

Измерение прочностных и микроструктурных характеристик эпоксиполимеров при отверждении термическим и сверхвысокочастотным методами

Е. В. Матвеев, А. В. Мамонтов, А. И. Гайдар, Б. А. Лапшинов, А. Н. Виноградов

Научно-исследовательский институт перспективных материалов и технологий,
Москва, Российская Федерация, e-mail: maegor@gmail.com, a.v.mamontov@gmail.com,
a_i_g@bk.ru, lbaniipmt@mail.ru, alnikvin@gmail.com

Исследованы эпоксиполимерные образцы, изготовленные термическим и сверхвысокочастотным методами отверждения при различных температурно-временных режимах. Изучены физико-механические параметры эпоксиполимерных образцов, а также их микроструктуры и фрактографические картины изломов. Методом испытаний на растяжение определены прочностные параметры эпоксиполимерных образцов в зависимости от режимов их отверждения. Для обоих методов отверждения выявлены оптимальные режимы, позволяющие изготовить образцы с максимальными прочностными характеристиками. Методом электронной микроскопии проведён сравнительный фрактографический анализ поверхностей излома образцов с близкими прочностными характеристиками при термическом и сверхвысокочастотном методах отверждения. Установлено, что использование сверхвысокочастотного метода отверждения приводит к увеличению размера глобул и количества нанопор, более заметному проявлению локальной пластической деформации при разрушении образцов, а также к большему разбросу в соотношении скоростей распространения магистральной и вторичных трещин. В диапазоне длин волн 360–2500 нм выявлена зависимость оптической плотности исследуемых образцов от режимов термического и сверхвысокочастотного методов отверждения.

Ключевые слова: эпоксидный полимер, термоотверждение, сверхвысокочастотный метод отверждения, фрактография, растровая электронная микроскопия, оптическая спектроскопия.

Введение. Стремительное развитие индустрии композиционных материалов предъявляет высокие требования к энергоэффективности, направленности и скорости процессов обработки композитов на основе эпоксидного связующего при заданных параметрах качества готовых изделий [1–4]. Существует два основных метода высокотемпературного отверждения многокомпонентных эпоксидных композиций – по стандартной технологии в термической печи (термический метод) и по технологии сверхвысокочастотного (СВЧ) воздействия в микроволновых камерах (СВЧ-метод) [4–6].

В процессе отверждения обоими методами наблюдаются два основных процесса: конверсия – исчезновение реакционноспособных групп; поперечное сшивание – группировка молекул в трёхмерную структуру. Для практического применения отверждённой системой считается та, в которой количество поперечных сшивок достаточно, чтобы обеспечить оптимальные физические свойства системы [3, 6–8].

При традиционной технологии отверждения эпоксиполимера в термокамере (термический метод) основной нагрев происходит за счёт теплопроводности материала. В образце создаётся градиент температуры, направленный от поверхности объекта в его внутреннюю область,

что приводит к образованию термических напряжений и ухудшению физико-механических свойств отверждаемого материала [3, 6, 7].

При СВЧ-методе отверждения энергия электромагнитного поля одновременно воздействует на весь объём материала, в результате чего происходит более быстрый и равномерный его нагрев. При этом температурные градиенты, возникающие из-за контакта поверхности отверждаемого эпоксиполимера с внешней средой и направленные из внутренних областей к наружным, значительно ниже, чем при термическом нагреве. Это выгодно отличает СВЧ-метод от традиционных термических методов [4–6, 9].

При любом методе отверждения структура изготовленного эпоксиполимера неоднородна и имеет определённые дефекты, возникающие на различных этапах отверждения и снижающие физико-механические свойства полимера. Таким образом, параметры режима отверждения, наряду с составом исходной эпоксидной композиции, играют важнейшую роль в повышении физико-механических характеристик отверждённых эпоксиполимерных материалов.

В настоящей работе проведены исследования зависимости физико-механических параметров образцов эпоксиполимеров, морфологии поверхности их изломов и спектров

поглощения от методов и режимов их изготовления – времени и температуры (мощности СВЧ-излучения).

Материалы и методика эксперимента. Для исследований использовали более 100 экспериментальных образцов эпоксиполимеров, изготовленных термическим методом и СВЧ-методом при различных температурно-временных режимах процесса отверждения.

Образцы в форме лопаток изготовлены согласно ГОСТ 11262-2017 «Пластмассы. Метод испытания на растяжение» (длина 175 мм, сечение рабочей части 10×4 мм, объём отливки 9,77 см³) из трёхкомпонентной композиции постоянного состава: эпоксидная смола (ДГЭБА) KER-828 – 100 масс.ч., отвердитель (изо-МТГФА) – 85 масс.ч., ускоритель (УП-606/2) – 2,5 масс.ч. [10].

Для термического отверждения образцов использовали термокамеру Shimadzu TCE-N300-CE с температурой нагрева до +280 °С и терморегулятором OMRON E5EN-H.

Для СВЧ-метода применяли камерное устройство СВЧ-нагрева паспортной мощностью 700 Вт и рабочей частотой 2,45 ГГц. Реальная мощность СВЧ-камеры на каждом уровне регулировки (от 1 до 10) определялась экспериментально с применением СВЧ-нагрузки (200 г воды). Отверждение образцов происходило с нагрузкой (200–250 г воды).

Параметры режимов отверждения в термо- и СВЧ-камере задавали графиками с начальным участком нарастания, выдержкой в области температуры стеклования ($T_g \approx 120$ °С) и дальнейшим постотверждением.

Механические испытания выполняли на разрывной машине Shimadzu EZ-LX (максимальная нагрузка 5 кН).

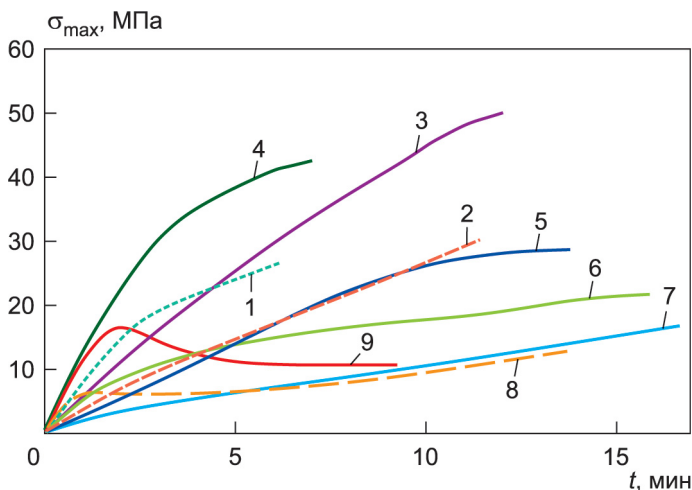


Рис. 1. Зависимость прочности $\sigma_{\max}$ образцов, отверждённых СВЧ-методом, от времени t при различных значениях мощности P камеры:

1–9 – $P = 115; 180; 210; 235; 290; 340; 385; 425; 495$ Вт соответственно

Fig. 1. Dependence of the strength $\sigma_{\max}$ of specimens cured by the microwave method on time t at different values of the power P microwave chamber:

1–9 – $P = 115; 180; 210; 235; 290; 340; 385; 425; 495$ W

Испытания на растяжение образцов проводили с помощью зажимов-пантографов и навесного экстензометра Shimadzu SG 25-100CA с базой 25 мм. Скорость вертикального перемещения траверсы машины при испытаниях на растяжение составляла 1 мм/мин. Испытания проводили в стандартных условиях при температуре (20 ± 2) °С.

Электронно-микроскопические исследования морфологии поверхности разрушения образцов осуществлены на растровом электронном микроскопе EVO 40 фирмы ZEISS (Германия) в режиме вторичных электронов.

Образцы вырезали из фрагментов исходных лопаток после их разрушения. Вырезанные в виде тонких пластин образцы содержали поверхность излома. На поверхность образцов с помощью установки Vacuum Evaporators JEE 420 Jeol напыляли тонкий (порядка 20 нм) токопроводящий слой алюминия.

Спектроскопические исследования были проведены с использованием источника оптического излучения HL-2000 CAL с диапазоном излучения 360–2400 нм. Излучение фиксировалось спектрометром NIR Qwest (Ocean Optics, США, 900–2500 нм) и тремя спектрометрами HR 2000+, имеющими чувствительность в различных диапазонах спектра: ультрафиолетовом (200–420 нм), видимом (350–800 нм), ближнем инфракрасном (650–1080 нм).

Результаты и обсуждение. Исследование прочностных характеристик. Для всех изготовленных образцов были определены прочностные характеристики при испытаниях на растяжение.

Максимальные напряжения $\sigma_{\max}$ и деформации $\varepsilon_{\max}$, возникающие в образце при испытаниях на растяжение были определены по ГОСТ 11262-2017:

$$\sigma_{\max} = F_{\max} / A_0;$$

$$\varepsilon_{\max} = \Delta l_{\max} / l_0,$$

где $F_{\max}$ – максимальная нагрузка, приложенная к образцу; A_0 – начальная площадь поперечного сечения; l_0 – начальная длина базового участка (базы экстензометра); $\Delta l_{\max}$ – изменение базовой длины при максимальной нагрузке.

По результатам испытаний установлены прочностные характеристики образцов, полученных термическим и СВЧ-методами. Для отверждённых термическим методом образцов напряжения $\sigma_{\max} = 4,8...83,4$ МПа, а деформации $\varepsilon_{\max} = 0,1...5,4$ %. Для образцов, отверждённых СВЧ-методом, напряжения $\sigma_{\max} = 6,8...53,3$ МПа, а деформации $\varepsilon_{\max} = 0,3...2,4$ %. Отметим, что наиболее низкие показатели прочности соответствуют образцам, не прошедшим температурное постотверждение в термо- или СВЧ-камере.

На рис. 1 представлены зависимости прочности $\sigma_{\max}$ образцов от времени отверждения для девяти режимов мощности (115–495 Вт) СВЧ-метода. Графики получены интерполяцией экспериментальных данных. Каждая линия на графиках построена в среднем по 10 экспериментальным точкам. Для графиков 1–7 характерно плавное нарастание прочности с выходом на пологий участок. Для графиков 8, 9 характерно резкое нарастание прочности на начальном участке, а затем резкое снижение, вызванное перегревом и термодеструкцией

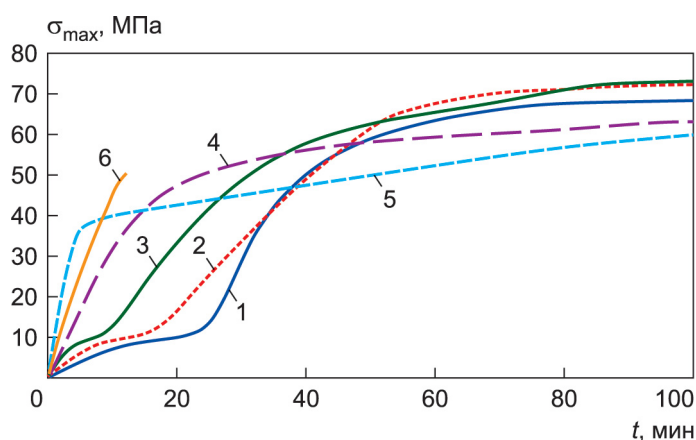


Рис. 2. Зависимость прочности $\sigma_{\max}$ образцов, отверждённых термическим методом, от времени t для различных температур: 1–5 – $T = 120; 140; 160; 180; 200$ °C; 6 – $P = 210$ Вт

Fig. 2. Strength $\sigma_{\max}$ of samples hardened by the thermal method versus time t for different temperatures: 1–5 – $T = 120; 140; 160; 180; 200$ °C; 6 – $P = 210$ W

образцов. Полностью отверждённые образцы с равномерным цветом и $\sigma_{\max} > 53$ МПа были получены СВЧ-методом при следующем режиме: 235 Вт/3 мин+180 Вт/4 мин+235 Вт/5 мин.

На рис. 2 представлены аналогичные графики для образцов, отверждённых термическим методом при температурах 120–200 °C. На начальном участке графиков 1–3 присутствует пологий участок, связанный с первичным отверждением (стеклованием), после которого происходит постотверждение образцов с плавным нарастанием прочности. С ростом температуры (графики 4, 5) пропадает начальный пологий участок, но при этом прочностные параметры оказываются ниже, чем при более низких температурах (графики 2, 3). Значительная (до 70–80 %) доля прочности достигается в течение первого часа отверждения с дальнейшим плавным ростом. Полностью отверждённые образцы с равномерным цветом и $\sigma_{\max} > 80$ МПа получены термическим методом при следующем режиме: 120 °C/30 мин+140 °C/30 мин+170 °C/30 мин. График 6 прочности образца, отверждённого СВЧ-методом при мощности 210 Вт, соответствует интервалу температур 180–200 °C. При этом минимально допустимая по справочным данным прочность эпоксиполимера (53 МПа) набирается более чем в два раза быстрее, чем для образцов, отверждённых термическим методом. Это позволяет снизить временные затраты и повысить энергоэффективность производства в условиях, когда указанная прочность эпоксидного связующего является достаточной.

Установлено, что высокоинтенсивное кратковременное отверждение вызывает значительный разброс прочностных параметров образцов. Более стабильные результаты обеспечивает многоступенчатая обработка с большими временами выдержки.

Для полностью отверждённых образцов с увеличением прочности наблюдалось снижение микротвёрдости и модулей

Таблица 1

Максимальная прочность образцов при термическом методе отверждения

Номер образца	Режим T/t , °C/мин	$\sigma_{\max}$, МПа
1т	140/7	11,58
2т	150/6	15,40
3т	190/9	46,65
4т	140/30+(140–170)/30+170/30	44,48
5т	140/30+(140–170)/45+170/20	77,52
6т	140/30+(140–170)/40+170/20	54,99
7т	120/30+140/30	83,43

Таблица 2

Максимальная прочность образцов при СВЧ-методе отверждения

Номер образца	P/t , Вт/мин	$\sigma_{\max}$, МПа
1с	180/4+180/4+180/4	21,85
2с	290/3+235/3+235/3	34,59
3с	235/3+180/4+235/5	53,32
4с	495/3	41,34

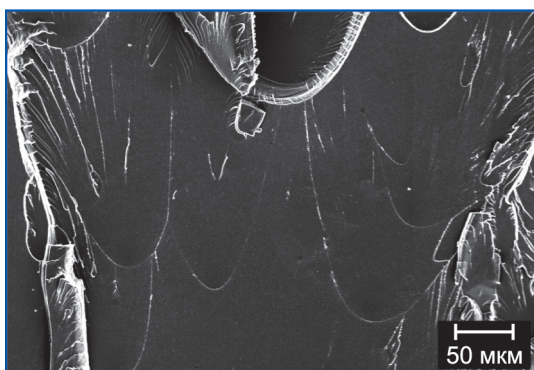
упругости. Соответствующие коэффициенты корреляции: $r_{\sigma-E} = -0,21$ и $r_{\sigma-H_v} = -0,24$. Помимо прочностных исследований для ряда образцов (табл. 1, 2), были проведены электронно-микроскопические и спектроскопические исследования.

Цвет отверждённого эпоксиполимера определяется интенсивностью и длительностью режимов при термо- и СВЧ-методах отверждения. Изготовленные разными методами образцы, но одинаковые по размеру и цвету по йодометрической шкале показали близкие значения максимальной прочности и сходные графики деформирования. Одинаковый наклон графиков указывает на близкие значения модуля упругости, что свидетельствует о близкой для двух методов степени полимеризации образцов.

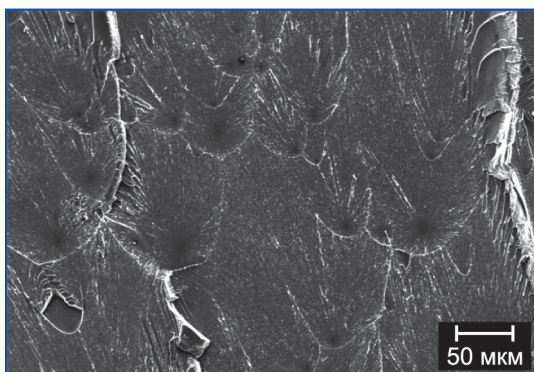
Электронно-микроскопические исследования. Отверждённый эпоксиполимер имеет квазиизотропную микрогетерогенную структуру глобулярного типа. Нанообласти с плотной упаковкой макромолекул – глобулы (частицы микродисперсной фазы) хаотично расположены в менее плотной связке – однородной дисперсионной среде – микроматрице [11–13].

Проведённые электронно-микроскопические исследования поверхности разрушения образцов (4т, 6т), отверждённых термическим методом, показали, что микроструктура поверхности изотропная, размеры глобул составляют примерно 100 нм. На поверхности встречаются округлые ассоциаты из глобул, размеры которых достигают 10–12 мкм.

Шероховатость поверхности образцов, отверждённых СВЧ-методом и имеющих близкие значения прочностных



а



б

Рис. 3. Плотность рисунка «параболы» на образцах, отверждённых термическим (а) и СВЧ (б) методами

Fig. 3. Density of the "parabola" pattern on the samples during thermal (a) and microwave curing (b)

характеристик (4с, 3с), несколько больше, а размеры глобул составляют порядка 130 нм. Глобулы формируют цепочечные линейные структуры, ориентированные по направлению главных напряжений. На поверхности также присутствуют ассоциаты, но неправильной, часто вытянутой формы размерами до 10 мкм. Формирование таких структур на поверхностях разрушения обычно связывают с высокой пластической деформируемостью дисперсионной среды, обусловленной недостаточной степенью её отверждения [11].

В статьях [14, 15] отмечено увеличение размеров глобул и при кратковременном нетепловом воздействии СВЧ электромагнитных полей. Авторы полагают, что воздействие СВЧ электромагнитных полей активирует дипольно-групповую поляризацию компаунда, что повышает способность макромолекул полимеров к конформационной изометрии и открывает возможность к образованию дополнительного количества поперечных сшивок. В результате этого густосетчатые глобулы увеличиваются в размерах за счёт окружающей низкомолекулярной фракции [16].

Фрактографические исследования показали, что во всех случаях местом зарождения трещины под действием

растягивающих напряжений являлась микропора на поверхности или в объёме материала. Направление распространения магистральной трещины определяли по характерным элементам микрорельефа поверхности. На поверхностях изломов чётко просматриваются характерные для хрупких материалов области: гладкая зеркальная – вокруг места зарождения трещины, и далее по мере распространения трещины область с мелкой шероховатостью (переходная область, туман), переходящая в область с грубой шероховатостью.

С повышением прочности образца ширина зеркальной зоны сокращается. Шероховатый рельеф начинает формироваться ближе к месту зарождения трещины, а шероховатость значительно возрастает, что обусловлено диссипацией энергии трещины.

Радиус зеркальной зоны на поверхности разрушения образца 2т составляет 2500–4500 мкм, образцов 4т, 3т, 5т, 7т соответственно порядка 700; 300; 200 и 150 мкм.

Сравнительный анализ полученных микрофотографий показал, что образцы, имеющие близкие значения предела прочности, но полученные разными методами отверждения, имеют очень схожую фрактографическую картину: размеры зеркальных зон очень близки, а шероховатые зоны и зоны грубого рельефа имеют рисунки, состоящие из одинакового набора характерных элементов структуры.

Однако были выявлены некоторые различия в деталях характерных элементов поверхности излома образцов, отверждённых разными методами.

Рельеф поверхности излома формируется в соответствии с надмолекулярной структурой материала образца и микромеханическими процессами деформирования и разрушения, происходящими при распространении трещины. В настоящее время физико-механические процессы, приводящие к образованию того или иного характерного рисунка (информативного элемента) микрорельефа поверхности излома эпоксидных материалов, достаточно хорошо изучены и представлены в научной литературе [17–20].

Характерный элемент рельефа «параболы», который представляет собой ступени различной высоты в форме параболы, формируется, когда вблизи фронта продвигающейся магистральной трещины находится какой-либо дефект или неоднородность. В этом месте может начаться локальная вторичная трещина, фронт которой распространяется радиально от места зарождения. Рельеф «парабола» образуется в результате пересечения фронтов магистральной и вторичной трещин. Угол раскрытия ветвей параболы зависит от соотношения скоростей распространения магистральной и вторичной трещины, а высота ступени от расстояния между плоскостями, в которых продвигаются эти трещины [12].

Исследования показали, что местом инициирования вторичных трещин образцов, отверждённых как термическим, так и СВЧ-методом, в подавляющем большинстве случаев являлась микропора размерами порядка 100–500 нм. На фрактографических картинах образцов, отверждённых СВЧ-методом, данный рисунок рельефа встречается значительно чаще (рис. 3). На равных по площади полях

микроизображений образцов, отверждённых термо- и СВЧ-методом, их количество отличается в 3,5 раза. Данный факт свидетельствует о большей нанопористости образцов, отверждённых СВЧ-методом.

На фрактограммах образцов, отверждённых СВЧ-методом, угол раскрытия ветвей «параболы» имеет значительно больший разброс. На поверхности таких образцов присутствуют «параболы», имеющие почти круглую форму. На поверхности образцов, отверждённых термическим методом, такого рисунка не наблюдалось. Данный рисунок формируется, когда скорость магистральной трещины значительно превосходит скорость вторичной трещины. Это говорит о том, что механизм пластического разрушения в образцах, отверждённых СВЧ-методом, проявляется в большей степени [12].

На рис. 4 представлен информативный элемент структуры «лента» на поверхности образца, отверждённого СВЧ-методом. По краям лент образцов, отверждённых СВЧ-методом, можно увидеть изогнутые конические образования, указывающие на пластическую деформацию в процессе её отрыва. Большое количество микрообразований, указывающих на локальную пластическую деформацию, замечено и на других информационных элементах структуры образца. Отличия, выявленные в информационных элементах структуры излома, указывают на повышение пластической составляющей в образцах, отверждённых СВЧ-методом.

Исследования методом оптической спектроскопии. Методами оптической спектроскопии в диапазоне длин волн 360–2500 нм исследованы спектры пропускания образцов эпоксиполимеров, отверждённых термо- и СВЧ-методами (см. табл. 1, 2). Установлено, что все образцы пропускают излучение, начиная с длины волны около 400 нм (ультрафиолетовая область). В видимом и ближнем инфракрасном диапазоне (450–1080 нм) интенсивность проходящего излучения с увеличением длины волны возрастает в целом линейно для каждого образца, при этом она тем меньше, чем выше прочность образца. В диапазоне 900–2400 нм кроме общего уменьшения интенсивности происходит заметное поглощение излучения всеми образцами в диапазоне 1590–1880 нм с минимумом при 1720 нм. Излучение с длинами волн более 2280 нм полностью поглощается образцами, отверждёнными термическим методом. Пропускная способность образцов, отверждённых СВЧ-методом, сохраняется до 2500 нм (предел чувствительности спектрометра), а образец 3с (с наибольшей прочностью) является полностью непрозрачным в этом диапазоне.

На рис. 5 представлены сравнительные характеристики спектров пропускания двух пар образцов, отверждённых термическим (1т, 3т) и СВЧ (1с, 3с) методами в диапазоне 1020–2500 нм. На всех исследованных образцах в области 1700 нм наблюдается значительное уменьшение пропускания излучения. Это связано с колебаниями групп СН и СН₂. Основные колебания происходят в области длин волн $\lambda = 3372...3480$ нм (волновые числа $\nu = 2965...2873$ см⁻¹), а в

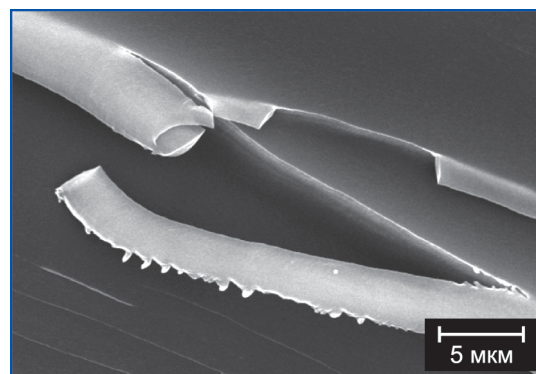


Рис. 4. Характерный элемент микрорельефа «ленты» на поверхности разрушения образца, отверждённого СВЧ-методом

Fig. 4. A characteristic element of the “tape” microrelief on the fracture surface of the microwave-cured sample

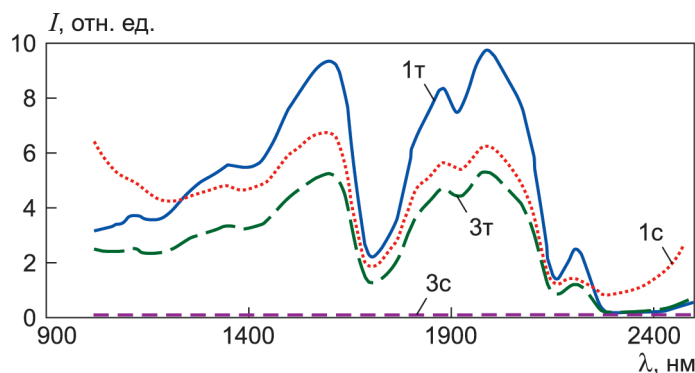


Рис. 5. Спектры пропускания образцов, отверждённых термическим (1т, 3т) и СВЧ (1с, 3с) методами, в диапазоне $\lambda = 1020...2500$ нм

Fig. 5. Transmission spectra of samples cured by thermal (1т, 3т) and microwave (1с, 3с) methods, in the range $\lambda = 1020...2500$ nm

области длин волн $\lambda = 1670...1698$ нм ($\nu = 5988...5889$ см⁻¹) наблюдаются обертоны этих колебаний [21].

Таким образом для обоих методов отверждения показано, что при повышении интенсивности режимов изготовления, наряду с возрастанием прочности исследуемых образцов на растяжение, происходит также возрастание их оптической плотности в наблюдаемом спектральном диапазоне.

Выводы. Для термического и СВЧ-методов отверждения эпоксиполимерных материалов установлены зависимости прочностных, фрактографических и спектроскопических параметров образцов от длительности и интенсивности режимов изготовления. Определены режимы, обеспечивающие максимальную прочность образцов при отверждении термическим и СВЧ-методами. Образцы, изготовленные различными методами, но имеющие идентичные размеры, цвет по йодометрической шкале и картины изломов, показали близкие значения максимальной прочности и сходные диаграммы деформирования.

При кратковременном высокоинтенсивном отверждении обоими методами наблюдался значительный разброс прочностных параметров образцов. Более стабильные результаты по прочности даёт многоступенчатая обработка с большими временами выдержки. В то же время при использовании СВЧ-метода минимально допустимая (по справочным данным) прочность 53 МПа достигается более чем в два раза быстрее, чем для образцов, отверждённых термическим методом, что позволяет значительно снизить временные затраты и повысить энергоэффективность производства эпоксиполимерных материалов.

Методами растровой электронной микроскопии установлено, что для образцов с близкими прочностными характеристиками, но отверждённых разными методами, СВЧ-метод приводит к увеличению размеров глобул, повышению микропористости и большему проявлению локальной пластической деформации в процессе разрушения.

Спектроскопическими методами определён относительный уровень пропускания излучения образцами, отверждёнными термическим и СВЧ-методами в диапазоне длин волн 360–2500 нм. Установлено, что интенсивность регистрируемого излучения обратно пропорциональна интенсивности режима отверждения, а также связанной с ним максимальной прочности образца и практически не зависит от способа отверждения. В диапазоне длин волн $\lambda=1670\ldots1698$ нм обнаружены обертоны основных колебаний СН- и СН₂-групп, входящих в состав эпоксидных смол на основе ДГЭБА.

Исследования проведены в ФГБНУ «Научно-исследовательский институт перспективных материалов и технологий» в рамках государственного задания Минобрнауки РФ по проекту FNER-2020-0002.

Список литературы

1. Ли Х., Невилл К. Справочное руководство по эпоксидным смолам. М.: Энергия, 1973. 416 с.
2. Кербер М. Л., Виноградов В. М., Головкин Г. С. и др. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология: учеб. пособие / Под ред. А. А. Берлина. СПб.: ЦОП Профессия, 2008. С. 42–47.
3. Баженов С. Л. Механика и технология композиционных материалов: Научное издание. Долгопрудный: Издательский дом «Интеллект», 2014. С. 84.
4. Johnston K., Pavuluri S. K., Leonard M. T., Desmuliez M. P. Y., Arrighi V., *Thermochimica Acta*, September 2015, vol. 616, pp. 100–109. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2015.08.010>
5. Tanrattanakul V., Sae Tiaw K., *Journal of Applied Polymer Science*, 2005, vol. 97, no. 4, pp. 1442–1461. <https://doi.org/10.1002/app.215786>
6. Калганова С. Г. Электротехнология нетепловой модификации полимерных материалов в СВЧ электромагнитном поле: автореф. дис. докт. техн. наук. Саратов, 2009.
7. Boyle M., Martin C., & Neuner J., *Epoxy resins. ASM handbook*, 2001, vol. 21, pp 78–89.
8. Малышева Г. В., Гузева Т. А., Гращенков Д. В., Раскутин А. Е. Влияние технологии нагрева на продолжительность

процесса отверждения полимерных композиционных материалов // Полимерные материалы. Труды ВИАМ. 2018. № 8(68). С. 23–27.

9. Нефедов В. Н., Сайгин И. А., Хохлов М. Е., Рябикина И. Г. Перспективы применения наукоемких микроволновых технологий // Т-Comm: Телекоммуникация и транспорт. 2017. Т. 11. № 6. С. 33–37.

10. Пат. № 2189997 РФ / А. Е. Ушаков, Д. К. Поляков, Т. Г. Сорина и др. // Изобретения. Полезные модели. 2002. № 27.

11. Деев И. С., Каблов Е. Н., Кобец Л. П., Чурсова Л. В. Исследование методом сканирующей электронной микроскопии деформации микрофазовой структуры полимерных матриц при механическом нагружении // Труды ВИАМ: электронный научный журнал. 2014. № 7. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 11.11.2020). <https://dx.doi.org/10.18577/2307-6046-2014-0-7-6-6>

12. Lin Y. C., Chen X., *Materials Letters*, 2005, vol. 59, no. 29–30, pp. 3831–3836. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.06.061>

13. Деев И. С., Кобец Л. П. Фрактография эпоксидных полимеров // Высокомолекулярные соединения. 1996. Сер. А. Т. 38. № 4. С. 627–633.

14. Лаврентьев В. А., Калганова С. Г. Применение энергии СВЧ электромагнитных колебаний для воздействия на процесс отверждения эпоксидных смол // Электро- и теплотехнологические процессы и установки: сб. науч. тр. Саратов: СГТУ, 2005. Т. 2. С. 67–70.

15. Калганова С. Г. Влияние СВЧ воздействия электромагнитного поля на кинетику отверждения эпоксидной смолы // Вестник СГТУ. 2006. Т. 1. № 1(10). С. 90–95.

16. Дмитриев Ю. К., Даминев Р. Р., Абакачева Е. М., Исламутдинова А. А. Исследование процесса нетепловой модифицирующего СВЧ-воздействия на полимерные материалы // Башкирский химический журнал: 2012. Т. 19. № 1. С. 203–206.

17. Гуляев А. И., Яковлев Н. О., Крылов В. Д., Лашов О. А. Применение фрактографического анализа при исследовании межслоевого разрушения ПКМ // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 3 (48). С. 65–73.

18. Gamstedt E. K., Sjogren B. A., *Composites Science and Technology*, 1999, vol. 59, pp. 167–178. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(98\)00061-X](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(98)00061-X)

19. Nygard P., Gustafson C. G., *Composites: Part A*, 2003, vol. 34, no. 10, pp. 995–1006. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(03\)00124-6](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(03)00124-6)

20. Purslow D., *Composites*, 1986, vol. 17, no. 4, pp. 289–303. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(86\)90746-9](https://doi.org/10.1016/0010-4361(86)90746-9)

21. González M. G., Cabanelas J. C., Baselga J., *Infrared Spectroscopy-Materials Science, Engineering and Technology*, 2012, vol. 2, pp. 261–284. <https://doi.org/10.5772/36323>

References

1. H. Lee and K. Nevill, *Handbook of Epoxy Resins*, McGraw-Hill, New York, 1982.
2. Kerber M. L. et al., *Polymernye kompozitsionnye materialy: struktura, svoystva, tehnologiya* [Polymer composite

materials: structure, properties, technology], Saint Petersburg, Professiya Publ., 2008, 560 p. (in Russian).

3. Bazhenov S. L., *Mekhanika i tekhnologiya kompozitsionnykh materialov*, Dolgoprudnyj, Intellect Publ., 2014, 328 p. (in Russian).

4. Johnston K., Pavuluri S. K., Leonard M. T., Desmuliez M. P. Y., Arrighi V., *Thermochimica Acta*, September 2015, vol. 616, pp. 100–109. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2015.08.010>

5. Tanrattanakul V., Sae Tiaw K., *Journal of Applied Polymer Science*, 2005, vol. 97, no. 4, pp. 1442–1461. <https://doi.org/10.1002/app.215786>

6. Kalganova S. G., *Elektrotekhnologiya neteplovoj modifikatsii polimernykh materialov v SVCH elektromagnitnom pole*, Extended abstract of doctoral dissertation in Technical Sciences (Saratov, 2009) (in Russian).

7. Boyle M., Martin C., & Neuner J., *Epoxy resins. ASM handbook*, 2001, vol. 21, pp 78–89.

8. Malysheva G. V., *Trudy VIAM*, 2018, no. 8(68), pp. 23–27 (in Russian).

9. Nefedov V. N., *T-Comm: Telekommunikatsiya i transport*, 2017, vol. 11, no. 6, pp. 33–37 (in Russian).

10. Ushakov A. E., Polyakov D. K., Sorina T. G. et al., RF Patent no. 2189997, *Byull. Izobret.*, no. 27 (2002) (in Russian).

11. Deev I. S., Kablov E. N., Kobec L. P. et al., *Trudy VIAM*, 2014, no. 7, available at: <http://viam-works.ru> (accessed: 11.11.2020) (in Russian). <https://dx.doi.org/10.18577/2307-6046-2014-0-7-6-6>

12. Lin Y. C., Chen X., *Materials Letters*, 2005, vol. 59, no. 29–30, pp. 3831–3836. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.06.061>

13. Deev I. S., Kobec L. P., *Vysokomolekulyarnye soedineniya, Ser. A*, 1996, vol. 38, no. 4, pp. 627–633 (in Russian).

14. Lavrent'ev V. A., Kalganova S. G., *Elektro- i teplotekhnologicheskie processy i ustanovki, Collection of reports of the all-Russian conference*, Saratov, SGTU, 2005, vol 2, pp. 67–70 (in Russian).

15. Kalganova S. G., *Vestnik SGTU*, 2006, vol. 1, no. 1(10), pp. 90–95 (in Russian).

16. Dmitriev Yu. K., Daminev R. R., Abakacheva E. M., and Islamutdinova A. A., *Bashkirskij himicheskij zhurnal*, 2012, vol. 19, no. 1, pp. 203–206 (in Russian).

17. Gulyaev A. I., Yakovlev N. O., Krylov V. D., Lashov O. A., *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2017, no. 3 (48), pp. 65–73 (in Russian).

18. Gamstedt E. K., Sjogren B. A., *Composites Science and Technology*, 1999, vol. 59, pp. 167–178. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(98\)00061-X](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(98)00061-X)

19. Nygard P., Gustafson C. G., *Composites: Part A*, 2003, vol. 34, no. 10, pp. 995–1006. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(03\)00124-6](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(03)00124-6)

20. Purslow D., *Composites*, 1986, vol. 17, no. 4, pp. 289–303. [https://doi.org/10.1016/0010-4361\(86\)90746-9](https://doi.org/10.1016/0010-4361(86)90746-9)

21. González M. G., Cabanelas J. C., Baselga J., *Infrared Spectroscopy-Materials Science, Engineering and Technology*, 2012, vol. 2, pp. 261–284. <https://doi.org/10.5772/36323>

Дата поступления: 29.06.2020.

Дата принятия: 30.07.2020.

Measurement of strength and microstructural characteristics of epoxypolymers cured by thermal and microwave methods

Egor V. Matveev, Aleksandr V. Mamontov, Anna I. Gajdar,
Boris A. Lapshinov, Aleksandr N. Vinogradov

Research Institute of Advanced Materials and Technology, Moscow, Russian Federation,
e-mail: maegor@gmail.com, a.v.mamontov@gmail.com, a_i_g@bk.ru, lbaniipmt@mail.ru, alnikvin@gmail.com

In this work, we studied the strength parameters, fractographic patterns, and the microstructure of epoxy polymer samples cured both by thermal and microwave methods at various temperature, power, and time conditions. The dependence of strength on curing conditions is determined using the tensile test method. To achieve maximum strength for both curing methods optimum conditions were found. A comparative fractographic analysis of microwave and thermal cured samples fractures having similar strength characteristics was carried out by electron microscopy. It was found that microwave field curing leads to the globules size increase in the cured epoxy polymer and an increase in the number of nanopores in the material. Plastic samples local deformation is also more pronounced during fracture, which leads to a greater difference of the main and secondary cracks propagation velocities ratio. The relationship between the studied samples optical density in the wavelength range from 360 to 2500 nm and the parameters of both curing methods (microwave and thermal) was established.

Key words: epoxy polymer, thermal curing, microwave curing, fractography, scanning electron microscopy, optical spectroscopy.