

# WPŁYW WYBRANYCH PARAMETRÓW NA POPRAWNOŚĆ PRZEPROWADZANIA BADAŃ ZAWARTOŚCI SKŁADNIKÓW STAŁYCH W MATERIALE KOMPOZYTOWYM

ANNA STEPNIOWSKA

Centrum Technologii Kompozytowych, Instytut Lotnictwa, Al. Krakowska 110/114, 02-256 Warszawa  
[anna.stepniowska@ilot.edu.pl](mailto:anna.stepniowska@ilot.edu.pl)

## Streszczenie

W opracowaniu przedstawiono wpływ wybranych parametrów (temperatura grzania, grubość próbki, ilość użytego kwasu siarkowego (VI) oraz czas trwania procesu), na jakość przeprowadzonych badań zawartości składników stałych – osnowy oraz wzmocnienia, w materiale kompozytowym. W artykule zamieszczono wyniki przeprowadzonych badań zawartości składników stałych w materiale kompozytowym. Badanym przedmiotem były płyty kompozytowe wykonane z jednokierunkowego preimpregnatu TC250/HTS(12k)-150-42%RW oraz materiał kompozytowy otrzymany z preimpregnatu MTM46/HTS40(12k)-150-35%RW. Zarówno płyty kompozytowe TC250/HTS(12k)-150-42%RW jak i MTM46/HTS40(12k)-150-35%RW mają osnowę wykonaną z żywicy termoutwardzalnej.

Badania zawartości składników stałych w próbkach kompozytowych wykonano według normy ASTM D3171. Materiał badano w dwóch różnych temperaturach: 100°C oraz 250°C. Kolejnym badanym parametrem był dobór optymalnej ilości 96 % stężonego kwasu siarkowego (VI), tj.: 30 ml, 40 ml, 50 ml, 60 ml oraz 70 ml, uwzględniając różną grubość próbek. Badane próbki nie były jednakowej masy, co również miało wpływ na badania. Ostatnim kryterium był pomiar czasu trwania procesu.

Słowa kluczowe: zawartość składników stałych, kompozyty polimerowe, właściwości fizyczno-chemiczne

## 1. WPROWADZENIE

Badania fizyczno-chemiczne pozwalają określić podstawowe właściwości materiałów kompozytowych takie jak jego gęstość, udział wzmocnienia, zawartość pustek. Ponadto, zastosowanie tej grupy badań daje możliwość na dokonanie wnikliwej analizy, co do poprawności przeprowadzonego procesu otrzymywania kompozytu jak również umożliwia dokonanie właściwego doboru warunków utwardzania [1, 2].

Metody fizyczno-chemiczne stosowane są zarówno do analizy właściwości preimpregnatów jak również i do oceny materiałów kompozytowych. Do najważniejszych metod fizyczno-chemicznych zalicza się badania:

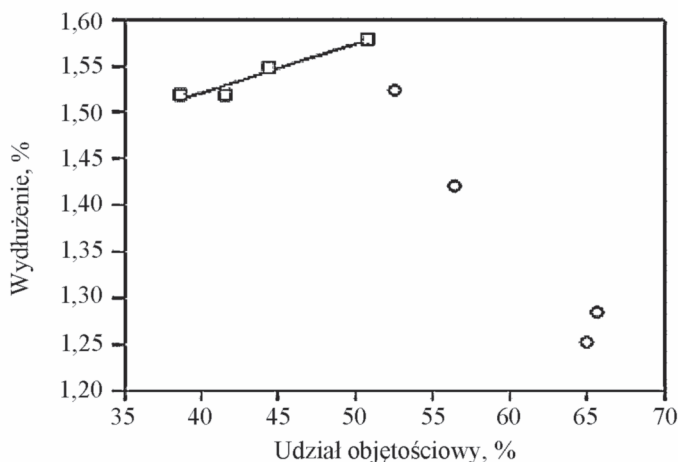
1. gęstości kompozytu oraz preimpregnatu;
2. zawartości poszczególnych komponentów – osnowy i wzmocnienia;
3. grubości warstw preimpregnatu;
4. preimpregnatu – określenie zawartości masy powierzchniowej, wzmocnienia oraz żywicy;
5. dotyczące czasu żelowania.

W artykule przedstawiono wymienione metody badawcze: gęstość kompozytu oraz badania zawartości poszczególnych komponentów (osnowy i wzmocnienia). Przeprowadzono badania pozwalające na ocenę m.in. udziału wzmocnienia i osnowy w kompozycie, określeniu wpływu wybranych parametrów (ilość kwasu siarkowego, grubość) oraz dobór optymalnych parametrów procesu.

Istnieją różne metody określania zawartości składników stałych w materiale kompozytowym. Do metod tych można zaliczyć m.in. wytrawienie żywicy w stężonych kwasach, bądź ich mieszaninach, wypalenie żywicy w odpowiednio wysokiej temperaturze jak również poprzez zastosowanie układu mikroskopów (IA methods). W pierwszej przedstawionej metodzie [2] używa się stężonych kwasów, których dobór jest uzależniony od rodzaju zastosowanej osnowy. Kompozyty o osnowie z żywic epoksydowych, stalowych, miedziowych trawione są stężonym kwasem azotowym (V). Z kolei, stężony kwas siarkowy (VI) używa się do trawienia materiałów kompozytowych o osnowie z żywicy fenolowej, poliamidowej oraz epoksydowych [3].

Drugą z wymienionych metod jest metoda polegająca na usunięciu osnowy w wyniku jej wypalenia w wysokiej temperaturze. Przeznaczona jest do stosowania w materiałach kompozytowych, w których wzmocnienie wykazuje odporność na wysoką temperaturę, jak np. krzemionka, kwarc i szkło. Opisana została zarówno w normie ASTM D3171 jak i ASTM D2584 [3, 4].

Trzecia z wymienionych metod została użyta przez D. Cohen i współautorów [5]. Przeprowadzono badania udziału objętościowego włókien, osnowy oraz wpustek [5]. W dalszej kolejności wykonano badania mechaniczne włókien węglowych. Na podstawie otrzymanych wyników z przeprowadzonych badań uzyskano zależność udziału objętościowego włókien węglowych (Fiber Volume – FV) z wybranymi właściwościami mechanicznymi, tj. wydłużenie, wytrzymałość [5]. Na rysunku 1 przedstawiono zależność wydłużenia od udziału objętościowego włókien. Zaobserwowano, iż siła wzrasta ze wzrostem objętości włókien, osiągając swoje maksimum w objętości włókien równej 52%. Powyżej 55% udziału objętościowego włókien, wartość wydłużenia zaczyna spadać, aż do zerwania włókien.



Rys.1. Zależność wartości wydłużenia od udziału objętościowego włókien węglowych [4]

Określanie udziału objętościowego poszczególnych komponentów (osnowa, wzmocnienie) oraz występujących pustek w materiale kompozytowym za pomocą układu mikroskopów oraz specjalistycznego oprogramowania jest metodą znaną i wykorzystywaną dla niewielkiej powierzchni badawczej. Wadą tej metody jest ograniczenie w zastosowaniu, ponieważ metoda ta jest miarodajna dla włókien ułożonych jednokierunkowo. W przypadku włókien ułożonych pod kilkoma kątami, bardzo trudno, a niekiedy jest niemożliwe precyzyjne przeprowadzenie analizy ilościowej osnowy i wzmocnienia.

Wyznaczenie udziału objętościowego poszczególnych składników w materiale kompozytowym może odbywać się metodami, które powodują destrukcję badanego materiału, jak również za pomocą metod nieniszczących. W artykule opisano jedną z metod degradujących próbki – badania w kwasach. Ponadto do metod tych zalicza się tzw. mokre spalanie (*wet combustion*) [6, 7]. Wymienione metody nie tylko powodują zniszczenie materiału, ale również są szkodliwe dla środowiska jak i personelu badawczego. Metody nieniszczące są alternatywą w wyznaczeniu udziału objętościowego składników stałych w kompozycie. Do głównych zalet zalicza się większe bezpieczeństwo podczas badania oraz brak zdegradowanego materiału [8].

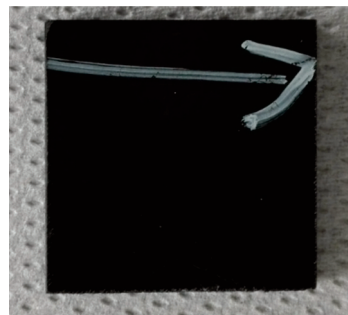
Artykuł zawiera omówienie badań fizyczno-chemicznych wraz z wynikami. Na tej podstawie możliwa jest ocena:

1. gęstości osnowy i wzmocnienia;
2. udziału poszczególnych komponentów (osnowa, wzmocnienie);
3. wyznaczenia zawartości pustek.

## 2. METODYKA BADAŃ

Na podstawie normy ASTM D3171 wykonano badania zawartości poszczególnych składników stałych – osnowy oraz wzmocnienia w kompozycie polimerowym z włókna węglowego. Dobór procedury uwarunkowany jest od rodzaju użytej osnowy. Dla kompozytu o osnowie z żywicy epoksydowej, fenolowej, a także poliamidowej zalecane jest stosowanie mieszaniny kwasu siarkowego (VI) 96÷98% oraz nadtlenu wodoru 30÷50% (procedura B, wg normy ASTM D3171).

Badaniom poddano jedenaście próbek kompozytowych wytworzonych z dwóch różnych preimpregnatów, tj. TC250/HTS(12k)-150-42%RW oraz MTM46/HTS40(12k)-150-35%RW. Próbki oznaczone symbolem P-O.2 ÷ O.9 pochodzą z płyty kompozytowej wykonanej z preimpregnatu TC250/HTS(12k)-150-42%RW, natomiast próbki od CP1 do CP3 otrzymano z płyty kompozytowej dla preimpregnatu MTM46/HTS40(12k)-150-35%RW. Wszystkie badane próbki miały wymiary (szerokość × długość): 25×25 mm (Rys. 2).



Rys. 2. Badany materiał, stan wyjściowy [opracowanie własne]

Przeprowadzono badania zawartości składników stałych (Fibre Volume) dla opisanych materiałów kompozytowych. Badania wykonano z uwzględnieniem zmiennych parametrów procesu, w celu zoptymalizowania metody dla poszczególnych materiałów kompozytowych.

Do zmiennych kryteriów zaliczono temperaturę grzania, czas trwania procesu, ilość użytego kwasu siarkowego VI o stężeniu równym 96%, grubość próbek oraz ich masę. Dla materiału wytworzonego z jednokierunkowego preimpregnatu TC250/HTS(12k)-150-42%RW zastosowano temperaturę grzania 250°C. Ilość użytego kwasu siarkowego była zmienna, dla badanych próbek i wyniosła 30 ml, 40 ml, 50 ml, 60ml oraz 70 ml. Kolejnym parametrem był pomiar czasu trwania

procesu. Sprawdzone czy założony czas jest wystarczający, aby cały proces zaszedł poprawnie. Z tego względu sprawdzano stan próbek zalanych kwasem po upływie: 30 minut, 60 minut, 120 minut i więcej, jeżeli żywica nie uległa całkowitemu rozłożeniu.

## 2.1. Metodyka badawcza zawartości żywicy, wzmocnienia i pustek

Badania wykonano zgodnie z wytycznymi zawartymi w normach ASTM [3, 9]. Przeprowadzona metoda badawcza była wieloetapowa:

1. Pomiar grubości próbek mikrometrem z płaskimi końcówkami.
2. Określenie gęstości względnej zgodnie z normą ASTM D792-13. Badania gęstości przeprowadzono wykorzystując wagę analityczną o dokładności  $\pm 0,00001$  g firmy Mettler Toledo (Rys. 3). Do badań zastosowano wodę demineralizowaną.



Rys. 3. Stosowana waga analityczna [opracowanie własne]

Gęstość względna to stosunek masy nienasiąkliwego materiału w temperaturze 23°C do masy materiału zanurzonego w całej objętości, w wodzie destylowanej lub demineralizowanej wolnej od pęcherzyków gazu, w tej samej temperaturze [9]. Gęstość oznaczana jest symbolem:

$$sp\ gr_{23/23^{\circ}C} = \frac{a}{a-b},$$

gdzie „a” to masa próbki mierzonej w powietrzu, zaś symbol „b” oznacza masę próbki zanurzonej w wodzie.

3. Badanie zawartości poszczególnych składników stałych w 96% kwasie siarkowym na rozgrzanej płycie grzewczej (Rys. 4a). Czas trwania procesu był uzależniony od użytej ilości kwasu, zastosowanej temperatury jak również i grubości danej próbki. Po wyraźnej zmianie barwy oraz widocznych włókach na powierzchni roztworu (rys. 4b) dodano 30% nadtlenek wodoru wg proporcji podanych w normie ASTM D3171. Etap uznaje się za końcowy, gdy roztwór się odbarwia, lub wyraźnie następuje zmiana koloru na jaśniejszy oraz gdy włókna wydobywają się na powierzchnię cieczy (Rys. 4c). Włókna odsączono od roztworu i wygrzano w 110°C przez 2 godziny. Po przeprowadzonym procesie zważono tygłe z włóknami na wadze analitycznej z dokładnością do  $\pm 0,00001$  g. Otrzymana masa włókien pozwala na określenie zawartości poszczególnych składników w kompozycie – żywicy, wzmocnienia oraz pustek.

Na podstawie przeprowadzonych doświadczeń dokonano obliczeń wg poniższych wzorów (1÷5).

Zawartość procentowa (procent masowy) włókien (wzmocnienia):

$$W_r = \frac{M_f}{M_i} \times 100 \quad (1)$$

Zawartość procentowa (procent wagowy) włókien (wzmocnienia):

$$V_f = \frac{M_f}{M_i} \times 100 \times \frac{\rho_c}{\rho_r} \quad (2)$$

Zawartość procentowa (procent masowy) osnowy:

$$W_m = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100 \quad (3)$$

Zawartość procentowa (procent objętościowy) osnowy:

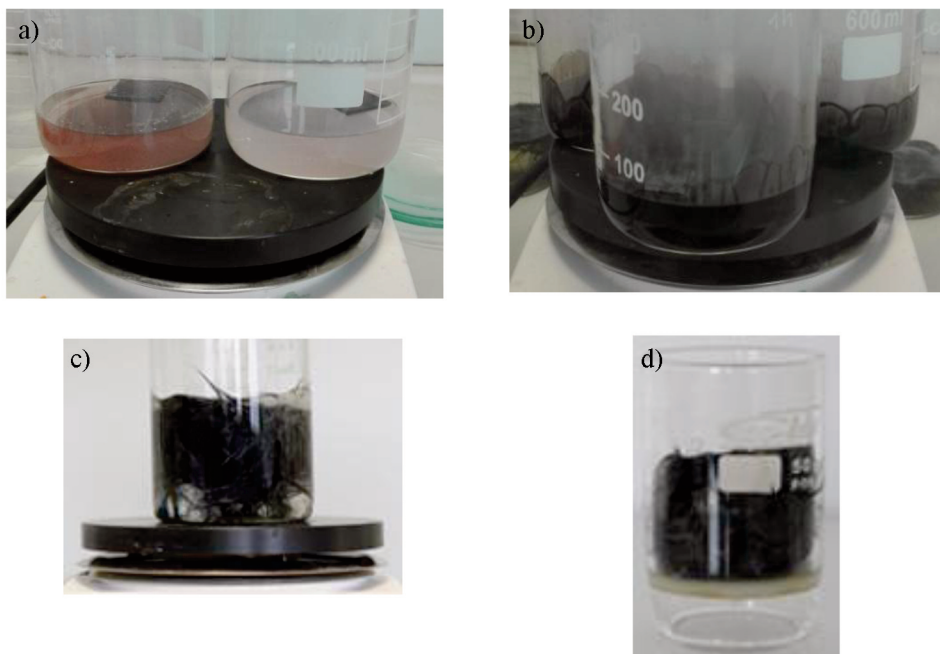
$$V_m = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times \frac{\rho_c}{\rho_m} \times 100 \quad (4)$$

Zawartość pustek:

$$V_v = 100 - (V_r + V_m) \quad (5)$$

gdzie:

$W_r$  – zawartość procentowa włókien, % mas.;  $M_i$  – masa początkowa próbki, g;  $M_f$  – masa końcowa próbki po trawieniu, g;  $V_f$  – zawartość procentowa włókien, % obj.;  $W_m$  – zawartość procentowa osnowy, % mas.;  $V_m$  – zawartość procentowa osnowy, % obj.;  $\rho_c$  – gęstość próbki, g/cm<sup>3</sup>;  $\rho_r$  – gęstość wzmocnienia, g/cm<sup>3</sup>;  $\rho_m$  – gęstość osnowy, g/cm<sup>3</sup>;  $V_V$  – zawartość pustek, % mas.



Rys. 4. Poszczególne etapy rozpuszczania żywicy w badanej próbce kompozytowej:

a) etap 1 – dodanie stężonego kwasu siarkowego (VI), zainicjowanie reakcji rozpuszczania, b) etap 2 – rozkład komponentów, c) etap 3 – dodanie perhydrolu, powoduje utlenianie żywicy i wzmoczenie wydzielania się oparów, d) etap 4 – włókna po procesie ekstrakcji i suszeniu, umieszczone w tyglu filtracyjnym [opracowanie własne]

### 3. WYNIKI BADAŃ I ICH ANALIZA

Przeprowadzono badania zawartości składników stałych (Fibre Volume) dla materiału kompozytowego wytworzonego z jednokierunkowego preimpregnatu TC250/HTS(12k)-150-42%RW oraz materiału kompozytowego otrzymanego z preimpregnatu MTM46. Badania prowadzono z uwzględnieniem zmiennych parametrów procesu, w celu zoptymalizowania metody dla poszczególnych materiałów kompozytowych.

Do zmiennych kryteriów zaliczono temperaturę grzania, czas trwania procesu, ilość użytego kwasu siarkowego VI o stężeniu równym 96%, grubość próbek oraz ich masę. Dla materiału wytworzonego z jednokierunkowego preimpregnatu TC250/HTS(12k)-150-42%RW zastosowano temperaturę grzania 250°C. Ilość użytego kwasu siarkowego była zmienna, dla badanych próbek i wyniosła 30 ml, 40 ml, 50 ml, 60 ml oraz 70 ml. Kolejnym parametrem był pomiar czasu trwania procesu. Sprawdzone czy założony czas jest wystarczający, aby cały proces zaszedł poprawnie. Z tego względu sprawdzano stan próbek zalanych kwasem po upływie: 30 min., 60 min., 120 minut i więcej, jeżeli żywica nie uległa całkowitemu rozłożeniu. Tabela 1 zawiera wymienione parametry z uwzględnieniem grubości oraz masy badanych próbek. Zaobserwowano, iż po dodaniu poniżej 50 ml kwasu siarkowego nie nastąpiło całkowite rozpuszczenie żywicy w czasie krótszym niż 180 minut, dla próbek o grubości powyżej 2 mm. Dodanie kwasu siarkowego w ilości 60 ml oraz 70 ml także nie skróciło czasu trwania procesu.

Tabela 1. Zastosowane kryteria podczas przeprowadzania badań zawartości składników stałych dla temperatury 250°C, [opracowanie własne]

| Numer próbki | Grubość, mm | Masa początkowa próbki, g | Ilość kwasu siarkowego (VI) 96 % stężenie, ml | Czas, min |
|--------------|-------------|---------------------------|---|-----------|
| P-O.2        | 1.01        | 0,92388                   | 40  | 140       |
| P-O.3        | 0.87        | 0,77980                   | 50  | 120       |
| P-O.4        | 2.06        | 1,92271                   | 40  | 180       |
| P-O.5        | 2.01        | 1,90978                   | 50  | 120       |
| P-O.6        | 2.46        | 2,33960                   | 30  | 190       |
| P-O.7        | 2.41        | 2,33231                   | 50  | 120       |
| P-O.8        | 2.74        | 2,56037                   | 60  | 180       |
| P-O.9        | 2.76        | 2,58588                   | 70  | 190       |

W Tabeli 2 przedstawiono wyniki badań zawartości składników stałych dla materiału kompozytowego wytworzonego z jednokierunkowego preimpregnatu TC250/HTS(12k)-150-42%RW. Badania prowadzono stosując zmienne parametry procesu zamieszczone w tabeli 1. Gęstość badanego materiału kompozytowego była w granicy 1,46÷1,49 g/cm<sup>3</sup>. Zawartość masowa żywicy wyniosła 38÷43%. Z kolei zawartość pustek była poniżej 2,1% mas.

Tabela 2. Wyniki badań zawartości składników stałych dla kompozytu wytworzonego z preimpregnatu TC250/HTS40(12k)-150-42%RW, [opracowanie własne]

| Nr próbki | Gęstość, g/cm <sup>3</sup> | Grubość, mm | Masa początkowa próbki, g | Masa włókien po filtracji, g | Zawartość włókien, % mas. | Zawartość żywicy, % mas. | Zawartość pustek, % mas. |
|-----------|----------------------------|-------------|---------------------------|------------------------------|---------------------------|--------------------------|--------------------------|
| P-O.2     | 1,497                      | 1.01        | 0,924                     | 0.522                        | 56.53                     | 43.47                    | 1.26                     |
| P-O.3     | 1,470                      | 0.87        | 0,780                     | 0.478                        | 61.29                     | 38.72                    | 2.07                     |
| P-O.4     | 1,466                      | 2.06        | 1,923                     | 1.115                        | 57.99                     | 42.01                    | 1.07                     |
| P-O.5     | 1,485                      | 2.01        | 1,910                     | 1.146                        | 60.03                     | 39.97                    | 0.58                     |
| P-O.6     | 1,455                      | 2.46        | 2,340                     | 1.327                        | 56.70                     | 43.30                    | 1.32                     |
| P-O.7     | 1,469                      | 2.41        | 2,332                     | 1.357                        | 58.19                     | 41.81                    | 0.95                     |
| P-O.8     | 1,470                      | 2.74        | 2,560                     | 1.537                        | 60.02                     | 39.99                    | 1.58                     |
| P-O.9     | 1,473                      | 2.76        | 2,586                     | 1.543                        | 59.66                     | 40.34                    | 1.24                     |

W tabeli 3 zamieszczono wyniki badań dla preimpregnatu MTM46. Użyty materiał składał się z 14 warstw preimpregnatu otrzymanego metodą bezautoklawową. Zmierzona gęstość wyniosła 1,55 g/cm<sup>3</sup>. Po procesie filtracji obliczono, iż zawartość żywicy była w granicy 31÷32% masowy,



a zawartość pustek była poniżej 0,7% mas. Badania prowadzono dla 50 ml kwasu siarkowego w temperaturze 100°C przez 5 godzin. Wyniki pochodzą z pracy badawczej [10].

Tabela 3. Wyniki badań zawartości składników stałych dla kompozytu wytworzonego z preimpregnatu MTM46 [9]

| Nr próbki | Gęstość, g/cm <sup>3</sup> | Grubość, mm | Masa początkowa próbki, g | Masa włókien po filtracji, g | Zawartość włókien, % mas. | Zawartość żywicy, % mas. | Zawartość pustek, % mas. |
|-----------|----------------------------|-------------|---------------------------|------------------------------|---------------------------|--------------------------|--------------------------|
| CP1       | 1,553                      | 0,143       | 1,949                     | 1,314                        | 67,37                     | 32,63                    | 0,01                     |
| CP2       | 1,550                      | 0,144       | 1,951                     | 1,342                        | 68,79                     | 31,21                    | 0,72                     |
| CP3       | 1,557                      | 0,144       | 2,011                     | 1,370                        | 68,14                     | 31,86                    | 0,04                     |

#### 4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań uzyskano następujące wnioski:

1. Przedstawiona metoda badawcza zawartości składników stałych w materiale kompozytowym wykonanym z preimpregnatu TC250/HTS40(12k)-150-42%RW wykazała zawartość 41 % masowych żywicy oraz zawartość 30 % mas. żywicy w preimpregnacie MTM 46. Otrzymane wyniki są zgodne z kartami informacyjnymi podanymi przez producenta, co potwierdza prawidłowość wybranej metody badawczej.
2. Na poprawność procesu określenia zawartości składników stałych w materiale kompozytowym wpływają takie czynniki jak: gęstość i grubość próbek, temperatura i czas trwania procesu, rodzaj zastosowanego kwasu oraz jego ilość. W wyniku przeprowadzonych badań eksperymentalnych stwierdzono, iż optymalne warunki procesu dla TC250/HTS(12k)-150-42%RW uzyskuje się, gdy temperatura grzania wynosi 250°C, dla 50 ml 96 % stężonego kwasu siarkowego (VI). Wówczas proces całkowitego rozpuszczenia żywicy przebiega w ciągu dwóch godzin.
3. Zaobserwowano, iż dodanie 30 ml kwasu siarkowego było niewystarczające do rozpuszczenia żywicy w preimpregnacie TC250/HTS40(12k)-150-42%RW w ciągu dwóch godzin, w temperaturze 250°C. Podobne wnioski stwierdzono po dodaniu 60 ml oraz 70 ml kwasu siarkowego do tego samego materiału. W obu opisanych przypadkach, proces rozpuszczania żywicy wyniósł ponad 2,5 godziny.
4. Przeprowadzone badania eksperymentalne dla kompozytu z preimpregnatu MTM46 wykazały, iż zastosowanie temperatury równej 100°C, dla 50 ml kwasu siarkowego jest niewystarczające, aby w relatywnie krótkim czasie nastąpił całkowity rozkład na poszczególne komponenty.

#### BIBLIOGRAFIA

- [1] Brown, R., 1999, Handbook of Polymer Testing: Physical Methods. X, Nowy Jork: Marcel Dekker.
- [2] Wiśniowski W., 2011, „Sztzywność i utrata sztywności konstrukcji lotniczych”, Prace Instytutu Lotnictwa, Vol. 214, s. 15-23.
- [3] American Society for Testing and Materials, 2015, “Standard Test Method for Constituent Content of Composite Materials”, ASTM D3171 – 15.
- [4] American Society for Testing and Materials, 2011, “Standard Test Method for Ignition Loss of Cured Reinforced Resins”, ASTM D2584 – 11, West Conshohcken, PA.
- [5] Cohen D., Mantell S. C and Zhao L., 2001, “The effect of fiber volume fraction on filament wound composite pressure vessel strength”, Composite Part B: Engineering, Elsevier, 32, (5), pp. 413-429.

- [6] Summerscales J., 1987, "Non-destructive testing of fibre-reinforced plastics composite", volume 2.
- [7] Menzel D. W. and Vaccaro R. F., 1964, "The measurement of dissolved organic and particulate carbon in seawater", WHO Institution.
- [8] Farhana N.I.E, Abdul Majid M.S., Paulraj M.P., Ahmadhilmi E., Fakhzan M.N. and Gibson A.G., 2016, "A novel vibration based non-destructive testing for predicting glass fibre/matrix volume fraction in composites using a neural network model", *Composite Structures*, 144 (2016), pp. 96-107.
- [9] American Society for Testing and Materials, (2013), "Standard Test Method for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement", ASTM D792 – 13, West Conshohocken, PA.
- [10] Sałacińska A., 2016, „Przegląd wymaganych badań fizyczno-chemicznych dla kwalifikacji materiałów kompozytowych”, *Prace Instytutu Lotnictwa*, niepublikowane.

## INFLUENCE OF SELECTED PARAMETERS FOR FIBER VOLUME TEST CORRECTNESS IN THE COMPOSITE MATERIAL

### Abstract

The study presents the influence of selected parameters (heating temperature, thickness of specimens, the amount of sulfuric acid and duration of the process) on the quality of matrix, reinforcement and the void content carbon fiber reinforced composite. This article presents the results of the physicochemical tests. Research has been done with two different composite panels. The first one was made from unidirectional prepreg TC250 / HTS (12k) -150-42% RW and the second one – MTM46 / HTS40 (12k) -150-35% RW. Both of the composite panels matrix were made with the use of thermosetting resin.

Properties of the composites were investigated according to ASTM D3171 standards. The samples were tested at: two different temperatures (100°C and 250°C), selection of the optimal amount of sulfuric acid, i.e. 30 ml, 40 ml, 50 ml, 60 ml and 70 ml taking into account varying thickness samples. The samples were not of the same weight. The last tested parameter was the duration of the process.

Keywords: solids content, polymer composites, physicochemical properties of composite.