

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **034449**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.02.10(51) Int. Cl. **G01N 33/36 (2006.01)**(21) Номер заявки
201700613(22) Дата подачи заявки
2017.12.28**(54) УСТАНОВКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КИНЕТИКИ ПРОПИТКИ ОБРАЗЦОВ ТКАНЕЙ ЖИДКИМИ ПОЛИМЕРНЫМИ СВЯЗУЮЩИМИ**(31) **2017111677****ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ)" (МГТУ ИМ. Н.Э.
БАУМАНА) (RU)**(32) **2017.04.06**(33) **RU**(43) **2018.10.31**

(72) Изобретатель:

**(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ "МОСКОВСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМЕНИ Н.Э. БАУМАНА
(НАЦИОНАЛЬНЫЙ**

**Нелюб Владимир Александрович,
Буянов Иван Андреевич, Чуднов Илья
Владимирович, Малышева Галина
Владленовна, Марычева Антонина
Николаевна (RU)**

**(56) RU-C1-2530575
US-A-4331031
RU-C1-2519789
JP-A-007047067**

(57) Изобретение относится к области переработки полимеров, точнее к исследованиям и оптимизации режимов формования изделий из полимерных композиционных материалов (ПКМ), изготовленных по технологии типа RTM (ResinToolMolding), LRI (LiquidResinInfusion), RFI (ResinFilmInfusion), конкретнее к исследованиям пропитывания образца ткани, предварительно уложенной в закрытую полость измерительной ячейки установки (стенда) для исследования кинетики пропитывания тканей различной структуры и химической природы в режимах смачивания и фильтрации. Задача - создание установки для исследования кинетики пропитки образцов тканей различных плетений жидкими полимерными связующими в условиях различного давления впрыска связующего. Установка для исследований кинетики пропитки образцов тканей жидкими полимерными связующими состоит из резервуара с жидким связующим, устройства для пропитки наполнителя связующим, компрессора для создания давления впрыска при подаче связующего. Дополнительно в устройство для пропитки наполнителя связующим установлена измерительная ячейка для образца исследуемой ткани между впереди расположенной прозрачной капиллярной трубкой и ловушкой для излишка связующего. Измерительная ячейка представляет собой конструкцию из двух прямоугольных металлических плит матрицы и пуансона с облицовкой фторопластом с герметичной плоской прямоугольной щелью между ними для размещения в ней тканного образца с возможностью его внешнего сдавливания пуансоном; отверстия для ввода в герметичную щель ячейки жидкого полимерного связующего и вывода его излишков расположены сбоку на противоположных сторонах плит и снабжены штуцерами для присоединения внешних трубок. Также есть возможность регулирования ширины фронта течения связующего путем изменения расположения по периферии образца ткани элементов уплотнения, направляющих связующее в образец. Конструкция измерительной ячейки предусматривает возможность нагрева и создание дополнительного давления в процессе отверждения образца полимерного композита, при этом штуцеры, используемые для подвода и отвода связующего, должны работать как двухходовые краны, перекрывающие поток связующего. Эксплуатация ячейки упрощается при использовании фторопласта, так как инертная поверхность фторопласта существенно облегчает ее распрессовку после отверждения образца полимерного композита. Установка также может быть опционально снабжена дополнительными устройствами различного рода контролируемых воздействий на связующее и наполнитель, а именно - температуры, ультразвука, других существенно влияющих на процессы физических факторов.

B1**034449****034449****B1**

Область техники

Изобретение относится к области переработки полимеров, точнее к исследованиям и оптимизации режимов формования изделий из полимерных композиционных материалов (ПКМ), изготовленных по технологии типа RTM (ResinToolMolding), LRI (LiquidResinInfusion), RFI (ResinFilmInfusion), конкретнее к исследованиям пропитывания образца ткани, предварительно уложенной в закрытую полость измерительной ячейки установки (стенда) для исследования кинетики пропитывания тканей различной структуры и химической природы в режимах смачивания и фильтрации.

Уровень техники

В патенте RU 2530575 (МПК G01N 33/36, опубл.: 10.10.2014) описан наиболее близкий аналог - установка для исследований кинетики пропитки волокнистых наполнителей полимерными связующими, состоящая из резервуара со связующим, устройства для пропитки связующим волокнистого наполнителя с окном наблюдения из прозрачного материала для визуальной оценки качества пропитки, компрессора для создания давления для пропитки. При этом устройство для пропитки представляет собой горизонтальную трубку с отводами, выполненную из прозрачного материала, с возможностью заполнения одного открытого конца исследуемым волокнистым наполнителем. Другой конец трубки соединен с резервуаром со связующим для пропитки волокон под давлением в трубке, и на этом же конце трубки в отводе установлена газовая емкость для ввода газового пузырька в связующее в трубке. Для контроля давления связующего в трубке подключен манометр, а для определения скорости движения связующего в трубке и волокнах установлен прибор для видеофиксации с привязкой к реальному времени перемещения газового пузырька в связующем и волокнах. Во всех отводах трубки к указанным компрессору, резервуару со связующим, газовой емкости, манометру установлены запорные краны. Отводы трубки могут быть выполнены в виде отдельных трубок-тройников, соединенных герметичными манжетами с оставшейся частью горизонтальной трубки из прозрачного материала. Установка может быть опционально снабжена дополнительными устройствами различного рода контролируемых воздействий на связующее и наполнитель, а именно: температуры, ультразвука, других физических факторов, существенно влияющих на процессы.

Однако указанная установка не предназначена для исследования кинетики пропитки жидкими полимерными связующими образцов тканей различных плетений.

Раскрытие изобретения

Задача, на решение которой направлено заявленное изобретение, заключается в создании установки для исследования кинетики пропитки образцов тканей различных плетений жидкими полимерными связующими в условиях различного давления впрыска связующего.

Поставленная задача решается за счет того, что разработана и реализована установка для исследований кинетики пропитки образцов тканей жидкими полимерными связующими, состоящая из резервуара с жидким связующим, устройства для пропитки наполнителя связующим, компрессора для создания давления впрыска при подаче связующего. При этом устройство для пропитки представляет собой горизонтальную трубку с отводами, выполненную из прозрачного материала; один конец трубки соединен с резервуаром с жидким связующим для пропитки под давлением и на этом же конце трубки в отводе установлена газовая емкость для ввода газового пузырька в связующее в трубке. Для контроля давления, определяющего скорость движения связующего в трубке, подключен манометр, а для определения скорости движения связующего в устройстве для пропитки установлен прибор (проще всего веб-камера) для видеофиксации с привязкой к реальному времени перемещения газового пузырька в связующем. Во всех отводах трубки к указанным компрессору, резервуару со связующим, газовой емкости, манометру установлены запорные краны. При этом дополнительно в устройство для пропитки наполнителя связующим установлена измерительная ячейка для образца исследуемой ткани между впереди расположенной прозрачной капиллярной трубкой и ловушкой для излишка связующего. Измерительная ячейка представляет собой конструкцию из двух прямоугольных металлических плит матрицы и пуансона с облицовкой фторопластом с герметичной плоской прямоугольной щелью между ними для размещения в ней тканного образца с возможностью его внешнего сдавливания пуансоном; отверстия для ввода в герметичную щель ячейки жидкого полимерного связующего и вывода его излишков расположены сбоку на противоположных сторонах плит и снабжены штуцерами для присоединения внешних трубок. Также есть возможность регулирования ширины фронта течения связующего путем изменения расположения по периферии образца ткани элементов уплотнения, направляющих связующее в образец. Такие конструкция и материалы ячейки исключают течение связующего по обеим внешним (большим) плоскостям образца, так как связующее для "чистоты" эксперимента не должно смачивать эти поверхности (это обеспечивается за счет использования фторопласта). Применение фторопласта исключает течение связующего по поверхности ткани и заставляет его течь только в капиллярно-пористом пространстве пакета тканей. В этом случае гидродинамика процесса течения будет относиться только к пропитыванию ткани конкретной структуры, исключая нежелательный краевой эффект.

Конструкция измерительной ячейки предусматривает возможность нагрева и создание дополнительного давления в процессе отверждения образца полимерного композита, при этом штуцеры, используемые для подвода и отвода связующего, должны работать как двухходовые краны, перекрывающие по-

ток связующего. Эксплуатация ячейки упрощается при использовании фторопласта, так как инертная поверхность фторопласта существенно облегчает ее распрессовку после отверждения образца полимерного композита.

Установка также может быть опционально снабжена дополнительными устройствами различного рода контролируемых воздействий на связующее и наполнитель, а именно: температуры, ультразвука, других существенно влияющих на процессы физических факторов.

Перечень фигур

На фиг. 1 показана схема установки;

на фиг. 2 показана конструкция измерительной ячейки (а - разрез сбоку и б - вид сверху);

на фиг. 3 приведена экспериментальная зависимость времени пропитывания от длины пропитываемого участка для конкретной пары связующее-ткань;

на фиг. 4 приведена экспериментальная зависимость коэффициента пропитывания A (точнее IgA) от давления впрыска связующего для конкретной пары связующее-ткань.

Осуществление изобретения

На фиг. 1 в схеме установки обозначены: 1 - емкость со связующим, 2 - приспособление для формирования пузырька воздуха 4 для измерения скорости течения жидкого связующего, 3 - линейка, 4 - пузырьки воздуха (газовый пузырек), 5 - измерительная ячейка с образцом исследуемой ткани, 6 - баллон с газом (компрессор), 7 - ловушка для слива излишка связующего, 8 - манометр, 9,10,11,12 - краны, 13 - прозрачная капиллярная трубка.

На фиг. 2 в конструкции измерительной ячейки 5 для образцов тканей обозначены: 14 - металлическая обойма матрицы ячейки, 15 - металлическая обойма пуансона ячейки, 16 - фторопластовая облицовка матрицы и пуансона в области щели между ними, 17 - образец ткани в щели, 18,19 - входной и выходной штуцеры для внешних трубок-шлангов, 20 - направляющий связующее резиновый уплотнитель (в виде шнура) на входе в щель с образцом ткани, 21 - элементы (винты) крепления обоймы пуансона к обойме матрицы. Фронт связующего регулируется расположением уплотнительного резинового шнура, который направляет связующее в требуемом направлении участка образца ткани.

Измерительная ячейка обеспечивает определение скорости пропитывания образцов тканей в диапазоне от 0,0001 до 0,01 м/с с толщиной пакетов тканей от 0,1 до 5,0 мм, с возможностью сдавливания слоев ткани в направлении, нормальном к поверхности образца ткани в диапазоне от 0,002 до 0,1 МПа. Регулируя величину этого давления, можно регулировать объемную долю ткани в пределах от 30 до 60 об.%.

Порядок работы с данным устройством установки (стенда) следующий.

Ячейка должна быть установлена строго горизонтально. При необходимости неподвижного расположения ячейки в течение всего эксперимента в ее конструкции должно быть предусмотрено надежное крепление ячейки в поверхности горизонтального основания.

Исследуемую ткань помещают в ячейку (5). Максимальное количество слоев ткани, которое умещается в данную ячейку, составляет 25 шт. В зависимости от поставленной задачи можно варьировать схему выкладки ткани. В ячейку может быть помещена ткань, предварительно пропитанная или же не пропитанная. Структура ткани и ее химическая природа могут быть любые.

Приготовленное связующее заливают в емкость 1, открывают кран 10 и заполняют связующим капилляр 13. В приспособлении использовался капилляр диаметром 3 мм и длиной 500 мм. Такая большая длина необходима для того, чтобы зафиксировать время с момента входа связующего в ячейку и до начала его выхода.

Химическая природа связующего также может быть любая, однако удобнее работать со связующими, которые при комнатной температуре не отверждаются. После полного заполнения канала кран 10 закрывают.

Косвенное измерение (по скорости перемещения газового пузырька в капиллярной трубке перед ячейкой) скорости течения связующего в ячейке в режиме смачивания начинается с момента начала поступления связующего в ячейку и заканчивается в момент выхода излишков связующего из ячейки (т.е. в режиме смачивания пропитка идет по сухой ткани), после чего сразу можно начинать изучение кинетики в режиме фильтрации. С помощью приспособления 2 в основной канал запускают пузырек воздуха. По скорости его движения оценивается кинетика процесса пропитывания образца. Измеряемыми параметрами является время и путь, которое пузырек с воздухом проходит по основному каналу (см. фиг. 3).

Далее с помощью газового баллона (6) в систему подают внутреннее давление, обеспечивающее подачу связующего (давление впрыска), величина которого регулируется по манометру (8). Кран 12 и 11 перед подачей давления открывают.

Измерение начинают проводить, как только связующее достигает ячейки, и продолжают до тех пор, пока связующее не выходит из ячейки. Для удобства работы установлена ловушка (7), куда попадают излишки связующего после окончания процесса пропитывания (который можно проводить и в режиме смачивания и в режиме фильтрации). В процессе измерений строят экспериментальные кривые зависимости пути, которое прошел пузырек с воздухом от времени (см. фиг. 3). Если предположить, что образец ткани одинаково пропитывается по всей ширине (одномерная задача), то путь (или длина пропитан-

ной зоны) вычисляется с помощью решения уравнения Дарси

$$L^2 = \frac{2K\Delta P}{\varphi\mu} t \quad (1)$$

t - время [с] пропитывания;

L - длина [м] зоны пропитывания в одномерном случае;

ΔP - перепад давления [Па]

K - проницаемость [м^2]

μ - динамическая вязкость [Па·с] жидкости

φ - относительная объёмная доля пор (пористость)

Решение (1) можно представить в более удобном виде уравнения Уошбурна:

$$L = At^{0.5} \quad (2),$$

где $A = \sqrt{\frac{2K\Delta P}{\varphi\mu}}$ - коэффициент пропитывания Уошбурна [$\text{м}/\text{с}^{0.5}$].

В координатах ($t^{0.5}$, L) график зависимости (2) является прямой линией. Определяя тангенс угла наклона графика (2) tga можно определить коэффициент пропитывания

$$A = \text{tga} \quad (3)$$

По коэффициенту пропитывания (3) определяется проницаемость K : $K = \frac{\varphi\mu A^2}{2\Delta P}$

Особенностью при определении значений коэффициентов пропитывания является возможность учета количества слоев и структуры используемой ткани.

Пример осуществления изобретения

На фиг. 3, 4 приведены полученные экспериментальные зависимости для эпоксидного связующего состава:

Эпоксидиановая смола ЭД-20 - 100 мас.ч.;

Изометилтетрагиднофталевый ангидрид - 80 мас.ч.

Диэтиленгликоль ДЭГ-2 - 15 мас.ч.

и стеклоткани марки Ortex 560, в количестве 6 слоев.

Давление впрыска (подачи) связующего при пропитывании изменялось от $10 \cdot 10^{-3}$ до $50 \cdot 10^{-3}$ Н/м².

Для каждого значения давлений определяли значение коэффициента проницаемости (A) и далее строили его зависимость от давления (см.фиг. 4).

В процессе пропитывания может иметь место образование граничных слоев, что приводит к сужению гидродинамического зазора в межволоконном пространстве. Эти слои всегда образуются при пропитке волокон и однонаправленных лент. Как происходит их образование в пакете тканей пока еще не ясно, и использование данной установки (стенда) позволит найти режим, при котором они либо еще не успевают образоваться либо определить значения давлений, при которых они будут разрушены. Эффективность пропитки удобнее всего оценивать по показателю пористости отвержденных композитов. При этом определение значений оптимальных давлений впрыска связующего, при которых не происходит образование граничных слоев, приводит к снижению пористости (при прочих равных условиях) на 35-40%, что свидетельствует об увеличении эффективности пропитки при оптимальном давлении. Величина давления впрыска зависит от свойств исследуемой системы связующее-ткань. Величина давления P_{opt} на фиг. 4, равная $23,5 \cdot 10$ Н/м², является оптимальной для исследуемой пары связующее-ткань для заданной толщины ткани при используемой схеме выкладки.

При нагреве измерительной ячейки (после окончания процесса пропитывания) можно отвердить исследуемый образец, при этом габариты полученного пластика ($50 \times 50 \times (1..5)$ мм) позволяют изготовить требуемое количество образцов для их последующих испытаний на статический изгиб, межслойный сдвиг, удельную ударную вязкость и другие свойства. Это позволит устанавливать корреляции между параметрами пропитывания ткани, дефектностью структуры (в том числе влияние прошивок) и механическими свойствами композита. Для определения такой последовательности характеристик штуцера ячейки для подвода и отвода жидкого связующего должны работать как двухходовые краны, перекрывающие ток жидкого связующего перед отверждением пропитанного образца ткани.

Полученные результаты могут быть использованы в качестве рекомендаций при выборе режимов пропитывания (оптимального давления подачи связующего) и для расчета на прочность пресс-формы полимерного композита при ее проектировании.

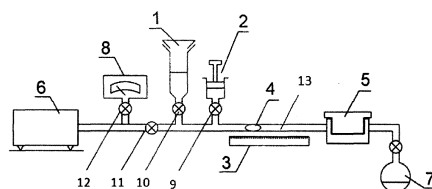
ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Установка для исследований кинетики пропитки образцов тканей жидкими полимерными связующими, состоящая из резервуара с жидким связующим, устройства для пропитки наполнителя связующим, компрессора для создания давления при подаче связующего, при этом устройство для пропитки представляет собой горизонтальную трубку с отводами, выполненную из прозрачного материала; один конец трубки соединен с резервуаром с жидким связующим для пропитки под давлением и на этом же конце трубки в отводе установлена газовая емкость для ввода газового пузырька в связующее в трубке; для контроля давления, определяющего скорость движения связующего в трубке, подключен манометр, а

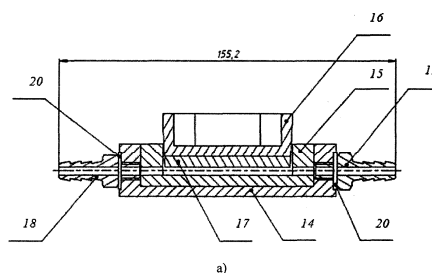
для определения скорости движения связующего в устройстве для пропитки установлен прибор для видеофиксации с привязкой к реальному времени перемещения газового пузырька в связующем; во всех отводах трубки к указанным компрессору, резервуару со связующим, газовой емкости, манометру установлены запорные краны; отличающаяся тем, что дополнительно в устройство для пропитки наполнителя связующим установлена измерительная ячейка для образца исследуемой ткани между впереди расположенной прозрачной капиллярной трубкой и ловушкой для излишка связующего; измерительная ячейка представляет собой конструкцию из двух прямоугольных металлических плит матрицы и пуансона с облицовкой фторопластом с герметичной плоской прямоугольной щелью между ними для размещения в ней тканного образца с возможностью его внешнего сдавливания пуансоном; отверстия для ввода в герметичную щель ячейки жидкого полимерного связующего и вывода его излишков расположены сбоку на противоположных сторонах плит и снабжены штуцерами для присоединения внешних трубок; также по периферии образца расположены элементы уплотнения, выполненные с возможностью направлять связующее в образец и с возможностью изменения их расположения для регулирования ширины фронта течения связующего.

2. Установка по п.1, отличающаяся тем, что конструкция измерительной ячейки предусматривает возможность нагрева и создание давления при отверждении связующего в образце ткани для формирования образца полимерного композита, при этом штуцеры, используемые для подвода и отвода связующего, должны работать как двухходовые краны, перекрывающие поток связующего.

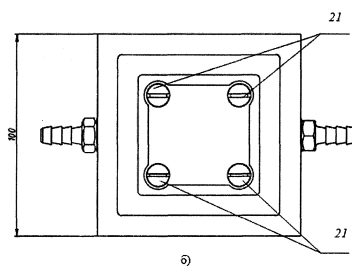
3. Установка по п.1 или 2, отличающаяся тем, что она опционально снабжена дополнительными устройствами различного рода контролируемых воздействий на связующее и наполнитель, а именно - температуры, ультразвука, других существенно влияющих на процессы физических факторов.



Фиг. 1

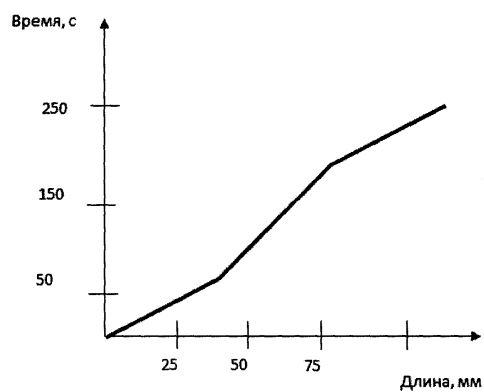


а)

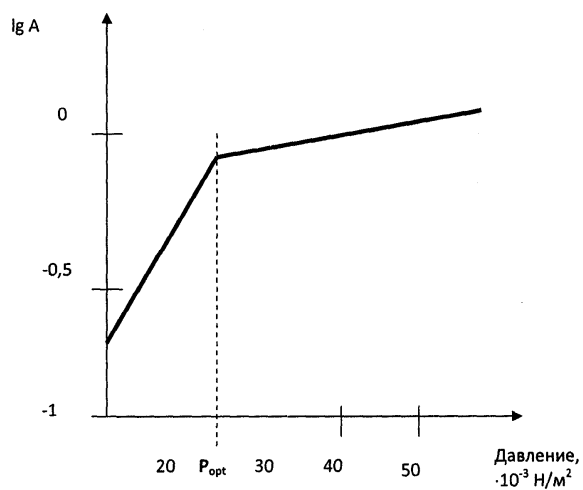


б)

Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4

