

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИАПАЗОНОВ ИЗМЕНЕНИЯ КЛЮЧЕВЫХ ПАРАМЕТРОВ,
ОБЕСПЕЧИВАЮЩИХ СТАБИЛЬНОСТЬ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА
ПРОИЗВОДСТВА ИЗДЕЛИЙ СЛОЖНОЙ ФОРМЫ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ
КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ RTM**

А. Ю. Власов, К. А. Пасечник, В. А. Мартынов

Сибирский государственный аэрокосмический университет имени академика М. Ф. Решетнева
Российская Федерация, 660059, г. Красноярск, ул. Семафорная, 433, корп. 1
E-mail: vlasov.anton@gmail.com

Рассмотрено определение и систематизация основных параметров технологического процесса производства прецизионных изделий сложной формы из полимерных композиционных материалов методом трансферного формования – Resin Transfer Molding. Метод трансферного формования в настоящее время является одним из основных методов, позволяющих изготавливать изделия из полимерных композиционных материалов, по качеству не уступающие изделиям, полученным по технологии автоклавного отверждения препрегов. Актуальность работы обусловлена необходимостью адекватного управления, в частности, возможностью построения адаптивного управления технологическим процессом изготовления изделий сложной формы из полимерных композиционных материалов методом трансферного формования.

Технологический процесс изготовления изделий сложной формы из полимерных композиционных материалов рассмотрен как сложный физико-химический механизм взаимодействия компонент композиционного материала в условиях рассеяния свойств всех составляющих элементов технологической системы. Параметры, которые определяют процесс изготовления изделий, разделяются на входные, функциональные и выходные. Входные параметры технологического процесса производства изделий сложной формы на примере антенных рефлекторов разделены на определяющие, управляемые и возмущающие. Определена взаимосвязь входных параметров технологического процесса производства антенных рефлекторов методом трансферного формования и показано влияние входных параметров на качество конечного изделия. На примере коммерческих эпоксидных связующих определены виды ключевых технологических параметров связующего и показаны способы их регистрации с использованием оборудования для исследования реологических и термомеханических свойств.

Полученная информация может быть использована при построении адаптивного управления процессом производства прецизионных изделий сложной формы из полимерных композиционных материалов методом трансферного формования.

Ключевые слова: ключевые параметры, технологический процесс, полимерный композиционный материал, антенный рефлектор, трансферное формование.

Vestnik SibGAU
2014, No. 4(56), P. 202–208

**DETERMINATION OF THE RANGE OF CHANGES IN KEY PARAMETERS, ENSURING STABILITY
PRODUCTION PROCESS OF COMPLEX SHAPES OF POLYMER COMPOSITES BY METHOD RTM**

A. Yu. Vlasov, K. A. Pasechnik, V. A. Martynov

Siberian State Aerospace University named after academician M. F. Reshetnev
433/1, Semaforная st., Krasnoyarsk, 660059, Russian Federation
E-mail: vlasov.anton@gmail.com

The article is devoted to definition and systematization of the basic parameters of the technological process of production of precision products of complex shape of the polymer composite materials by Resin transfer molding. Resin transfer molding is currently one of the main methods to make products from polymeric composite materials, the same quality as the products obtained by the technology of autoclave curing prepregs. The relevance of the work is due to the need of adequate management, in particular the possibility of building an adaptive process control of manufacturing complex shapes of polymer composite materials by transfer molding.

The paper considers the manufacturing process for shaped articles from polymer composite materials considered as a complex of physico-chemical mechanism for interaction of the components of the composite material in the scattering properties of all the constituent elements of the technological system. The parameters that define the process of

manufacturing products are divided into input, output and functionality. Input parameters of the technological process of production of complex shapes, an example of antenna reflectors are divided into defining controlled and disturbing. The correlation of the input parameters of the technological process of production of antenna reflectors transfers molding method and shows the effect of input parameters on the quality of the final product. On the example of commercial epoxy resins kinds of key technology of communication parameters are defined and show how they are registered using the equipment for the study of the rheological and thermomechanical properties.

The obtained information can be used in the construction of an adaptive process control precision products of complex shape of the polymer composite materials by transfer molding.

Keywords: key parameters, technological process, polymer composites, resin transfer molding.

Введение. Развитие аэрокосмической отрасли ведет к росту требований, предъявляемых к изделиям и технологиям их изготовления. Изделия из полимерных композиционных материалов (ПКМ) аэрокосмического назначения характеризуются меньшим весом и высоким модулем упругости по сравнению с традиционно применяемыми материалами. Выбор технологии изготовления конкретного изделия определяется физико-механическими характеристиками и стоимостью конечного изделия. Существенным параметром, характеризующим технологию изготовления изделий из ПКМ, является возможность серийного выпуска изделий с гарантированным качеством.

Основными параметрами, влияющими на физико-механические характеристики ПКМ, являются модуль упругости волокнистого наполнителя, его объемное содержание и содержание пор в ламинате. Так, типичные ПКМ аэрокосмического класса производят с пористостью около 1 %, в то время как для других классов ПКМ пористость может варьироваться от 2 до 5 %. Содержание пор ухудшает механические свойства изделия. Так, увеличение пористости от 1 до 3 % влечет ухудшение механических свойств на 20 % [1].

Поскольку показатели пористости и объемного содержания волокна очень важны для прецизионных изделий из ПКМ, то технология, основанная на автоклавной обработке, является ключевой при оптимизации свойств ПКМ. Однако автоклавная технология является дорогостоящей как с точки зрения эксплуатационных расходов, так и по трудоемкости изготовления, что ограничивает размеры изделия и объемы производства.

В связи с этим для мелкосерийного производства конкурентоспособных прецизионных изделий сложной формы необходимо стремиться к разработке и использованию технологий вне автоклава. Одной из таких безавтоклавных технологий является технология RTM (трансферное формование). Суть технологии заключается в пропитке связующим под давлением предварительно уложенного в форму сухого армирующего пакета [2–11].

Постановка задачи. В отличие от автоклавной технологии RTM-технология требует больше мер по контролю технологического процесса. Поскольку затраты на создание системы управления фиксированы, то конкурентное преимущество для определённого класса изделий очевидно. Управление технологическим процессом на каждом этапе производства является гарантией заданного качества итогового изделия и снижает процент брака. В связи с этим необходима разработка адаптивного контроля технологического

производства и определение диапазонов изменения ключевых параметров, обеспечивающих стабильность технологического процесса производства.

Настоящая работа развивает работы [12; 13] в части технологии изготовления изделий сложной формы из ПКМ, дополняя пониманием влияния, в том числе взаимного влияния, отдельных категорий параметров при построении адаптивной системы управления технологическим процессом.

Основная часть. Параметры, определяющие протекание процесса производства прецизионных изделий сложной формы из ПКМ, можно разделить на входные, функциональные и выходные. Входные параметры подразделяются на определяющие, управляемые и возмущающие [14]. Набор управляющих и возмущающих параметров, определяющих технологический процесс производства изделий сложной формы из ПКМ, представлен в табл. 1; в табл. 2 представлены зависимости между параметрами.

Определяющие, или обязательные, параметры в свою очередь подразделяются на конструкторские и технологические параметры. К конструкторским параметрам относятся параметры, которые закладываются на этапе проектирования изделия, например, такие как марка используемых армирующих и связующих материалов, требуемая точность геометрических размеров, точность формы и расположение поверхностей, качество поверхностного слоя, требуемые физико-механические свойства изделия, геометрические размеры, соотношение армирующего и связующего материала в готовом изделии. Технологическими определяющими параметрами являются минимальная вязкость связующего и максимальное время его жизни.

Управляемые или контролируемые входные параметры (УВП) включают в себя параметры, которые допускают целенаправленный выбор при проектировании технологического процесса. В случае RTM-процесса эту категорию параметров целесообразно разделить на три подкатегории: УВП связующего материала, УВП армирующего материала и УВП технологической оснастки.

Среди возмущающих параметров процесса производства прецизионных изделий из ПКМ можно выделить систематические и случайные параметры.

Функциональные параметры (ФВП) количественно характеризуют технологический процесс, который, в свою очередь, можно разделить на два подпроцесса. Первым из них является процесс инъекции связующего в технологическую оснастку с армирующим пакетом. В этом случае ФВП является скорость

инъекции и объем инжектируемого материала. Таким образом, два этих параметра характеризуют функцию процесса инъекции, определяющую пропитку материала. Вторым подпроцессом является процесс отверждения полимерной матрицы. Данный процесс характеризуется параметром ионной вязкости, определяемым из диэлектрических характеристик связующего – диэлектрической проницаемости и диэлектрического фактора потерь, а также продолжительностью процесса отверждения, что в свою очередь характеризует динамику изменения ионной вязкости полимерной матрицы в процессе отверждения.

Количество параметров модели управления уже само по себе делает производство композитных изделий высокотехнологичным. Процесс также усложняется тем, что параметры подсистем взаимодействуют друг с другом в сложных нелинейных отношениях. Эффективное управление технологическим процессом возможно лишь при наличии математической модели. При ее отсутствии необходимо проводить исследование процесса экспериментально. Поэтому регулируя лишь один фактор, вполне логично, что достичь желаемого результата в большинстве случаев не представляется возможным.

Одним из важнейших аспектов контроля технологического процесса является знание режимов переработки связующего. В настоящей работе объектами исследований служили многокомпонентные эпоксидные связующие Sicomin SR 1710 в сочетании с отвердителем SD 8824 и Huntsmann Araldite LY 8615 в сочетании с отвердителем XB 5173.

Эпоксидное связующее Sicomin SR 1710 представляет собой смесь диглицидилового эфира бисфенола А и диглицидил эфира анилина. Отвердитель SD 8824 представляет собой смесь метилпентадиамина и т-ксилендиамина.

Эпоксидное связующее Araldite LY 8615 представляет собой многокомпонентную смесь, состоящую из продуктов конденсации эпихлоргидрина и бисфенола А, триглицидил-р-аминофенила, тетраглицидила-4,4'-диаминодифенилметана, а также 1,4-батандиол-диглицидилэфира. Отвердитель XB5173 является смесью изофорондиамина и 2,2'-диметил-4,4'-метиленабиса (циклогексиламина).

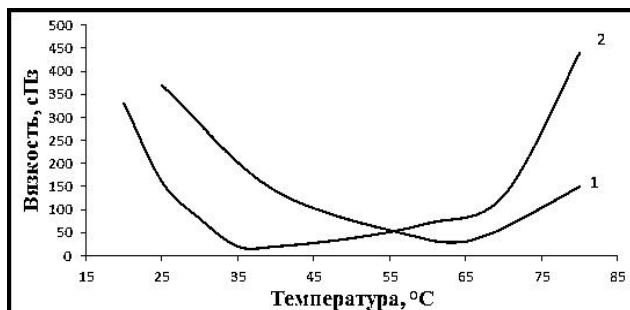


Рис. 1. Определение минимальной вязкости связующих: 1 – Araldite, 2 – Sicomin

Для связующих с помощью вискозиметра Брукфильда (модель DV2T LV, США) была определена минимально возможная вязкость, при которой целесообразно проводить инъекцию. На рис. 1 показаны

температурные зависимости динамической вязкости эпоксидных связующих, используемых при RTM-технологии.

Очевидно, что для эффективного осуществления процесса пропитки минимально возможная вязкость не должна существенно изменяться в течение продолжительного времени. Поэтому одной из задач по установлению ключевых параметров управления технологическим процессом служит определение времени жизни связующего при изотермических выдержках (рис. 2, 3) [15].

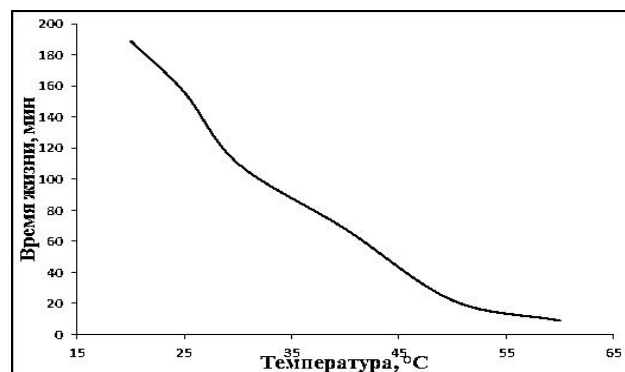


Рис. 2. Зависимость времени жизни связующего Sicomin от температуры изотермической выдержки

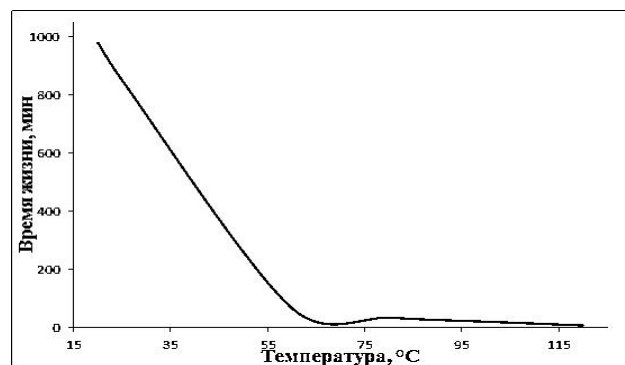


Рис. 3. Зависимость времени жизни связующего Huntsmann от температуры изотермической выдержки

Исследование процесса отверждения эпоксидных связующих проводилось с использованием диэлектрического анализатора DEA 288. На рис. 4 приведены результаты испытаний связующего SR1710 на диэлектрическом анализаторе.

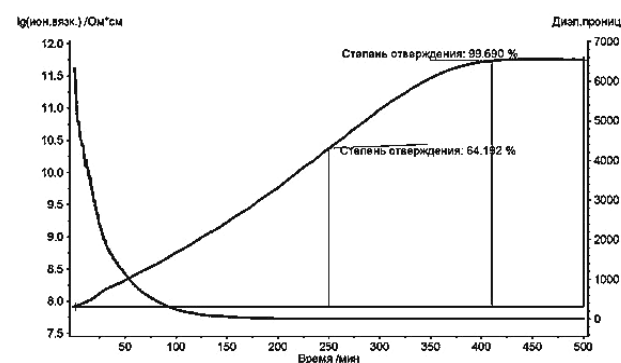


Рис. 4. Мониторинг процесса отверждения эпоксидного связующего SR1710

Классификация основных параметров технологического процесса производства рефлекторов

Влияющие параметры			Шифр парра	
Входные параметры	Определяющие входные параметры	Конструкторские	Марки используемых армирующих и связующего материала	1
			Требуемые точность геометрических размеров, точность формы и расположения поверхностей	2
			Качество поверхностного слоя	3
			Требуемые физико-механические свойства изделия, прочностные характеристики и др.	4
			Геометрические размеры, форма изделия	5
			Требуемое соотношение армирующего и связующего материала	6
		Технологические	Минимально возможная вязкость	7
			Максимально возможное время гелеобразования	8
		Связующее	Вязкость	9
			Температура связующего	10
			Температура отверждения	11
			Температура экзотермического пика	12
	Время гелеобразования		13	
	Армирующий материал	Тип плетения	14	
		Процентное содержание и природа аппрета	15	
		Структура жгута (1К, 2К, ...), наличие и направление кручения	16	
	Технологическая оснастка	Проницаемость	17	
		Схема укладки	18	
		Плотность армирующего пакета	19	
		Давление инъекции	20	
		Расположение входных каналов	21	
		Расположение вентилируемых каналов	22	
	Системные параметры	Интенсивность изменения вязкости	23	
		Градиент давления в процессе инъекции	24	
		Изменение скорости пропитки	25	
		Изменение фронта потока	26	
		Несистемные параметры	Колебание величины проницаемости различных областей изделия	27
			Неравномерность фронта потока	28
			Условия и срок хранения связующего материала	29
			Условия и срок хранения армирующего материала	30
Входные параметры	Функциональные входные параметры процесса инъекции	Продолжительность инъекции	31	
		Скорость инъекции	31,1	
		Объем инжектируемого материала	31,2	
	Функциональные входные параметры процесса полимеризации	Динамика изменения ионной вязкости связующего материала	Ионная вязкость	32
			Диэлектрическая проницаемость ϵ'	32,1
			Диэлектрический фактор потерь ϕ	32,2
			Продолжительность процесса полимеризации	33
	Выходные параметры	Оптические характеристики	Пористость	34
			Содержание микротрещин	35
		Физико-механические параметры	Температура стеклования	36
Степень отверждения			37	
КТР			38	
Прочностные характеристики		Модуль упругости	39	
		Прочность на разрыв	40	
	Ударная вязкость	41		

Описание зависимости параметров технологического процесса производства рефлекторов

Шифр пара	Влияющие параметры*																																						
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	31,1	31,2	32–33	34	35				
Зависимые параметры	1		X	X	X								O																										
	2											O	O																										
	3																																						
	4																																						
	5																																						
	6		X																																				
	7	X																											X										
	8	X																											X										
	9	X						X			X																		X										
	10	X							X																														
	11	X	X								X																												
	12	X	O									X																	X										
	13	X						X				X																											
	14	O	O																																				
	15	X																													X								
	16	X	X																																				
	17	X							X				X	X	X		X						X								X								
	18		X			X																																	
	19					X																																	
	20																X		X									X											
	21					X																																	
	22					X																																	
	23	X						X																					X		X								
	24																X		X	X								X											
	25																																						
	26																								X		X												
27	X																	X																					
28																																							
29	X	X																																					
30	X	X																																					
31																										X	X				X	X							
31,1																			X																				
31,2					X																																		
32–33	X	X									X	X																											
34	X																																	X		X			
35	X											X																							X				
36–38	X											X																X	X						X	X	X		
39–41	X											X					X											X	X						X	X	X		

* X – однонаправленная зависимость; O – двунаправленная зависимость.

Показателем качества отвержденного связующего и выходным параметром технологического процесса принимается температура стеклования. Определение оптимального режима переработки связующего – существенная и трудоемкая задача при оптимизации технологического процесса. Температура стеклования зависит от температуры постотверждения, времени постотверждения, которые в свою очередь определяют степень отверждения. Температуру постотверждения связующего Huntsmann определяли исходя из предположения, что модуль упругости, определяемый на ДМА при увеличении степени сшивки, возрастает. Иллюстрирует данный метод рис. 5. Очевидно, что процесс отверждения продолжается вплоть до температуры 200 °С, однако рост модуля при этой температуре незначительный, поэтому за температуру постотверждения целесообразно принять 190 °С.

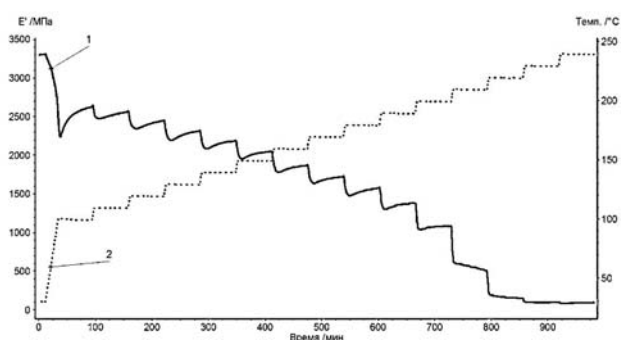


Рис. 5. Определение оптимальной температуры постотверждения: 1 – изменение модуля упругости; 2 – изменение температуры

Для определения времени изотермической выдержки связующего необходимо проведение эксперимента при выбранной температуре постотверждения. В этом случае за оптимальное время постотверждения целесообразно принимать время окончания роста динамического модуля упругости.

Заключение. В данной статье проведен анализ и систематизация параметров, контроль за которыми обеспечивает стабильность технологического процесса производства прецизионных изделий из ПКМ методом трансферного формования. Исходя из их количества и нелинейности отношений между ними, управление процессом трансферного формования – сложная и трудоемкая задача. Показаны приемы и методы оценки технологических и эксплуатационных свойств связующих, позволяющих получать качественные показатели физико-механических свойств композиционных материалов на основе выбранных связующих.

Благодарности. Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации. Государственный контракт № 02.G25.31.0043.

Acknowledgements. This work was financially supported by the Ministry of Education and Science of the Russian Federation. State contract № 02.G25.31.0043.

Библиографические ссылки

1. Kruckenberg T., Paton R. Resin Transfer Moulding for Aerospace Structures. Springer, 1999. 522 p.
2. Lee D. H., Lee W. I., Kang M. K. Analysis and minimization of void formation during resin transfer molding // Composite science and technology. 2006. Vol. 66. P. 3281–3289.
3. Modeling and simulation of voids and saturation in liquid composite molding process / C. H. Park [et al.] // Composites. Part A: Applied science and manufacturing. 2011. Vol. 42. P. 658–668.
4. Khoun L., Maillard D., Bureau M. N. Effect of Process Variables on the Quality of Compression Resin Transfer Molding // Journal of Reinforced Plastics and Composites. 2006. Vol. 25, № 10. P. 1027–1037.
5. Characterization of the resin transfer moulding process / K. N. Kendall [et al.] // Composites Manufacturing. 1992. Vol. 3, No. 4. P. 235–249.
6. Kang M. K., Lee W. I. Analysis of resin transfer/compression molding process // Polymer composites. 1999. Vol. 20, No. 2. P. 293–304.
7. Process analysis of compression resin transfer molding / P. Bhat [et al.] // Composites. Part A: Applied science and manufacturing. 2009. Vol. 40, No. 4. P. 431–441.
8. Chang C.-Y. Experimental analysis of mold filling in vacuum assisted compression resin transfer molding // Journal of Reinforced Plastics and Composites. 2012. Vol. 31, No. 23. P. 1630–1637.
9. Kang M. K., Lee W. I., Hahn H. T. Analysis of vacuum bag resin transfer molding process // Composites. Part A: Applied science and manufacturing. 2001. Vol. 32, No. 11. P. 1553–1560.
10. Lim S. T., Lee W. I. An analysis of the three-dimensional resin-transfer mold filling process // Composite science and technology. 2000. Vol. 60, No. 7. P. 961–975.
11. Hattabi M., Echaabi J., Bensalah M. O. Numerical and experimental analysis of the resin transfer molding process // Korea – Australia Rheology journal. 2008. Vol. 20, No. 1. P. 7–14.
12. Разработка прецизионных антенных рефлекторов из полимерных композиционных материалов: конечно-элементное моделирование конструкции / А. В. Лопатин [и др.] // Вестник СибГАУ. 2013. Вып. 3(49). С. 73–78.
13. Власов А. Ю., Филенкова Н. В., Кравчук Д. В. Разработка прецизионных антенных рефлекторов из полимерных композиционных материалов: система адаптивного управления технологическим процессом // Вестник СибГАУ. 2013. Вып. 3(49). С. 166–168.
14. Старков В. К. Физика и оптимизация резания материалов. М.: Машиностроение, 2009. 640 с.
15. Кинетика отверждения эпоксидных связующих и микроструктура полимерных матриц в углепластиках на их основе / В. Б. Литвинов [и др.] // Материаловедение. 2011. № 7. С. 15–20.

References

1. Kruckenberg T., Paton R. Resin Transfer Moulding for Aerospace Structures, Springer, 1999, 522 p.
2. Lee D. H., Lee W. I., Kang M. K. Analysis and minimization of void formation during resin transfer molding. *Composite science and technology*. 2006, Vol. 66, P. 3281–3289.
3. Park C. H., Lebel A., Saouab A. Modeling and simulation of voids and saturation in liquid composite molding process. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*. 2011, Vol. 42, P. 658–668.
4. Khoun L., Maillard D., Bureau M. N. Effect of Process Variables on the Quality of Compression Resin Transfer Molding. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2006, Vol. 25, No. 10, P. 1027–1037.
5. Kendall K. N., Rudd C. D., Owen M. J. Characterization of the resin transfer moulding process. *Composites Manufacturing*. 1992, Vol. 3, No. 4, P. 235–249.
6. Kang M. K., Lee W. I. Analysis of resin transfer/compression molding process. *Polymer composites*. 1999, Vol. 20, No. 2, P. 293–304.
7. Bhat P., Merotte J., Simacek P. Process analysis of compression resin transfer molding. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*. 2009, Vol. 40, No. 4, P. 431–441.
8. Chang C.-Y. Experimental analysis of mold filling in vacuum assisted compression resin transfer molding. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2012, Vol. 31, No. 23. P. 1630–1637.
9. Kang M. K., Lee W. I., Hahn H. T. Analysis of vacuum bag resin transfer molding process. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*. 2001, Vol. 32, No. 11, P. 1553–1560.
10. Lim S. T., Lee W. I. An analysis of the three-dimensional resin-transfer mold filling process. *Composite science and technology*. 2000, Vol. 60, No. 7, P. 961–975.
11. Hattabi M., Echaabi J., Bensalah M. O. Numerical and experimental analysis of the resin transfer molding process. *Korea – Australia Rheology journal*. 2008, Vol. 20, No. 1, P. 7–14.
12. Lopatin A. V. [Development of composite precision satellite reflector: finite element construction modeling]. *Vestnik SibGAU*. 2013, No. 3 (49), P. 73–78 (In Russ.).
13. Vlasov A. Yu. [Development of the precision satellite reflectors of polymeric composite materials: adaptive control system of manufacturing process]. *Vestnik SibGAU*. 2013, No. 3 (49), P. 166–168 (In Russ.).
14. Starkov V. K. *Fizika i optimizatsiya protsessa rezaniya materialov* [Physics and optimization of cutting of materials]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2009, 640 p.
15. Litvinov V. B. [Epoxy binder curing kinetics and microstructure of the polymer matrix in CFRP]. *Materialovedenie*. 2011, No. 7, P. 15–20 (In Russ.).

© Власов А. Ю., Пасечник К. А.,
Мартынов В. А., 2014