https://doi.org/10.62753/ctp.2003.10.7.7

Henryk Leda[1], Szymon Kropaczewski[2]
Politechnika Poznańska, Instytut Inżynierii Materiałowej, pl. M. Skłodowskiej-Curie 5, 60-965 Poznań

Piotr Wasilewicz[3]
Politechnika Poznańska, Instytut Mechaniki Technicznej, pl. M. Skłodowskiej-Curie 5, 60-965 Poznań

PRZYDATNOŚĆ ŚCISKANIA OSIOWEGO DO OCENY GRUBOŚCIENNYCH KOMPOZYTÓW POLIMEROWYCH Z WŁÓKNAMI CIĄGŁYMI

W próbie ściskania osiowego próbek kompozytowych o przekrojach powyżej 400 mm^2 mierzono skutki długotrwałego działania pary wodnej o temperaturze 60^{o}C. Próbki z włóknami węglowymi nie wykazały w warunkach doświadczenia zmian wytrzymałości na ściskanie w wyniku działania gorącej pary wodnej. Próbki z włóknami szklanymi traciły swą wytrzymałość w miarę wzrostu czasu przebywania w wilgoci. Próbki kompozytowe z włóknami szklanymi ulegały zniszczeniu w wyniku wyboczenia. Próbki z włóknami węglowymi pękały w dwóch etapach: przez ścinanie wąskiego pasma materiału w pobliżu jednej z krawędzi formy mocującej i następnie przez rozwarstwienie całej próbki wzdłuż wybranego pasma włókien.

Ważnymi czynnikami stanowiącymi o wytrzymałości na ściskanie osiowe są moduł sprężystości osnowy oraz wiązanie żywicy z włóknami. Próba ściskania osiowego może być przydatna dla oceny zmian właściwości kompozytów wywołanych różnymi warunkami eksploatacji w wilgoci.

Słowa kluczowe: kompozyty polimerowe, ściskanie osiowe, wpływ wilgoci

USEFULNESS OF AXIAL COMPRESSION ON THE ASSESSMENT OF THICK-WALLED POLYMER COMPOSITE REINFORCED WITH CONTINOUS FIBERS

In the test of axial compression of composite samples, with sections above 400 mm^2, the effects of the long-term influence of 60^{o}C water vapour were measured. The compression strength of the samples reinforced with carbon fibers was not affected by the steam in the testing conditions. The sample reinforced with glass fibers were losing their strength with time increase of staying in moist conditions. Composite samples with glass fibers were destroyed as a result longitudinal splitting, whereas those with carbon fibers were destroyed in two events. First a narrow streak of the sample was sheared in the proximity of the edge of fastening equipment. Then the longitudinal splitting through the whole sample along some band of fibers took place.

Important factors influencing the compression strength are: modulus of the matrix and the strength of bonding between matrix and fibres. The compression test may be useful for the assessment of variations of properties of composites operating in wet environments.

Key words: composite structure of aircraft, carbon-epoxy composites, mechanical properties of composites

WPROWADZENIE

Kompozyty z włóknami ciągłymi uzyskują najwyższe możliwe wartości parametrów mechanicznych, jeżeli siły są przyłożone wzdłuż włókien. Właściwości w kierunkach prostopadłych do włókien są nawet dwudziestokrotnie mniejsze. W wielu katalogach podaje się wartości uzyskane w kierunkach wzdłuż włókien, co podnosi rangę danego kompozytu. Doświadczeni projektanci wiedzą doskonale, że rzeczywiste właściwości eksploatacyjne wyrobów kompozytowych są znacznie mniejsze. Lecz również oni zastanawiają się, jakie parametry mechaniczne ilustrują najobiektywniej właściwości kompozytów. Panuje zgodność poglądów, że celowe jest posługiwanie się wartościami decydującymi o trwałości, co oznacza, że należy przytaczać wyniki pomiarów najniższych wartości. Wyniki pomiarów wytrzymałości na rozciąganie wzdłuż włókien pełnią więc w większości rozważań mniejszą rolę.

Można przyjąć, że jednym z częściej przytaczanych parametrów mechanicznych spełniających powyższe warunki jest wytrzymałość na rozciąganie płaskiej próbki, w której włókna są rozłożone w kierunkach ±45^o do kierunku działania siły. Dla kompozytów włókna węglowe/żywica epoksydowa uzyskuje się w tej próbie wartości 130 MPa [1]. Autorzy tej publikacji ilustrują wyniki swych prac nad udoskonalaniem kompozytów między innymi wynikami tej próby. Przeprowadza się również rozciąganie w kierunku prostopadłym do włókien, gdzie za dobre wartości uznaje się wynik rzędu 100 MPa. O wyniku w tej próbie w istocie decyduje wytrzymałość osnowy.

[1] dr hab. inż., [2] mgr inż., [3] dr inż.

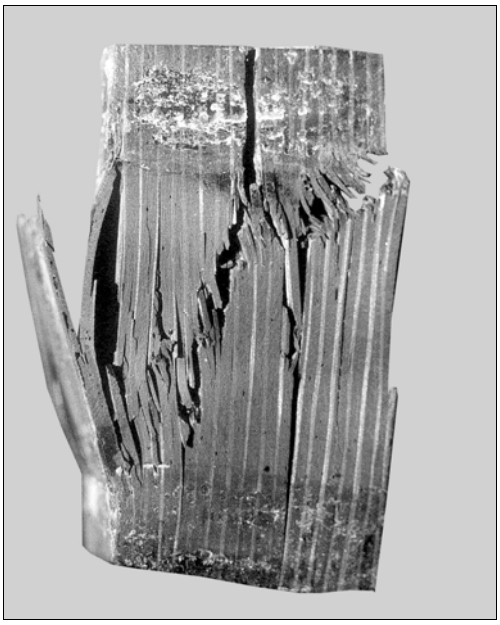
Szeroko stosowana jest próba ścinania międzylaminarnego, polegająca na zginaniu krótkiej belki przy relacji wysokości belki do rozstawu podpór 1:5. Zakres uzyskiwanych wyników mieści się w obszarze od 20 do 100 MPa. Próby tej nie można jednak uznać za uniwersalną, gdyż podobnie jak w innych próbach z kompozytami wyniki zależą od sposobu przeprowadzenia pomiaru. Dla przykładu w kompozytach z miękką osnową wynik nie zależy od objętości badanej próbki. Dla próbek z bardzo twardą osnową, np. żywic z wysokimi wartościami T_g, uzyskuje się wyższe wartości naprężeń ścinających dla próbek o większej objętości pomimo zachowania przepisowej relacji wysokości próbki do rozstawu podpór 1:5 [2].

Inną metodą stosowaną do pomiaru właściwości kompozytów jest próba ściskania osiowego wzdłuż włókien. Ponieważ częściej mierzy się cienkie pręty, powstają trudności z uzyskaniem powtarzalnych wyników, pomimo stosowania specjalnych przyrządów wymuszających osiowość działania siły. Wyniki w podobnych przyrządach starannie wykonanych mogą różnić się o kilkaset megapaskali [3]. Pomimo trudności z uzyskiwaniem powtarzalnych wyników próba ściskania osiowego znajduje coraz szersze zastosowanie do oceny wyrobów kompozytowych ściskanych osiowo podczas eksploatacji. Bardzo ważnym argumentem przemawiającym za stosowaniem tej próby jest stwierdzenie, że ilustruje ona najlepiej wpływ różnych czynników destrukcyjnych na wytrzymałość resztkową wyrobów kompozytowych [4]. Pomiar wytrzymałości resztkowej jest jednym z najważniejszych problemów w eksploatacji wyrobów z materiałów kompozytowych.

Czynnikiem pomocnym w uzyskiwaniu poprawnych wyników może być stosowanie próbek w postaci zwartych brył, np. sześcianu [5]. Innym rozwiązaniem jest stosowanie próbek grubościennych. Dodatkowym argumentem za ściskaniem grubościennych wyrobów jest konieczność poznania właściwości takich właśnie próbek, gdyż zdecydowana większość dotychczas przeprowadzonych pomiarów właściwości kompozytów dotyczy cienkich prętów, belek lub powłok. Na rysunku 1 przedstawiono grubościenną próbkę kompozytową o wymiarach 24x24x50 mm po próbie ściskania. Próbkę wykonano z włókien Toray T 300 i żywicy Bakelite [4].

Powtarzalność wyników oraz przewidywalny przebieg procesu niszczenia pozwala przyjąć, że zastosowana metoda może służyć do charakterystyki quasi-izotropowych wyrobów kompozytowych z włóknami ciągłymi.

W niniejszej pracy przeprowadzono próby ściskania osiowego grubościennych próbek z włóknami węglowymi i szklanymi, ułożonymi w kierunku 0, a więc wzdłuż kierunku działania siły. Celem do uzyskania jest ocena przydatności próby do pomiaru zmian właściwości materiałów kompozytowych w wyniku długotrwałego przebywania w gorącej parze wodnej.



Rys. 1. Widok grubościennej próbki kompozytowej po próbie ściskania. Włókna Toray T 300, żywica Bakelite, rozłożenie włókien 0/±45/90; pow. 1:1 [4]

Fig. 1. The view of a thick-walled composite sample after axial compression test. Toray T 300 fibres, Bakelite epoxy resin, fibre distribution 0/±/45/90; mag. 1:1 [4]

MATERIAŁY, WARUNKI EKSPERYMENTU

Do wykonania próbek kompozytowych zastosowano włókna szklane typu E o średnicy 18 μm. Włókna oczyszczono wstępnie w 1,5-molarnym roztworze kwasu siarkowego. Temperatura roztworu wynosiła 20°C, a czas przebywania włókien w kąpieli wynosił 2 minuty z następnym godzinnym płukaniem w bieżącej wodzie. Włókna suszono w powietrzu przez 24 godziny.

Nakładanie nowej powłoki przeprowadzono w 1,5% roztworze N-2-aminoetylo-3-aminopropyltrimetoksylowym w roztworze składającym się z 90% wody i 10% alkoholu etylowego zakwaszonym kwasem mrówkowym do wartości pH 4. Czas przebywania włókien w kąpieli wynosił 2 godziny. Suszenie odbywało się w pełnym słońcu przez 3 dni. Część włókien pozostawiono w stanie oczyszczonym i wykonano z nich również próbki kompozytowe dla celów porównawczych. W dalszym ciągu będą one oznaczane jako próbki bez powłoki.

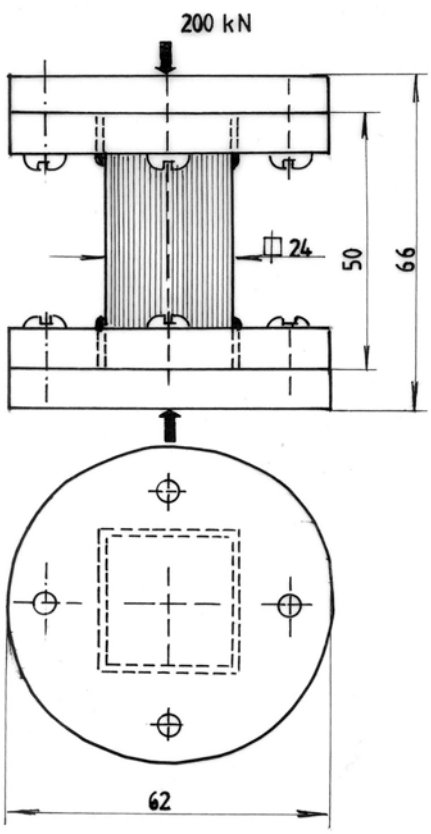
Zastosowano także włókna węglowe typu Toray T 300 w stanie fabrycznie utlenionym do stanu 1. Z trzech typów włókien wykonano próbki kompozytowe o wymiarach 2x8x30 cm z włóknami ułożonymi wzdłuż powstałej płyty.

Osnowa powstała z żywicy firmy Bakelite, składającej się z żywicy Rutapox L 1000 oraz utwardzaczy VE 5194 H i VE 5195 H odpowiednio w proporcjach 48cz/13cz/3cz.

W informatorach producenta żywicy Bakelite nie podano więcej informacji o żywicy. Udział objętościowy

włókien wynosił 50 ±5%. Proces utwardzania odbywał się przez 16 godzin w temperaturze 20°C oraz przez 9 godzin w temperaturze 70°C. Z płyty wycinano piłką ze stali szybkotnącej odpowiednie próbki. Cięcie badanych kompozytów wymaga zastosowania nowych, ostrych narzędzi, gdyż przy zużytych narzędziach wydziela się ciepło w ilości wystarczającej do podgrzania osnowy powyżej temperatury T_g, wynoszącej 70÷80°C.

Część próbek poddano cyklicznemu działaniu temperatury i pary wodnej o temperaturze 60°C podczas zawieszenia nad lustrem ciepłej wody w zamkniętym naczyniu. Jeden cykl składał się z 12-godzinnego grzania i 12-godzinnego schładzania do temperatury pokojowej. Relatywnie łagodne warunki próby w parze wodnej zostały wymuszone przez niską temperaturę T_g osnowy. Próbki przed i po próbie w parze wodnej ważono w celu wyznaczenia gęstości kompozytów i stopnia nasycenia wodą. Próbki przed ściskaniem osiowym umocowano w uchwycie usztywniającym, jak pokazano na rysunku 2.



Rys. 2. Uchwyt stalowy do umocowania ściskanych próbek kompozytowych. Przestrzeń pomiędzy krawędzią stalowej obejmy a próbką wypełniono żywicą PMMK

Fig. 2. Steel device for fastening of compressed composite samples. The free volume between sample and device is filled with PMMK resin

Przy ściskaniu grubościennych próbek do zniszczenia potrzebne są siły do 200 kN. Niezwykle ważną rolę spełnia wypełnienie przestrzeni pomiędzy próbką a krawędzią stalowej obejmy. W doświadczeniach wypełniono przestrzeń z niewielkim nadmiarem. Jednak wpływ wielkości nadmiarowej na wyniki pomiaru nie jest do końca rozstrzygnięty i wymaga dalszych badań.

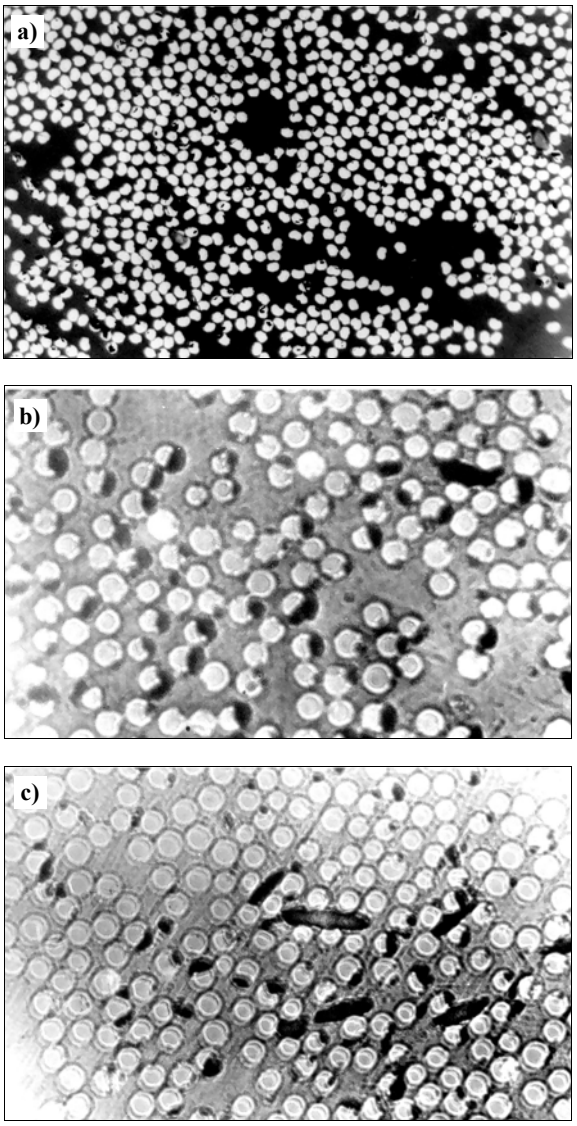
Wszystkie próbki zastosowane w niniejszym badaniu zostały na całej powierzchni zeszlifowane na papierach gradacji 600. Może to sprzyjać osłabieniu w wyniku działania wilgoci. Powodem oszlifowania było uzyskanie równego stanu powierzchni na wszystkich płaszczyznach, co byłoby niemożliwe przy wycinaniu mniejszych próbek z większej płyty. Zastosowana żywica firmy Bakelite tworzy na powierzchniach wyrobu kompozytowego zwartą warstwę, izolując praktycznie włókna od kontaktu ze środowiskiem. Można przypuszczać, że próbki i wyroby kompozytowe z żywicą Bakelite pozostawioną na powierzchni będą mniej wrażliwe na wilgoć od próbek w niniejszym badaniu. Z drugiej strony, wykonanie małych próbek z włóknami ciągłymi bez szlifowania powierzchni jest zadaniem trudnym i wymaga zastosowania bardziej złożonego sposobu wytwarzania. Ponadto w czasie eksploatacji wyroby kompozytowe ścierają się i np. maszt deski surfingowej ma mocno startą powierzchnię i zupełnie odsłonięte włókna węglowe i szklane pomimo wmontowania w ściankę cienkich folii ochronnych.

WYNIKI

Jak zaznaczono wcześniej, przeprowadzono również próby z kompozytami, które wykonano z włókien szklanych z oczyszczoną powierzchnią. Pierwszym czynnikiem różnicującym dwa badane kompozyty była niższa gęstość kompozytu z włóknami szklanymi bez powłoki. Przeciętna gęstość próbek z włóknami z nałożoną powłoką aminową wynosi 1,63 ±0,1 g/cm^2, natomiast przeciętna gęstość próbek z włóknami oczyszczonymi wynosi tylko 1,54 ±0,1 g/cm^2. Przyczyny mniejszej gęstości kompozytów z oczyszczonymi włóknami można się doszukiwać w większej porowatości lub w mniejszym udziale włókien. Przeprowadzone obserwacje mikroskopowe wskazują na obydwa czynniki (rys. 3). Podobne zjawisko trudnego zwiększenia udziału włókien zauważono podczas formowania kompozytów z włókien węglowych uprzednio traktowanych kwasem azotowym. Puszyste, mniej zwarte pasma włókien węglowych traktowanych kwasem azotowym trudno doprowadzić do 60% udziału przy zastosowaniu średnich i niskich ciśnień [6]. Gęstość badanych próbek z włóknami węglowymi w niniejszych próbach wynosi 1,32 ±0,1 g/cm^2.

Na rysunku 4 przedstawiono wyniki pomiarów wytrzymałości na ściskanie osiowe próbek kompozytowych przed oraz po próbie działania gorącej pary wodnej. W miarę wydłużania czasu działania pary próbki z włóknami szklanymi pękają przy niższych naprężeniach, natomiast zachowanie próbek z włóknami węg-

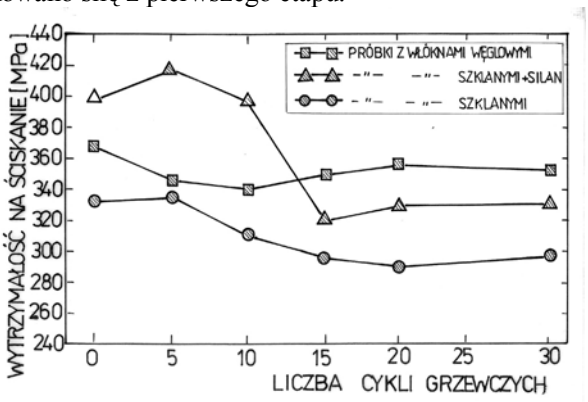
lowymi pozwala na stwierdzenie, że w warunkach przeprowadzonej próby wpływ gorącej pary wodnej jest trudny do zmierzenia.



Rys. 3. Mikrostruktury próbek w przekrojach prostopadłych do włókien: a) kompozyt z włóknami węglowymi, b) kompozyt z włóknami szklanymi silanowanymi, c) kompozyt z włóknami bez powłoki silanowej; pow. 200x

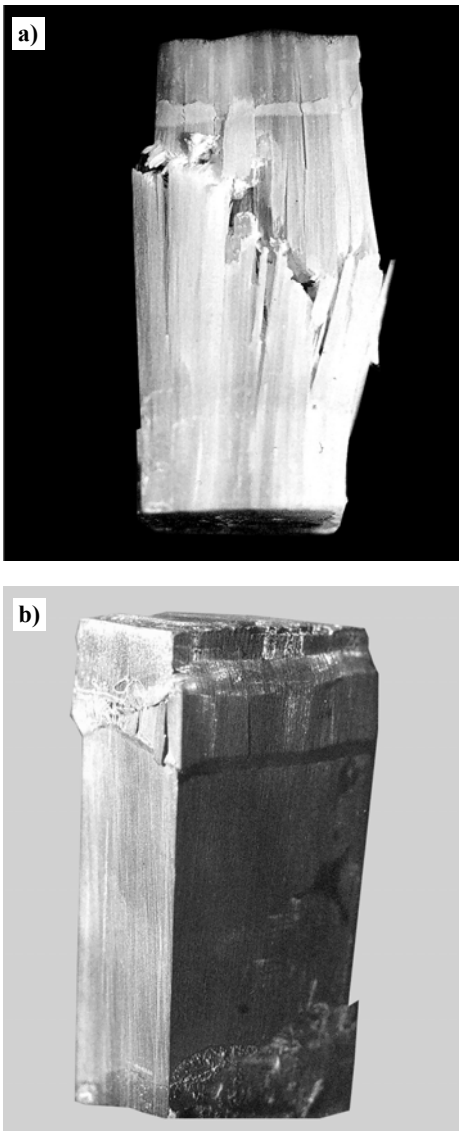
Fig. 3. Microstructure of samples sectioned perpendicular to fibres: a) composite with carbon fibres, b) composite with silanized glass fibres, c) composite with glass fibres without silane layer; mag. 200x

Próbki z włóknami szklanymi pękały bez mierzalnych efektów wstępnych i w momencie osiągania naprężeń niszczących próbki następowało gwałtowne pękanie próbki. W przypadku próbek z włóknami węglowymi zniszczenie odbywało się w dwóch etapach. W etapie pierwszym w pobliżu jednego z zamocowań następowało wypuklenie w paśmie 6÷8 mm i dopiero po tym próbka rozwarstwiała się na całej wysokości. Etap pierwszy miał miejsce przy sile o około 5 kN niższej od siły powodującej rozwarstwienie całej próbki. Do obliczenia naprężenia niszczącego próbki węglowe przyjmowano siłę z pierwszego etapu.



Rys. 4. Wpływ czasu przebywania w parze wodnej na wytrzymałość na ściskanie osiowe próbek kompozytowych z włóknami węglowymi i szklanymi ułożonymi wzdłuż kierunku działania siły

Fig. 4. Influence of staying time in water vapour on axial compression strength of composite samples with carbon and glass fibres situated in loading direction



Rys. 5. Widok próbek zniszczonych podczas ściskania osiowego: a) próbka z włóknami szklanymi, b) próbka z włóknami węglowymi; pow. 1:1

Fig. 5. Composite samples failured in axial compression test: a) sample with glass fibres, b) sample with carbon fibres; mag. 1:1

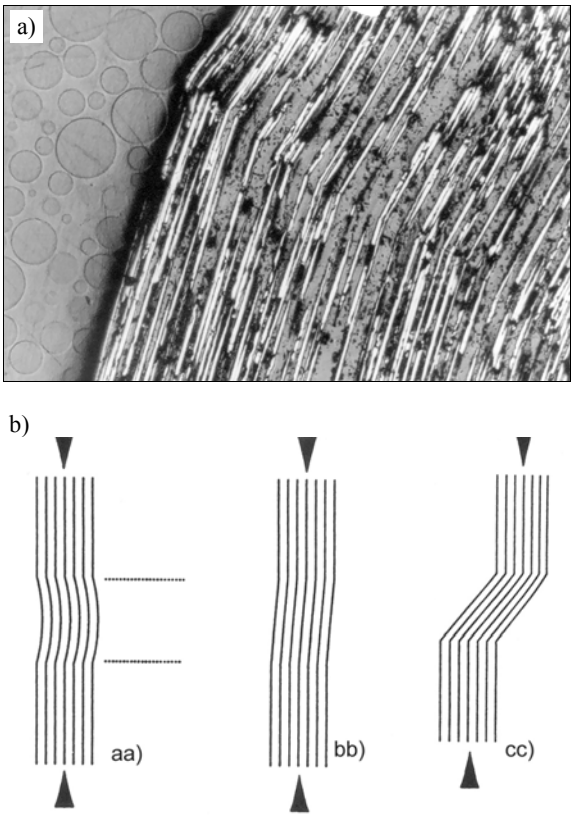
Na rysunku 5 przedstawiono widok zniszczonych w próbie ściskania osiowego próbek z włóknami szklanymi i węglowymi.

OMÓWIENIE WYNIKÓW

Wytrzymałość na ściskanie osiowe kompozytów z włóknami ciągłymi zależy od kilku czynników, z których za najważniejsze uważa się moduł sztywności osnowy, moduł sztywności włókien, charakter i właściwości powierzchni rozdziału włókien i osnowy.

Wyniki zależą również od warunków przeprowadzenia próby.

Żywica epoksydowa firmy Bakelite, tworząca osnowę badanych próbek, należy do grupy bardzo ciągliwych, odpornych na uderzenie żywic z modułem sprężystości $0{,}027 \cdot 10^5$ MPa. W próbie łamania dynamicznego wykazuje wartości ponad 2 J/cm^2. Dla porównania, energia zginania dynamicznego popularnej w Polsce żywicy Epidian 5 z utwardzaczem Z1 wynosi tylko 0,7 J/cm^2. Można przyjąć, że właściwości osnowy stanowią o niskiej wytrzymałości na ściskanie badanych kompozytów. W publikacjach na ten temat podaje się wartości wytrzymałości na ściskanie do 800 MPa [7]. Teza ta zostanie sprawdzona podczas prób ściskania kompozytów z osnową z bardzo sztywnymi żywicami. Uzyskane wyniki oraz charakter zniszczeń nie pozwalają na ocenę roli sztywności włókien. Znacznie sztywniejsze włókna węglowe winny pękać przy większych naprężeniach, aniżeli miało to miejsce w warunkach niniejszego eksperymentu. Natomiast wyniki prób pozwalają na ocenę roli powierzchni międzyfazowej. Niższe wartości naprężeń niszczących próbki z oczyszczonymi włóknami szklanymi oraz malejące wartości tego parametru po przebywaniu w gorącym wilgotnym środowisku pozwalają na potwierdzenie ważnej roli sposobu preparowania powierzchni włókien w zachowaniu się grubościennych wyrobów kompozytowych w ściskaniu osiowym. Osłabiona powierzchnia między osnową i włóknami powoduje, że próbki pękają z bardzo czytelnym rozwarstwieniem pomiędzy włóknami i osnową, jak pokazano na rysunku 5a. Po rozdzieleniu górnej i dolnej części próbki szklanej, np. podczas demontażu stalowej obejmy, uwidacznia się obszar całkowitego skruszenia włókien w płaszczyznach rozdziału. W zniszczonej próbce z włóknami szklanymi rozróżnia się włókna rozwarstwione oraz skruszone. Czynnikiem sprzyjającym kruszeniu włókien szklanych jest ich grubość - 18 μm. Obraz zniszczonych próbek z włóknami szklanymi sugeruje, że rozwarstwienie i kruszenie włókien współdziałają w niszczeniu podczas ściskania osiowego. Rysunek 6a pozwala na wyjaśnienie zjawiska pękania próbek z włóknami węglowymi za pomocą mechanizmu zaproponowanego przez Reifsnidera [8] pokazanego na rysunku 6b. Pękanie przy ściskaniu przebiega wg złożonego mechanizmu z udziałem wyboczenia i ścinania.



Rys. 6. Ilustracja pękania grubościennej próbki kompozytowej włókna węglowe/żywica epoksydowa Bakelite: a) fotografia fragmentu z elementami wyboczenia i ścinania, pow. 100x, b) model Reifsnidera: aa) wstępne wyboczenie, bb) mikrowyboczenie sąsiednich włókien, cc) ścinanie [8]

Fig. 6. Schematic presentation of the failure mechanism of composite sample carbon fibre/Bakelite epoxy resin: a) microphotograph of a sample area which are microbucled and sheared, mag. 100x, b) Reifsnider model: aa) initial microbuckling, bb) adjacent fibre microbuckling, cc) shear band formation [8]

WNIOSKI

1. Przeprowadzone pomiary wytrzymałości na ściskanie wykazały, że wyniki zależą od stopnia osłabienia kompozytów podczas przebywania w gorącej parze wodnej.
2. Prawdopodobną przyczyną uzyskania wartości wytrzymałości na ściskanie w zakresie 300÷400 MPa jest zastosowanie miękkiej, niskomodułowej osnowy.
3. Odmienne sposoby niszczenia próbek z włóknami szklanymi i węglowymi podczas ściskania osiowego wymagają przeprowadzenia dalszych badań. Wykazana wrażliwość kompozytów z włóknami szklanymi jest jednym z czynników eliminujących je z wielu zastosowań.

4. Próba ściskania osiowego pozwala na prowadzenie pomiarów właściwości grubościennych próbek i wyrobów kompozytowych, dla których przeprowadzenie próby rozciągania wymagałoby zastosowania specjalnych i unikatowych maszyn wytrzymałościowych.

LITERATURA

[1] Norita T., Matsui J., Matsuda H., Effect of Surface Treatment of Carbon Fiber on Mechanical Properties of CFRP, Proc. Composite Interface, Cliveland 1986, 123-132.
[2] Leda H. (w przygotowaniu).
[3] Piggott M.R., Compressive Strength of Composites: How to Measure it and how to Improve it, (w:) Advanced Composites 93, The Minerals, Metals and Materials Society 1993.
[4] Kropaczewski S., Praca doktorska w trakcie eksperymentu.
[5] DeTeresa S.J., Polymer Composites for Long-Term Structural Applications, JOM 1993, 58-62.
[6] Leda H., Właściwości zginanych kompozytów polimerowych, Wyd. PP, Poznań 1999.
[7] Rosen B.W., Composite Materials, ASM, Metals Park, Ohio, 1964, Chapter 3.
[8] Reifsnider K.L., Modelling of the interphase in polymer-matrix composite material systems, Composites 1994, 25, 461-469.

Recenzent
Ludomir Ślusarski