

环氧树脂拉伸损伤过程的声发射特性研究

王从科 李金鹿 李根臣 张 霞 赵付宝 张永侠 李茂东

(中国兵器工业集团第五三研究所, 济南 250031)

摘要 研究了环氧树脂拉伸损伤过程中的声发射特性,进行了直接拉伸断裂、分级加载拉伸断裂和重复加载拉伸断裂3种加载方式的试验,并探讨了声发射特性与增韧剂种类及含量的关系。

关键词 声发射 环氧树脂 拉伸损伤

声发射是一种常见的物理现象,是指材料中局部能量快速释放产生瞬态弹性波的过程。大多数材料变形和断裂时都有声发射发生,材料不同的损伤阶段其声发射信号特征不同,通过分析声发射信号特征可以了解材料内部的损伤情况。对材料在受载过程中的损伤破坏进行实时检测,声发射技术无疑是一种有效的方法^[1]。

复合材料损伤破坏过程相当复杂,复合材料自身的组织结构、组分、材料性质、加载形式、加工工艺、环境条件等都会诱发复合材料内部不同的微观损伤破坏过程。声发射技术可以区分复合材料不同阶段的断裂特性,如基体开裂、界面损伤和纤维断裂等。

笔者现以环氧树脂为研究对象,通过声发射技术研究其损伤过程。

1 实验部分

1.1 原材料

- 环氧树脂: E-51, 无锡树脂厂;
- 端羧基聚丁二烯丙烯腈(CTBN): 淄博齐龙化工有限公司;
- 环氧树脂活性增韧剂(CMP): 温州清明化工有限公司;
- 丁腈: 兰州石化公司。

1.2 主要仪器

- 多通道声发射仪: DISP-4 型, 美国 PAC 公司;
- 传感器: R15 型, 谐振频率 150KHz, 美国 PAC 公司;
- 电子拉力试验机: T-10A 型, 深圳市瑞格尔仪器有限公司。

1.3 实验方法及条件

将环氧树脂浇注成型板按 GB/T 2567-2008 要求水切割加工成图 1 所示试样。将试样安装到电子拉力试验机的加载装置上,用橡皮带将两个声发射传感器固定在试样一侧,传感器和试样之间用凡士林耦合,然后将传感器与声发射仪连接。声发射试验示意图见图 2。

林耦合,然后将传感器与声发射仪连接。声发射试验示意图见图 2。

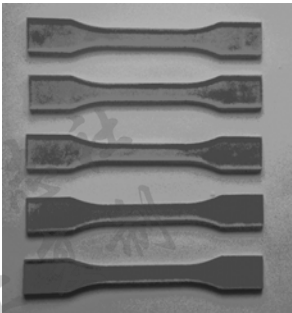


图 1 环氧树脂试样实物照片

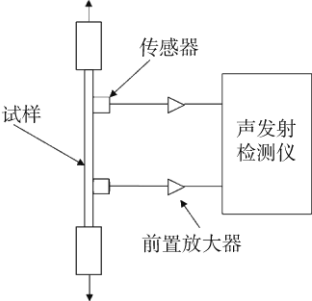


图 2 声发射试验示意图

环氧树脂试样拉伸损伤过程的声发射特性研究共进行了直接拉伸断裂、分级加载拉伸断裂和重复加载拉伸断裂3种方式的试验,试验条件见表 1。

表 1 试验条件

项 目	设定值
检测阈值/dB	26 ~30
定时参数/μs	PDT: 40; HDT: 80; HLT: 120
频率范围/kHz	100 ~400
传感器谐振频率/kHz	150
前放增益/dB	40
定位方式	线定位、区域定位
采集参数	全参数
外变量	力、位移
加载速度/mm·min ⁻¹	2
传感器间距/mm	80

进行直接拉伸断裂试验时是将试样一次拉断; 分级加载拉伸断裂试验时, 先根据直接拉伸断裂得到材料断裂最大力值平均值的 25%、50%、75% 设置三个加载台阶进行分级拉伸, 第三个台阶结束后将试样拉断, 每个载荷台阶下保载时间分别为 2、3、2 min; 进行重复加载拉伸断裂试验时, 先按照直接拉伸断裂得到的材料断裂力值最大力值平均值的 25%、50%、75% 设置三个加载力峰值重复加载三次, 第四次拉断。

2 结果与讨论

2.1 直接拉伸断裂过程的声发射特性

(1) 数据分析

图 3、图 4、图 5 分别为环氧树脂试样拉伸过程负荷 - 声发射幅度 - 时间曲线、负荷 - 振铃计数 - 时间曲线和声发射各参数时间历程图。

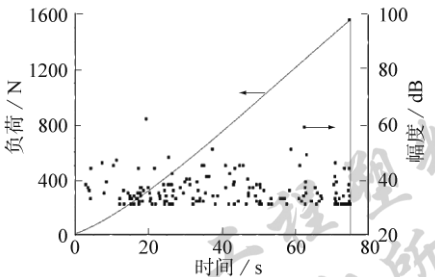


图 3 直接拉伸断裂过程的负荷 - 声发射幅度 - 时间曲线

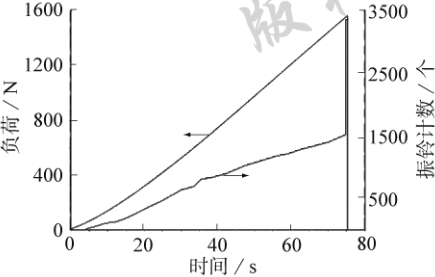
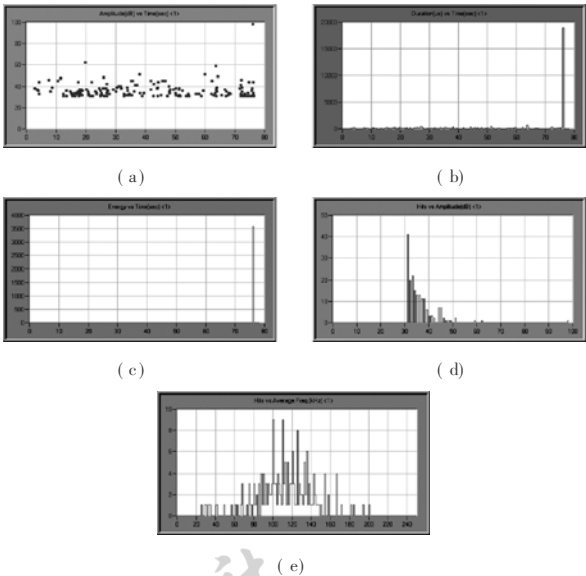


图 4 直接拉伸断裂过程的负荷 - 振铃计数 - 时间曲线

从图 3 ~图 5 可以看出, 整个过程产生声发射信号较少, 试验中共采集声发射信号 184 个。从振铃计数曲线的斜率来看, 振铃计数曲线可以分为三部分: 0 ~3 s、3 ~76 s、76 s ~断裂, 据此可以将整个拉伸断裂过程分三个阶段。

第一阶段为损伤孕育阶段, 环氧树脂试样原始缺陷如气泡等受外部载荷而产生损伤。

第二阶段为损伤累积发展阶段, 声发射起始载荷为 1564 N, 由原始缺陷产生的损伤变成了基体微裂纹, 随着拉伸的进行微裂纹进一步扩展, 导致应力快速释放到相邻区域产生更多的基体微裂纹。从图 3、图 4 可以看出, 声发射信号数量和幅度随载荷的



a—振幅 - 时间; b—持续时间 - 时间; c—能量 - 时间;
d—采样数 - 振幅; e—采样数 - 频率

图 5 直接拉伸时声发射各参数时间历程

上升而稳定变化。从图 5a、b、c 可以看出信号幅度主要集中在 30 ~60 dB, 信号持续时间小于 400 μs, 产生的能量计数较弱。此阶段共采集到 174 个声发射信号, 损伤类型为树脂微观裂纹。

第三阶段为失稳破坏阶段, 随着基体微裂纹大量的产生, 损伤能量积累到极限发生失稳性破坏, 信号主要来源于基体损伤最严重部分发生断裂, 从图 5c 可以看出, 能量计数大幅提高。此阶段共采集到 10 个声发射信号, 其中在 76.12 s 时出现一个持续时间 14 716 μs、幅度为 98 dB 的声发射信号, 为环氧树脂试样发生断裂信号。环氧树脂试样拉伸断口电镜显示为脆性断裂。从图 5d、图 5e 可以看出, 直接拉伸断裂过程中声发射信号幅度集中在 30 ~50 dB、平均频率集中在 60 ~160 kHz。

(2) 不同损伤类型的声发射特征

表 2 是对三次有效试验得到的声发射试验数据的统计, 经计算可以得出直接拉伸断裂过程中占全部信号 98% 以上的声发射信号幅度集中在 30 ~60 dB、持续时间不大于 400 μs。由表 2 得出树脂微观裂纹和树脂宏观开裂的声发射特征值见表 3。

表 2 声发射试验数据统计

试样 编号	幅度小于 65 dB			幅度大于 65 dB		
	撞击 次数	最大幅 度/dB	最大持续 时间/μs	撞击 次数	最大幅 度/dB	最大持续 时间/μs
A-1-1	183	62	310	1	98	14 716
A-1-2	157	62	560	1	98	13 630
A-1-3	164	54	240	1	98	11 102

表 3 环氧树脂试样典型损伤类型声发射特征值

损伤类型	幅度 /dB	最大持续时间 / μ s
树脂微观裂纹	< 60	< 400
树脂宏观开裂	$\geq$ 98	$\geq$ 13149

(3) 增韧剂含量对环氧树脂试样声发射特性的影响

表 4 是添加不同比例增韧剂时环氧树脂试样直接拉伸断裂得到的声发射试验数据。从表 4 中 A-1 ~ A-4 的数据可以看出,随着增韧剂 CMP 含量的增加声发射信号产生起始时间推后,撞击、振铃计数和能量计数呈递减趋势,最大持续时间呈递增趋势。可见适当 CMP 增韧剂的添加从无损检测的角度来说可以提高环氧树脂的性能。A-2、A-5 和 A-6 分别为添加 8% CMP、丁腈和 CTBN 的试样,三者比较可以看出增韧剂选择顺序为 CTBN、CMP 和丁腈。

表 4 不同增韧剂含量环氧树脂试样的 AE 试验数据

材料编号 ¹⁾	声发射起始时间 /s	撞击次数	能量计数 / 个	振铃计数 / 个	最大持续时间 / μ s
A-1	2.48	168	3519	2908	13149
A-2	5.98	75	3539	2496	14708
A-3	10.85	52	2953	2045	13198
A-4	10.91	42	2793	2108	15954
A-5	3.44	155	2745	3793	12361
A-6	8.05	55	2618	2743	18320

注:1) A-1 ~ A-4 分别添加 0%、8%、12%、16% CMP-A10, A-5 添加 8% 丁腈, A-6 添加 8% CTBN。

2.2 分级拉伸断裂过程的声发射特性

图 6 为环氧树脂分级拉伸断裂过程负荷-声发射幅度-时间曲线。从图 6 可看出,声发射起始载荷约为 20 N,从声发射起始到第一个载荷台阶约 350 N 声发射信号很多,该阶段的声发射计数在整个试验过程中最高,在保载过程中信号也持续不断,但是信号幅度呈现下降趋势。保载结束后向第二台阶加载时信号数量又上升,基本持续到第二载荷台阶约 700 N 时,在第二台阶保载时信号迅速变少,信号幅度一般不超过 50 dB。向第三台阶 1 050 N 升

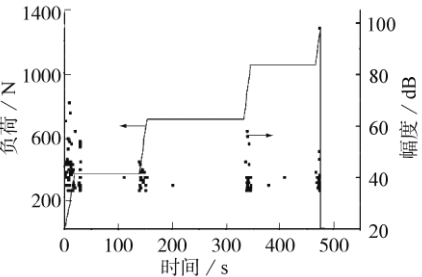


图 6 分级拉伸断裂过程负荷-声发射幅度-时间曲线

载时信号数量与第二次升载过程相当,在 1 050 N 保载时信号收敛。保载结束继续升载的信号数量又开始上升,出现幅度为 98 dB 的声发射信号后试样很快发生断裂。

环氧树脂试样分级加载声发射特性是升载过程声发射信号丰富、保载阶段声发射信号迅速减少,呈收敛状态。由图 6 计算出三个恒载台阶下声发射延续时间见表 5。

表 5 环氧树脂试样恒载声发射延续时间试验数据

项 目	加载台阶		
	1	2	3
载荷 /N	350	700	1050
恒载声发射延续时间 /s	90	50	50

2.3 重复拉伸断裂过程的声发射特性

材料重复加载时,重复载荷到达原先所加最大载荷前发生明显声发射的现象称费利西蒂效应,费利西蒂比就是重复加载时产生声发射信号时的载荷与原先所加最大载荷之比,费利西蒂比越大说明材料抗损伤性越好^[2]。图 7 为环氧树脂重复拉伸断裂过程负荷-声发射幅度-时间曲线,根据图 7 计算的费利西蒂比见表 6。

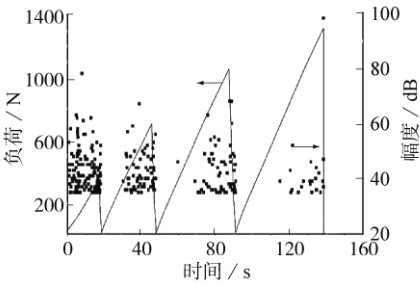


图 7 重复拉伸断裂过程负荷-声发射幅度-时间曲线

表 6 环氧树脂试样费利西蒂比试验数据

加载峰值载荷 /N	产生声发射信号时的载荷 /N	费利西蒂比
350		
700	340	0.971
1050	356	0.509
1313	696	0.663

从图 7 和表 6 可以看出,环氧树脂试样存在费利西蒂效应。环氧树脂试样在第一次加载负荷达到 350 N 时,重复加载时的费利西蒂比是 0.971,由于费利西蒂比大于 0.95^[3]说明前次加载对性能影响不大。但自第二次加载后再重复加载则费利西蒂比小于 0.95,说明加载载荷达到 700 N 时再重复加载则前次加载对环氧树脂试样的拉伸性能产生很大的影响。

环氧树脂试样重复拉伸断裂时的声发射特性是

随着重复加载次数增加, 产生声发射信号的数量逐次减少, 每次产生声发射信号时的起始载荷逐渐提高。

3 结论

(1) 环氧树脂试样拉伸断裂过程, 声发射信号产生一般分为孕育阶段、产生发展累积阶段、破坏失效阶段三个阶段。在整个环氧树脂试样拉伸断裂过程中微观裂纹产生的声发射信号占主导地位。

(2) 环氧树脂微观裂纹产生声发射信号的特征是幅度小于 60 dB、持续时间小于 400 μs , 宏观开裂产生声发射信号的特征是幅度不小于 98 dB、持续时间不少于 13 149 μs 。

(3) 增韧剂含量的增加对环氧树脂试样声发射特性有明显影响。

(4) 环氧树脂试样分级加载声发射特性是升载过程声发射信号丰富, 保载阶段声发射信号迅速减少, 呈收敛状态。

(5) 环氧树脂试样重复加载声发射特性是随着重复加载次数增加, 产生声发射信号的数量逐次减少, 每次产生声发射信号时的起始载荷逐渐提高。

参考文献

- [1] 杨明伟. 声发射检测[M]. 北京: 机械工业出版社, 2005.
- [2] 李家伟, 陈积慧. 无损检测手册[M]. 北京: 机械工业出版社, 2002.

STUDY ON ACOUSTIC EMISSION CHARACTERISTICS OF TENSILE DAMAGE PROCESSES IN EPOXY RESIN

Wang Congke, Li Jinlu, Li Genchen, Zhang Xia, Zhao Fubao, Zhang Yongxia, Li Maodong

(CNGC Institute 53, Jinan 250031, China)

ABSTRACT The acoustic emission characteristics of tensile damage processes in epoxy resin is studied. Three tests of direct tension fracture, graded loading tension fracture and repeated loading tension fracture are carried out, and the relation between acoustic emission characteristics and the category and content of flexibilizer is discussed.

KEYWORDS acoustic emission, epoxy resin, tensile damage

国内首台氟塑料自吸式磁力泵面世

日前, 安徽卧龙泵阀有限责任公司成功研制出国内首台氟塑料自吸式磁力泵——ZMD 系列自吸式磁力泵。该泵内部的过流部件完全采用高效耐腐蚀材料——氟塑料制成, 利用磁力耦合间接传动, 泵室完全封闭, 从而无任何滴漏现象, 可用于各类强腐蚀液体的输送, 其最大的功能就是可以自吸, 从而大大提高了泵的应用范围与使用效率。此外, 该产品采用新材料制成的隔离套具有较高的强度, 彻底消除了一般磁力泵易产生磁涡流的不良现象。在设计上采用独特的后拉式结构, 一人便可轻松地进行内部检修和配件更换, 无需拆卸管道, 大大方便了日常维护和保养工作。(中聚网)

泰科纳工程塑料推出新规格长纤增强热塑性塑料

泰科纳工程塑料发布了一种新规格的长纤增强热塑性塑料, 这种新型材料的性能优于 SMA 及 PC/ABS 合金材料, 后两者主要被北美汽车厂商用来制造汽车仪表板本体, 风道及增强部件。公司表示, 对比试验证明该材料在仪表板的整个制造过程中所表现出的性能都要优于 SMA 或 PC/ABS 合金。在耐热老化性能、产品质量、功能集成性、发泡附着力、力学性能、注塑成型工艺方面具有明显优势。其塑料基体可以是各种不同的塑料树脂, 比如聚丙烯、尼龙或聚氨酯。这些材料具有优异的力学性能、耐蠕变性能及低翘曲率, 因此非常适用于汽车部件的生产, 比如仪表板、车门模块、内饰、中心控制台、前端模块等需要性能优越、质量轻的大型部件或配件等汽车的应用领域。(中色)

抗静电聚乙烯包装膜专用料成功实现工业化生产

由天津石化公司烯烃部自主研发的抗静电聚乙烯包装膜专用料日前成功实现工业化生产。据介绍, 一般塑料在使用过程中会产生大量静电, 使塑料包装在许多方面难以令人满意。为进一步拓宽专用料市场的应用领域, 天津石化公司烯烃部进行了耐久型高抗阻包装膜专用料研发, 项目于 2009 年 3 月通过验收。该专用料具有拉伸强度高、抗静电性能优良、透明性好等特点, 主要应用于产品包装袋、电器包装袋、复合膜等的生产。在使用过程中, 该专用料较好解决了各种电子、电器产品在贮藏、运输和销售过程中静电电荷造成的各种麻烦, 给企业的生产和经营带来便利。(中色)

Chevron Phillips 化学开发滚塑成型 MDPE 和 HDPE

Chevron Phillips 化学公司新开发出了 4 种用于滚塑成型的 MDPE 和 HDPE 树脂。这些树脂含有一种由抗氧化剂和紫外线稳定剂组成的新型共混物, 可提供宽泛的加工窗口、优良的流动性、长效的紫外线稳定性、好的抗冲击性能及卓越的耐环境应力开裂性能。其中, Marlex TR-935 的密度为 0.935 g/cm³, 熔体流动速率(MFR)为 6 g/10 min, 可用于制造玩具、手推车及其它休闲用品。TR-938 的密度为 0.938 g/cm³, MFR 为 3 g/10 min, 适用于生产工业废弃物的盛装容器、油(水)箱和水上设备等。Marlex TR-942 HDPE 的密度为 0.942 g/cm³, MFR 为 2 g/10 min, 主要用于生产农业和化学品盛装容器。TR0945 的密度为 0.945 g/cm³, 可用于生产大型容器及高模量制品。(中塑改技)