



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **39145** (13) **U**
(51) МПК (2009)
C08J 5/24
B05C 3/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ПРОСОЧЕННЯ ОРІЄНТОВАНИХ ВОЛОКНИСТИХ НАПОВНЮВАЧІВ ЕПОКСИДНИМИ ЗВ'ЯЗУЮЧИМИ

1

(21) u200810079
(22) 04.08.2008
(24) 10.02.2009
(46) 10.02.2009, Бюл.№ 3, 2009 р.
(72) КОЛОСОВ ОЛЕКСАНДР ЄВГЕНОВИЧ, UA
(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
УКРАЇНИ "КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИ-
ТУТ", UA
(57) Спосіб просочення орієнтованих волокнистих
наповнювачів епоксидними зв'язуючими, що вклю-
чає транспортування наповнювача, його ультра-
звукове просочення у ванні із зв'язуючим і пода-
льшу сушку, який **відрізняється** тим, що
епоксидне зв'язуюче перед просоченням піддають

2

об'ємній ультразвуковій обробці протягом 2-35хв
при інтенсивності коливань від 3 до 5Вт/см², час-
тоті від 16 до 18кГц, амплітуді від 8 до 14мм при
температурі від 80 до 100°C, а після виходу просо-
ченого обробленим ультразвуком зв'язуючим на-
повнювача з ванни просочення проводять його
контактне ультразвукове допросочення асинхрон-
но працюючими концентраторами ультразвукових
коливань, розташованими один напроти одного і
симетрично відносно просочуваного наповнювача
при частоті ультразвукових коливань від 17 до
22кГц, амплітуді від 4 до 7мм, інтенсивності від 3
до 5Вт/см² протягом 1-2с при температурі 60-70°C.

Корисна модель відноситься до способів виго-
товлення полімерних композитів на основі волоко-
нистих наповнювачів і епоксидних зв'язуючих, во-
лодіючих після твердіння високими фізико-
механічними характеристиками, що знаходять ши-
роке застосування як конструкційний матеріал в
машино- і суднобудуванні.

Відомий спосіб просочення орієнтованих воло-
книстих наповнювачів включаючий транспорту-
вання волокнистого наповнювача, просочення
його зв'язуючим і сушку [1].

Недолік відомого способу - погане просочення
наповнювача зв'язуючим, що призводить до недо-
статньо високих міцнісних властивостей одержу-
ваного композиту.

Найближчим до пропонованої корисної моделі
по технічній суті є спосіб (найближчого аналога)
просочення волокнистого матеріалу, який здійс-
нюється за допомогою пристрою, що містить ванну
з просочуючою рідиною, направляючі і віджимні
валки і джерело ультразвукових (УЗ) коливань з
випромінювачем ножової форми, виконаним по
ширині ванни, і зануреним у ванну з просочуючою
рідиною [2].

Проте і цей спосіб не забезпечує високої якос-
ті просочення і механічної міцності затверділого
просоченого наповнювача, зважаючи на відсут-

ність оптимальних параметрів УЗ-просочення на-
повнювача і обробки зв'язуючого, що призводить
до значного вмісту включень газу в композиції і,
внаслідок цього, до збільшення дефектності отри-
маного препрега.

Задачею корисної моделі є поліпшення якості
просочення, підвищення механічної міцності і зни-
ження дефектності просочених волокнистих напо-
внювачів шляхом використання ефективних режи-
мів обробки полімерного зв'язуючого та
просоченого волокнистого наповнювача.

Вказана задача вирішується тим, що у способі
просочення орієнтованих волокнистих наповнюва-
чів епоксидними зв'язуючими, що включає транс-
портування наповнювача, його ультразвукове про-
сочення у ванні із зв'язуючим і подальшу сушку,
новим є те, що, епоксидне зв'язуюче перед просо-
ченням піддають об'ємній ультразвуковій обробці
протягом 25-35хв при інтенсивності коливань від 3
до 5Вт/см², частоті від 16 до 18кГц, амплітуді від 8
до 14мм при температурі від 80 до 100°C, а після
виходу просоченого обробленим ультразвуком
зв'язуючим наповнювача з ванни просочення про-
водять його контактне ультразвукове допросочен-
ня асинхронно працюючими концентраторами уль-
тразвукових коливань, розташованими один
напроти одного і симетрично щодо просочуваного

(13) **U**

(11) **39145**

(19) **UA**

наповнювача при частоті ультразвукових коливань від 17 до 22кГц, амплітуді від 4 до 7мм, інтенсивності від 3 до 5Вт/см протягом 1-2с при температурі 60-70°C.

При пропонованому способі просочення волокнистого наповнювача відбувається зміна властивостей кожного компоненту гетерогенної композиції, і в першу чергу полімерної матриці, підвищення структурної однорідності і зниження дефектності композиції за рахунок більш рівномірного перемішування і поліпшення розподілу одного компонента в іншому, зменшення числа пор, міхурів повітря, а також поліпшення взаємодії на межі розподілу полімер-наповнювач за рахунок кращого змочування, зростання площі контакту і зниження числа граничних ефектів.

Попередня об'ємна ультразвукова обробка зв'язуючого і обробка попередньо просоченого наповнювача в процесі його допросочення як асинхронно, так і синхронно працюючими концентраторами ультразвукових коливань, як було встановлено, сприяє прискоренню видалення повітря з міжволокнистого простору і підвищенню якості просочення, а також зниженню дефектності композиції і підвищенню його міцнісних характеристик.

Причому вказаний ефект істотно вище, ніж у разі тільки ультразвукового допросочення наповнювача. Істотною особливістю пропонованого способу є те, що в кінці просочення в епоксидній композиції практично не міститься додаткових включень повітря.

Як зв'язуючі були використані промислові епоксидні смоли ЕДТ-10 і ЕД-20 (ГОСТ 1.0587-76), що затверджували твердником ДЕТА (ТУ-6-02-433-67), і смола ЕХД (ТУ-6-05-1725-75), що затверджували твердником ізо-МТГФА (ТУ 6-09-3321-73). Як армуючий волокнистий наповнювач використовували склоровінг марки РВМ19-1160-80 (ТУ 6-11-370-75), скловолокнисту тканину Т-10-80 (ГОСТ 1917Л-73) і волокно СВМ (ТУ 8-71-341-83).

Нижче наведені приклади виконання пропонованого способу.

Приклад 1

Епоксидну смолу ЕД-20 обробляють концентраторами у ванні при 80°C протягом 30хв УЗ-полем при інтенсивності 3Вт/см², частоті 17кГц і амплітуді 8мм. Склоровінг в процесі допросочення обробляють концентраторами при частоті 17кГц, амплітуді 4мм, температурі 70°C, інтенсивності 3Вт/см протягом 1 с. Твердіння здійснюють по наступному температурно-часовому режиму: 20°C/24 год + 30°C/2 год + 110°C/2 год + 130°C/5 годину.

Приклад 2

Епоксидну смолу ЕД-20 обробляють у ванні при 90°C протягом 35хв УЗ-полем при інтенсивності 5Вт/см², частоті 16кГц, амплітуді 12мм. Органоволокно в процесі допросочення обробляють концентраторами на частоті 22кГц, амплітуді 60мм, інтенсивності 4Вт/см² протягом 1,5 с при температурі 65°C. Режим термообробки аналогічний.

Приклад 3

Епоксидну смолу ЕД-20 обробляють у ванні при 100°C протягом 25хв УЗ-полем при інтенсив-

ності 40Вт/см², частоті 18кГц, амплітуді 14мм. Склотканину в процесі допросочення обробляють концентраторами на частоті 18кГц, амплітуді 7мм, інтенсивності 5Вт/см² протягом 2с при температурі 60°C. Режим термообробки аналогічний.

Приклад 4

Епоксидне зв'язуюче ЕДТ-10 обробляють у ванні при 30°C протягом 30хв УЗ-полем при інтенсивності 3Вт/см² частоті 17кГц і амплітуді 14мм. Волокно СВМ в процесі допросочення обробляють концентраторами при частоті 22кГц, амплітуді коливань 5мм, інтенсивності 5Вт/см² протягом 1,5с при температурі 60°C. Режим термообробки: 100°C/1 год + 120°C/3 год + 140°C/2 год.

Приклад 5

Епоксидне зв'язуюче ЕДТ-10 обробляють у ванні при 100°C протягом 35хв УЗ-полем при інтенсивності 4Вт/см², частоті 16кГц, амплітуді 8мм. Склотканину в процесі допросочення обробляють концентраторами при частоті 17кГц, амплітуді 7мм, інтенсивності 4Вт/см² протягом 1 с при температурі 70°C. Режим термообробки аналогічний.

Приклад 6

Епоксидне зв'язуюче ЕДТ-10 обробляють у ванні при 90°C протягом 25хв УЗ-полем при інтенсивності 5Вт/см², частоті 18кГц, амплітуді 10мм. Склоровінг в процесі допросочення обробляють концентраторами при частоті 20кГц, амплітуді 4мм, інтенсивності 3Вт/см² протягом 1,5с при температурі 65°C. Режим термообробки аналогічний.

Приклад 7

Епоксидну смолу ЕХД обробляють у ванні при 30°C протягом 35хв УЗ-полем при інтенсивності 4Вт/см², частоті 13кГц, амплітуді 12мм. Склотканину в процесі допросочення обробляють концентраторами при частоті 19кГц, амплітуді 40мм, інтенсивності 5 Вт/см протягом 1 с при температурі 60°C. Режим термообробки: 30°C/2 год + 130°C/3 год + 160°C/6 год.

Приклад 8

Епоксидну смолу ЕХД обробляють у ванні при 90°C протягом 30хв УЗ-полем при інтенсивності 3Вт/см², частоті 17кГц, амплітуді 8мм. Склоровінг в процесі допросочення обробляють концентраторами при частоті 17кГц, амплітуді 6мм, інтенсивності 4Вт/см² протягом 2с при температурі 70°C. Режим термообробки аналогічний.

Приклад 9

Епоксидну смолу ЕХД обробляють у ванні при 100°C протягом 25хв УЗ-полем при інтенсивності 5Вт/см², частоті 16кГц, амплітуді 14мм. Органоволокно в процесі допросочення обробляють концентраторами при частоті 22кГц, амплітуді 7мм, інтенсивності 3Вт/см² протягом 1 с при температурі 65°C. Режим термообробки аналогічний.

Характеристики епоксидних зв'язуючих, а також просочених ними і затверділих наповнювачів приведені у таблиці 1, де також приведені порівняльні дані по трьох варіантах: без УЗ-обробки, з УЗ-обробкою (найближчий аналог) і допросочення наповнювача озвученим (обробленим УЗ) зв'язуючим за розробленим способом за прикладами 1-9.

Ступінь дегазації визначали за допомогою Ван-Слайка, а крайовий кут змочування - методом краплі.

Вимірювання міцнісних характеристик композитів проводилося на 15 кільцевих зразках на приклад виконання способу з внутрішнім діаметром 146мм, шириною 10мм, завтовшки 1мм (розтягування-стиснення) і товщиною: 2мм (вигин) і 55мм (зсув).

Швидкість намотування на оправку складала 6м/хв, зусилля натягнення наповнювача - 30Н, швидкість деформації волокна -32мм/хв.

У таблиці 1 прийняті наступні позначення:

$\sigma_{розт}$ - міцність щодо розтягання;

$\sigma_{ст}$ - міцність при стисненні;

$\sigma_{виг}$ - міцність при вигині;

$\sigma_{адг.відр.}$ - адгезійна міцність при відриві до сталі Ст45.

Таблиця 1

Властивості епоксидних композицій та просочених і затверділих наповнювачів

Показник	Вихідна композиція*	Спосіб [2]*	Пропонуємий спосіб за прикладами								
			1	2	3	4	5	6	7	8	9
Вміст включень газу, мг/л	до 16%	до 12%	до 6%	до 5%	до 5%	до 5%	до 5%	до 5%	до 4%	до 4%	до 5%
Висота підйому по скловолокну при 20°C, мм	0,2-0,3	0,4-0,5	0,85	0,80	-	0,85	-	0,95	-	1,05	0,95
Крайовий кут змочування при 20°C, град	35-29	25-25	16	17	-	16	-	15	-	14	13
$\sigma_{виг}$, МПа	715 583 810	750 589 911	968	852	655	849	657	976	660	988	859
$\sigma_{розт.}$, МПа	2450 566 1680	2537 570 1718	2472	3460	860	3473	855	2445	850	2496	3465
$\sigma_{ст.}$, МПа	307 433 670	323 448 699	971	441	592	436	587	965	583	970	443
$\sigma_{адг. відр.}$, МПа	58 49 48	67 51 50	72	78	75	87	74	76	76	77	89

*Примітка: верхнє значення - для волокна СВМ, середнє - для склотканини Т-10-80, нижнє - для склоровігнє.

Як видно з табл.1 в результаті пропонованої об'ємної УЗ-обробки зв'язуючого крайовий кут змочування зменшується на 7-20°, висота підйому зв'язуючого по волокну, визначається оптичним способом, збільшується на 0,2-0,6 мм. Відбувається також істотне підвищення міцнісних властивостей композиту.

Очевидною перевагою пропонованого способу є підвищення без дефектності затверділого наповнювача, спостережуваного за допомогою мікροструктурного аналізу.

Джерела інформації:

1. Патент Великобританії №1319629, кл. D1R, опубл. 1973г.
2. А.С. СССР №570932, кл. B05C3/04, 1976г.