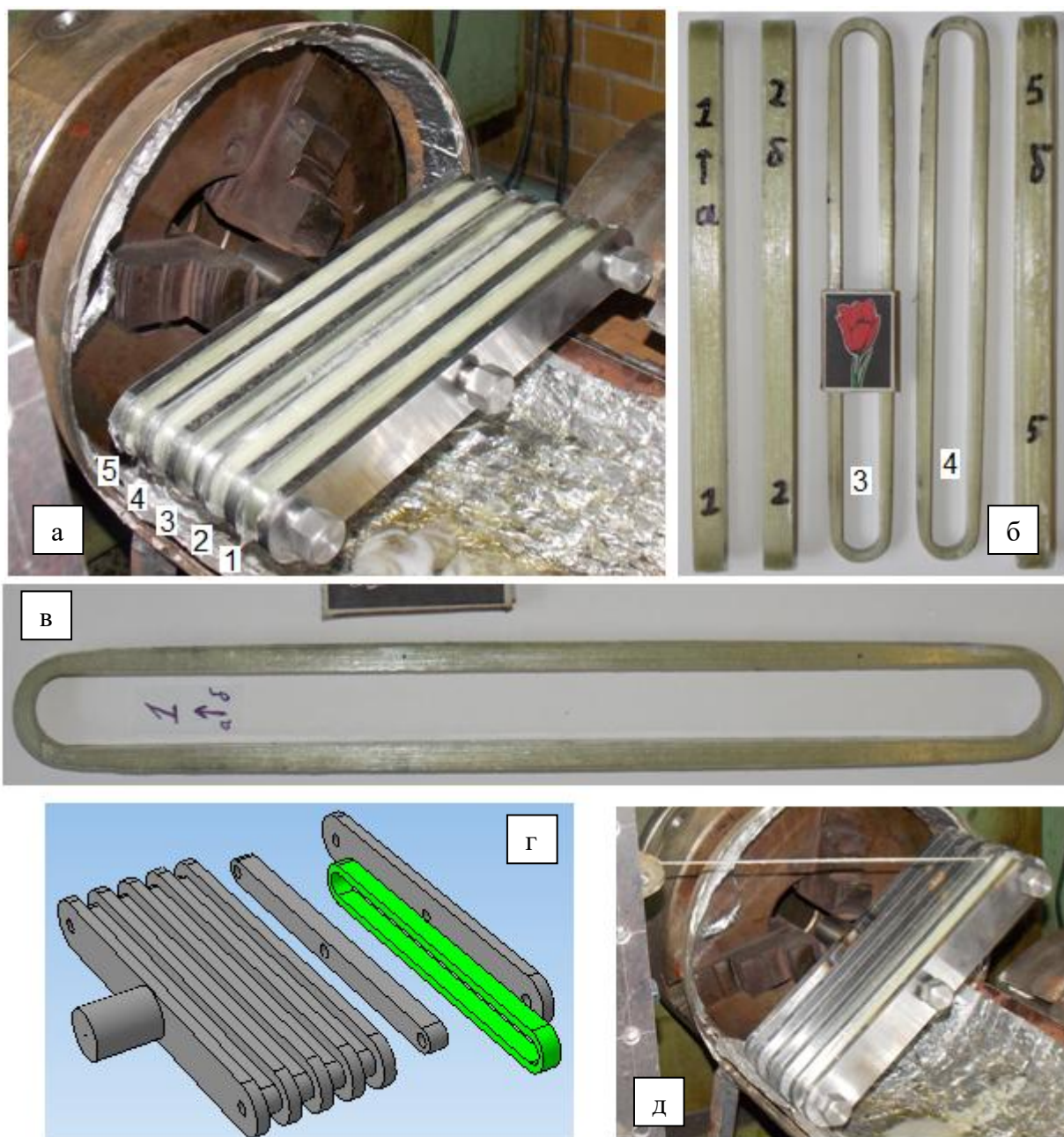


Рис. 2. Подготовка образцов на растяжение: а - петли 1...5, намотанные на оснастку; б - образцы П1...П5 перед испытанием; в - образец П1; г - модель оснастки; д - намотка петель на оснастку, закрепленную в токарном станке.

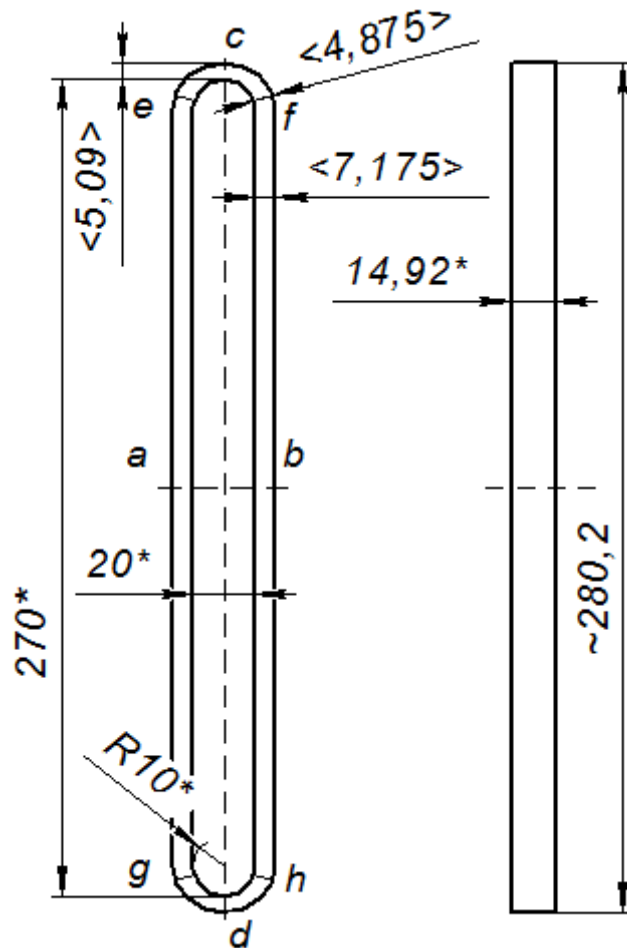


Рис. 3. Геометрические размеры образца на растяжение: * - размеры, одинаковые для всех образцов; < > - средние размеры; a, b, c, d, e, f, g, h - характерные участки образца.

Таблица 3. Характерные особенности образцов на растяжение.

Образец	П1	П2	П3	П4	П5	Среднее		
¹⁾ Предварительное натяжение ровинга, N_1 , кгс	2	4	3	3,5	0,1	2,5		
²⁾ Число витков ровинга	80	80	80	80	75	79		
Ширина участка ориентировочная, мм	a	7,3	6,8	6,7	7,0	8,0	7,2	
	b	7,1	6,8	6,5	7,0	8,6		
	c	4,9	5,1	5,3	4,9	5,2		5,1
	d	4,9	5,0	4,9	5,2	5,5		
	Место закругления	e	4,8	4,6	4,8	5,0	5,0	4,9
		g	4,9	4,7	4,7	4,9	5,0	
		f	4,9	4,7	5	4,8	5,0	
		h	4,9	4,6	4,7	5,0	5,5	
Место разрушения петли	g	f	e	e	g			

Примечания:

¹⁾ среднее значение натяжения, амплитуда колебаний при намотке $\pm 1,5$ кгс;

²⁾ Число витков может отличаться от указанного на ± 3 .

3. Результаты испытаний композитного материала



Рис. 4. Испытание на растяжение: а - испытательная машина Instron 8802; б – образец в захватах; в - экстензометр Vi axial 2620-614; г, д, е, ж, з, и - особенности разрушения петель.

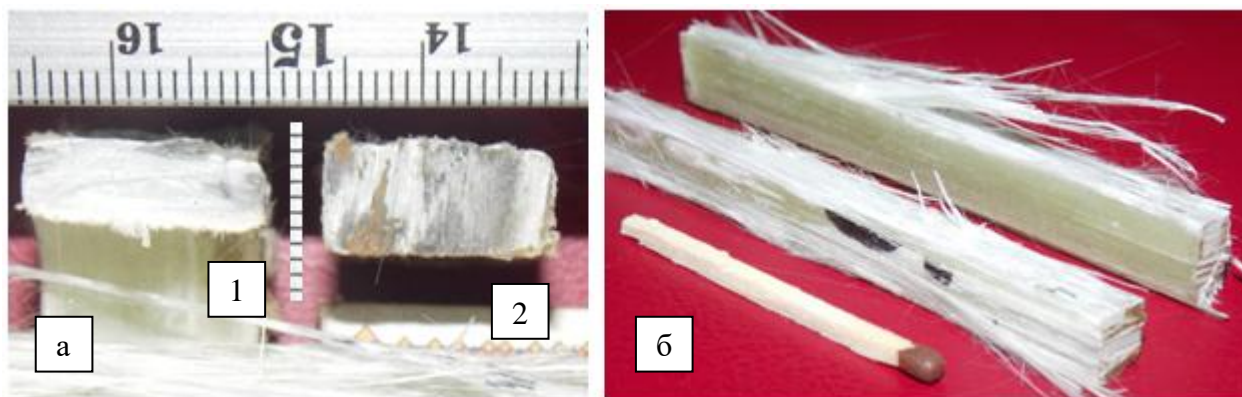


Рис. 5. Элементы образца П4 после разрушения: а - поперечное сечение (1 - на участке с, 2 - на участке, а, (см. рис. 3); б - продольное расщепление ветви, а (см. рис. 3).

Таблица 4. Результаты испытаний на растяжение¹⁾.

Образец	П1	П2	П3	П4 ³⁾	П5	Среднее
Усилие разрушения, кН	95,28	101,23	99,19	96,04	99,87	98,32
Макс. деформация, %	1,36	1,44	1,59	1,39	1,58	1,47
Коэффициент Пуассона, μ	0,179	0,196	0,164	-	0,147	0,172
²⁾ Модуль Юнга, Е, МПа	32721	34645	31673	33079	25518	31527
²⁾ Предел прочности, МПа	445,0	498,9	503,6	459,8	403,2	462,1

Примечания:

- 1) При измерениях экстензометром продольная и поперечная база составляла - 25 мм и 15 мм, соответственно. Температура испытаний +20 °С. Скорость деформирования 10 мм/мин.
- 2) При расчете механических характеристик использована, в запас прочности, толщина в средней части петли;
- 3) Во время испытания произошел сдвиг тензомера.

На рис. 6 в качестве примера приведены данные по растяжению образца П2

Из рис. 6г видно, что усилие F_1 , приходящееся на один ровинг, практически пропорционально продольной деформации, поэтому после снятия экстензомера деформацию разрушения можно найти из линейного продолжения зависимости до предельной нагрузки на один ровинг.

Обобщенные данные о результатах испытаний образцов П1...П5, приведенные к усилию на 1 ровинг, представлены на рис. 7.

Следует заметить, что зависимости усилия разрушения и предельной деформации от величины предварительного натяжения ровинга не обнаружено (рис. 8).

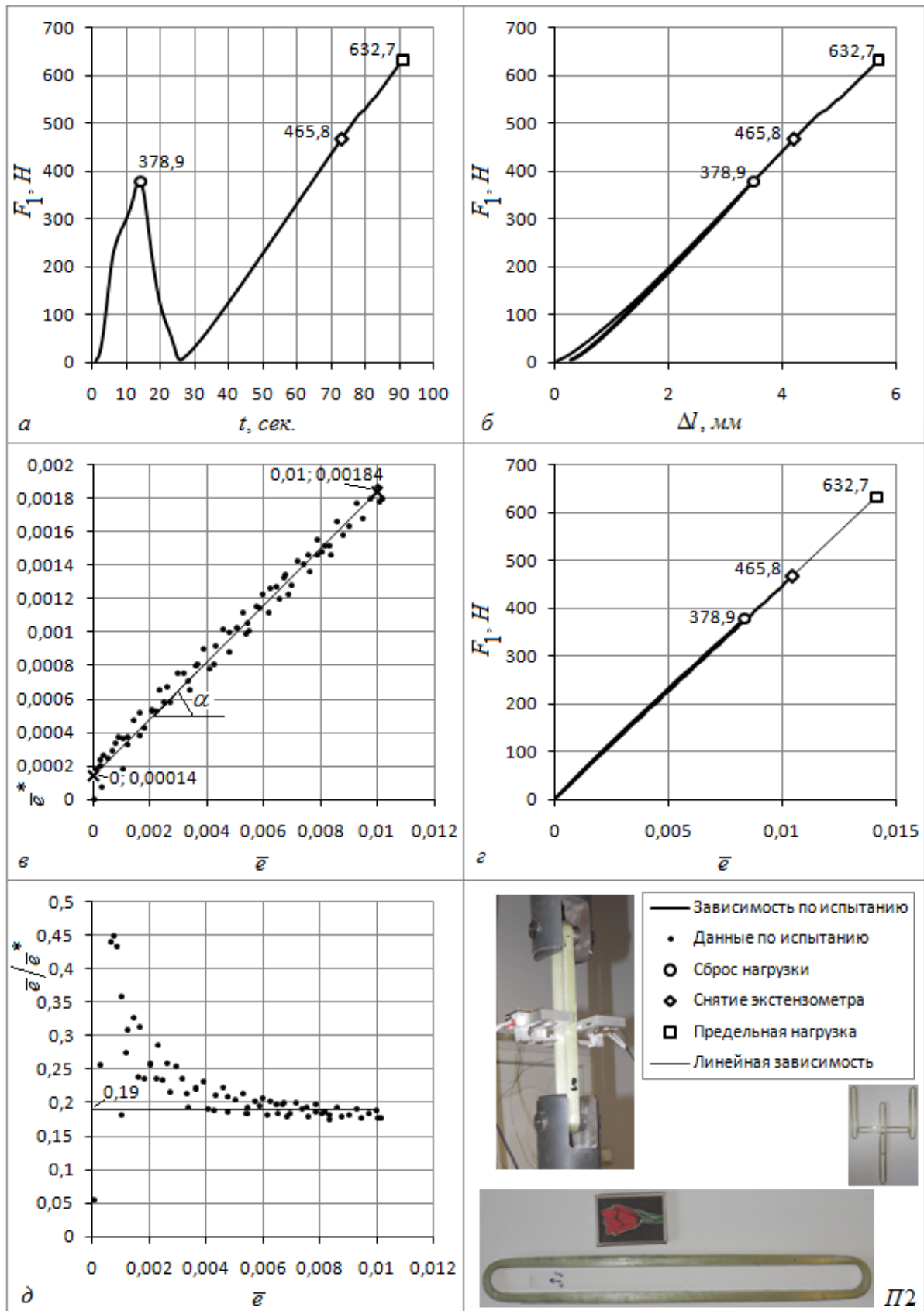


Рис. 6. Растяжение образца П2: а, б, г - зависимость усилия, приходящегося на 1 ровинг (F_1) от времени (t), перемещения захватов (Δl) и деформации ($\bar{\epsilon}$), соответственно; в, д - поперечная деформации ($\bar{\epsilon}^*$) и отношение ($\bar{\epsilon} / \bar{\epsilon}^*$) в зависимости от продольной деформации ($\bar{\epsilon}$).

После сброса предварительной нагрузки и повторном нагружении вплоть до разрушения, зависимость усилия приходящегося на 1 ролинг, практически пропорциональна времени нагружения и перемещению в захватах, (см. рис. 6а, 6б). Зависимость перемещения захватов от времени для разных участков - задаваемая константа. Зависимости деформации от времени нагружения, и от перемещения в захватах, подобны зависимостям усилия приходящегося на один ролинг от тех же параметров.

Из рис. 6г видно, что усилие приходящееся на один ролинг, практически пропорционально продольной деформации, поэтому после снятия экстензогра деформацию разрушения можно найти из линейного продолжения зависимости до предельной нагрузки на один ролинг.

Таблица 5. Значения характеристик: продольной деформации $\bar{\epsilon}$, усилия на 1 ролинг F_1 и параметра $E_1 = \frac{F_1}{\bar{\epsilon}}$, в процессе нагружения.

Образец	Сброс нагрузки			Снятие экстензогра			Разрушение	
	$\bar{\epsilon}$	F_1, H	E_1, H	$\bar{\epsilon}$	F_1, H	E_1, H	$\bar{\epsilon}_{\max} \text{ расч.}$	$F_{1\max}, H$
П1	0,008453	380,8705	45057,44	0,010409	465,1008	44681,88	0,013328	595,5324
П2	0,008336	378,9419	45458,48	0,010417	465,8148	44714,94	0,01415	632,7281
П3	0,00835	357,5832	42824,34	0,010496	450,6579	42937,59	0,014439	619,9876
П4	0,008488	427,4154	50355,25	0,011518	556,4347	48308,12	0,012426	600,2789
П5	0,010759	449,5257	41781,36	0,015899	665,8315	41877,96	0,015899	665,8315
Среднее	0,008877	398,8673	45095,37	0,011748	520,7679	44504,1	0,014049	622,8717

Примечания: $F_{1\max}$ - усилие разрушения из расчета на 1 ролинг; $\bar{\epsilon}_{\max} \text{ расч.}$ - расчетное значение предельной деформации; значение E_1 при разрушении такое же, как и при снятии экстензогра.

Таблица 6. Некоторые уточненные данные при испытании на растяжение.

Образец	Усилие разрушения петли, Н	Отношение $ \bar{\epsilon}_*/\bar{\epsilon} $ при $\bar{\epsilon} \gg 0$ (см. рис. 6д)	
			Тангенс угла α (см. рис. 6в)
П1	95285,18	0,18	0,18
П2	101236,5	0,19	0,17
П3	99198,01	0,17	0,17
П4	96044,63	-	-
П5	99874,73	0,15	0,15
среднее	98327,81	0,173	0,168

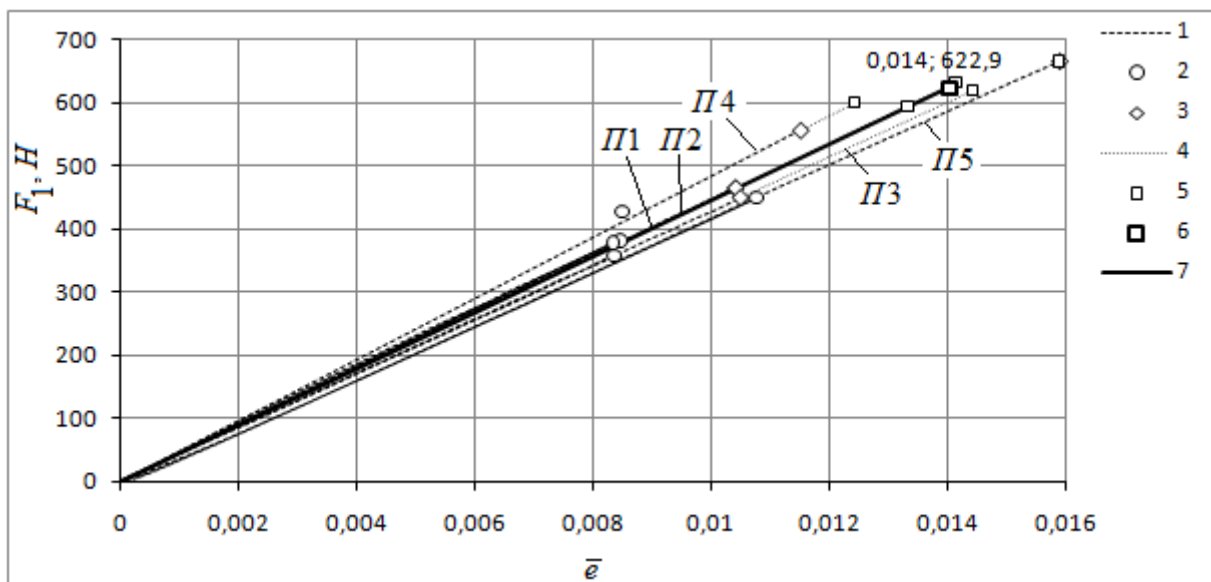


Рис. 7. Диаграмма растяжения 1 ровинга в составе образцов П1...П5: 1- согласно экстензомеру; 2 - сброс нагрузки; 3 - снятие экстензомера; 4 - линейное продолжение из условия пропорциональности; 5 - предельные значения усилия F_1 и деформации $\bar{\epsilon}$ при разрушении; 6 - среднее максимальное значение; 7 - усредненная зависимость усилия F_1 от деформации.

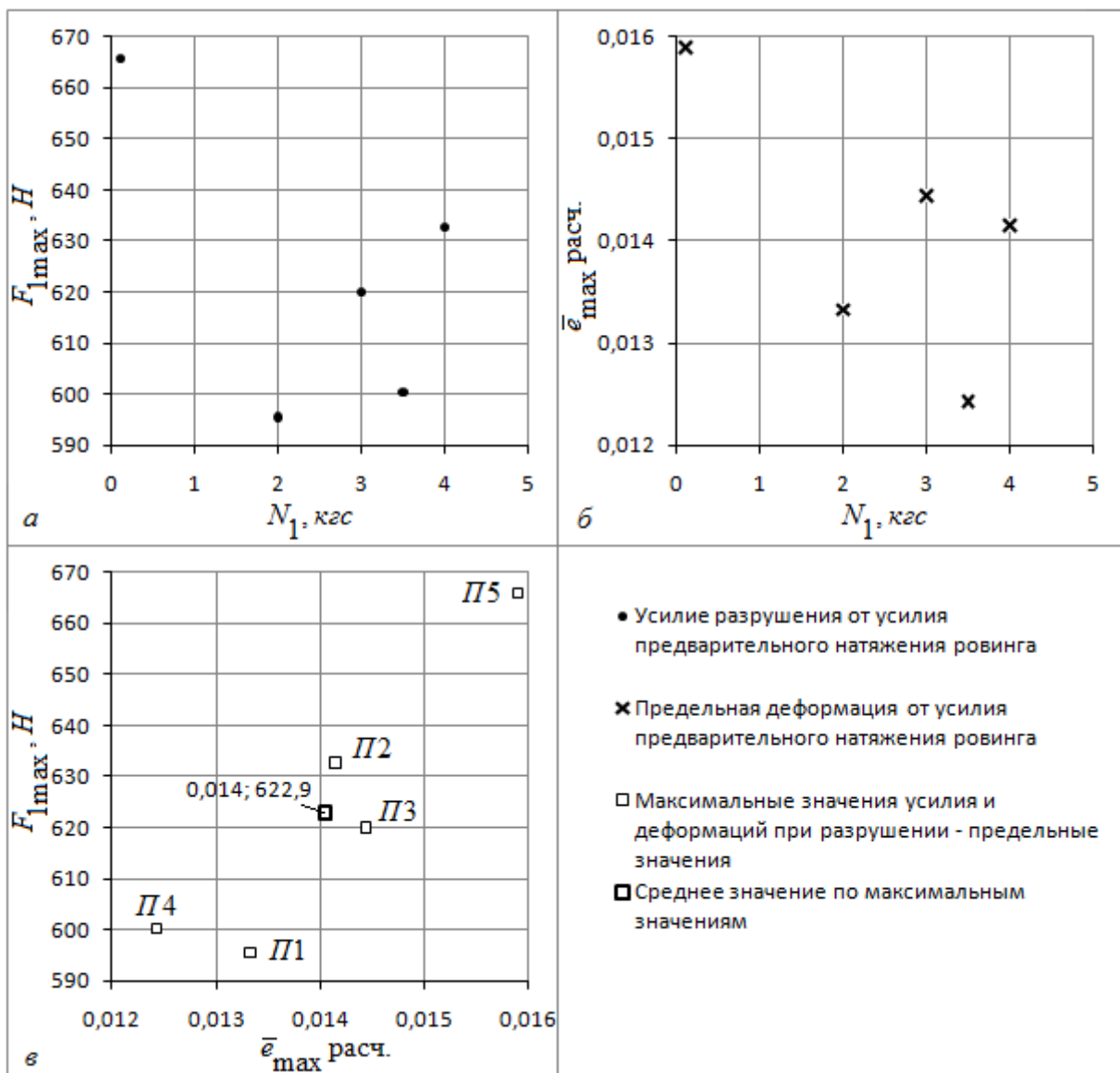


Рис. 8. Зависимость предельного значения усилия F_{1max} на 1 ровинг - (а) и деформации при разрушении $\bar{e}_{max\ расч.}$ - (б) от предварительного натяжения ровинга N_1 (см. Табл. 3), а также F_{1max} от $\bar{e}_{max\ расч.}$ - (в).

4. Испытание на растяжение ровинга

В дополнение к испытанию композитного материала было проведено испытание ровинга (рис. 9). Испытания проводились на машина: Instron 8802 с использованием экстензометра 2620-601. Измерительная база составляла 52,5 мм, длина рабочей части образцов - 140 мм. Температура испытаний +20 °С. Скорость деформирования 30 мм/мин.

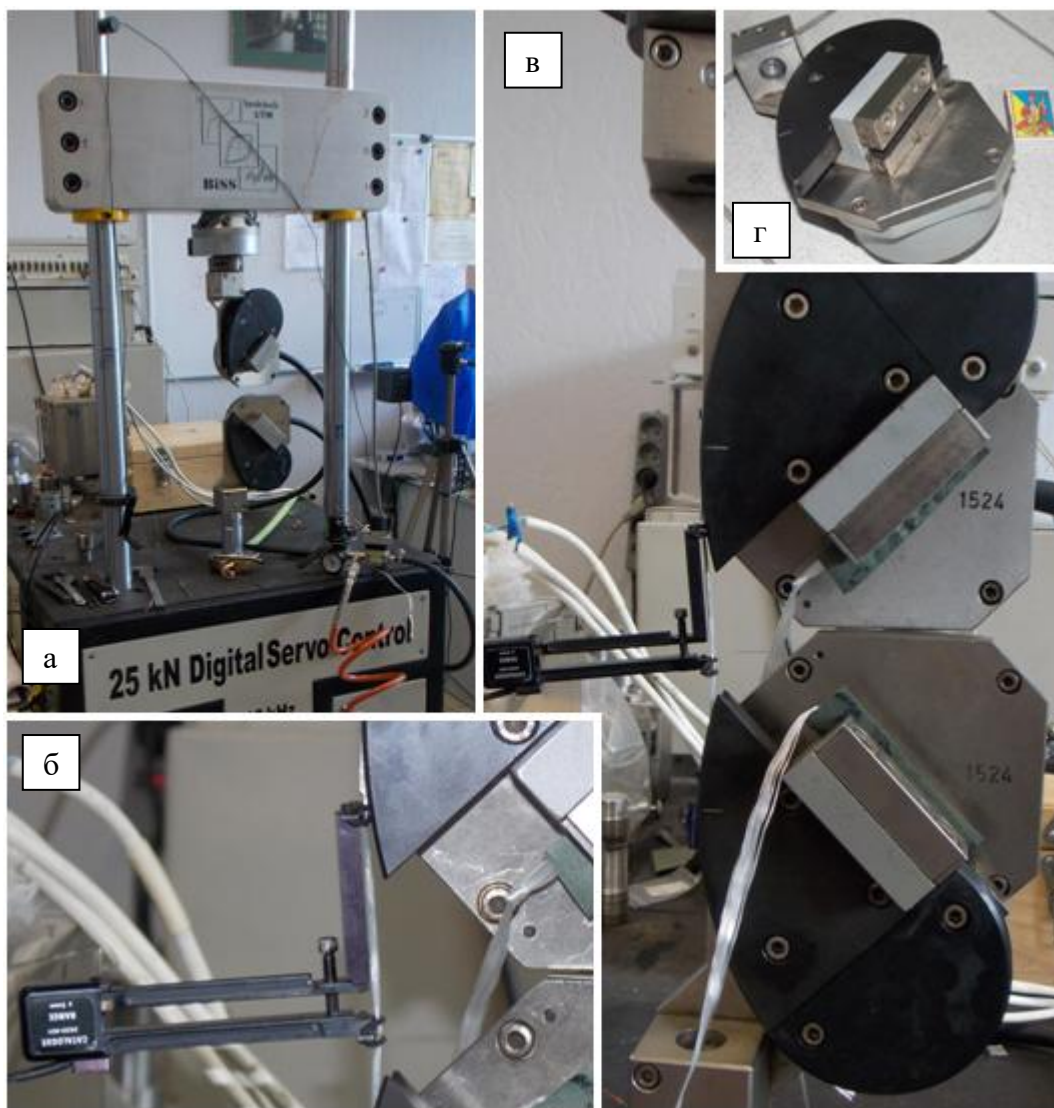


Рис. 9. Испытания ровинга на растяжение: а - испытательная машина Instron 8802; б - экстензометр 2620-601, установленный на образце; в - общий вид испытания ровинга; г - захват «улитка».

В качестве образца использовался отрезок ровинга, смотанный с бобины.

Предельные значения деформаций (Табл. 7) были получены расчетом, а не прямыми измерениями. При определении механических свойств ровинга использованы результаты испытаний образцов P1, P2, P3 (Табл. 7). Результаты испытаний образцов представлены на рис. 11.

Графическая зависимость $\bar{\epsilon} = f(\Delta l)$ не представлена, так как закрепление тензометра не обеспечивало его устойчивого положения

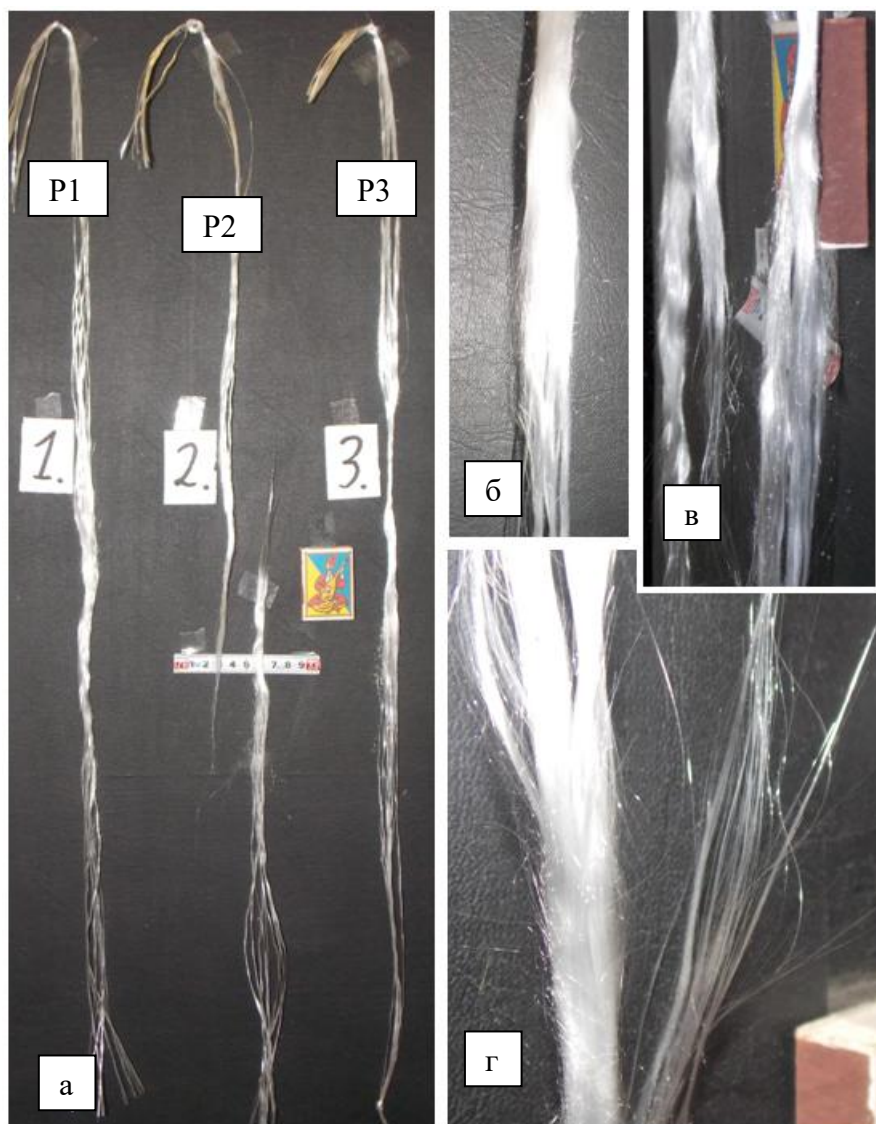


Рис. 10. Образцы ровинга (P1, P2, P3) после испытаний на растяжение.

Таблица 7. Результаты испытания ровинга на растяжение.

№ образца	Усилие разрушения кН	Мах. деформация %	Жесткость ¹⁾ кН/мм	Маркировка образца	Место разрушения
					-
1 ²⁾	0,41	1,73	0,91		в захватах
2	0,62	1,64	1,55	P1	рабочая часть
3	0,64	1,20	0,88		в захватах и рабочей части
4	0,55	1,02	1,04		в захватах и рабочей части
5 ³⁾	0,66	-	-		рабочая часть
6 ³⁾	0,73	-	-		рабочая часть
7 ³⁾	0,65	-	-		рабочая часть
8	0,69	1,31	1,21	P2	рабочая часть
9	0,6	1,70	-	P3	рабочая часть

Примечание:

¹⁾ Приблизительное значение;

²⁾ Образец имел исходное повреждение;

³⁾ Испытания без использования экстензомера.

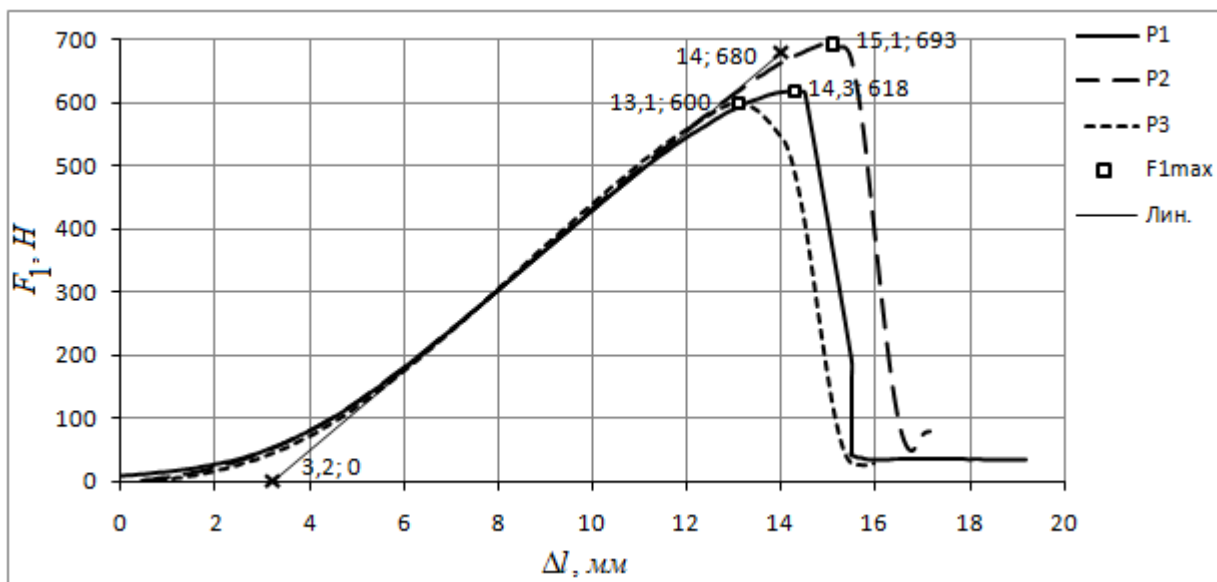


Рис. 11. Зависимость усилия в образцах ровинга P1, P2, P3 от перемещения захватов Δ . F_{1max} - максимально-достигнутое значение усилия, при испытании ровинга; Лин. - линеаризованная зависимость.

5. Сопоставление результатов испытания ровинга и композитного материала

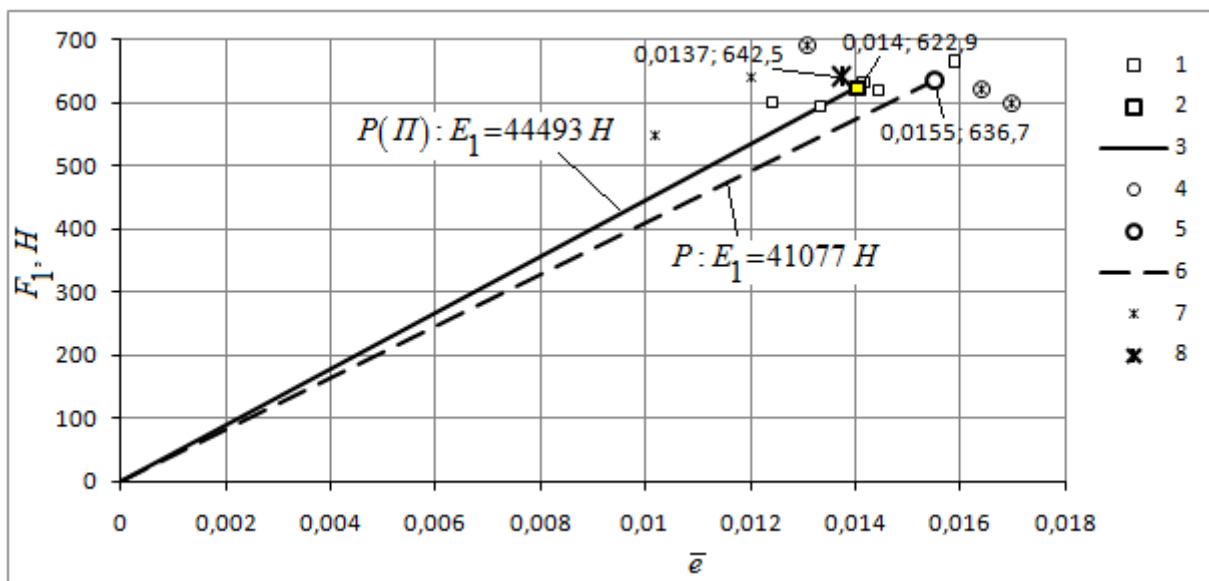


Рис. 12. Сводная диаграмма растяжения:

При испытании петель: 1 - предельные значения усилия F_1 и деформации $\bar{\epsilon}$ при разрушении; 2 - среднее максимальное значение; 3 - усредненная зависимость усилия F_1 от деформации.

При испытании образцов P1, P2, P3 ровинга: 4 - предельные значения усилия F_1 и деформации $\bar{\epsilon}$ при разрушении; 5 - среднее максимальное значение; 6 - усредненная зависимость усилия F_1 от деформации.

При испытании образцов ровинга 7 - все испытанные образцы ровинга за исключением образца № 1, см. таблицу 7; 8 - среднее значение данных 7.

Таблица 8. Результаты испытания ровинга и ровинга в составе образцов П1..П5..

Испытания образцов ровинга				Испытания ровинга в составе образцов			
Образец	$\bar{\epsilon}$	F_1, H	E_1, H	Образец	$\bar{\epsilon}$	F_1, H	E_1, H
P1	0,0164	620	37805	П1	0,0133	595,5	44682
P2	0,0131	690	52672	П2	0,0142	632,7	44715
P3	0,0170	600	35294	П3	0,0144	620,0	42938
				П4	0,0124	600,3	48308
				П5	0,0159	665,8	41878
Ср.	0,0155	636,7	41924	Ср.	0,0140	622,9	44504
				min	0,0124	595,5	41878
				max	0,0159	665,8	48308

В качестве расчетных характеристик бандажа можно использовать средние значения при испытании образцов П1..П5, т.е.: предельное значение деформаций $\bar{\epsilon}=0,014$; предельное усилие, приходящееся на одно волокно $F_1=622,9 H$; а отсюда, $E_1=F_1/\bar{\epsilon}=622,9/0,014=44493 H$.

6. Дополнительные исследования материала

Проверка линейной плотности ровинга

Проведено взвешивание образца ровинга длиной 1 м. Взвешивание проводилось на весах Denver Instrument APX-60 (максимальный допускаемый вес 60 г, точность измерения 0,1 мг). Погрешность определения длины ровинга: ± 1 мм. Результаты приведены в Табл. 9.

Таблица 9. Замеры веса 1 м ровинга.

№ взвешивания	1	2	3	4	5	6	7	8	9	Среднее
Вес, гр.	1,7214	1,7215	1,7212	1,7214	1,7215	1,7214	1,7214	1,7214	1,7215	1,7214



Рис. 13. Образец ровинга длиной 1 м, подвергавшийся взвешиванию.

Таким образом, линейная плотность ровинга, согласно проведенным измерениям - 1721,4 текс (согласно сертификату (см. Табл. 1) - 1760 текс).

Измерение поперечного сечения ровинга в свободном состоянии

Измерение производилось с помощью штангенциркуля. Получены следующие результаты: ширина: ~ 5 мм, толщина: 0,3 мм. Диаметр ровинга в скрученном состоянии ~ 1 мм.

Микросъемка нитей ровинга

Съемка осуществлялась на просвет. Снимки были использованы для определения диаметра нитей ровинга. По результатам замеров диаметр нити составляет около 10 мкм. Отмечена прозрачность нитей (рис. 14).

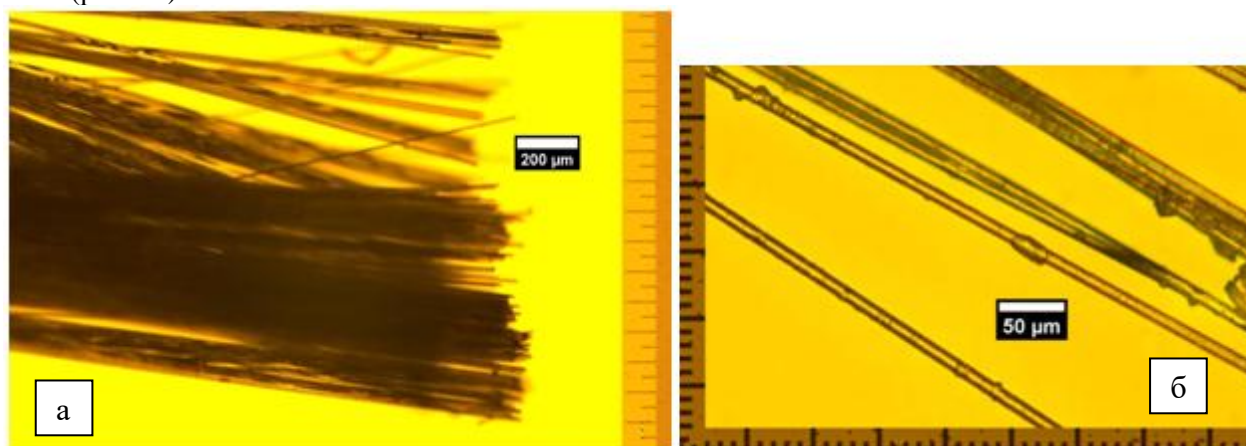


Рис. 14. Элементарные нити ровинга (увеличено).

Температурные испытания композита

После разрушения элементы образцов П1..П5 прошли получасовую выдержку в муфеле при различных температурах (рис. 15). При 250 °С - композит чуть темнеет, при 300 °С темнеет и начинает источать неприятные запахи, при 350 °С источает сильные запахи и начинает рассыпаться.



Рис. 15. Элементы петель после получасовых выдержек при различных температурах.

Измерение площади поперечного сечения ровинга

При плотной укладке ровинга с небольшим натяжением (~ 5 кгс) в паз (поперечное сечение 19,2×3,1 мм) до полного заполнения (рис. 16), общее количество прядей ровинга составило 57. Отсюда площадь поперечного сечения ровинга при намотке бандажа - $\frac{19,2 \times 3,1}{57} = 1,044 \text{ мм}^2$.

При максимально плотной упаковке 1200 элементарных нитей ровинга диаметром 10 мкм, если допустить, что поперечное сечение нити представляет 6-гранник, площадь поперечного сечения ровинга составила бы 0,416 мм², то есть в паз входило бы 143 пряди. Несоответствие между практической и теоритической плотностью упаковки связано, по всей вероятности, с действительной формой поперечного сечения нити, наличием наплывов на элементарных нитях, (см. рис. 14б), присутствием на них замасливателя и недостаточным усилием натяжения при укладке. Для полного выпрямления элементарные нити ровинга необходимо, как следует из рис. 11, приложение усилия 150...200 Н.

Отметим, что при намотке петель, средние значения площади приходящейся на 1 ровинг составили: на участках: а, б - 1,36 мм²; с, d - 0,96 мм²; e, f, g, h - 0,92 мм² (см. рис. 3).

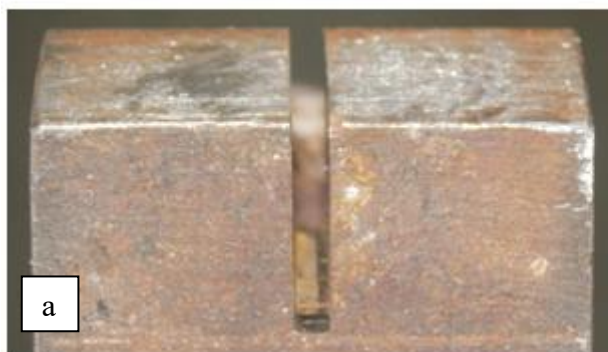


Рис. 16. Укладка ровинга в паз: а - паз, поперечное сечение 19,2×3,1 мм; б - ровинг, уложенный в паз.

7. Свойства заполнителя дефекта

Согласно данным предоставленным MPRI NASB при проведении расчетов можно использовать следующие (ориентировочные) данные заполнителя:

- модуль Юнга: 1,8 - 2,2 ГПа;
- предел текучести: 80 МПа;
- коэффициент Пуассона: 0,25
- ударная вязкость 15 кДж/м.кв.
- плотность 1000-1100 кг/м.куб.

8. Перечень ссылок

1. ТУ У 24.6-0030314547-002-2004 - Связующее эпоксидное марки КДА - ХИ.
2. ГОСТ 17139-2000 - Стекловолокно Ровинги Технические условия. Минск.
3. Гутников С. И., Лазорьяк Б. И., Селезнев А. Н. Стекланные волокна : учеб. пособие для студентов по специальности «Композиционные наноматериалы». - М., 2010. - 53 с.
4. ГОСТ 6943.10-79 - Материалы текстильные стеклянные. Метод определения разрывной нагрузки и удлинения при разрыве.