

PRZEGLĄD WYMAGANYCH BADAŃ FIZYCZNYCH DO KWALIFIKACJI MATERIAŁÓW KOMPOZYTOWYCH

ANNA SALACIŃSKA

Centrum Technologii Kompozytowych, Instytut Lotnictwa, Al. Krakowska 110/114, 02-256 Warszawa,
anna.salacinska@ilot.edu.pl

Streszczenie

W opracowaniu przedstawiono przegląd metod fizycznych pomocnych w ocenie właściwości materiałów kompozytowych o osnowach z żywic termoutwardzalnych. Przedstawiono różne metody badawcze podstawowych parametrów kompozytu, tj. udział osnowy, wzmocnienia i pustek w materiale kompozytowym oraz gęstość kompozytu. Metody te oraz ich dobór przedstawiono w zależności od rodzaju wzmocnienia kompozytu. Dodatkowo opisano procedury badawcze pozwalające na ocenę właściwości fizycznych preimpregnatów stanowiących półprodukt w procesie wytwarzania kompozytów, takie jak: czas żelowania żywicy, ubytek żywicy podczas procesu utwardzania i zawartość składników lotnych w materiale preimpregantu, które są pomocne w ocenie przebiegu procesu utwardzania podczas wytwarzania kompozytu.

Właściwości preimpregnatu epoksydowo-węglowego MTM46 były badane według norm ASTM. Preimpregnat ten badano w temperaturach 120 i 175°C i oceniono czas żelowania żywicy, ubytek żywicy podczas utwardzania i zawartość składników lotnych. Następnie metodą bezautoklawową wykonano z preimpregnatu MTM46 kompozyt. Próbkę kompozytu zbadano pod kątem zawartości składników w materiale: osnowy, wzmocnienia, pustek. Otrzymano kompozyt charakteryzujący się gęstością 1,55 g/cm³, o zawartości składników stałych wynoszącej 68% mas. włókien i 32% żywicy oraz zawartości pustek 0,26 %.

Słowa kluczowe: właściwości fizyczne, kompozyty polimerowe, preimpregnaty węglowo-epoksydowe.

1. WSTĘP

Właściwości i możliwości wykorzystania materiałów kompozytowych zależą od właściwości wchodzących w ich skład komponentów oraz jakości ich połączenia. Aktualnie najczęściej wykorzystywane kompozyty powstają na osnowie żywic termoutwardzalnych ze wzmocnieniem w postaci włókien, głównie węglowych, ale także grafitowych, szklanych czy aramidowych. Kompozyty wytwarzane są z częściowo gotowych dostępnych na rynku półfabrykatów- preimpregnatów. Na ostateczne właściwości kompozytu wpływa zatem zarówno jakość komponentów półfabrykatu,

jak i sam proces jego przeróbki w gotowy kompozyt. Niezbędne jest więc kontrolowanie parametrów komponentów. Kontrola taka jest tym bardziej istotna, jeśli bierze się pod uwagę szeroki wachlarz dostępnych żywic, a także dodatków stosowanych podczas wytwarzania półfabrykatów, takich jak: akceleratory krystalizacji, pozostałości rozpuszczalników, zanieczyszczenia, produkty uboczne reakcji polimeryzacji. W kontroli pomocne są badania fizyczne pozwalające ocenić podstawowe cechy półfabrykatów, takie jak: zawartość masowa i objętościowa osnowy i wzmocnienia, gęstość, czas żelowania, odpływ żywicy [1-3].

Dodatkowo dalsze badania fizyczne kompozytów wytworzonych z półfabrykatów pozwalają ocenić nie tylko ich podstawowe właściwości (zawartość wzmocnienia, pustek w kompozycie, gęstość), ale także dają informacje o prawidłowości przebiegu procesu wytwarzania kompozytu oraz pozwalają na odpowiedni dobór warunków utwardzania [1].

W artykule przedstawiono badania fizyczne pomocne w ocenie wybranych właściwości półfabrykatów, a także gotowych kompozytów. Zostały przeprowadzone najistotniejsze próby prowadzące do oceny:

1. Udziału osnowy, wzmocnienia i pustek w kompozycie z zastosowaniem metody ekstrakcji w rozpuszczalnikach;
2. Gęstości kompozytu;
3. Masy powierzchniowej wzmocnienia;
4. Czasu żelowania żywicy i odpływu żywicy podczas utwardzania.

2. PRZEGLĄD METOD FIZYCZNYCH

Metody fizyczne badania materiałów kompozytowych są pomocne w ocenie właściwości zarówno preimpregnatów, jak i gotowych materiałów kompozytowych z nich wytworzonych. Do metod tych zaliczamy:

1. Badania zawartości żywicy, wzmocnienia oraz masa powierzchniowa wzmocnienia w preimpregnatach;
2. Badania zawartości składników stałych (osnowy i wzmocnienia) w materiale kompozytowym;
3. Badania zawartości składników lotnych w preimpregnatach oraz pustek w utwardzonych kompozytach;
4. Określanie czasu żelowania żywicy;
5. Badania odpływu żywicy podczas procesu wytwarzania kompozytu;
6. Gęstość kompozytu i preimpregnatu;
7. Grubość warstwy w utwardzonym kompozycie.

2.1. Badania preimpregantów

Zawartość żywicy, wzmocnienia oraz masa powierzchniowa wzmocnienia

Zawartość wzmocnienia w preimpregnatach bada się przez ekstrakcję wzmocnienia z żywicy w odpowiednim rozpuszczalniku lub w podwyższonej temperaturze. Przy doborze rozpuszczalnika należy wziąć pod uwagę rodzaj preimpregnatu. Rozpuszczalnik powinien bowiem zapewniać

całkowite rozpuszczanie żywicy i nie naruszyć wzmocnienia. Metoda opisana jest w normach ASTM C 613 oraz ASTM D 3529 [4, 5]. Norma ASTM C 613 opisuje sposób ekstrakcji w aparacie Soxhlet [4]. Norma ASTM D 3529 podaje dwie metody określania zawartości żywicy i wzmocnienia w preimpregnacie w zależności od rodzaju wzmocnienia. Dla preimpregnatów z żywic rozpuszczalnych w rozpuszczalnikach organicznych zalecana jest ekstrakcja w acetonie, MEK lub DMF. Takie zabiegi polecane są również w przypadku wzmocnienia z włókien węglowych lub grafitowych, które nie są odporne na wysoką temperaturę, za to wykazują odporność chemiczną. Preimpregnaty ze wzmocnieniem w postaci włókien szklanych czy ceramicznych, które to włókna są odporne na wysoką temperaturę, mogą być badane metodą wypalania żywicy celem określenia zawartości wzmocnienia. Wypalanie należy prowadzić w piecu muflowym w temperaturze, która pozwala na całkowite utlenienie żywicy, ale nie narusza włókna wzmacniającego [5].

Metoda ASTM D 3529 może posłużyć również do określania masy powierzchniowej wzmocnienia, którą bada się przez określenie zawartości wzmocnienia w preimpregnacie i odniesienie jej do powierzchni próbki preimpregnatu pobranej do analizy. Metoda ta jest zalecana dla wzmocnień jednokierunkowych w postaci włókien rovingowych [5]. W metodzie ASTM D 3776 opisano natomiast sposób wyznaczania masy powierzchniowej dla wzmocnień w postaci tkanin [6].

Zawartość składników lotnych w preimpregnatach

Zawartość składników lotnych oznacza się zwykle dla preimpregnatów z żywic termoutwardzalnych, które pod wpływem warunków utwardzania (podwyższona temperatura, podciśnienie) wykazują pewien ubytek masy wynikający z wyparowywania lotnych związków stanowiących składniki żywicy, takich jak woda i niskocząsteczkowe związki organiczne. Celem usunięcia lotnych związków należy wygrzać próbkę o minimalnej powierzchni 1600 mm² w temperaturze utwardzania charakterystycznej dla danego materiału w czasie 15 minut. Sposób określania zawartości składników lotnych w preimpregnatach opisuje norma ASTM D 3530 [7].

Odpływ żywicy podczas utwardzania

Zawartość żywicy w preimpregnacie, jej skład chemiczny oraz warunki procesu utwardzania, jakim jest poddawany preimpregnat, wpływają na zjawisko odpływu żywicy podczas procesu wytwarzania kompozytu. Wyznaczanie tego parametru polega na określeniu masowego ubytku żywicy w warunkach wytwarzania kompozytu specyficznych dla danego materiału. Metoda badawcza opisana jest w normie ASTM D 3531 [8].

Czas żelowania żywicy w preimpregnacie

Czas żelowania żywicy to czas, w którym w danej temperaturze żywica ulega utwardzeniu. Czas żelowania zależy od rodzaju żywicy, składu chemicznego, dodatków stosowanych w procesie produkcyjnym. W zależności od rodzaju żywicy czas żelowania można badać w różnych temperaturach. Warunki procesu opisuje norma ASTM D 3532, gdzie do porównania czasu żelowania dla różnych materiałów zaleca się stosowanie temperatur 120°C lub 175°C. Metoda polega na utwardzaniu żywicy na szkiełku mikroskopowym. Czas żelowania liczony jest jako średni czas utwardzania zmierzony dla minimum trzech próbek [9].

2.2. Badania fizyczne kompozytów

Gęstość kompozytu węglowo-epoksydowego

Gęstość materiału kompozytowego można zbadać kilkoma metodami:

1. Metoda hydrostatyczna (norma ASTM D 792) [10];
2. Metoda kolumny gradientowej (norma ASTM D 1505) [11];
3. Metoda piknometryczna (norma ASTM D 4892) [12].

Metodą najczęściej stosowaną ze względu na swoją prostotę, dobrą dokładność pomiaru oraz nieskomplikowaną i tanią aparaturę jest metoda hydrostatyczna opisana w normie ASTM D 792 [10]. Gęstość w tej metodzie bada się przez porównanie masy próbki w powietrzu i w wodzie lub, w przypadku, gdy próbka jest słabo zwilżalna przez wodę, w innej cieczy (głównie etanol, nafta). Podczas pomiaru gęstości wymagane jest kontrolowanie parametrów takich jak: temperatura otoczenia i temperatura cieczy. Gęstość danego materiału kompozytowego powinna być określana minimum z trzech próbek o takich samych wymiarach i prostym kształcie, pozbawionych porów. Takie cechy próbki zapobiegają lokowaniu pęcherzyków powietrza na nierównościach próbki. Dodatkowo, aby zapewnić dobrą zwilżalność próbki przez ciecz zaleca się zastosowanie związków powierzchniowo-czynnych, zmniejszających napięcie powierzchniowe pomiędzy fazami. Inne istotne cechy, jakie powinien mieć badany materiał to nienasiąkliwość, minimalna objętość 1 cm³, minimalna grubość 1 mm i masa 1 g. W przypadku materiałów kompozytowych, które są złożone, zgodnie z definicją, z co najmniej dwóch materiałów o różnej gęstości, należy zwrócić szczególną uwagę na wybór reprezentatywnych próbek z partii materiału. Rekomenduje się, aby test prowadzony był w temperaturze 23±2°C przy wilgotności 50±10 %. Gęstość metodą hydrostatyczną określa się z zależności (1) [10]:

$$D = M_p(d_w - d_p)/(M_p - M_w) \quad (1)$$

gdzie: D – gęstość próbki kompozytu, g/cm³; M_p – masa próbki mierzona w powietrzu, g; M_w – masa próbki mierzona w wodzie, g; d_w – gęstość wody w danych warunkach temperatury, g/cm³; d_p – gęstość powietrza, g/cm³.

Zawartość wzmocnienia, osnowy i pustek w materiale kompozytowym

Zawartość wzmocnienia w materiale kompozytowym można określić przez wypalenie żywicy w podwyższonej temperaturze bądź jej wytrawienie zwykle w stężonych kwasach lub ich mieszaninach. Dobór metody, mieszanin i warunków procesu zależy od rodzaju kompozytu. Dla kompozytów o osnowach z żywic epoksydowych, poliamidowych i fenolowych stosowana jest zwykle mieszanina stężonego kwasu siarkowego (VI) i perhydrolu. Metoda trawienia opisana jest w normie ASTM D 3171. Metoda ta pozwala na określenie zawartości masowej i objętościowej wzmocnienia i osnowy w kompozycie, a dodatkowo udziału objętościowego pustek (miejsce gdzie nie dociera materiał osnowy- na granicy włókno/osnowa) W przypadku oznaczania udziału objętościowego pustek w próbce konieczne jest wcześniejsze oznaczenie gęstości próbki [13].

Metodą alternatywną pozwalającą na oznaczenie opisywanych parametrów jest usuwanie osnowy przez wypalenie. Metoda ta dedykowana jest dla kompozytów, których wzmocnienie jest odporne na wysoką temperaturę, tj.: szkło, kwarc, krzemionka. Nie jest zalecana w przypadku wzmocnienia

z włókien węglowych i innych organicznych. Metoda opisana jest w normach ASTM D 3171 oraz ASTM D 2584 [13, 14].

Grubość warstwy preimpregnatu w utwardzonym kompozycie

Określenie grubości pojedynczej warstwy w laminacie polega na pomiarze grubości próbki kompozytu z zastosowaniem miktrometru o płaskich końcówkach. Pomiaru grubości dokonuje się w 10 różnych punktach jednakże oddalonych o co najmniej centymetr od brzegów próbki. Średnia wartość z pomiarów odniesiona do ilości warstw, z której został wykonany kompozyt daje informację o grubości warstwy preimpregnatu w kompozycie. Metoda pomiaru opisana jest w normie ASTM D3171 [12].

3. CZĘŚĆ EKSPERYMENTALNA

3.1. Materiał stosowany w badaniach fizyczno-chemicznych

Do badań właściwości fizycznych zastosowano komercyjnie dostępny preimpregnat węglowo-epoksydowy MTM46 firmy Cytec. Wykonano próby dla samego preimpregnatu, a także dla kompozytu wytworzonego z preimpregnatu. Kompozyt został wytworzony metodą bezautoklawową z 14 warstw preimpregnatu o konfiguracji $[90]_{14}$ w procesie utwardzania zgodnym z kartą materiałową produktu. Proces utwardzania prowadzony był dwuetapowo w temperaturze 80 °C, a następnie w 120 °C.

3.2. Metodyki badawcze

Badania właściwości materiału prowadzono zgodnie z wytycznymi odpowiednich norm. Badania prowadzono na minimum 3 próbkach. Stosowano następujące metody badawcze:

1. Badania gęstości prowadzono na wadze analitycznej pozwalającej na pomiar masy próbki z dokładnością do $\pm 0,00001$ g, uzbrojonej w zestaw do badania gęstości metodą hydrostatyczną firmy Mettler Toledo. Badania prowadzono zgodnie z wytycznymi normy ASTM D792-13. Badano próbki utwardzonego kompozytu o wymiarach $25 \times 25 \times 2,3$ mm. Jako ciecz zastosowano wodę destylowaną.
2. Zawartość żywicy i wzmocnienia w preimpregnacie określano przez rozpuszczenie żywicy epoksydowej w acetonie. Proces rozpuszczania prowadzono w podwyższonej temperaturze z zastosowaniem mieszadła magnetycznego celem lepszej penetracji rozpuszczalnika między włóknami. Po rozpuszczeniu żywicy roztwór z włóknami sączono na tygłu i suszono. Masę włókien mierzono na wadze analitycznej z dokładnością do $\pm 0,0001$ g. Badano próbki preimpregnatu o wymiarach 100×100 mm. Badania prowadzono zgodnie z wytycznymi normy ASTM D 3529. Zastosowana metodyka pozwoliła na wyliczenie masy powierzchniowej wzmocnienia z zależności (2):

$$AW = (W_3 - W_2) \quad (2)$$

gdzie: AW - masa powierzchniowa wzmocnienia, g/m^2 ; W_3 - masa próbki i tygła po suszeniu, g; W_2 - masa pustego tygła, g; A - powierzchnia próbki, m^2 .

3. Zawartość składników lotnych w preimpregniecie określano przez pomiar różnicy masy początkowej próbki preimpregnatu oraz masy po wygrzaniu próbki w temperaturze 175°C w atmosferze powietrza w czasie 20 minut. Badania prowadzono zgodnie z wytycznymi normy ASTM D3530.
4. Badania odpływu żywicy określano w procesie wytwarzania kompozytu z dwóch warstw preimpregnatu o wymiarach 50 x 50 mm. Warstwy układano w pozycji 0° i 90°, a następnie utwardzano w temperaturze 175°C w czasie 20 min pod ciśnieniem 0,1 MPa. Ubytek masy kompozytu w stosunku do preimpregnatu stanowił o odpływie żywicy. Badanie prowadzono zgodnie z wytycznymi normy ASTM D3531.
5. Czas żelowania żywicy preimpregnatu określano w temperaturach 120°C i 175°C z zastosowaniem płyty grzejnej z kontrolą temperatury. Badania prowadzono na próbkach preimpregnatu o wymiarach 10×10 mm, mierząc czas do chwili, kiedy żywica ulega utwardzeniu. Badania prowadzono według normy ASTM D 3532.
6. Zawartość wzmocnienia, żywicy i pustek w kompozycie badano przez trawienie próbek kompozytu o wymiarach 25×25×2,3 mm w mieszaninie zawierającej w swym składzie 98% kwas siarkowy i 30% wodę utlenioną w stosunku objętościowych odpowiednio 1:2. Proces prowadzono w czasie kilku godzin, po czym odsączano włókna od roztworu. Z otrzymanej masy włókien określano zawartość żywicy i wzmocnienia w kompozycie, a także pustek w materiale kompozytowym. Badania prowadzono zgodnie z wytycznymi normy ASTM D 3171.
7. Grubość warstw preimpregnatu w utwardzonym kompozycie określano na próbkach o wymiarach 25×25 mm o znanej ilości warstw preimpregnatu (14 warstw). Grubość mierzono w kilku miejscach próbki i określano średnią pomiaru. Pomiaru dokonywano mikrometrem o płaskich końcówkach. Pomiar prowadzono według normy ASTM D3171.

3.3. Wyniki badań

W tabelach 1÷4 przedstawiono wyniki badań fizycznych dla preimpregnatu węglowo-epoksydowego MTM46. Oceniono, że średnia zawartość żywicy preimpregnatu dla wyselekcjonowanych z materiału próbek to 30,4% mas, a masa powierzchniowa wzmocnienia 161 g/m². Zawartość składników lotnych badana w temperaturze 175°C to 0,30% mas. Czas żelowania w tej temperaturze to 30 sek. Podczas wytwarzania kompozytu otrzymano ubytki żywicy na poziomie <7% mas.

Tab. 1. Zawartość żywicy, wzmocnienia i masa powierzchniowa wzmocnienia preimpregnatu MTM46

Nr próbki	Masa początkowa preimpregnatu, g	Masa włókien, g	Zawartość włókien, % mas.	Zawartość żywicy, % mas.	Masa powierzchniowa wzmocnienia, g/m ²
UP1	3,0212	2,0967	69,4	30,6	161
UP2	2,9848	2,1450	71,9	28,1	161
UP3	3,1150	2,0990	67,4	32,6	160
Wartość średnia			69,6	30,4	160,7
Odchylenie standardowe			2,3	2,3	0,6
Współczynnik zmienności			3,2	7,4	0,4

Tab. 2. Zawartość składników lotnych preimpregnatu badana w temperaturze 175°C

Nr próbki	Masa początkowa preimpregnatu, g	Masa po wygrzaniu, g	Zawartość składników lotnych, % obj.
UP4	2,38730	2,38073	0,28
UP5	2,45161	2,44421	0,30
UP6	2,45754	2,45062	0,28
Wartość średnia			0,29
Odchylenie standardowe			0,01
Współczynnik zmienności			4,03

Tab. 3. Ubytek żywicy podczas utwardzania preimpregnatu w temperaturze 175°C, pod ciśnieniem 0,1MPa

Nr próbki	Masa początkowa preimpregnatu, g	Masa po wygrzaniu, g	Ubytek żywicy, % mas.
UP7	1,17126	1,08901	7,0
UP8	1,16999	1,08749	7,1
UP9	1,19128	1,10905	6,9
Wartość średnia			7,0
Odchylenie standardowe			0,1
Współczynnik zmienności			1,4

Tab. 4. Czas żelowania w temperaturze 120°C i 175°C

Nr próbki	Temperatura, °C	Czas żelowania, min
UP10	120	25
UP11		24
UP12		28
UP13	175	0,5
UP14		0,5
UP15		0,5

Tab. 5. Zawartość żywicy, wzmocnienia i pustek w kompozycie oraz gęstość próbki i średnia grubość warstwy preimpregnatu w utwardzonym kompozycie

Nr próbki	Gęstość, g/cm ³	Grubość warstwy, mm	Masa początkowa próbki, g	Masa włókien po ekstrakcji, g	Zawartość włókien, % mas.	Zawartość żywicy, % mas.	Zawartość pustek, % obj.
CP1	1,553	0,143	1,94977	1,3135	67,37	32,63	0,01
CP2	1,550	0,144	1,95114	1,3422	68,79	31,21	0,72
CP3	1,557	0,144	2,01137	1,3706	68,14	31,86	0,04
Wartość średnia					68,10	31,90	0,26
Odchylenie standardowe					0,71	0,71	0,40
Współczynnik zmienności					1,04	2,23	156,44

W tabeli 5 przedstawiono wyniki badań właściwości fizycznych dla kompozytu wytworzonego z 14 warstw preimpregnatu MTM46 metodą bezautoklawową. Otrzymany kompozyt miał gęstość $1,55 \text{ g/cm}^3$. Średnia grubość warstwy preimpregnatu to $0,14 \text{ mm}$. Zawartość żywicy w kompozycie wahała się w granicach $31\div 32\%$ mas; zawartość pustek wynosi do $<0,7\%$ obj.

4. WNIOSKI

Opisane metody badawcze prowadzące do oceny podstawowych właściwości fizycznych materiałów użyto do oceny właściwości preimpregnatu MTM46 oraz kompozytu wytworzonego z tego preimpregnatu metodą bezautoklawową. Z przeprowadzonych badań uzyskano następujące informacje:

1. Zastosowane metody badawcze prowadzące do oceny zawartości żywicy i włókien węglowych preimpregnatu węglowo-epoksydowego wykazały 30% mas. zawartość żywicy w preimpregnacie oraz masę powierzchniową wzmocnienia 160 g/m^2 , co jest zgodne z danymi producenta materiału i tym samym potwierdza zasadność stosowania przedstawionych metod w celu oceny tych właściwości materiału.
2. Zgodnie z danymi producenta materiał MTM46 może być utwardzany w temperaturach z zakresu $80\div 175^\circ\text{C}$ i w tym zakresie właściwości materiału nie ulegają pogorszeniu. W temperaturze 175°C czas utwardzania preimpregnatu jest 60 razy krótszy niż w temperaturze 120°C , co znacznie przyspiesza proces wytwarzania kompozytu metodą bezautoklawową czyniąc go pod tym względem bardziej ekonomicznym, choć jednocześnie zastosowanie wyższej temperatury wymaga stosowania materiałów pomocniczych (piec, delaminaż, folia ochronna, worek próżniowy) odpornych na zastosowane warunki.
3. W wyniku uzyskanej małej zawartości składników lotnych w materiale MTM46, tj. $0,28\div 0,30\%$ mas. uzyskano małą zawartość pustek ($<0,7\%$ obj.) w materiale kompozytowym, wytworzonym metodą bezautoklawową. Taka wartość jest porównywalna z materiałami kompozytowymi uzyskanymi droższymi metodami w autoklawie.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Brown, R., 1999, *Handbook of Polymer Testing: Physical Methods*, Marcel Dekker, Nowy Jork.
- [2] Tsai, S.W., 1979, *Composite materials: testing and design*, American Society for Testing and Materials.
- [3] Military Handbook - MIL-HDBK-17-1F: *Composite Materials Handbook, Volume 1 - Polymer Matrix Composites Guidelines for Characterization of Structural Materials*, U.S. Department of Defense
- [4] American Society for Testing and Materials, 2014, "Standard Test Method for Constituent Content of Composite Preimpregnat by Soxhlet Extraction" ASTM C 613-14.
- [5] American Society for Testing and Materials, 2013, "Standard Test Method for Matrix Solids Content and Matrix Content of Composite Preimpregnat", ASTM D3529M – 10.
- [6] American Society for Testing and Materials, 2009, "Standard Test Methods for Mass Per Unit Area (Weight) of Fabric" ASTM D3776 / D3776M - 09a(2013).

- [7] American Society for Testing and Materials, 1997, "Standard Test Method for Volatiles Content of Composite Material Preimpregnat", ASTM D3530 - 97(2008)e2.
- [8] American Society for Testing and Materials, 2011, "Standard Test Method for Resin Flow of Carbon Fiber-Epoxy Preimpregnat", ASTM D3531 / D3531M – 11.
- [9] American Society for Testing and Materials, 2012, "Standard Test Method for Gel Time of Carbon Fiber-Epoxy Preimpregnat" ASTM D3532 / D3532M – 12.
- [10] American Society for Testing and Materials, 2013, "Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement", ASTM D 792-13.
- [11] American Society for Testing and Materials, 2010, "Standard Test Method for Density of Plastics by the Density-Gradient Technique", ASTM D1505 – 10.
- [12] American Society for Testing and Materials, 2014, "Standard Test Method for Density of Solid Pitch (Helium Pycnometer Method)", ASTM D4892 – 14.
- [13] American Society for Testing and Materials, 2015, "Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials", ASTM D3171 – 15.
- [14] American Society for Testing and Materials, 2011, "Standard Test Method for Ignition Loss of Cured Reinforced Resins", ASTM D2584 – 11.

REVIEW OF PHYSICAL TESTS FOR COMPOSITE MATERIALS CHARACTERISATION

Abstract

The study presents an overview of physical methods applied for evaluating the properties of composite materials based on thermosetting resins. A research of the fundamental performance of the composite such as: participation of matrix, reinforcement, voids in the composite material and density of the composite were described. Those methods and their selection were defined according to the type of the composite reinforcement. Additionally, test procedures for assessing the physical properties of the preimpregnats which are semi-finished products in the manufacture process of composite materials, were presented. Properties of preimpregnats which are helpful in the control of curing process during composites manufacture such as: gel time of the resin, resin flow during the curing process and volatile contents in material were determined.

Properties of the MTM46 preimpregnat were investigated according to ASTM standards. The preimpregnat was tested in 120 and 175°C and gel time of the resin in preimpregnat, the resin flow during curing process and volatiles content were evaluated. Then, from the MTM46 material the composite was prepared by out of autoclave method. Samples of the composite were tested in order to determine matrix, reinforcement and the voids content. The composite obtained was characterized by a density of 1.55 g / cm³, a solids content of 68% by mass for fibers and 32% for resin and the content of voids was 0,26%.

Keywords: physical properties, polymer composites, epoxy-carbon preimpregnats.