DEGRADAČNÍ CHOVÁNÍ VYBRANÝCH PLASTŮ A KOMPOZITŮ Z HLEDISKA LOMOVÉ MECHANIKY

FAKULTA STROJNÍ ČVUT V PRAZE

Autor: Ing. Vladimír Mára

Školitel: prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.

Školitel specialista: Ing. Taťána Vacková, Ph.D.

Ústav: 12132 Ústav materiálového inženýrství

Studijní obor: Materiálové inženýrství

Studijní program: Strojní inženýrství

vladimir.mara@fs.cvut.cz

ÚVOD

Na leteckou techniku působí v průběhu provozu celá řada negativních jevů, které svým synergickým účinkem ovlivňují vlastnosti kompozitních součástí. Vlivem okolního prostředí a mechanického zatížení dochází u vláknových polymerních kompozitů k degradaci jejich vlastností. Mezi tyto podmínky patří nízké a vysoké teploty, vliv vlhkosti (absorpce vody) a agresivních kapalin, případně jejich kombinované působení. Kompozitním materiálům se tak snižuje jejich únosnost a životnost, což nepříznivě ovlivňuje provozuschopnost leteckých součástí. Použití vláknového kompozitního materiálu je pak stanoveno na základě jeho pevnostních a tuhostních charakteristik za výše zmíněných podmínek, ke kterým se dále řadí rázové a vrubové vlivy. Obzvláště přítomnost vrubu, např. ve formě spojovacího otvoru pro nýt, je kritickým faktorem, kdy pevnost kompozitu může být významně snížena. Je tedy nezbytné věnovat vrubům značnou pozornost, zejména ve spojení s vlivy okolního prostředí.

MECHANICKÉ VLASTNOSTI A LOMOVÁ KRITÉRIA

Tabulka 1 – Výsledné mechanické vlastnosti a lomová kritéria pro Hexcel HexPly 5882

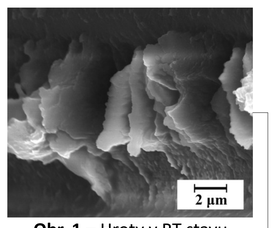
Typ skladby		R_m (MPa)	E (GPa)	μ (-)	ε_{max} (-)	d_0 (mm)	a_0 (mm)	K_Q (MPa·m$^{-1/2}$) d_0	K_Q (MPa·m$^{-1/2}$) a_0	α_g[b] (-)
181	N	418	34,5	0,47	1,50	-	-	-	-	-
	OH R2	295			1,28	1,5	4,0	32,7	41,0	1,42
	OH R3	265			1,16					1,58
	OH R4	249			1,08					1,68
181 ZC 181 ZC 181 ZC 181 ZC	N	366			1,41	-	-	-	-	-
	OH R2	289			1,31	2	5,1	41	32,7	1,21
	OH R3	259			1,11					1,41
	OH R4	237			1,03					1,54
181 ZC ENV	OH R2	300			1,17	-	-	-	-	-
361	N	736	53,8	0,46	1,53	-	-	-	-	-
	OH R2	452			1,28	1,0	3,0	51,9	66,2	1,63
	OH R3	429			1,18					1,72
	OH R4	419			1,14					1,76
361 ZC 361 ZC 361 ZC 361 ZC	N	733			2,13	-	-	-	-	-
	OH R2	441			1,43	1,3	3,2	66,2	51,9	1,66
	OH R3	392			1,31					1,87
	OH R4	368			1,20					1,99
361 ZC ENV	OH R2	462			1,19	-	-	-	-	-

U obou skladeb dochází v RT stavu k výraznému poklesu mechanických vlastností. Pevnost kompozitního materiálu klesá o přibližně 30-40 % u skladby 181 a o 39-43 % u skladby 361. U deformace je patrný vyšší pokles u skladby 361 (40-47 %), zatímco u skladby 181 je přibližně poloviční (9-23%). Pro skladbu 181 jsou výsledné kritické hodnoty pro šíření trhliny vyšší a obdobně je tomu i u citlivosti materiálu na vrub α_g.

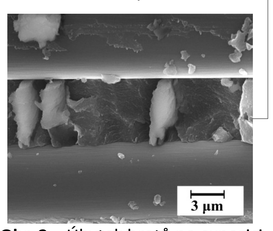
U zátěžového cyklu (ZC) dochází k poklesu vlastností u obou druhů skladeb. Pokles pevnosti u skladby 181 je nižší (20-35 %), zatímco u skladby 361 je výraznější (40-50 %). Pokles deformace je u skladby 181 podobný standardní zátěži (7-27 %), zatímco u skladby 361 je nižší (33-44 %). V případě lomových kritérií narůstají kritické hodnoty pro šíření trhliny v rámci obou skladeb, zatímco citlivost na vrub α_g u skladby 181 klesá, u skladby 361 hodnoty narůstají.

Po expozici dochází ke změnám v rámci pevnosti a maximální deformace. V případě meze pevnosti dochází v porovnání s RT zátěžným cyklem k jejímu nárůstu, kdy u skladby 181 se jedná o 4% a u skladby 361 o 5 %. Oproti tomu hodnoty maximální deformace oproti RT stavu klesají u skladby 181 o 10,7 % a u skladby 361 o 16,8%. Dále dochází růstu střední aritmetické úchylky Ra, ale klesá výška nerovnosti Rz. Také dochází k poklesu tvrdosti přibližně o 6 %.

VÝZNAMNÉ FRAKTOGRAFICKÉ RYSY PO HYDROTERMÁLNÍ EXPOZICI

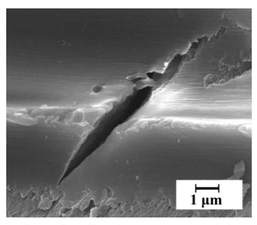


Obr. 1 – Hroty v RT stavu

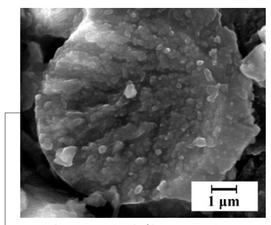


Obr. 2 – Úbytek hrotů po expozici

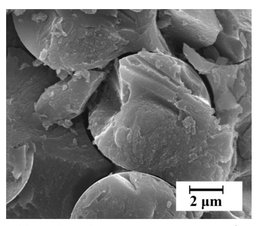
Po expozici dochází k úbytku množství hrotových útvarů, které vznikají při delaminaci vláken (viz obr. 1 a 2). U mezifázového rozhraní jsou oslabeny vazby mezi vlákny a matricí, což se projevuje v rozsáhlém oddělování vláken od matrice (viz obr. 3). Co se týče procesu porušování vláken, dochází ve svazcích [90°] vláken ke změně lomů vláken pod úhlem ~30°, což je důsledkem mechanismu podélného oddělování (viz obr. 4 a 5). Lomové plochy vláken jsou hladké a na povrchu je viditelná říčkovitost, která charakterizuje směr šíření trhliny napříč vláknem. Radiály jsou na lomových plochách [0°] vrstev stále patrné, ale vlivem expozice je jejich morfologie méně plastická, povrch je jemný a charakteristické znaky jsou obtížněji rozeznatelné (viz obr. 6 a 7). Vlivem expozice vzniká v matrici u obou druhů skladeb několik typů trhlin. V okolí vláken se nacházejí rozevřené trhliny pod úhlem +45° o průměrné délce 3 μm (viz obr. 8a). Dalším druhem jsou trhliny působící pod opačným úhlem, které mohou dosahovat délky až 6 μm a které koalescencí s +45° trhlinami vytvářejí „V“ útvary podobné chevronům. V okolí stop po vláknech se dále objevují vlivem plastické deformace matrice nové morfologické útvary – hřbety. Svazky [0°] mění svůj mechanismus, kdy oproti RT stavu přestávají být lomové plochy členité ve směru 45° a objevují se chevrony.



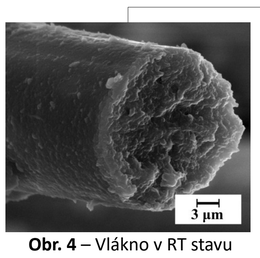
Obr. 8 – Trhliny po expozici



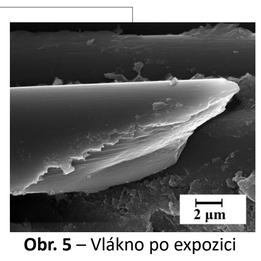
Obr. 7 – Radiály v RT stavu



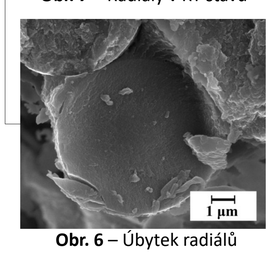
Obr. 3 – Degradace rozhraní



Obr. 4 – Vlákno v RT stavu

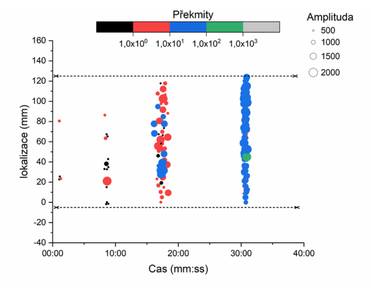


Obr. 5 – Vlákno po expozici

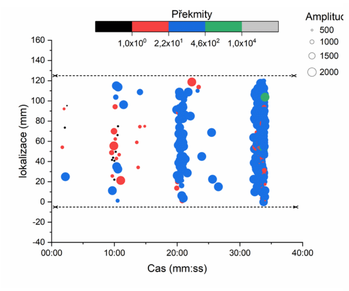


Obr. 6 – Úbytek radiálů

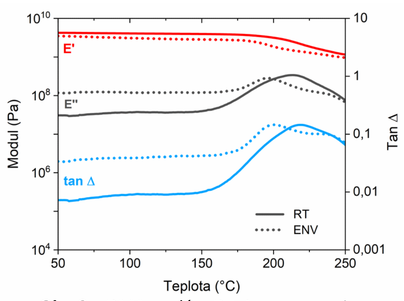
HODNOCENÍ ENVIROMENTÁLNÍHO VLIVU POMOCÍ AE A DMA



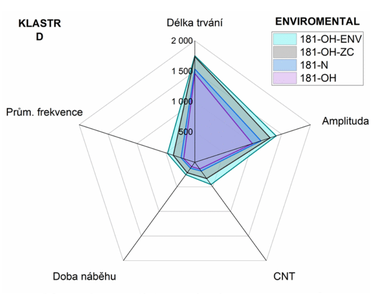
Obr. 11 – Lineární lokalizace v RT stavu



Obr. 10 – Lineární lokalizace expozice

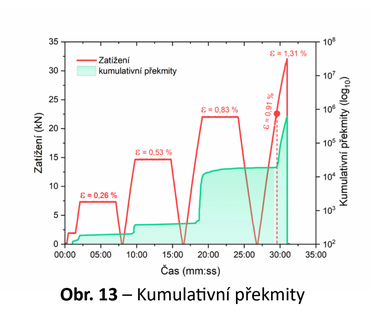


Obr. 9 – DMA analýza RT stavu a expozice

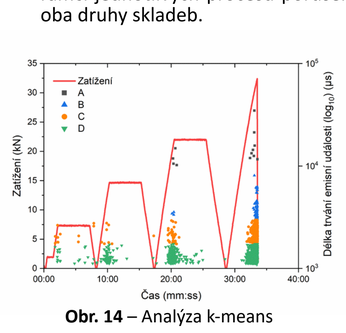


Obr. 12 – Unikátní plochy parametrů AE

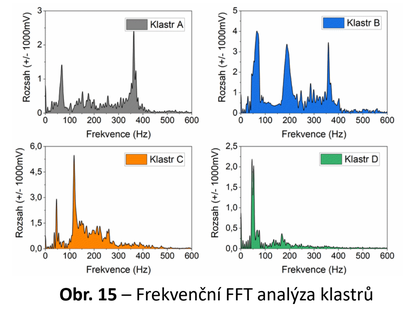
U obou skladeb dochází v rámci DMA vlivem hydrotermálního působení k posunu píků ztrátového modulu E" a fázového posunu tanΔ směrem k nižším teplotám. Dále dochází k nárůstu dynamických a elastických charakteristik (viz obr. 9). U lokalizace dochází po expozici k částečným změnám (viz obr. 10 a 11). Oproti RT stavu vzniká zvýšené množství překmitů o vysoké amplitudě už v prvních cyklech a jejich množství postupně u obou skladeb narůstá. Výsledné plochy z průměrných hodnot parametrů AE jsou po expozici pro jednotlivé klastry obdobné, jako v případě RT. Vlivem expozice dochází k mírnému nárůstu průměrných hodnot (viz obr. 12). U kumulativních překmitů dochází v rámci obou skladeb při iniciaci porušení k výrazně vyššímu nárůstu hodnot v porovnání s RT stavem. Růst hodnot je lineární (viz obr. 13), což je rozdíl oproti RT stavu u skladby 181, který byl naopak skokový. V případě k-means analýzy dochází vlivem hydrotermální expozice u obou skladeb ke sjednocení tvaru jejich průběhů (viz obr. 14). Frekvenční spektra z FFT analýzy jsou v souladu s předchozími analýzami. Z hlediska hydrotermální expozice nedochází ke změnám hodnot frekvencí v rámci jednotlivých procesů porušení (viz obr. 15). Výše zmíněné změny platí pro oba druhy skladeb.



Obr. 13 – Kumulativní překmity



Obr. 14 – Analýza k-means



Obr. 15 – Frekvenční FFT analýza klastrů

CÍLE PRÁCE

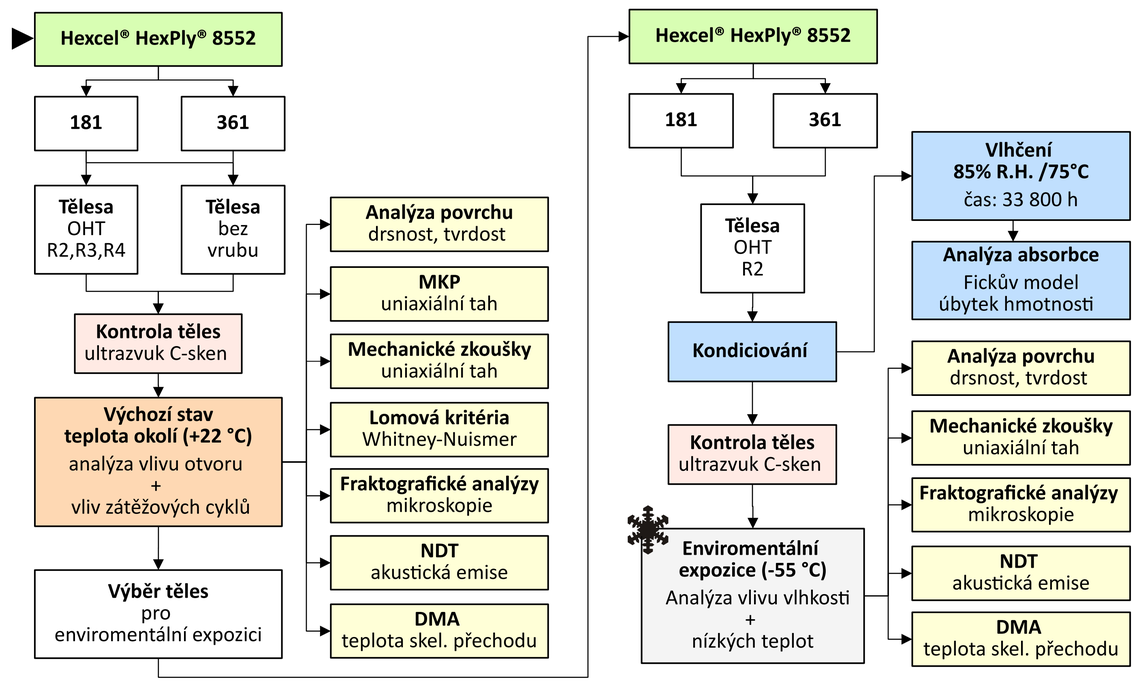
Z provedené literární rešerše vyplývá, že synergický účinek vlhkosti a nízkých teplot nebyl dosud u polymerních kompozitních materiálů vyztužených uhlíkovými vlákny analyzován. Na tomto základě byly autorem vytyčeny následující cíle práce::

- Za teploty pod bodem mrazu vystavit mechanickému namáhání uhlíkové kompozitní skladby s absorbovanou vlhkostí a popsat degradaci jejich vlastností. Kombinace těchto podmínek nebyla dosud v rámci vláknových kompozitů hodnocena.
- Stanovit vliv vlhkosti a teploty pod bodem mrazu na potenciální změny v procesech porušování a lomovém chování kompozitních skladeb.
- Analyzovat možnost využití akustické emise pro monitorování průběhu zatěžování kompozitních skladeb vystavených účinku hydrotermální expozice. V těchto podmínkách nebyla metoda akustické emise dosud použita.

METODIKA A HODNOCENÍ

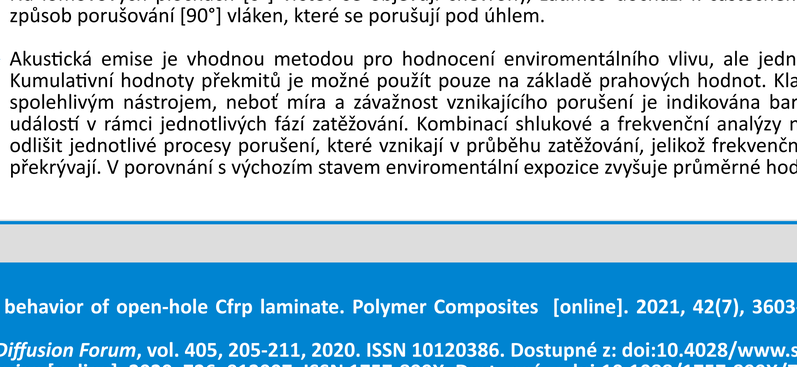
Pro účely studia hydrotermálního vlivu byl vybrán dlouho-vláknový uhlíkem vyztužený kompozit Hexcel HexPly 8552 (aminová pryskyřice vyztužená AS4 12K uhlíkovými vlákny). Důvodem této volby je jeho použití na konstrukční prvky v leteckém průmyslu. Jedná se o součásti, které jsou mechanicky namáhané a současně jsou v průběhu provozu vystavené enviromentálním vlivům. Na základě literární rešerše byly zvoleny enviromentálními podmínky, kterým bude kompozitní materiál vystaven, a to ve formě vlhkosti a nízkých teplot. Pro praktický dopad degradačního účinku byl přidán další faktor - koncentrátor napětí ve formě otvoru. Využití otvorů je v letectví široké a jedná se o integrální součást konstrukcí. Jejich přítomnost v konstrukci vytváří vrubový účinek, kdy na jeho okraji dochází ke kumulaci napětí, což má výrazný vliv na snížení pevnostních vlastností. Hydrotermální působení může toto místo a jeho okolí ještě více oslabit a potenciální degradace tak může zapříčinit předčasné katastrofické selhání konstrukce.

- laminát 181 o tloušťce 2,97 mm s uložením vrstev: [45, -45, 0, 45, 45, -45, -45, 90, 90, -45, -45, 45, 45, 0, -45, 45]
- laminát 361 o tloušťce 6,32 mm s uložením vrstev: [45, 0, -45, 0, -45, 45, 0, -45, 90, 45, 45, 90, -45, 0, 0, -45, 45, 45, -45, 0, 0, -45, 90, 45, 45, 90, -45, 0 ,45, -45, 0, -45, 0, 45]



KONDICIOVÁNÍ TĚLES A ABSORBCE VLHKOSTI

Množství absorbované vlhkosti ve zkušebních tělesech bylo hodnoceno na základě úbytku hmotnosti. Obr. 16 ilustruje absorpční křivky vlhkosti a jejich porovnání s teoretickým Fickovým modelem za monitorovaný úsek 33 800 h společně se změnou hmotnosti. V okamžiku vyjmutí z komory absorbované množství vlhkosti 0,94 %, zatímco u laminátu 361 je obsah vlhkosti 0,87 %. Průběhy dále ukazují, že v obou případech nebylo po daném čase dosaženo maximálního nasycení kompozitního materiálu, což potvrzují rostoucí křivky absorbovaného množství vlhkosti. Pro oba typy skladeb byla s využitím rovnice vypočtena difuzivita Dz. Z výsledných hodnot vyplývá, že vlhkost proniká pomaleji do laminátu 181 ($2{,}0 \times 10^{-7}$), ale vzhledem k jeho menší tloušťce a nižšímu počtu vrstev dochází k jeho rychlejšímu sycení vlhkostí, než je tomu v případě laminátu 361 ($2{,}56 \times 10^{-7}$). To potvrzují výsledné hodnoty množství vlhkosti a také odečtený teoretický čas potřebný pro maximální nasycení, který je pro skladbu 361 téměř dvojnásobný. Z porovnání měřeného průběhu difúze vlhkosti s teoretickým modelem vyplývá, že pronikání vlhkosti do kompozitních skladeb je řízeno Fickovými zákony. U uhlíkem vyztužených kompozitů je to nejčastěji realizovaný mechanismus.



Obr. 16 – Výsledky vlhčení R2 OH těles

Hlavní podíl na nenasycení mimo vysokých tlouštěk materiálu mají samotné jednotlivé vrstvy, u kterých se pravděpodobně projevuje mechanismus orientace uložených vláken, kde jejich množství a také orientace mají vliv na rychlost difúze a jiná uložení než [0°] zvyšují nebo naopak snižují rychlost prostupu vlhkosti.

ZÁVĚRY

Na základě provedeného experimentu zabývajícího se degradací open-hole kompozitních skladeb vlivem působení hydrotermální expozice a ze získaných výsledků lze učinit následující závěry:

- Absorpce vlhkosti se u analyzovaných skladeb řídí Fickovými zákony, ale po čase 33 800 h nedochází k jejich saturaci, což je důsledkem rozdílné orientace vláken a celkové tloušťky kompozitu. Z hlediska vlastností dochází vlivem expozice k cca 5 % nárůstu meze pevnosti, zatímco maximální deformace klesá až o 17 % u skladby s vyšším počtem vrstev. V povrchových vrstvách dochází ke snížení hodnot tvrdosti a Rz, zatímco Ra narůstá. Expozice dále způsobuje pokles teploty skelného přechodu matrice o 15 %, zatímco její schopnost tlumit vibrace narůstá.
- U hodnocených skladeb dochází vlivem expozice ke změně v procesech porušování a v lomovém chování. Mění se jak topografie lomových ploch, tak i jejich morfologie. Kompozitní skladby jsou z makroskopického měřítka více kompaktní, ale zvyšuje se míra a rozsah výsledného porušení. Mění se způsob šíření laterálních trhlin v matrici, objevují se kavity a vznikají shluky mikrotrhlin. V matrici vznikají sítě nano a mikrotrhlin, mění se mechanismus plastické deformace a dochází k degradaci mezifázového rozhraní. Na lomovových plochách [0°] vrstev se objevují chevrony, zatímco dochází k částečnému zániku původních radiálů. Mění se i způsob porušování [90°] vláken, které se porušují pod úhlem.
- Akustická emise je vhodnou metodou pro hodnocení enviromentálního vlivu, ale jednotlivé přístupy mají rozdílnou citlivost. Kumulativní hodnoty překmitů je možné použít pouze na základě prahových hodnot. Klasifikovaná lineární lokalizace je naopak spolehlivým nástrojem, neboť míra a závažnost vznikajícího porušení je indikována barvou a velikostí detekovaných emisních událostí v rámci jednotlivých fází zatěžování. Kombinací shlukové a frekvenční analýzy nebylo možné spolehlivě identifikovat a odlišit jednotlivé procesy porušení, které vznikají v průběhu zatěžování, jelikož frekvenční pásma se v rámci jednotlivých klastrů překrývají. V porovnání s výchozím stavem enviromentální expozice zvyšuje průměrné hodnoty parametrů jednotlivých klastrů.

TÉMATICKÉ PUBLIKACE:

MÁRA, V., L. MICHALCOVÁ, M. KADLEC, J. KRČIL a P. ŠPATENKA. The effect of longtime moisture exposure and low temperatures on mechanical behavior of open-hole Cfrp laminate. Polymer Composites [online]. 2021, 42(7), 3603-3618. ISSN 1548-0569. Dostupné z: doi:10.1002/pc.26082

MÁRA, V.; KRČIL, J.; MICHALCOVÁ, L.; ČIŽMÁROVÁ, E. The failure of carbon fiber reinforced composite analyzed by acoustic emission In: *Defect and Diffusion Forum*, vol. 405, 205-211, 2020. ISSN 10120386. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/DDF.405.205

MÁRA, V.; KRČIL, J.; ČERNÝ, M. Analysis of behavior of composite material during loading tests. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* [online]. 2020, 726, 012007. ISSN 1757-899X. Dostupné z: doi:10.1088/1757-899X/726/1/012007

MÁRA, V. Vznik a rozvoj porušení ve vláknovém kompozitu na bázi uhlíku vlivem vnějšího namáhání In: *Nové alternativy v materiálových aplikacích*. Jindřichův Hradec: Epika, 2018. p. 4-10. ISBN 978-80-7608-018-8

MÁRA, V. Damage Analysis of Fiber Reinforced Composites using Acoustic Emission In: *Studentská tvůrčí činnost 2017*. Praha: ČVUT v Praze - Fakulta strojní, 2017. pp. 1-5. ISBN 978-80-01-06143-5.

MÁRA, V.; ČIŽMÁROVÁ, E. Composite NDT Testing In: *Novel Biomaterials in Regenerative Medicine*. Jindřichův Hradec: Epika, 2016. p. 225-231. ISBN 978-80-88113-69-0

ČIŽMÁROVÁ, E.; MÁRA, V. Composite Materials Test Methods In: *Novel Biomaterials in Regenerative Medicine*. Jindřichův Hradec: Epika, 2016. p. 211-224. ISBN 978-80-88113-69-0.