

УДК 681.5.08: 536.24: 658.011.56

**ИНТЕГРИРОВАННАЯ ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ
СИСТЕМА ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ И РАСЧЕТА РЕЖИМОВ
ОТВЕРЖДЕНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ***

**О.С. Дмитриев¹, С.В. Мищенко², А.О. Дмитриев²,
И.С. Касатонов³, С.О. Дмитриев¹**

*Кафедры: «Физика» (1), «Автоматизированные системы и приборы» (2);
ЦНИТ (3), ГОУ ВПО «ТГТУ»*

Ключевые слова и фразы: информационно-измерительная система; оптимальный режим отверждения; полимерные композиты; теплофизические, кинетические, диэлектрические и реологические характеристики.

Аннотация: Рассматривается интегрированная информационно-измерительная система, включающая подсистемы исследования и проектирования. Подсистема исследования позволяет определять теплофизические, кинетические, диэлектрические и реологические характеристики композиционных материалов в процессе отверждения. Расчет оптимального режима отверждения толстостенных изделий из полимерных композиционных материалов выполняется подсистемой проектирования. Интегрированная информационно-измерительная система имеет единую информационную базу и использует для расчета режимов характеристики, полученные подсистемой исследования. Система в автоматическом режиме управляет экспериментом, проводит сбор, обработку и систематизацию экспериментальных данных, позволяет решать обратные задачи теплопроводности и кинетики, а также решать оптимизационные задачи нахождения температурно-временных режимов отверждения изделий из композитов.

Информационно-измерительные системы (ИИС) на современном этапе все чаще становятся основным инструментом научных работников, исследователей и проектировщиков. ИИС позволяют значительно повысить эффективность как технологических процессов, так и научных исследований, сократить время на проведение теоретических, экспериментальных и проектных работ за счет их более четкой организации, автоматизации вычислений, получения, обработки, систематизации и хранения данных, автоматизированного проектирования, оперативного использования больших массивов информации. Особенно актуальны ИИС при исследовании процессов и материалов, обладающих большим количест-

* Избранные доклады Международной теплофизической школы МТФШ-6, Тамбов, ТГТУ, 2007 г.

вом измеряемых параметров и требующих получения и обработки больших объемов информации. Таким процессом является отверждение полимерных композиционных материалов (ПКМ) [1, 2].

Полимерные композиты на основе термореактивных связующих в настоящее время являются одними из наиболее перспективных конструкционных материалов во многих областях современной техники. Процесс отверждения изделий из термореактивных ПКМ сопровождается, как правило, экзотермической реакцией. Вследствие низкой теплопроводности композитов, при отверждении возникает существенная неоднородность температурно-конверсионного поля, которая возрастает с увеличением толщины изделия. Это приводит к существенному перегреву внутренних слоев изделия, разрушению связующего и накоплению внутренних напряжений, вызывающих коробление готового изделия. Поэтому качество изделий из ПКМ во многом определяется оптимальностью процессов тепломассопереноса на стадии отверждения. Устранить указанные недостатки процесса и тем самым повысить качественные показатели изделий можно путем задания некоторого температурно-временного режима специального вида на поверхности изделия [2].

Эмпирические методы выбора режимов отверждения ПКМ отработаны лишь на изделиях малой толщины и основаны на длительном и дорогостоящем экспериментальном подборе температурно-временного режима. Наиболее полно проблема выбора режимов отверждения изделий любой толщины, особенно толсто-стенных, может быть решена путем комплексного применения методов математического моделирования, идентификации, автоматизированного проектирования и оптимизации [1, 2].

Выбор режимов отверждения, основанный на математическом моделировании, предусматривает определение параметров, характеризующих этот процесс в условиях, близких к условиям получения изделий из композитов в технологическом процессе. Одними из основных параметров математической модели процесса отверждения являются свойства материала, как в отвержденном состоянии $C_{от}$, $\lambda_{от}$, так и в неотвержденном $C_{но}$, $\lambda_{но}$, характеризующем начало процесса, а также в процессе отверждения $C(T, \beta)$, $\lambda(T, \beta)$ при переходе из одного состояния в другое. Определяемые в условиях, близких к технологическому процессу, свойства являются в некотором смысле эффективными, то есть несут в себе неучтенные при математическом описании и моделировании факторы и эффекты. Это обстоятельство ограничивает использование стандартных методов и приборов, таких как дифференциальный сканирующий калориметр (ДСК), дифференциальный термический анализ (ДТА) и других для исследования процесса отверждения композитов. Поэтому перспективными являются методы, устройства и измерительные системы, позволяющие при исследовании воспроизводить условия технологического процесса, то есть наличие технологического давления, исследование наполненного композита вместо исследования чистой смолы и т.д. Эти требования связаны с наличием межфазных явлений, происходящих на границе раздела смолы и наполнителя, а также с влиянием технологического давления на теплопроводность композита.

Проектирование процессов тепломассопереноса при отверждении композитов может начаться только после того, когда будут исследованы его физико-химические свойства, зависимость их от температуры, степени отверждения, кинетика химических реакций и другие параметры. Кроме того, во время проектирования часто требуется дополнительное проведение исследований для уточнения характеристик и параметров технологических процессов. В этих условиях четкая грань процессов проектирования и научных исследований стирается, и актуальным становится использование для этой цели интегрированной ИИС. Такая система должна работать в некотором итерационном режиме при рассмотрении различных вариантов проекта и включать в себя подсистемы исследования и проек-

тирования. Поэтому актуальным является разработка и построение интегрированной ИИС, объединяющей работу подсистем исследования и проектирования, как средств достижения высокого уровня научных исследований, эффективности технологических процессов и типизации проектных решений.

Разработанная нами интегрированная ИИС процессов отверждения композитов представляет собой комплекс аппаратно-технических средств, математического, алгоритмического, программного, информационного и организационного обеспечения. Система позволяет осуществить идентификацию параметров математических моделей и выбор оптимальных температурно-временных режимов отверждения изделий из ПКМ [3].

Аппаратно-техническое обеспечение интегрированной ИИС исследования процесса отверждения ПКМ построено на базе персонального компьютера, позволяющего автоматически проводить все операции, связанные с проведением экспериментов и расчетом свойств ПКМ. Оно включает в себя измерительное устройство, блок предварительного усиления, блок питания и персональный компьютер со встроенными адаптерами аналогового и дискретного ввода/вывода. Измерительное устройство, блоки усиления и питания являются специальной разработкой подсистемы исследования ИИС. Структура построения ИИС представлена на рис. 1.

Основой технического обеспечения ИИС является экспериментальное измерительное устройство, реализующее необходимые условия нагрева и отверждения исследуемых образцов. Измерительное устройство ИИС построено по принципу калориметра и реометра сжатия, имеющего возможность создания и измерения

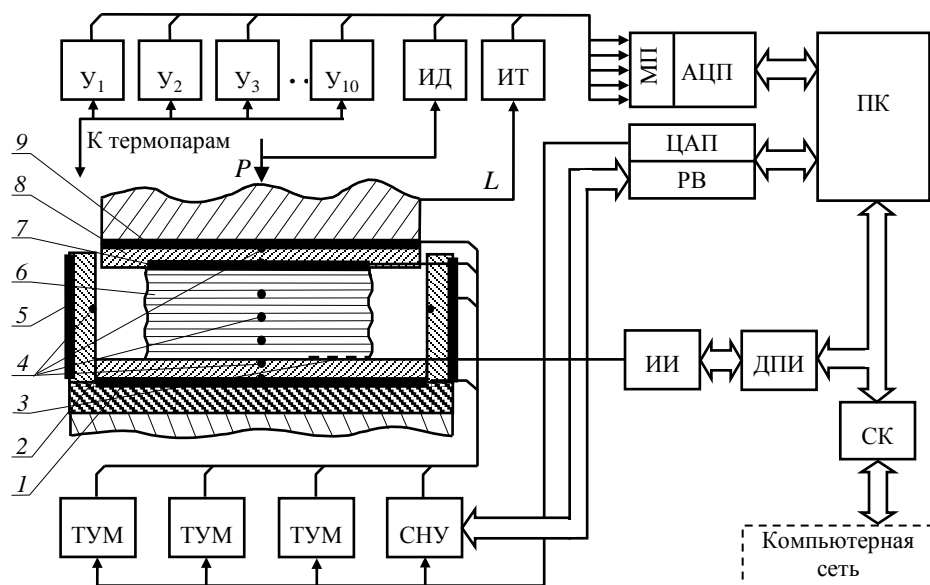


Рис. 1. Структурная схема ИИС исследования процесса отверждения ПКМ:

1 – нижний охранный нагреватель; 2 – подложка нижнего нагревателя; 3 – планарный емкостной первичный преобразователь; 4 – точки заделки термопар; 5 – боковой охранный нагреватель; 6 – исследуемый образец; 7 – основной нагреватель; 8 – подложка верхнего нагревателя; 9 – верхний охранный нагреватель; АЦП – аналого-цифровой преобразователь; ДПИ – драйвер приборного интерфейса; ИД – измеритель давления; ИИ – измеритель иммитанса; ИТ – измеритель толщины; МП – мультиплексор; ПК – персональный компьютер; РВ – регистр выходной; СК – сетевая карта; СНУ – стабилизатор напряжения управляемый; ТУМ – тиристорный усилитель мощности; У – усилитель постоянного тока; ЦАП – цифроаналоговый преобразователь

давления на образец при его нагреве и отверждении, а также измерения его толщины во времени, что позволило в одном эксперименте совместно с теплофизическими, кинетическими и диэлектрическими характеристиками определять и реологические характеристики связующего при продольном течении. Конструкция измерительного устройства позволяет проводить исследования в диапазоне температур от 20 до 270 °С под давлением на образец до 1 МПа.

Для реализации однонаправленного переноса тепла в исследуемом образце, а также поддержания адиабатических условий и специального температурного режима нагрева в измерительном устройстве предусмотрены основной и три охранных адиабатических нагревателя. Для их управления разработаны четыре цифровых автоматических ПИД-регулятора. Система предусматривает два режима нагрева исследуемого образца: с регулированием по плотности теплового потока q (граничное условие II рода) и температуре T (граничное условие I рода).

С помощью аппаратного и программного обеспечения ИИС в измерительном устройстве организуется нагрев исследуемого образца, и измеряются во времени следующие величины: время t_j , напряжение нагревателя U_j , температура $T_{i,j}$ в 2–5 заданных точках i по толщине образца, толщина образца L_j , усилие, приложенное к образцу F_j , диэлектрическая проницаемость ϵ_j и фактор диэлектрических потерь образца $\text{tg}\delta_j$. В процессе эксперимента ИИС производит первичную обработку этой информации и записывает ее на жесткий диск, а также осуществляет тестирование и контроль работы системы. По окончании эксперимента производится расчет исследуемых характеристик.

Математическое обеспечение интегрированной ИИС процесса отверждения полимерных композиционных материалов представляет собой модели и методы, используемые для исследования теплофизических, кинетических и реологических характеристик материалов [4]. Основу математического обеспечения составляют: математические модели процесса отверждения; методы определения параметров математических моделей; метод определения диэлектрических характеристик; метод определения функций взаимосвязи кинетических и диэлектрических параметров исследуемого материала [5, 6]. Также, в математическое обеспечение входит ряд вспомогательных методов: методы численного решения дифференциальных и интегральных уравнений; метод сглаживания экспериментальных данных сплайн-функциями и др. Математическое обеспечение служит основой для построения алгоритмического и программного обеспечений. Структура построения математического, алгоритмического, программно-информационного, метрологического и организационного обеспечений интегрированной ИИС представлена на рис. 2.

Программное обеспечение ИИС процесса отверждения ПКМ состоит из двух основных частей: системного программного обеспечения (ПО) и прикладного ПО (см. рис. 2). Системное программное обеспечение включает в себя операционную систему MS Windows, управляющую работой ПЭВМ ИИС и систему или среду программирования Borland Delphi, с помощью которой разработано прикладное программное обеспечение [3].

Прикладное программное обеспечение представляет собой комплекс программных модулей, выполняющих операции над данными: получение, хранение и обработку. По комплексу решаемых задач все прикладное программное обеспечение подразделяется на следующие модули:

- 1) программная оболочка – производит распределение данных от экспериментальных, расчетных модулей, модулей коррекции и вывода в модуль ведения базы данных и обратно путем осуществления необходимых запросов; передает управление описанным выше модулям в соответствии с алгоритмом функционирования и требованиями пользователя;

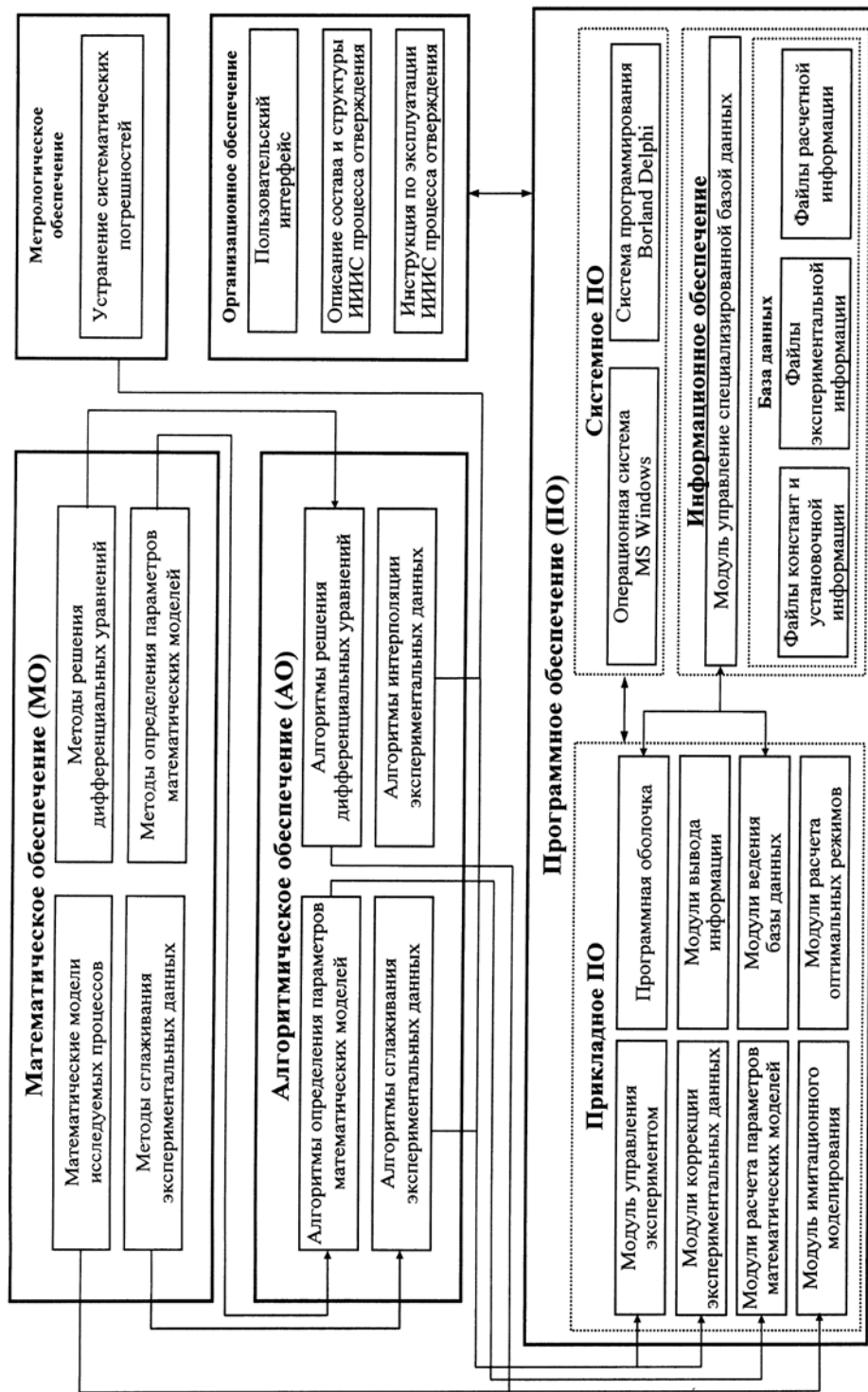


Рис. 2. Структура построения обеспечивающих подсистем интегрированной ИИС процесса отверждения ПКМ

2) модули управления экспериментом – служат для ввода исходной информации об эксперименте, управления проведением эксперимента, сбора экспериментальной информации и вывода ее в базу данных;

3) модули расчета – решают задачи определения теплофизических, кинетических, реологических и диэлектрических характеристик на основе информации, полученной экспериментальными модулями, а также определяют функции взаимосвязи кинетических и диэлектрических характеристик и выполняют расчет оптимальных режимов отверждения изделий из композитов;

4) вспомогательные модули – включают в себя: модуль ведения базы данных, который получает информацию от управляющего модуля и сохраняет ее в базе данных, передает информацию из базы данных в управляющий модуль; модули коррекции экспериментальных данных предназначены для обеспечения расчета необходимых поправок и устранения систематических погрешностей исходных данных; модуль вывода информации, осуществляющий представление информации, получаемой от управляющего модуля в виде, удобном пользователю ИИС (таблицы или графики зависимостей).

Информационное обеспечение ИИС процесса отверждения ПКМ предназначено для хранения и передачи экспериментальной и расчетной информации между модулями системы. Оно реализовано в виде специализированной базы данных, которая физически является совокупностью файлов на жестком диске ПЭВМ. Для удобства поиска экспериментальная информация о ПКМ в базе данных объединена в обобщенные группы и подгруппы по признаку близости их рецептуры, структуры и свойств. База данных позволяет сопоставлять свойства при изменении содержания ингредиентов ПКМ и проследивать динамику их изменения. Это, в свою очередь, позволяет прогнозировать свойства при отсутствии данных о ПКМ по имеющимся в базе данных.

Организационное обеспечение ИИС процесса отверждения ПКМ предназначено для организации согласованной работы всех составных частей системы и обеспечения удобного интерфейса с пользователем. В организационное обеспечение также включено руководство пользователя ИИС процесса отверждения ПКМ и техническое описание структуры и функционирования ИИС.

Экспериментальное исследование и получение исходных данных для определения теплофизических, кинетических и реологических характеристик при отверждении ПКМ заключается в нагреве образца исследуемого материала в измерительном устройстве ИИС с измерением и регистрацией изменения во времени температуры, граничных тепловых потоков, толщины и давления. Объектом экспериментального исследования является специально приготовленный образец, представляющий собой пакет толщиной 5...20 мм, набранный из нескольких слоев препрега (волоконистого или тканого наполнителя, пропитанного термореактивным связующим) исследуемого материала, вырезанных в форме квадрата со стороной 100 мм. Толщина одного слоя препрега обычно лежит в диапазоне 0,1...2 мм. Укладка слоев препрега и ориентация волокон в образце производится аналогично промышленному изделию, то есть сонаправленно, продольно-поперечно или диагонально-поперечно. Приготовленные таким образом образцы материалов готовы для проведения исследований.

Исследования каждого образца проводятся в два этапа: отверждение и повторный нагрев. Во время первого этапа исследуются кинетика отверждения и эффективные теплофизические характеристики $C_w(t(T))$, $\lambda_w(t(T))$, включающие мощность тепловыделений $W(t)$. Во втором этапе исследуются свойства отвержденного материала $C_{от}(t(T))$, $\lambda_{от}(t(T))$. Для исследования кинетических и реологических характеристик необходимо провести эксперименты по отверждению не менее двух образцов с различным темпом нагрева. Условия проведения экспери-

мента, то есть напряжение основного нагревателя U и усилие на образец F выбираются так, чтобы воспроизвести технологические режимы и обеспечить минимальную погрешность искомым характеристикам. Порядок проведения исследования и структура основной обработки экспериментальных данных в ИИС представлены на рис. 3.

По экспериментальным данным монотонного нагрева с помощью ПО ИИС рассчитываются теплофизические характеристики (ТФХ): объемная теплоемкость $C(T, \beta, \gamma_{и})$ и теплопроводность $\lambda(T, \beta, \gamma_{и})$, в зависимости от температуры T и степени отверждения β , мощность тепловыделений $W(t)$, полный тепловой эффект $Q_{п}$, кинетические характеристики процесса отверждения: энергия активации $E(\beta)$ и кинетическая функция $\varphi(\beta)$, а также реологические характеристики связующего: энергия активации вязкого течения E_{μ} и структурная вязкость $\tilde{\mu}(\beta)$, соответствующие коэффициенту содержания связующего в исследуемом препреге $\gamma_{и}$ [7]. Проверка адекватности полученных характеристик ПКМ и математической модели проводится сравнением температурного распределения, зарегистрированного при отверждении образца и полученного при численном математическом моделировании аналогичного режима, а также изменения толщины, зарегистрированное в монотонном режиме отверждения образца. Результаты экспериментальных исследований процесса отверждения и последующего нагрева образцов из стеклопластика СТ-69Н, а также расчетов их характеристик представлены на рис. 4–6.

Полученные в процессе эксперимента теплофизические, кинетические, реологические и диэлектрические характеристики ПКМ автоматически заносятся в базу данных интегрированной ИИС. Диэлектрические характеристики затем используются для вычисления корреляционной зависимости или функции взаимосвязи $\Psi(\beta)$ калориметрической и диэлектрической степени отверждения, необходимой для управления технологическим процессом производства изделий из

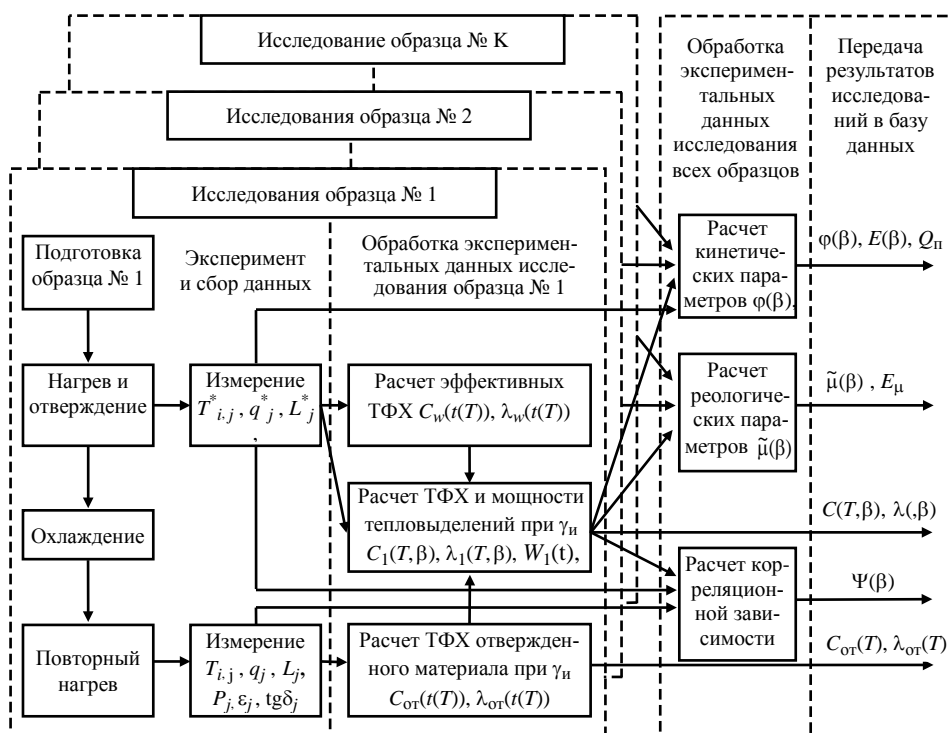


Рис. 3. Структура обработки экспериментальных данных в ИИС

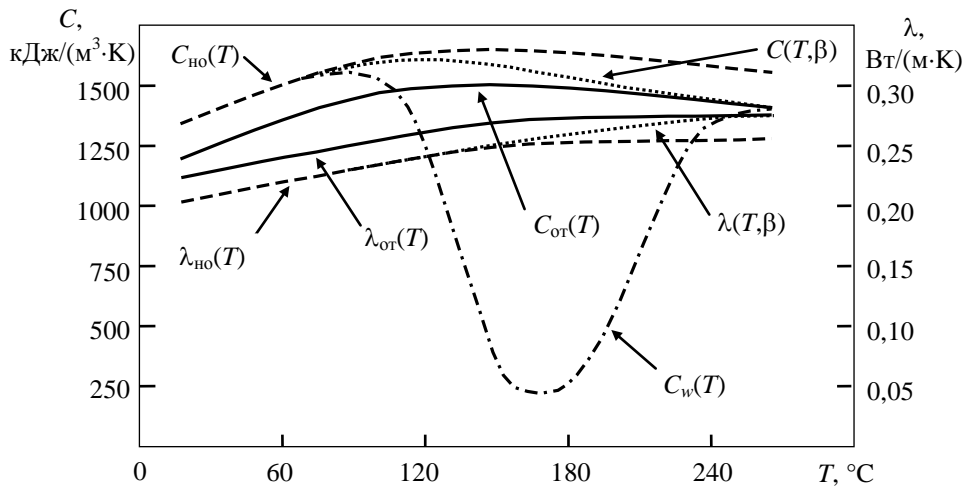


Рис. 4. ТФХ стеклопластика СТ-69Н при $\gamma_n = 0,51$

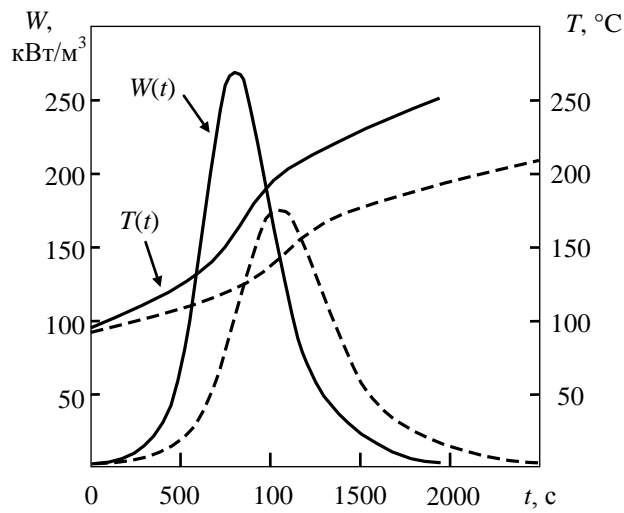


Рис. 5. Мощность тепловыделений при отверждении стеклопластика СТ-69Н
 $(Q_{п\text{ ком}} = 1,76 \cdot 10^8 \text{ Дж/м}^3; Q_{п\text{ св}} = 3,52 \cdot 10^8 \text{ Дж/м}^3)$

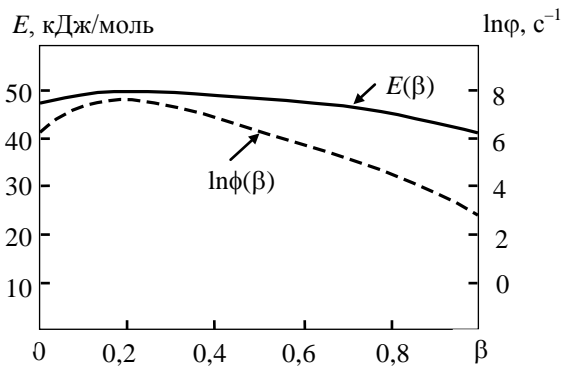


Рис. 6. Кинетические характеристики отверждения стеклопластика СТ-69Н

ПКМ в реальном времени с помощью контроля степени отверждения [6]. Теплофизические, кинетические и реологические характеристики используются подсистемой проектирования для расчета оптимальных режимов отверждения изделий из ПКМ различной толщины.

Работа подсистемы проектирования интегрированной ИИС начинается с задания целей проектирования, то есть выбора критериев оптимальности технологического процесса. Математическая постановка задачи оптимизации процесса отверждения композитов заключается в поиске температурно-временного режима $U(t; t_k), U(t; Q^*), U(t; \sigma) = \{T_0(t), T_L(t)\}$ на поверхностях $(0, L)$ симметрично нагреваемого изделия, доставляющего минимум некоторому критерию оптимальности $I_{t_k}, I_{Q^*}, I_{\sigma}$, при выполнении связей в виде математической модели соответствующего технологического процесса. В результате решения поставленной оптимизационной задачи определяются оптимальные граничные температурно-временные режимы отверждения изделий из ПКМ, при которых время отверждения t_k или энергозатраты Q^* , или остаточные напряжения σ будут минимальны [8].

В основу алгоритма задачи поиска оптимальных режимов отверждения изделий из ПКМ различной толщины при горячем прессовании, вакуумном формовании и намотке на оправку положен специальный метод, базирующийся на поэтапной оптимизации каждой ступени нагрева. Метод предусматривает расчет на каждой ступени $i = 1, 2, \dots, k$ темпа нагрева \tilde{K}_i , температуры изотермической выдержки \tilde{T}_i и их продолжительности t_i , удовлетворяющие ограничениям, наложенным на процесс отверждения. Алгоритм позволяет получать ступенчатые температурно-временные режимы отверждения композитов, являющихся наиболее обоснованными в химико-технологической практике, и является основой программно-математического обеспечения подсистемы проектирования интегрированной ИИС.

С помощью разработанной интегрированной ИИС проведены исследования характеристик и расчеты оптимальных режимов отверждения плоских изделий толщиной от 3 до 50 мм из стеклопластиков СТ-69Н, ВПС-20, органопластиков, например, на основе связующих ЭДТ-69Н, ЭДТ-10, углепластиков КМУ6-36, АКМ-1у, КМУ-11, асбобластика АНП-104, асбосмесей и многих других ПКМ [7, 8]. В качестве примера на рис. 7 приведены температурно-временные режимы отверждения изделий различной толщины из стеклопластика СТ-69Н.

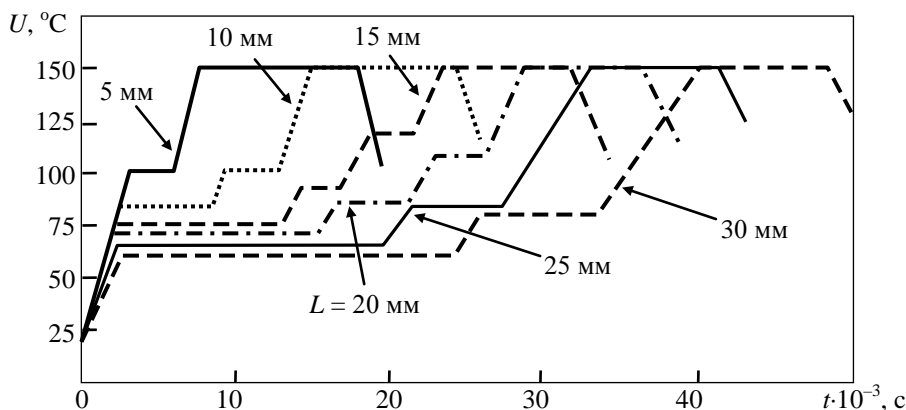


Рис. 7. Оптимальные режимы отверждения изделий из стеклопластика СТ-69Н, минимальные по продолжительности

Список литературы

1. Wu, H.T., Joseph B. Knowledge Based Control of Autoclave Curing of Composites // *SAMPE Journal*. – 1990. – Vol. 26, No. 6. – P. 39–54.
2. Балакирев, В.С. Автоматизированные производства изделий из композиционных материалов / В.С. Балакирев. – М. : Химия, 1990. – 240 с.
3. Программное и алгоритмическое обеспечение интегрированной информационно-измерительной системы исследования и проектирования процесса отверждения полимерных композитов / С.В. Мищенко [и др.] // *Теплофизические изменения при контроле и управлении качеством. Ч. 2* / Тамб. гос. техн. ун-т. – Тамбов, 2004. – С. 20–22.
4. Математическое моделирование процесса отверждения изделий из полимерных композиционных материалов методом вакуумного автоклавного формования в технологическом пакете / О.С. Дмитриев [и др.] // *Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та*. – 2001. – Т. 7, № 1. – С. 7–19.
5. Дмитриев, А.О. Метод исследования параметров течения связующего при отверждении композитов / А.О. Дмитриев, С.В. Мищенко // *Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та*. – 2005. – Т. 11, № 1А. – С. 53–61.
6. Мищенко, С.В. Исследование корреляции диэлектрической и калориметрической степени отверждения углепластиков / С.В. Мищенко, О.С. Дмитриев, А.О. Дмитриев // *Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та*. – 2004. – Т. 10, № 1Б. – С. 195–200.
7. Особенности исследования теплофизических и кинетических характеристик углепластиков в процессе отверждения / О.С. Дмитриев [и др.] // *Теплофизика в энергосбережении и управлении качеством : материалы шестой Междунар. теплофиз. шк., Тамбов, 1–6 окт. 2007 г. Ч. 1* / Тамб. гос. техн. ун-т. – Тамбов, 2007. – С. 58–61.
8. Метод расчета оптимальных режимов отверждения крупногабаритных толстостенных панелей из полимерных композитов / О.С. Дмитриев [и др.] // *Теория и практика технологий производства изделий из композиционных материалов и новых металлических сплавов (ТПКММ). Корпоративные нано- и CALS-технологии в наукоемких отраслях промышленности : труды 4-й междунар. конф. 26–29 апреля 2005, Москва. – М., 2006. – С. 507–512.*

Integrated Computer Aided Measurement for Research into Properties and Calculation of Curing Cycles of Polymer Composites

O.S. Dmitriev¹, S.V. Mishchenko², A.O. Dmitriev², I.S. Kasatonov³, S.O. Dmitriev¹

*Department: “Physics” (1), “Automated Systems and Devices” (2),
IT Center (3), TSTU*

Key words and phrases: computer aided measurement; optimum curing cycle; polymer composites; thermophysical, kinetic, dielectric and rheological characteristics.

Abstract: The paper studies computer aided measurement including subsystems of research and designing. The subsystem of research enables to determine thermophysical, kinetic, dielectric and rheological characteristics of composite materials during curing cycle. Calculation of optimum curing cycle of thick-wall polymer composite products is made by subsystem of designing. Integrated computer aided measurement has a united database; for calculation of cycles it uses characteristics

produced by subsystem of research. In automated mode the system controls the experiment, acquires, processes and systemizes experimental data, it enables to solve inverse problems of heat transfer and kinetics as well as optimization problems of detection of temperature-time curing cycles of polymer composite products.

Integriertes Informationsmesssystem der Forschung der Eigenschaften und der Berechnung der Regimes des Härtens der Polymerkomposite

Zusammenfassung: Es wird das integrierte Informationsmesssystem, das aus dem Subsystem der Forschung und der Projektierung besteht, betrachtet. Das Subsystem der Forschung erlaubt die wärme-physikalische, kinetische, dielektrische und rheologische Charakteristiken der Kompositionstoffe im Laufe des Härtens zu bestimmen. Die Berechnung des optimalen Regimes des Härtens der dickwandigen Erzeugnisse aus den polymerischen Kompositionstoffe wird von dem Subsystem der Projektierung erfüllt. Integriertes IMS hat die einheitliche Informationsbasis und verwendet für die Berechnung der Regimes die Charakteristiken, die von dem Subsystem der Forschung erhalten sind. Das System im automatischen Regime leitet das Experiment, führt das Sammeln, die Bearbeitung und die Systematisierung der experimentalen Daten durch. Es erlaubt, die rückgängigen Aufgaben der wärmeleitfähigkeit und der Kinetik zu und auch die Optimisationsaufgaben des Auffindens der temperaturzeitweiligen Regimes des Härtens der Erzeugnisse aus den Kompositen zu lösen.

Système intégré d'information et de mesure de l'étude des propriétés et du calcul des régimes du durcissement des composites polymères

Résumé: Est examiné le système d'information et de mesure intégré comprenant les sous-systèmes de l'étude et de la conception. Le sous-système de l'étude permet de définir les caractéristiques thermophysiques, cinétiques, diélectriques et rhéologiques des matériaux composites dans le processus du durcissement. Le calcul du régime optimal du durcissement des articles aux parois épais faits des matériaux composites polymères est réalisé par le sous-système de la conception. Le SIM intégré comprend une base unique d'information et utilise pour le calcul des régimes les caractéristiques obtenues par le sous-système de l'étude. Le système dans le régime autonome commande l'expérience, réalise la collecte, le traitement et la systématisation des données expérimentales, permet de résoudre les problèmes inverses de la conductibilité de chaleur et de cinétique ainsi que résoudre les problèmes d'optimisation de la recherche des régimes du durcissement des articles faits des composites.
