УДК 681.586.5

М.А. Базанов, К.В. Михайловский, А.Н. Тимофеев

ОАО «Композит», Королев, Россия

ИЗМЕРЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ В УГЛЕПЛАСТИКЕ В ПЛОСКОСТИ АРМИРОВАНИЯ И ПЕРПЕНДИКУЛЯРНО СЛОЯМ С ПОМОЩЬЮ ВНЕДРЕННЫХ ОПТОВОЛОКОННЫХ ДАТЧИКОВ

Предложен способ измерения величины остаточных технологических деформаций в однонаправленном углепластике в плоскости армирования и перпендикулярно слоям с помощью внедренных оптоволоконных датчиков с волоконными брэгговскими решетками (ВБР). Изучено влияние расстояния от торца оптоволокна с ВБР на измерение остаточных деформаций. Приведен как классический способ внедрения в монослой углепластика оптоволоконных датчиков с ВБР, так и способ внедрения в монослой углепластика оптоволоконных датчиков с ВБР, так и способ внедрения в направлении толщины. Искажение структурной ячейки углепластика и определение расположения ВБР по толщине пластины исследовались с помощью микроструктурного анализа. Результаты измерений остаточных технологических деформаций перпендикулярно слоям сопоставлены со значениями, зарегистрированными в плоскости монослоя поперек укладки углеродных волокон. Исследовано изменение спектра ВБР в процессе отверждения.

Ключевые слова: полимерный композиционный материал, углепластик, оптоволоконные датчики, брэгговские решетки, остаточные деформации.

M.A. Bazanov, K.V. Mikhaylovskiy, A.N. Timofeev

JSC «Kompozit», Korolyov, Russian Federation

MEASUREMENT OF RESIDUAL TECHNOLOGICAL DEFORMATIONS IN UGLE PLASTICS IN THE REINFORCEMENT PLANE AND PERPENDICULAR LAYERS WITH THE INTEGRATED FIBER SENSOR

In this study, several questions of measuring the residual strains of unidirectional carbon fiber reinforced plastics in in-plane and through the thickness direction using the embedded FBG sensors are discussed. The influence of FBG tail on measured cure-induced shrinkage strain is explained. Next, the distortion of the structural carbon fiber cell in the presence of FBG sensor is examined using microstruc-

tural analysis. Than, the results of measuring cure-induced shrinkage in through the thickness direction are compared with the data for the FBG sensor, embedded in in-plane direction perpendicular to the carbon fibers. Finally, wavelengths shifts of FBG sensor for different cure cycle stages are explained in terms of material properties development during cure.

Keywords: polymer composite materials, carbon fiber reinforced plastics, fiber-optics sensor, fiber bragg grating, residual strain.

В настоящее время полимерные композиционные материалы и, в частности, высокопрочные и высокомодульные углепластики широко применяются при создании деталей, узлов и элементов конструкций объектов ракетно-космической и авиационной техники. Конструкции из углепластика обладают малой массой, высокой удельной прочностью и жесткостью, кроме того, высокой размеростабильностью, теплопроводностью в направлении армирования. В силу значительной анизотропии физико-механических характеристик изготовление деталей, узлов и элементов конструкций из углепластика сопряжено с рядом сложностей, одной из которых является накопление в процессе отверждения остаточных технологических деформаций, что влияет на прочность и может привести даже к изменению геометрических размеров в сравнении с требуемыми. С учетом высоких требований по геометрической точности тонкостенных и размеростабильных конструкций оценка, а также уменьшение остаточных технологических напряжений являются актуальной задачей.

Величина изменения геометрических размеров зависит от множества факторов, включая схему армирования, материал оснастки, толщину заготовки, параметры режима отверждения и ряд других [1, 2]. Тем не менее основной причиной изменения геометрических размеров деталей из углепластика следует считать анизотропию свойств и различие в величине температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) в плоскости и перпендикулярно монослоям [2–4]. Измерение остаточных технологических деформаций деталей из углепластика в плоскости и перпендикулярно монослоям, с учетом возможности разделения температурной и химической составляющих, и определение соответствующих этим деформациям напряжений необходимы как для верификации математических моделей прочностных расчетов и предсказания ресурса, так и для повышения точности изготовления ответственных конструкций.

На сегодняшний день существует достаточно много экспериментальных методов непосредственного измерения деформации материала в процессе отверждения перпендикулярно монослоям. К ним можно отнести варианты термомеханического анализа [5], динамического механического анализа [6–8], а также менее распространенные методы, например, с использованием видеоэкстензометра [3].

Применимость указанных выше методов ограничена специально изготовленными образцами, которые не всегда в полной мере отражают свойства реальной конструкции, включая как комплексный характер формирования остаточных технологических деформаций, так и параметры режима отверждения, невоспроизводимые в лабораторных установках. Следовательно, необходимо применение методов непосредственного измерения остаточных технологических деформаций, что возможно за счет внедрения оптоволоконных датчиков с волоконными брэгговскими решетками (ВБР). Данный метод считается одним из основных для непосредственного измерения остаточных технологических деформаций, в том числе для определения величины усадки связующего. Хотя измерение остаточных технологических деформаций перпендикулярно слоям представляет наибольший интерес ввиду того, что в реальных конструкциях со сложными схемами армирования измерение остаточных деформаций в плоскости малоинформативно, измерение деформаций перпендикулярно слоям с помощью ВБР приведено только в работах [9, 10].

В частности, авторы работы [9] представили результаты измерения остаточных технологических деформаций перпендикулярно слоям для однонаправленного углепластика при наличии и в отсутствие технологической оснастки. Кроме того, предложен способ учета влияния расстояния от центра ВБР до торца оптоволокна. В работе [10] основной акцент сделан на методе определения точки гелеобразования связующего за счет расхождения показаний ВБР с различным расстоянием от центра ВБР до торца оптоволокна. Однако влияние расстояния на точность зарегистрированных значений, равно как и особенности измерения остаточных технологических деформаций перпендикулярно слоям, рассмотрены недостаточно подробно.

На основе вышеизложенного цель настоящей работы заключается в разработке способа измерения остаточных технологических деформаций в углепластиках вдоль и перпендикулярно монослоям с определением расстояние от центра ВБР до торца оптоволокна, адекватности измерения как в плоскости монослоя, так и перпендикулярно монослоям.

Влияние удаления ВБР от торца оптоволокна на величину измеренных остаточных технологических деформаций

Передача усилия от полимерной матрицы оптоволокну (равно как и углеродным волокнам), как следует из теории запаздывания сдвига [11], осуществляется за счет сдвиговых напряжений, возникающих на границе раздела волокно – матрица и начинается в момент перехода связующего из вязкотекучего в вязкоупругое состояние - гелеобразование. Для волокна некоторой конечной длины, помещенного в полимерную матрицу, осевые напряжения, возникающие в волокне, максимальны в средней точке и равны нулю на торцах. Осевые напряжения в волокне достигают напряжений в матрице по абсолютной шкале лишь в том случае, когда расстояние от средней точки волокна до торца превосходит некоторое расстояние, называемое эффективной длиной передачи усилия. В противном случае напряжения в волокне ниже в сравнении с напряжениями в матрице, и, следовательно, измеренные ВБР значения остаточной деформации, в частности, деформации, вызванной усадкой полимерной матрицы, занижены. Распределение осевых напряжений σ_f по полудлине волокна (от центральной точки ВБР до торца оптоволокна) определяется из соотношений [12]:

$$\sigma_f = E_f \varepsilon_1 \left(1 - \cos h \left(\frac{nx}{r} \right) \sec h(ns) \right), \tag{1}$$

$$n = \sqrt{\frac{2E_m}{E_f \left(1 + v_m\right) \ln \frac{R}{r}}},$$
(2)

$$s = \frac{L}{r}.$$
 (3)

где E_f — модуль упругости оптоволокна из кварцевого стекла, ГПа; E_m — модуль упругости полимерной матрицы в процессе отверждения, ГПа; ε_1 — деформация композита, вызванная усадкой связующего, %; x — расстояние от средней точки ВБР, м; r — радиус оптоволокна (с покрытием), м; R — расстояние, на котором поле деформации в композите становится однородным, м; L — полудлина волокна, м; v_m — коэффициент Пуассона полимерной матрицы.

Для проведения расчетов по определению распределения осевых напряжений по длине оптоволокна модуль упругости *E*_f принят равным

73,1 ГПа [9]. Значение модуля упругости связующего, находящегося в вязкоупругом состоянии представляет определенные трудности, вследствие чего использовано несколько значений от 7 до 700 МПа. Деформация связующего ε_1 принята равной 0,18 % в соответствии с полученными ранее результатами [13]. Радиус оптоволокна в покрытии *r* составил 75 мкм, а расстояние от оптоволокна, на котором поле деформации в композите становится однородным, R = 15r. Общее расстояние от центра ВБР до торца оптоволокна равно 40 мм, а коэффициент Пуассона $v_m = 0,3$. Распределение осевых напряжений σ_f по полудлине волокна представлено на рис. 1.



Рис. 1. Изменение величины осевых напряжений в оптоволокне при возрастании модуля упругости связующего в процессе отверждения, МПа

Как видно из рис. 1, возрастание модуля упругости связующего в процессе отверждения ведет к расширению зоны, в которой осевые напряжения в волокне максимальны, или, иными словами, к уменьшению эффективной длины передачи усилия. Так, приняв модуль упругости связующего в процессе отверждения (после прохождения точки начала гелеобразования) равным 70 МПа, расстояние от торца оптоволокна до начала области с максимальным уровнем осевых напряжений, или, другими словами, минимальная длина до торца оптоволокна ВБР, составит 16 мм. Использование больших на порядок (700 МПа) значений характеризуется существенным уменьшением эффективной длины передачи усилия.

Таким образом, эффективное расстояние передачи усилия, или длина до торца оптоволокна с ВБР, обеспечивающая измерение истинных значений остаточных технологических деформаций, определяется как расстояние от торца волокна (в данном случае 0,04 м) до точки достижения осевыми напряжениями в оптоволокне максимального значения (0,22 м).

Для оценки влияния длины до торца оптоволокна с ВБР на величину остаточных технологических деформаций изготовлен образец, состоящий из 16 монослоев однонаправленной ленты на основе углеродной нити УКН-М-12К и связующего ЭНФБ. В образец между 8-м и 9-м монослоями поперек волокон внедрены 3 линии с ВБР – 2 линии с одной ВБР (1535 и 1550 нм соответственно) и 1 линия с двумя ВБР (1570 и 1580 нм). Наибольший интерес представляет влияние длины до торца оптоволокна на измеренную деформацию усадки, так как по окончании режима отверждения модуль полимерной матрицы составляет до 3,8 ГПа, и влияние минимизируется. В таблице обобщены полученные экспериментальные данные при отверждении пластин из углепластика.

Длина волны	Длина до торца оптово-	Смещение длины волны ВБР, вызванные
ВБР, нм	локна ВБР, мм	усадкой связующего, ppm
1535	5	733,23
1550	20	1352,11
1570	15	1295,00
1580	38	1408,86

Смещения резонансных длин волн ВБР в процессе отверждения в зависимости от длины до торца оптоволокна

Ниже на рис. 2 и 3 приведены кривые смещения резонансных длин волн ВБР в процессе отверждения пластин из однонаправленного углепластика размером 140×140×2,5 мм.



Рис. 2. Смещение резонансных длин волн ВБР с различной длиной до торца оптоволокна в процессе отверждения



Рис. 3. Смещение резонансных длин волн ВБР с различной длиной до торца оптоволокна в процессе отверждения на участке 1,5–7,5 ч

Определено, что величина усадочных остаточных деформаций, измеренных ВБР 1535 нм, составляет порядка 50 % от значений, зарегистрированных ВБР 1550, 1570 и 1580 нм. Расстояние от торца оптоволокна до средней точки ВБР 1535 нм, равное 7 мм (2 мм от центра ВБР и 5 мм до торца для ВБР 1535 нм), меньше, чем эффективная длина передачи усилия (16 мм) во временном интервале протекания усадки связующего (3,7–7,5 ч), вследствие чего уровень осевых напряжений в оптоволокне не достигает уровня напряжений в полимерной матрице. В то же время смещение ВБР 1550 нм несколько ниже, чем у ВБР 1570 и 1580 нм, что так же связано с недостаточной эффективной длиной передачи усилия.

Однако наблюдается некоторое расхождение ВБР в процессе охлаждения при достижении полимерной матрицей максимального значения модуля упругости.

Измерение остаточных технологических деформаций

Измерение остаточных деформаций перпендикулярно монослоям с помощью ВБР предопределяет необходимость изготовления образцов значительной толщины, вследствие чего образец углепластика состоял из 60 монослоев однонаправленной ленты на основе углеродной нити УКН-М-12 К и связующего ЭНФБ. В образец перпендикулярно монослоям внедрено две линии с одной ВБР в каждой с длинами волн 1530 и 1550 нм соответственно и физической длиной около 4 мм. Расстояние до торца с ВБР 1530 нм составило порядка 2 мм, а ВБР 1550 нм – менее 0,1 мм. Процесс полимеризации связующего выполнен в печи сопротивления в вакуумном мешке при максимальной температуре 170 °С. Толщина отвержденного образца составила порядка 8 мм. Для определения температурной составляющей показаний ВБР в рабочее пространство печи помещена линия с двумя ВБР с длинами волн 1570 и 1580 нм.

Внедрение ВБР в образец осуществлено после вакуумирования путем пробития пакета на заданную глубину иглой, диаметр которой не превосходит 0,5 мм. Глубина пробития выбрана таким образом, чтобы внедренная ВБР не доходила до тыльной поверхности заготовки 1,5–2 мм. На выходе из вакуумного мешка оптоволокна закреплялись герметизирующим жгутом для предотвращения смещения ВБР.



Рис. 4. Отвержденный образец с ВБР, внедренной перпендикулярно монослоям Изготовленный образец, показанный на рис. 4, исследован с помощью микротомографа для оценки искажения структурной ячейки материала и измерения расстояния до торца оптоволокна.

Из рис. 4 видно, что ВБР внедрена перпендикулярно монослоям материала. Результаты измерения остаточных технологических деформаций в образце из однонаправленного углепластика перпендикулярно слоям приведены на рис. 5.



Рис. 5. Смещение резонансных длин волн ВБР, внедренных перпендикулярно слоям, в процессе отверждения

В однонаправленном углепластике ТКЛР как поперек углеродных волокон в монослое, так и перпендикулярно монослоям определяются свойствами матрицы и приняты равными друг другу. В связи с этим, учитывая опыт авторов, изложенный в предыдущей работе [13], логично предположить, что смещения пиков на резонансных длинах волны ВБР как поперек волокон, так и перпендикулярно слоям одинаковы. Максимальное смещение ВБР составило минус 5949 ppm для ВБР 1530 нм и минус 6556 ppm для ВБР 1550 нм, что хорошо согласуется со значениями, полученными при измерении в плоскости слоя поперек углеродных волокон в однонаправленном углепластике. Расхождения в показаниях ВБР связаны с погрешностями внедрения, а также отличием в длинах ВБР.

Подтвердив корректность зарегистрированных смещений, далее рассматривается изменение резонансных длин волн ВБР на отдельных стадиях режима отверждения, где можно выделить пять характерных участков.

На 1-м участке (подъем температуры до 110 °C) смещение резонансных длин волн ВБР фактически равно нулю, так как связующее находится в вязкотекучем состоянии и нет прочной адгезионной связи между оптоволокном и структурными компонентами углепластика. На рис. 6 приведены укрупненно участки 2, 3, 4.



Рис. 6. Смещение резонансных длин волн ВБР, внедренных перпендикулярно слоям, в процессе отверждения на участке 1,5–7,5 ч

Как видно из рис. 6, с отметки примерно 1,7 ч, по выходу на изотермическую выдержку на температуре 110 °С, резонансные длины волн ВБР смещаются в коротковолновую область, что обусловлено выходом летучих компонентов связующего ЭНФБ и соответствующим компактированием материала. Точка начала гелеобразования связующего ЭНФБ, находящаяся на отметке 130 °С [14], еще не достигнута, поэтому данное смещение следует связывать исключительно с механической связью ВБР и вакуумного мешка (закрепление ВБР на выходе из мешка герметизирующим жгутом). С отметки 2,6 ч и примерно до 3 ч отмечен сдвиг длин волн ВБР в сторону возрастания, связанный преимущественно с тепловым расширением смолы.

Точка, соответствующая пересечению синих пунктирных линий на рис. 6, – точка гелеобразования. С момента начала гелеобразования связующее переходит из вязкотекучего в вязкоупругое состояние, что сопровождается сдвигом резонансных длин волн ВБР в коротковолновую область за счет развития эффективной связи между оптоволокном и структурными компонентами. Данный эффект хорошо согласуется с результатами, полученными в других работах, например в [3, 11].

Дальнейшее смещение длин волн ВБР с отметки 3,3 ч в длинноволновую область обусловлен тепловым расширением связующего, находящегося в вязкоупругом состоянии, а при приближении к температуре 170 °С – еще и экзотермическим эффектом ЭНФБ.

Четвертый участок кривой сопровождается сдвигом длин волн ВБР в коротковолновую область, что связано с объемной усадкой связующего. На данной стадии связующее претерпевает еще один переход – витрификацию, переходя из вязкоупругого состояния в стекловидное. Температура 170°С для связующего ЭНФБ соответствует максимальной скорости протекания реакции отверждения с одновременной объемной усадкой матрицы [15].

По мере исчерпания реакционных групп темпы усадки замедляются, что видно по изменению наклона кривых смещений длин волн ВБР. Измеренные в результате усадки деформации составили порядка 700 ppm для ВБР 1530 нм и 600 ppm для ВБР 1550 нм, что сопоставимо со значением, полученным в плоскости слоя поперек волокон для ВБР 1535 нм (733,23 ppm).

Однако, как было отмечено выше, измеренная ВБР 1535 нм деформация усадки занижена в сравнении с действительной. Следова-

тельно, для получения достоверных значений деформации усадки следует использовать ВБР с малой физической длиной (1–2 мм). Расхождение в измеренных значениях усадки связующего для ВБР, размещенных в плоскости слоя и перпендикулярно слоям при одинаковых итоговых смещениях, объясняется тем, что по мере протекания реакции отверждения модуль упругости связующего возрастает, а эффективная длина передачи усилия уменьшается [9, 12]

Остывание образца, зафиксированное на 5-м участке, вносит наибольший вклад в абсолютную величину накопленных остаточных технологических деформаций, так как в стекловидном состоянии время релаксации накопленных остаточных напряжений значительно вырастает в сравнении с вязкоупругим состоянием [9]. Величина смещения длин волн ВБР на данном участке определяется величиной ТКЛР полимерной матрицы.

В заключение следует остановиться на изменении спектральной картины ВБР в процессе отверждения (см. рис. 5, справа). Для обеих ВБР отмечено существенное ослабление сигнала, а пик излучения на длине волны 1550 нм испытал значительное двулучепреломление, вызванное изменением формы поперечного сечения волоконного датчика, что обусловлено высоким ТКЛР однонаправленного углепластика в двух взаимно перпендикулярных направлениях.

Выводы

1. Предложен способ измерения остаточных технологических деформаций с учетом и без температурной составляющей как в плоскости монослоя, так и в направлении перпендикулярно монослоям с помощью оптоволоконных датчиков с ВБР, что позволит адаптировать технологические параметры, оценить влияние типа оснастки при изготовлении особо ответственных деталей, узлов и элементов конструкций объектов ракетно-космической и авиационной техники.

2. На основе экспериментальных исследований установлено: влияние расстояния до торца оптоволокна с ВБР на величину измеренных в процессе отверждения остаточных технологических деформаций, в том числе вызванных усадкой связующего; смещения ВБР, составившие минус 5949 ppm и минус 6556 ppm соответственно; смещение резонансной длины волны, соответствующее усадке полимерного связующего, которое составило порядка 650 ppm. 3. Выявлены основные источники возникновения погрешностей и даны критерии оценки измеренных смещений длин волн ВБР.

4. Проанализированы процессы полимеризации связующего на стадии получения углепластика с внедренными оптоволоконными датчиками с ВБР с учетом вклада в значение остаточных технологических деформаций.

Список литературы

1. Albert C.I. Spring-in and warpage of angled composite laminates // Composites Science and Technology. – 2002. – Vol. 62, No. 14. – P. 1895–1912.

2. Mechanisms generating residual stresses and distortion during manufacture of polymer-matrix composite structures / M.R. Wisnom, M. Gigliotti, N. Ersoy, M. Campbell, K.D. Potter // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2006. – Vol. 37, No. 4. – P. 522–529.

3. Modelling of the spring-in phenomenon in curved parts made of thermosetting composite / N. Ersoy, T. Garstka, K. Potter, M.R. Wisnom, D. Porter, G. Stringer // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2010. – Vol. 41, No. 3. – P. 410–418.

4. In situ measurements of through-the-thickness strains during processing of AS4/8552 composite / T. Garstka, N. Ersoy, M.R. Wisnom, K. Potter // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2007. – Vol. 38, No. 12. – P. 2517–2526.

5. Olivier P.A. A note upon the development of residual curing strains in carbon/epoxy laminates. Study by thermo mechanical analysis // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2006. – Vol. 37, No. 4. – P. 602 616.

6. Osmeda A. Measurements of strain induced by chemical shrinkage in polymer composites // Journal of Polymer Engineering. -2016. - Vol. 36, No. 4. - P. 431–440.

7. Ersoy N., Tugutlu M.Cure Kinetics Modeling and Cure Shrinkage Behavior of a Thermosetting Composite // Polymer Engineering & Science. – 2010. – Vol. 50, No. 1. – P. 84–92.

8. Development of the properties of a carbon fiber reinforced thermosetting composite through cure / N. Ersoy, T. Garstka, K. Potter, M.R. Wisnom, D. Porter, M. Clegg, G. Stringer // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2010. – Vol. 41, No. 3. – P. 401–409. 9. Minakuchi S. In situ characterization of direction-dependent cureinduced shrinkage in thermo set composite laminates with fiber-optic sensors embedded in through-thickness and in-plane directions // Journal of Composite Materials. -2015. - Vol. 49. No. 9. - P. 1021–1034

10. Monitoring the gelation and effective chemical shrinkage of composite curing process with a novel FBG approach / H. Hu, S. Li, J. Wang, L. Zu, D. Cao, Y. Zhong // Composite structures. – 2017. – Vol. 176. – P. 187–194.

11. Real time monitoring of cure and gelification of a thermoset matrix / V. Antonucci, M. Giordano, A. Cusano, J. Nasser, L. Nicolais // Composites Science and Technology. – 2006. – Vol. 66, No. 16. – P. 3273–3280.

12. Hull D., Clyne T.W. An introduction to composite materials // Cambridge university press. – 1988.

13. Михайловский К.В., Базанов М.А. Измерение остаточных технологических деформаций в углепластике путем внедрения в него волоконных брэгговских решеток // Конструкции из композиционных материалов. – 2016. – № 2 (142). – С. 54–58.

14. Тарасов В.А., Беляков Е.В. Математическое моделирование процесса неизотермического отверждения полимерных композитных конструкций РКТ // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. – 2011. – № 1. – С. 113–120.

15. ТУ 1-596-36–2005. Связующее ЭНФБ. Технические условия // Доступ из справ.-правовой системы КонсультантПлюс.

Получено 10.11.17