

Министерство образования и науки Российской Федерации
Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Комсомольский-на-Амуре государственный
технический университет»

На правах рукописи

Турчак

Брянский Антон Александрович

**Анализ технологий изготовления и диагностики полимерных
композиционных материалов**

Направление подготовки

22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов»

АВТОРЕФЕРАТ
МАГИСТЕРСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ

2017

Гнидова
Ирина Борисовна

Проверено

29.06.2017 Зачтено Библиотека

Работа выполнена в ФГБОУ ВО «Комсомольский-на-Амуре
государственный технический университет»

Научный руководитель

доктор технических наук,
доцент Башков Олег Викторович

Рецензент

кандидат технических наук,
Матвеевко Дмитрий Викторович

Защита состоится « 27 » июня 2017 года в 9 часов 00 мин на заседании государственной экзаменационной комиссии по направлению подготовки 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов» в Комсомольском-на-Амуре государственном техническом университете по адресу: 681013, г. Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27, ауд. 207

Автореферат разослан ____ июня 2017 г.

Секретарь ГЭК

Белова Инна Валерьевна

Введен приказом № 1575-Д от 05.11.2015

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Полимерные композиционные материалы (ПКМ) находят всё большее применение, как для нужд оборонно-промышленного комплекса, так и в строительстве, жилищно-коммунальном хозяйстве, спорте и других отраслях. Однако, столь широкое распространение ПКМ влечет за собой ряд трудностей, требующих решения. Одна из них – обеспечение безопасности эксплуатации оборудования и транспорта, где используются ПКМ. Решение задач, связанных с обеспечением безопасности, является приоритетным направлением развития науки и техники России. Отсутствие надежных отработанных критериев оценки поврежденности требует проведение исследований в данной области.

На свойства ПКМ можно повлиять внесением изменений в технологию его изготовления, а оценить изменение свойств изделий из ПКМ в ходе эксплуатации методами неразрушающего контроля.

Цель исследования

Целью данной работы являлась разработка критериев поврежденности ПКМ, изготовленных различными методами формования (вакуумным и вакуум-автоклавным) с использованием метода акустической эмиссии на основе многокритериальной оценки параметров акустической эмиссии и структурного анализа образцов, подверженных деформации изгибом.

Задачи исследования:

- 1) анализ регистрируемых при деформации и разрушении образцов ПКМ сигналов акустической эмиссии (АЭ) и параметров АЭ, используемых для оценки поврежденности ПКМ;
- 2) анализ структурных повреждений образцов ПКМ, полученных на различных этапах нагружения, с использованием оптической и растровой электронной микроскопии;
- 3) разработать эффективный критерий оценки поврежденности ПКМ по данным зарегистрированной акустической эмиссии;

4) оценить влияние технологии изготовления ПКМ (метода формования и качество изготовления) на его свойства с помощью разработанного критерия поврежденности;

5) исследовать стадийность разрушения ПКМ под нагрузкой, используя статистические методы оценки параметров сигналов АЭ.

Объект и предмет исследования

Объектом исследований является процесс накопления поврежденности в ПКМ, возникающий при нагружении. Предметом исследований являются образцы ПКМ, полученные различными методами формования.

Методы исследования

При выполнении работы для механического испытания образцов пользовались методом трёхточечного изгиба. Для анализа процессов разрушения применялся метод акустической эмиссии, а для анализа структуры ПКМ – методы микроскопического исследования.

Новизна полученных результатов

1) разработан и успешно апробирован метод определения несущей способности образцов ПКМ;

2) установлено, что технология изготовления не оказывает влияние на достоверность оценки поврежденности и несущей способности ПКМ с использованием критериев поврежденности, основанных на анализе параметров АЭ, а является функцией оценки степени поврежденности по отношению к максимальной поврежденности при разрушении;

3) на основании результатов параметрического анализа данных акустической эмиссии и исследования растровым электронным микроскопом предложено описание стадийности образования повреждений в ПКМ.

Достоверность и обоснованность результатов исследования

Экспериментальные исследования проведены с использованием современного оборудования. Подготовка и испытания образцов проведены в соответствии с действующими государственными стандартами. Определение уровня свойств полученных материалов проводилось с применением

статистических методов оценки погрешности измерений. При анализе данных АЭ пользовались апробированными методиками.

Практическая значимость и ценность работы

Результаты работы могут быть применены для прогнозирования несущей способности ПКМ, а также для оценки повреждённости реальных объектов, находящихся в эксплуатации.

Личный вклад автора

Личный вклад автора заключается в формулировании задач диссертационной работы, изготовлению и подготовке образцов ПКМ, проведении механических испытаний и структурных исследований, анализе и обобщении экспериментальных данных, сопоставлении результатов исследований с известными литературными данными и формулировании выводов по полученным результатам.

Основные положения, выносимые на защиту

1) использование амплитуды и частоты сигналов АЭ, зарегистрированные при испытании ПКМ, могут быть использованы для эффективного анализа повреждённости;

2) на основании комплексного анализа параметров сигналов АЭ представляется возможным повышение достоверности выявления степени и стадий разрушения ПКМ.

Апробация результатов работы

Основные положения и результаты работы докладывались на LVIII международной конференции «Актуальные проблемы прочности», г. Пермь, 16 - 19 мая 2017 г.

Публикации

По результатам исследований, проведённых в диссертационной работе опубликовано 2 научные работы, обе из них в зарубежных журналах.

Структура и объём магистерской диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, трёх разделов, заключения и списка литературы. Общий объём работы составляет 72

страницы и включает 45 рисунков, 10 таблиц, список используемой литературы, состоящий из 36 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении представлено обоснования актуальности темы диссертационной работы, изложены основные направления проведённых исследований, сформулированы цель и задачи исследований.

В первом разделе представлен обзор литературных данных, посвящённых особенностям классификации полимерных композиционных материалов, рассмотрены методы механических испытаний и методов неразрушающего контроля.

Во втором разделе диссертационной работы описаны материалы, используемые при проведении исследований, методы механических испытаний и анализа данных акустической эмиссии, а также методы исследования структуры ПКМ.

Материалами являлись эпоксидное связующее ЭДТ-69Н и стеклоткань Т-10П(92). Образцы изготавливались в лабораторном автоклаве вакуумным и вакуум-автоклавным методами формования, а также вакуум-автоклавным методом с нарушением технологического режима. Испытания механических свойств образцов проводили методом трёхточечного изгиба на универсальной испытательной машине с регистрацией сигналов акустической эмиссии программно-аппаратным комплексом, разработанным в КнАГТУ. Для испытаний лоскутов стеклотканей использовался метод испытания на растяжение.

Данные акустической эмиссии обрабатывали несколькими методами. Количественная оценка параметров акустической эмиссии выполнялась по формуле:

$$n_i = (N_{аэ} \sigma_i) / (\Delta \sigma N_i), \quad (1)$$

где n_i – показатель степени;

$N_{АЭ}$ – приращение суммарной акустической эмиссии;

σ_i – значение предельного напряжения, МПа;

$\Delta\sigma$ – напряжение на каждом шаге нагружения, МПа;

N_i – значение суммарной акустической эмиссии при значении σ_i .

Для анализа амплитуд сигналов акустической эмиссии использовался параметр b-value, который рассчитывался по формуле:

$$b = \frac{\log_{10} e}{\bar{M} - M_1}, \quad (2)$$

где b – значение b-value;

\bar{M} – среднее значение магнитуды;

M_1 – значение задержки или минимальное значение магнитуды.

Для анализа плотностей распределения амплитуд и медианных частот сигналов использовалась функция нормального распределения вероятностей:

$$p(x) = f(x|\mu, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}, \quad (3)$$

где $p(x)$ – значение вероятности величины x ;

μ – среднее значение;

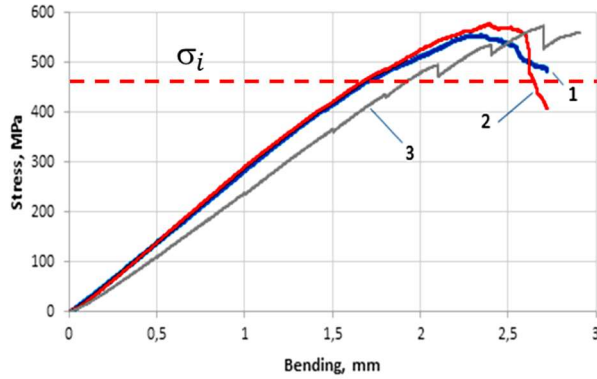
σ – среднеквадратическое отклонение.

Структуру поперечного среза образцов изучали с использованием метода оптической микроскопии. Для исследования повреждений при нагружении образца использовался метод растровой электронной микроскопии.

В третьем разделе диссертационной работы представлены результаты исследования влияния технологии изготовления ПКМ и количества используемых слоёв стеклоткани на его несущую способность оценкой повреждённости по показателю степени, рассчитываемому по формуле (1). Также исследовано влияние выбора метода анализа данных на информативность оценки структурного состояния, предложена стадийность разрушения ПКМ, подтверждённая микроскопическими исследованиями.

Экспериментально установлено, что несущая способность образцов ПКМ, определяемая как конец линейного участка диаграммы нагружения, для всех образцов находится на уровне $0,8\sigma_{max}$ (рисунок 1). Рассчитываемое значение n_i при этом находится в диапазоне $n_i = 2,9 - 3,3$, однако,

прогнозирование предельной нагрузки для различных образцов испытания требует выбора одинакового численного значения установленного критерия прогнозирования, поэтому задались единым значением показателя степени равным $n_i = 3,0$



1 – вакуумный метод формования; 2 – вакуум-автоклавный метод формования; 3 – вакуум-автоклавный метод формования с нарушением технологического режима (перегрев)

Рисунок 1 – Диаграмма нагружения образцов ПКМ, формованных по основе ткани

Графики зависимости $n_i(\sigma_i)$ в условиях различных направлений приложения нагрузки шестислойных образцов полученных вакуумным, вакуум-автоклавным методами формования и вакуум-автоклавным методом с нарушением технологического режима формования имеют следующий вид (рисунок 2).

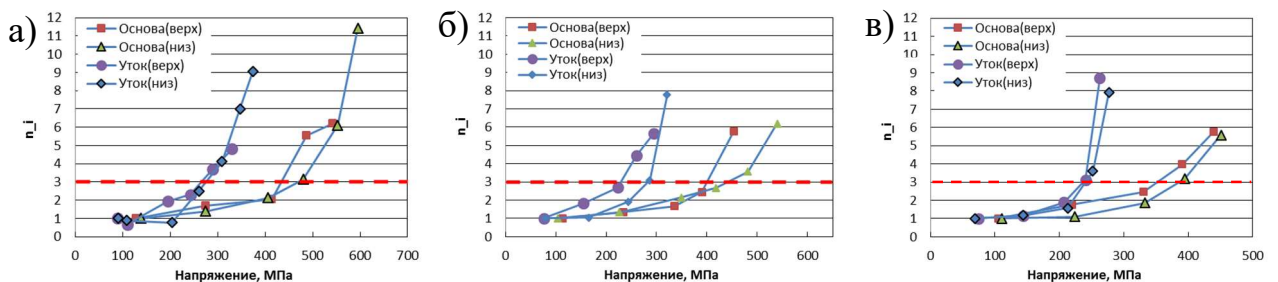


Рисунок 2 – Зависимость показателя степени n_i от напряжения нагружения $n_i(\sigma_i)$ для образца, полученного: а – вакуум-автоклавным; б – вакуум-автоклавным с перегревом; в – вакуумным методами формования

Из полученных данных видно, что наибольшей несущей способностью обладают образцы, полученные вакуумным-автоклавным методом формования, далее следуют образцы с нарушением технологического режима вакуум-автоклавного формования и полученные вакуумным методом формования.

Для определения пористости проводились микроскопические исследование среза стеклопластиков по основе и по утку (рисунок 3).

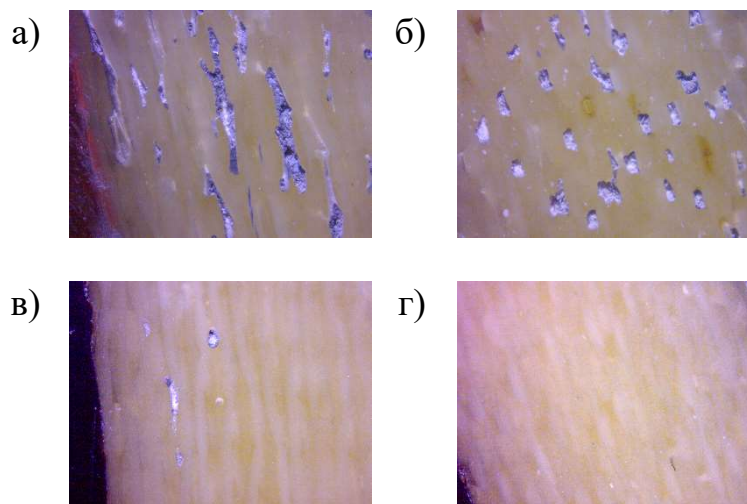


Рисунок 3 – Структуры образцов, полученные с помощью оптической микроскопии при увеличении (x50):

- а – срез образца, полученного вакуумным методом по основе;
- б – срез образца, полученного вакуумным методом по утку;
- в – срез образца, полученного вакуум-автоклавным методом по основе;
- г – срез образца, полученного вакуум-автоклавным методом по утку

При анализе влияния количества слоёв стеклопластика на его несущую способность (рисунок 4) установлено, что в общем случае для образцов, полученных вакуумным методом формования, несущая способность несколько повышается с увеличением числа слоёв стеклоткани, в то время как отношение σ_i/σ_{max} существенно уменьшается. Данную закономерность можно объяснить влиянием пористости композита на его прочность, а также особенностями технологического процесса. В случае образцов, полученных вакуум-автоклавным методом формования, увеличение количества используемых слоёв стеклоткани также приводит к незначительному

увеличению несущей способности. Отношение σ_i/σ_{max} при изменении числа слоёв стеклоткани практически не изменяется. Данную закономерность можно объяснить тем, что сама технология формования ПКМ (вакуум-автоклавный метод) позволяет получать композиты с малым количеством дефектов.

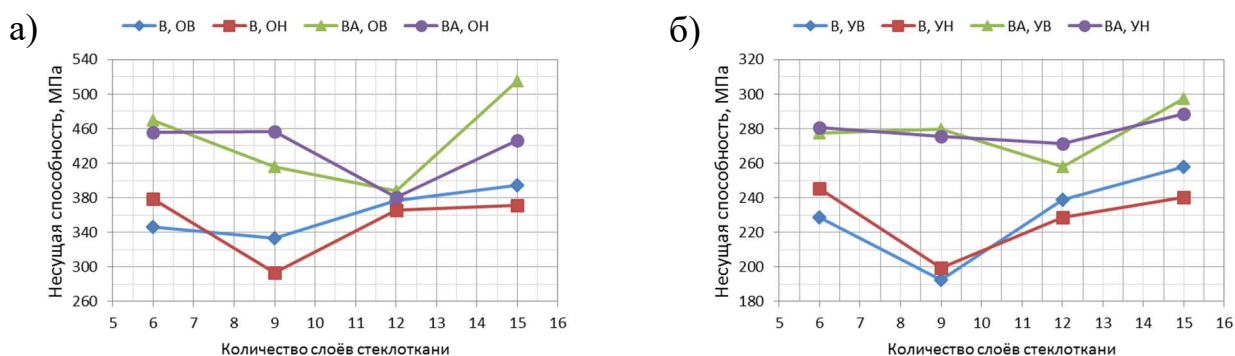


Рисунок 4 – Значения несущей способности образцов, вырезанных:
а – по основе; б – по утку

В общем случае, увеличение толщины материала позволяет уменьшить влияние мелких структурных дефектов, что в конечном счёте увеличивает значение несущей способности.

В связи с тем, что критерий оценки повреждённости ПКМ по показателю степени n_i не позволяет судить о процессах разрушения в материале без наличия информации об истории нагружения и регистрируемой в период данного нагружения АЭ, был проведён анализ параметров сигналов АЭ. Использовались данные, полученные с 6-тислойного образца, изготовленного вакуум-автоклавным методом формования, при нагружении сверху по основе стеклоткани. Для исключения релаксационных процессов в выборку были включены сигналы, зарегистрированные во время нагружения образца.

График изменения значений параметра b-value на каждом этапе нагружения представлен на рисунке 5. Номера на графике, показывают порядковый номер этапа нагружения. Время нагружения на каждом этапе не является постоянным, а зависит от заданного значения прогиба.

Разбиение на стадии производилось с учётом изменения поведения значения b-value. Во внимание брался тот факт, что высокие значения b-value соответствуют регистрации сигналов преимущественно с малой амплитудой, а низкие значения – сигналов с большой амплитудой.

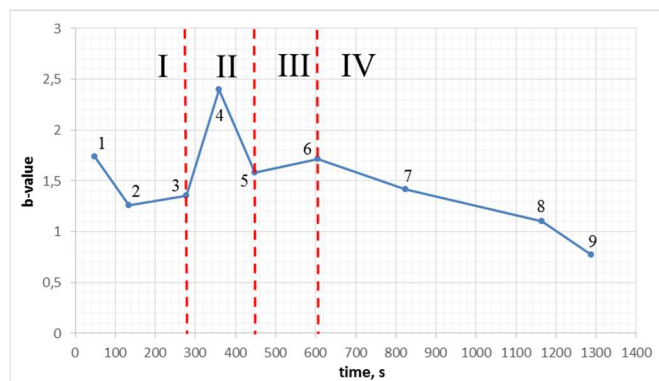


Рисунок 5 – Значения b-value на каждом этапе нагружения

Процесс накопления повреждений в образцах ПКМ при ступенчато возрастающей нагрузке был разделён на следующие стадии:

- I) низкая активность АЭ с низкой степенью повреждений ПКМ;
- II) начало разрушения матрицы связующего;
- III) смешанное повреждение связующего и стекловолокон
- IV) активное разрушение стекловолокон, образование расслоений и трещин.

Анализ данных с помощью b-value позволяет оценить масштаб и тенденцию повреждений, не требует знать предысторию эксплуатации материала или изделия и достаточно прост для анализа. Однако, такой анализ не позволяет рассуждать об источниках сигналов АЭ и требует наличия информации о структуре материала.

При анализе значений плотностей распределения амплитуд (рисунок 6) и медианных частоты (рисунок 7) сигналов АЭ были получены следующие графики.

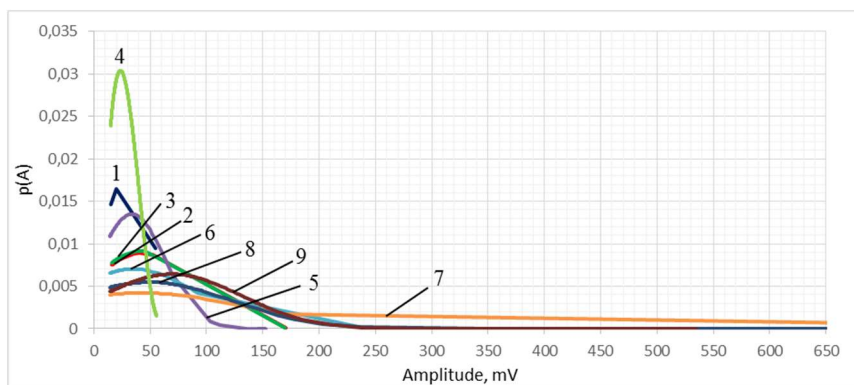


Рисунок 6 – Плотность распределения максимальных амплитуд сигналов АЭ зарегистрированных на каждом шаге испытания

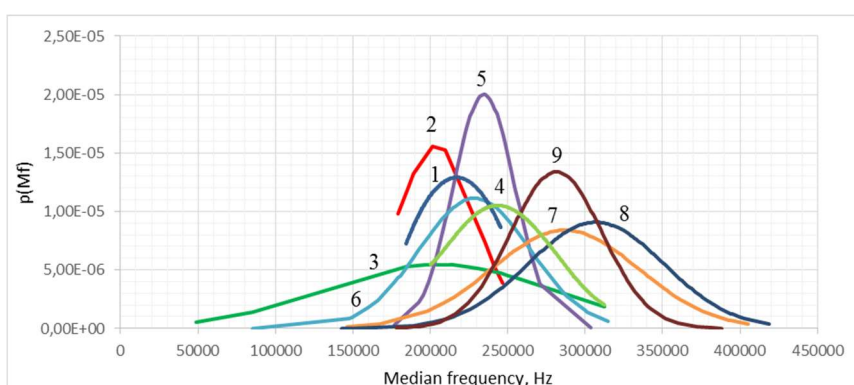


Рисунок 7 – Плотность распределения медианных частот сигналов АЭ зарегистрированных на каждом шаге испытания

Для описания стадий разрушения образца ПКМ использовались те же границы стадий, что и при оценке значений b-value, однако, сами границы стадий несколько сместились относительно шагов испытания (рисунок 8).

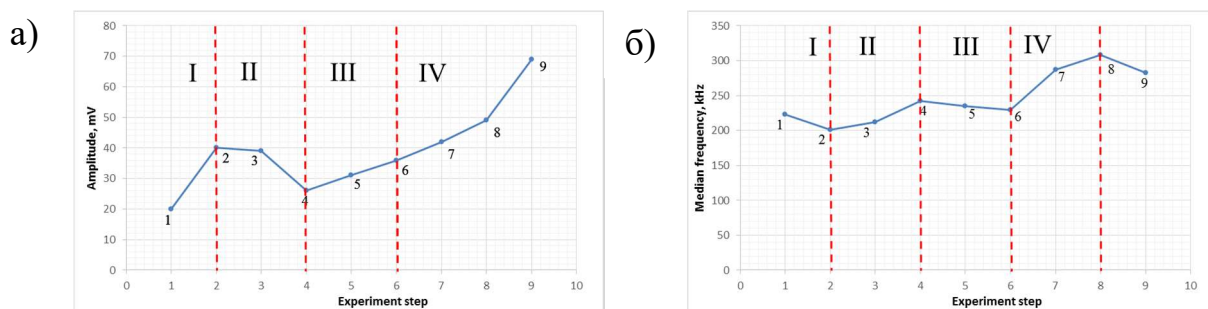


Рисунок 8 – Максимальные вероятностные значения на каждом шаге испытания: а – амплитуд; б – медианных частот

Заключение

1. Метод оценки показателя степени n_i накопления суммарной АЭ может быть использован в качестве критерия прогнозирования показателя несущей способности материалов из ПКМ при наличии истории нагружения и регистрации АЭ.

2. Метод анализа параметра b-value позволяет выявить тип поврежденности на различных стадиях нагружения при наличии сравнительного анализа параметров нагружения и показателя b-value.

3. Метод амплитудно-частотного анализа позволяет выявить границы смены стадий и механизмов поврежденности ПКМ при нагружении.

4. Совокупный анализ параметров АЭ и множественный статистический анализ дает возможность разрабатывать алгоритмы и аналитические выражения для прогнозирования поведения ПКМ в условиях изменяющейся нагрузки.

Список работ, опубликованных автором по теме диссертации:

1. Bashkov O. V., Bryansky A. A., Romashko R. V. et al. DETERMINING OF BEARING CAPACITY OF POLYMER COMPOSITE MATERIALS BY ACOUSTIC EMISSION METHOD // International Conference on Advanced Material Technologies (ICAMT). – 2016. – Т. 2016. – № 27th.

2. Bashkov O. V., Bryansky A. A., Panin S. V. et al. Diagnostics of glass fiber reinforced polymers and comparative analysis of their fabrication techniques with the use of acoustic emission // American Institute of Physics Conference Series. – 2016. – Т. 1783. – № 2.