

# 热压罐固化环氧基复合材料孔隙形成研究

## Study on Formation of Voids in Autoclave Curing Epoxy Matrix Composites

中航复合材料有限责任公司 荀国立 邱启艳 史俊伟 刘松平

**[摘要]** 通过调整固化工艺参数,模拟了碳纤维增强环氧树脂基复合材料层压板中孔隙的形成。对不同固化参数制备的层压板孔隙率进行了检测标定和金相显微镜测量验证。分析结果显示,固化压力、真空度、加压时机以及制造过程中裹入的挥发性溶剂都会对层压板的孔隙率产生影响。起始加压及减小真空压力都会降低复合材料层压板的孔隙率,随着固化压力的增大,挥发性溶剂对层压板孔隙率的影响将会逐渐减小。

**关键词:** 孔隙 孔隙率 环氧基复合材料 固化参数

**[ABSTRACT]** The simulation of voids forming in the laminates of the carbon fiber reinforced epoxy resin composites is researched by adjusting the curing process parameters. The laminate curing parameters of different porosity are prepared and verification through metallographic micro-scope measurement. The analysis results show that curing pressure, vacuum, pressure time and volatile solvents entrapped in the manufacturing process have influence on the laminate porosity. The pressure before curing and reduce the vacuum pressure will decrease the porosity of the composite laminates. With the increase of curing pressure, the influence of volatile solvent on the laminate porosity will decrease.

**Keywords:** Void Porosity Carbon fiber/epoxy composites Curing parameters

新一代大型客机对安全性、经济性、舒适性和环保性提出的更高要求推动了复合材料在飞机机体上的大量应用<sup>[1]</sup>。随着机翼、中央翼盒、机身等主承力构件先后采用整体成型复合材料技术,对复合材料的性能及可靠性提出了更高的要求。孔隙是复合材料构件内部最常见且无法避免的缺陷,复合材料构件的孔隙率会对其最终结构强度产生很大的影响。Judd和Wright的研究表明<sup>[2]</sup>,复合材料层压板构件的体积孔隙率在4%以内时,孔隙率每增加1%,层间剪切强度下降7%。朱洪艳等<sup>[3]</sup>的研究也表明复合材料的吸湿量和最大吸湿率都随着孔隙率的增大而增加。Kardos等<sup>[4-5]</sup>采用经典成核理论分析了复合材料层压板固化成型时孔隙的形成

过程。研究通过调整固化工艺参数,对热压罐固化环氧基复合材料内部孔隙的形成进行了模拟,对影响孔隙形成的因素进行了分析,对工程化生产中避免或减少孔隙有一定指导意义。

## 1 试验

### 1.1 复合材料层压板制备及孔隙率检测

预浸料选用中航复合材料有限责任公司研制的BA3501预浸料,其中纤维为高强中模碳纤维,树脂为高温固化增韧环氧树脂BA9918,预浸料树脂重量含量为35%。为保证模拟结果的适用性,层压板采用准各向同性铺层方案,即 $[+45/0/-45/90]_{3s}$ 。

孔隙率检测采用中航复合材料有限责任公司研制的MUT-1复合材料孔隙率检测仪进行孔隙率均匀性检测,然后依据GB3365-82进行金相显微镜观察验证。

### 1.2 固化压力及加压时机对孔隙率的影响

实验分别选取了0.1MPa、0.2MPa、0.3MPa、0.45MPa、0.6MPa等5种压力水平,并同时考察了常温加压和高温加压2种加压方式对层压板孔隙率的影响。

### 1.3 真空压力对层压板孔隙率的影响

实验分别测试了真空度为-0.095MPa,压力为0.3MPa、0.5MPa及无真空压力,外压为0.4MPa、0.6MPa等4种固化参数下的层压板孔隙率水平。

### 1.4 挥发性溶剂对层压板孔隙率的影响

实验设计了外加易挥发溶剂丙酮的方案,测试不同固化压力下外来溶剂对层压板孔隙率的影响。丙酮的加入量分别为15ml/m<sup>2</sup>、30ml/m<sup>2</sup>、60ml/m<sup>2</sup>,固化压力分别为0.3MPa和0.6MPa两种压力水平。

## 2 试验结果及分析

### 2.1 固化压力及加压时机对孔隙率的影响

经过检测,不同的固化压力水平下层压板孔隙率如图1所示。随着固化压力的增加,环氧基层压板的孔隙率急剧降低,在固化压力增加到0.3MPa时,层压板孔隙率降低到1.5%,固化压力增加到0.6MPa时,孔隙率降低到0.3%左右。

实验研究了不同压力下,常温加压和高温加压2种工艺参数对层压板孔隙率的影响,结果如图2所示。图

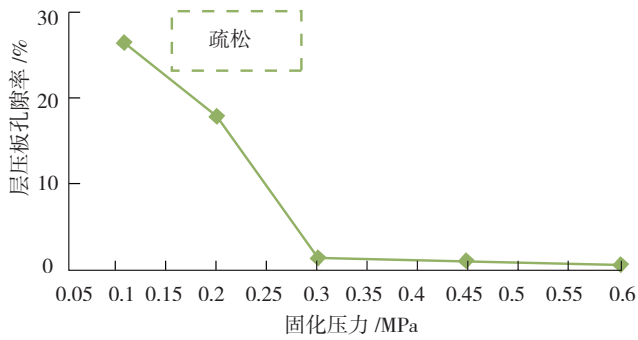


图1 不同固化压力下层压板孔隙率  
Fig.1 Porosity of different curing pressure

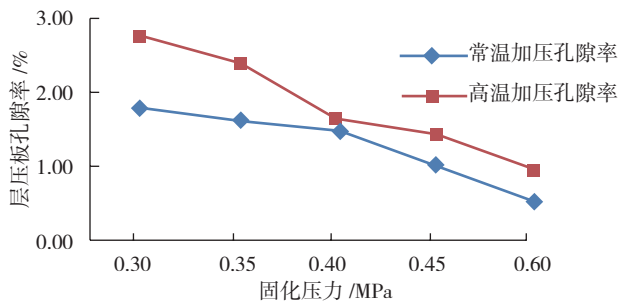


图2 加压时机对层压板孔隙率的影响  
Fig.2 Effects of pressure time on porosity

3和图4为不同加压点制造的层压板金相观察结果,由图3、图4可以看出,常温加压对降低环氧树脂基复合材料层压板孔隙率有明显的作用,原因是加压后毛坯料中的气体不易聚集,故难形成孔隙。

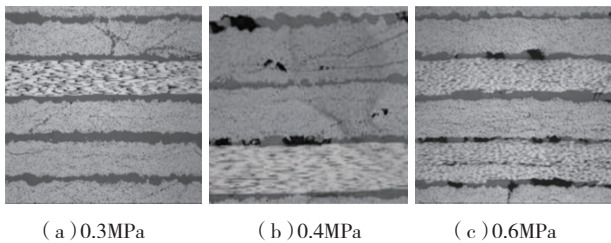


图3 常温加压层压板金相测试结果

Fig.3 Metallographic test results of pressuring at room temperature

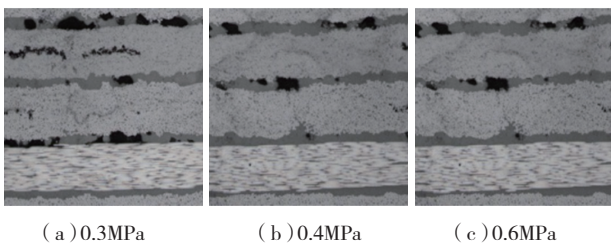


图4 高温加压层压板金相测试结果

Fig.4 Metallographic test results of pressuring at room temperature

## 2.2 真空压力对层压板孔隙率的影响

经过检测 MUT-1 复合材料孔隙率检测仪检测和金

相显微镜测试,不同真空压力下的层压板孔隙率结果如图5所示。

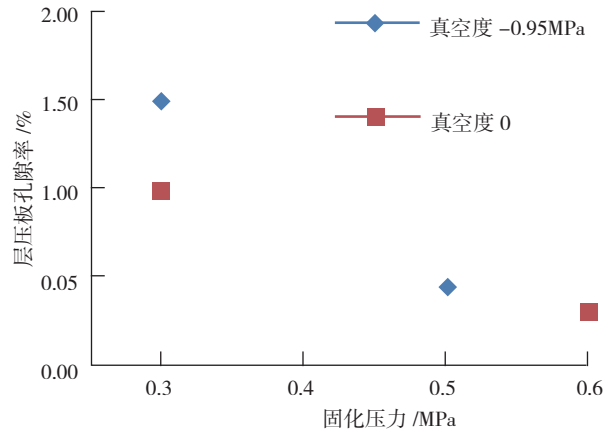


图5 不同真空压力下层压板孔隙率  
Fig.5 Porosity of different vacuum pressure

由图5中可以看出,相同总压力条件下,无真空压力条件下固化的层压板孔隙率偏低,这是由于真空压力的存在易于使毛坯料中的树脂沿纤维方向流动,从而将预浸料中原有的气体和铺叠制造过程中带入的气体带走,随着树脂的流动,气体容易聚集,而在固化压2种参数的层压板金相测试结果。

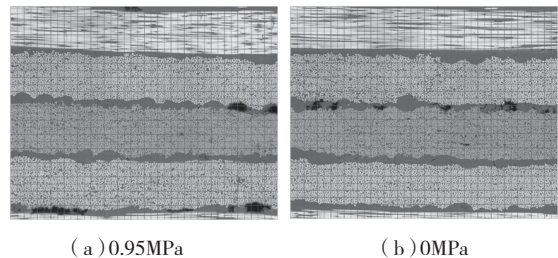


图6 不同真空压力下层压板金相结果

Fig.6 Metallographic test of different vacuum pressure

## 2.3 挥发性溶剂对层压板孔隙率的影响

实验分别对不同固化压力下、不同丙酮加入量固化的层压板进行孔隙率检测,结果如表1所示。

表1 不同固化压力和丙酮量的孔隙率

固化压力 / MPa	加入丙酮量 / (ml·m <sup>-2</sup> )	孔隙率 / %
0.3	15	1.0
	30	2.7
	60	12
0.6	15	0.5
	30	1.5
	60	2.8

由表1可以看出,溶剂的加入对0.3MPa压力下固

(下转第115页)

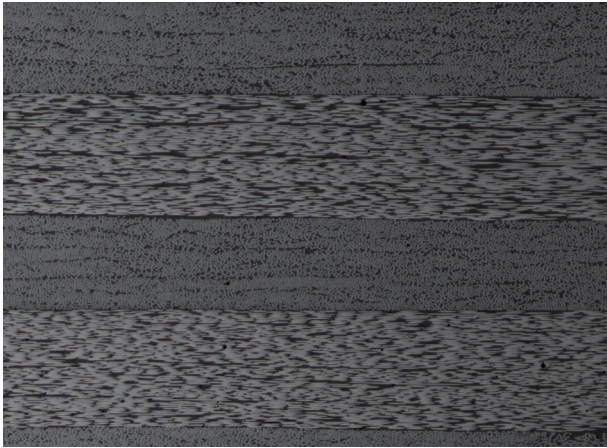


图10 金相照片  
Fig.10 Microstructure of laminate

用 Leica AT-901 LR 激光跟踪仪测量长桁轴线度,肋轴线处  $\pm 1\text{mm}$ ,其余处  $\pm 1.5\text{mm}$ ,满足设计要求,表明开发的共固化成型模具和定位工装是合理可靠的。

### 3.5 贴模度

壁板脱模后,重新放在蒙皮成型模上,在不施加外力的情况下对壁板进行贴模度检查,壁板四周的贴模度用塞尺测量,壁板中间的贴模度用 Minitest2100 和 CL-400 测量。测量结果为:壁板四周贴模度  $\leq 0.2\text{mm}$ ,壁板中间贴模度  $\leq 0.4\text{mm}$ ,满足了设计要求。

### 3.6 随炉件性能

对放置在模具上靠近热压罐罐门和热压罐尾部的不同批次的随炉件进行力学性能测定,其结果均满足设计要求(表3)。

表3 随炉件的力学性能

批次	随炉件位置	弯曲强度 /MPa	层剪强度 /MPa
1	罐门	1708.52	109.94
	罐尾	1736.77	108.71
2	罐门	1699.72	109.93
	罐尾	1743.58	110.23
3	罐门	1752.34	105.47
	罐尾	1744.19	105.27
4	罐门	1697.81	101.94
	罐尾	1710.84	102.27

## 4 结束语

(1)研制的大尺寸复合材料“工”形加筋壁板很好地满足了设计要求;(2)为大尺寸、复杂内形面的加筋壁板提供一种共固化的成型方案;(3)提出的复合材料工形长桁成型模具、长桁定位工装和共固化成型模具方案等是合理的,可行的;(4)采用零吸胶/常温加压的 CCF300/BA9916-II 预浸料的工艺简单,制件质量稳定,

满足大尺寸、大厚度复合材料制件的工艺要求。

### 参考文献

- [1] 杨博,李宏,曹正华.殷钢在复合材料成形模具中的应用.玻璃钢/复合材料.2010(6):68-69.
- [2] 陈永清,杨博,王菲.大尺寸复合材料工字形加强筋的成型模具.专利申请号 201110232619.1.
- [3] 陈永清,杨博,王菲.大尺寸复合材料壁板成型模具的加强筋定位机构.专利申请号 201110232430.2.
- [4] 孙占红,李小兵,刘天舒,等.CCF300/BA9916-II 环氧预浸料及其复合材料性能研究.第17届全国复合材料学术论文集,398-400.
- [5] 杨博,陈永清,曹正华.大厚度碳纤维复合材料层压板的试制.航空制造技术,2009增刊:73-74.
- [6] 陈永清,杨博,王菲等.一种复合材料壁板类结构的共固化成型模具.专利申请号 201110362129.3.

(责编 小城)

(上接第 111 页)

化的层压板影响较大,在溶剂增加到  $60\text{ml}/\text{m}^2$  时,层压板出现了大面积分层、疏松状态。而在  $0.6\text{MPa}$  压力下固化的层压板孔隙率在少量溶剂加入的情况下变化不大,随着溶剂量的加大,孔隙率仍然在 2% 以下。因此可以得出,固化压力较低时,外部加入的挥发性溶剂对层压板孔隙率的影响较大,固化压力较大时,挥发性溶剂对层压板孔隙率的影响不明显。

## 3 结论

(1)固化压力对孔隙率的大小有至关重要的影响,固化过程中常温加压有利于减小层压板孔隙率;(2)固化过程中同样的固化压力下,减小真空压力有利于减小层压板孔隙率;(3)在固化压力较小的情况下,外部加入的少量挥发性溶剂会导致层压板孔隙率急剧增大,而固化压力较大时,外部的少量挥发性溶剂对层压板孔隙率影响不大。

### 参考文献

- [1] 陈绍杰.大型飞机与复合材料.航空制造技术,2008,15:32-35.
- [2] Judd N C W, Wright W W. Voids and their effects on the menhanical properties of composites-An appraisal. SAMPEJ,1978,14(1):10-14.
- [3] 朱洪艳,李地红,张东兴,等.孔隙率对碳纤维/环氧树脂复合材料层合板湿热性能的影响.复合材料学报,2010;27(2):24-29.
- [4] Kardos J L, Dave R. Voids in composite //proceeding ASME: The Manufacturing Science of Composite. New York: ASME,1988,4:41-48.
- [5] Kardos J L, Dudukovic M P, Dave R. Void growth and resin transport during the processing of thermosetting matrix composites. Advances in polymer science,q986,80:101-123. (责编 亿霖)