Experimentální Analýza Napětí 2007

INFLUENCE OF TEMPERATURE ON MECHANICAL PROPERTIES OF UNIDIRECTIONAL LONG FIBER COMPOSITE

VLIV TEPLOTY NA MECHANICKÉ VLASTNOSTI JEDNOSMĚROVÉHO DLOUHOVLÁKNOVÉHO KOMPOZITU

Tomáš Kroupa[1], Jan Klepáček[2]

Abstract: *This article is aimed at experimental investigation of the influence of temperature on mechanical properties of unidirectional long fiber composite. Coefficients of thermal expansion in material axes are investigated and calculated from approximate relations. Stress-strain relations are measured for different temperatures from -40°C to 120°C in fiber and transverse directions. The directions of further research are proposed.*

Keywords: *unidirectional composite, FRP, long fiber, temperature, tensile test, experiment*

1. Úvod

V současné době se stále zvyšuje poptávka po konstrukcích tvořených z netradičních materiálů, díky kterým lze dosáhnout u výrobků vlastností, které by s použitím běžných materiálů (ocel, dural ...) nebylo možno dosáhnout. Jedním takovým druhem materiálu je kompozitní materiál. Existuje řada druhů kompozitních materiálů. Velmi rozšířeným druhem kompozitů je jednosměrový dlouhovláknový kompozit, který je tvořen vlákny, které nesou hlavní část zatížení a matricí, která má za úkol zejména udržet materiál v požadovaném tvaru.

Existuje řada druhů vláken, nejpoužívanější jsou vlákna skleněná, kevlarová a karbonová, z nichž každý druh má svoje výhody, jako pevnost, vysoký modul pružnosti v tahu, pořizovací cenu atd. Rovněž existuje řada druhů matric. V současnosti jsou nejpoužívanější matrice termosetové (např. epoxidová pryskyřice, polyester), druhým typem matric jsou termoplastové (např. polypropylen, polyamid) [2]. Každý druh matrice a vláken má svoje vlastnosti, které v konečném důsledku dávají řadu konstrukčních omezení a nároků na výrobu.

Při navrhování konstrukcí je třeba znát dobře mechanické vlastnosti užitého materiálu, které se výrazně mění vlivem řady faktorů (sluneční záření, vlhkost, změna teploty atd.). V případě konstrukcí z kompozitních materiálů jsou všechny tyto faktory velmi podstatné. Proto je potřeba vymezit a popsat co nejpřesnějším způsobem vliv těchto faktorů na mechanické vlastnosti kompozitního materiálu. Tato problematika je zpracována v řadě prací ([1], [4], [5], [6])

[1] Ing. Tomáš Kroupa, Ph.D., ZČU v Plzni, FAV, Katedra mechaniky, Univerzitní 22, 306 14 Plzeň, tel.: +420377632301, e-mail: kroupa@kme.zcu.cz

[2] Jan Klepáček, ZČU v Plzni, FST, Katedra konstruování strojů, Univerzitní 22, 306 14 Plzeň, tel.: +420377638211, e-mail: klepacek@kks.zcu.cz

Následující příspěvek je tudíž zaměřen do oblasti experimentálního vyšetřování chování kompozitního materiálu za zvýšené a snížené teploty při běžné vlhkosti vzduchu (pro ČR cca. 60 %).

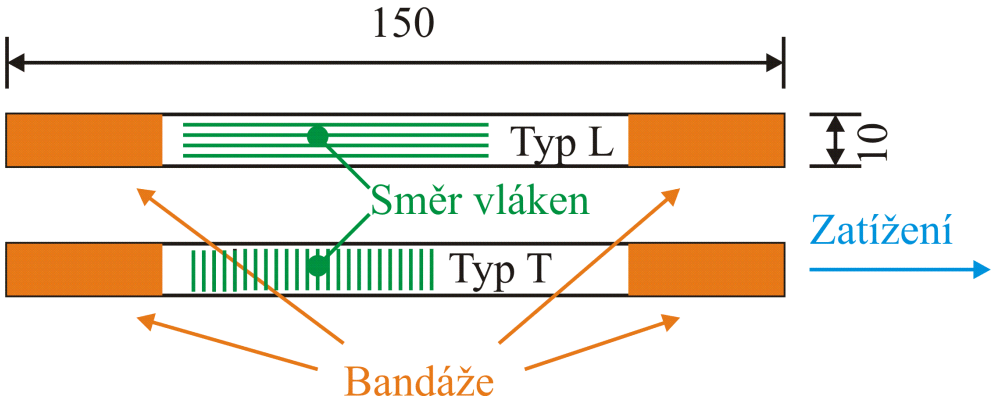
První část příspěvku je věnována stanovení koeficientů teplotní délkové roztažnosti ve směru vláken α_L a ve směru příčném na vlákna α_T.

Druhá část je věnována experimentálnímu vyšetřování tahových diagramů tenkých kompozitních pásků ve směru vláken a ve směru příčném na vlákna a následnému zpracování dat získaných z těchto experimentů.

2. Zkoumaný kompozitní materiál

Materiál užitý k experimentům, kterými se zabývá tento příspěvek nese označení EHKF420 – UD24K – 40. Jedná se o jednosměrový kompozit tvořený karbonovými vlákny typu Toray T600SC a epoxidovou matricí. Materiál byl vyroben ze čtyř prepregů autoklávovou technologií ve firmě LA composite s.r.o.

Vzorky byly vyřezány vodním paprskem z jedné desky. Jednalo se o vzorky o rozměrech 150 mm x 10 mm a tloušťce 1 mm, kdy jednou byly vlákna kladena ve směru nejdelší hrany vzorku (typ L) a jednou ve směru příčném (typ T).



Obr. 1. Geometrie vzorků

Jednosměrový dlouhovláknový kompozitní materiál se vyznačuje tím, že má v různých směrech různé mechanické vlastnosti. Konstitutivní vztah pro tento typ materiálu s uvažováním nelineárního chování ve smykové oblasti lze psát

$$\begin{pmatrix} \sigma_L \\ \sigma_T \\ \tau_{LT} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{E_L}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}} & \frac{\nu_{LT}E_L}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}} & 0 \\ \frac{\nu_{LT}E_L}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}} & \frac{E_T}{1-\nu_{LT}\nu_{TL}} & 0 \\ 0 & 0 & G_{LT} + f_{nl}(\gamma_{LT}^2) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_L \\ \varepsilon_T \\ \gamma_{LT} \end{pmatrix}, \tag{1}$$

kde σ_L, σ_T, τ_{LT} jsou napětí v rovině vrstvy laminátu ve směru vláken, příčném na vlákna a smykové napětí v rovině LT, ε_L, ε_T, γ_{LT} jsou deformace v rovině vrstvy laminátu ve směru vláken, příčném na vlákna a zkos v rovině LT, E_L, E_T jsou moduly pružnosti v tahu ve směru vláken a ve směru příčném na vlákna, ν_{LT}, ν_{TL} jsou poissonova čísla, G_{LT} je smykový modul pružnosti a funkce $f_{nl}(\gamma_{LT}^2)$ je funkce závislá na druhé mocnině zkosu γ_{LT}, která v sobě zahrnuje vliv nelineárního chování kompozitního materiálu ve smykové oblasti.

Dále se kompozitní materiál vyznačuje rozdílnou teplotní délkovou roztažností ve směru vláken (α_L) a ve směru příčném na vlákna (α_T). Tyto hodnoty lze vypočítat z přibližných vztahů [3]

$$\alpha_L = \frac{V_f \alpha_{fL} E_{fL} + (1 - V_f)\alpha_m E_m}{V_f E_{fL} + (1 - V_f) E_m}, \tag{2}$$

$$\alpha_T = V_f \alpha_f + (1 - V_f)\alpha_m \frac{\nu_m E_{fL} - \nu_f E_m}{\frac{E_{fL}}{1 - V_f} + \frac{E_m}{V_f}} (\alpha_m - \alpha_f), \tag{3}$$

kde α_L, α_T jsou koeficienty teplotní délkové roztažnosti ve směru vláken a ve směru příčném na vlákna, V_f je objemový podíl vláken, E_{fL} a E_m jsou moduly pružnosti v tahu vláken ve směru osy vlákna a matrice. Při znalosti teplotní délkové roztažnosti vláken ve směru příčném k ose vláken lze stanovit koeficient délkové teplotní roztažnosti ve směru příčném na vlákna ze vztahu

$$\alpha_T = V_f \alpha_{fT} + (1 - V_f)\alpha_m . \tag{4}$$

Další důležitou charakteristikou kompozitního materiálu je teplota skelného přechodu matrice (T_g). Pokud je tato teplota překročena, dojde ke snížení modulu pružnosti až o dva řády a materiál se začne chovat ryze visko-elasticky. Ukazuje se, že na hodnotu T_g má vliv vlhkost, kterou kompozit absorbuje z okolí. Vlivu vlhkosti na materiálové charakteristiky kompozitního materiálu bude věnována v budoucnu také pozornost.

3. Stanovení koeficientů teplotní roztažnosti

Koeficienty teplotní délkové roztažnosti lze při znalosti vlastností matrice a vláken přibližně stanovit podle vztahů (1), (2), nebo (3). U materiálu EHKF420 – UD24K – 40 nejsou materiálové vlastnosti matrice a vláken přesně známy. Jedná se ovšem epoxidovou matrici a o karbonová vlákna typu Toray T600SC. Typické hodnoty materiálových konstant těchto vláken a této matrice jsou uvedeny v tab. 1.

Vlastnosti matrice		**Vlastnosti vláken**	
α_m	$55 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$	α_{fL}	$-0.4 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$
E_m	*2800 MPa*	α_{fT}	$15 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$
ν_m	0.4	E_{fL}	*230000 MPa*
Objemový podíl vláken		E_{fT}	*15000 MPa*
V_f	*0.5*	ν_f	*0.3*

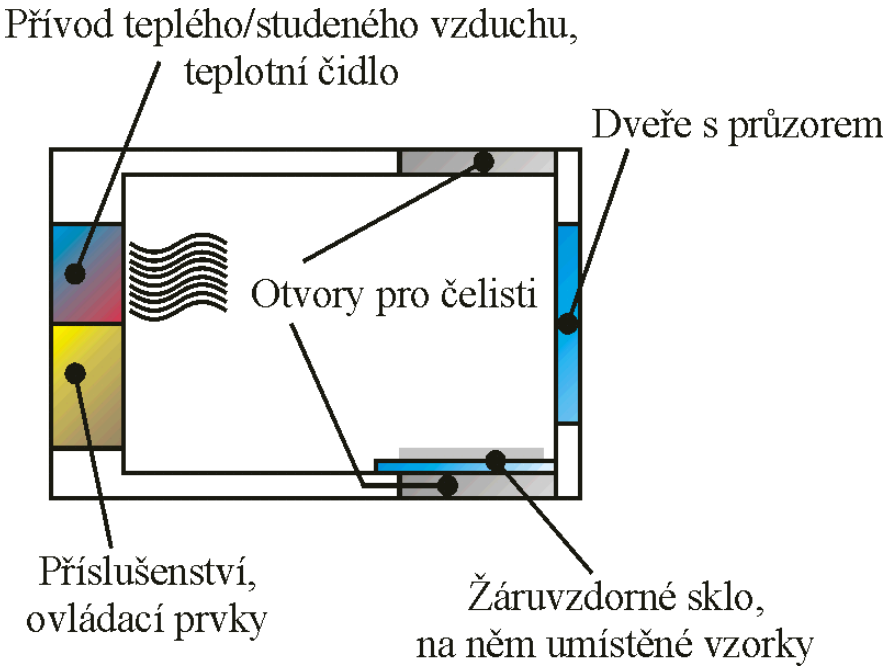
Tab. 1. Vlastnosti matrice, vláken a objemový podíl vláken

Ze vztahů (1), (2), a (3) byly vypočteny hodnoty uvedené v tab. 2.

α_L	$0.27 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$
α_T – podle vztahu (3)	$38 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$
α_T – podle vztahu (4)	$35 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$

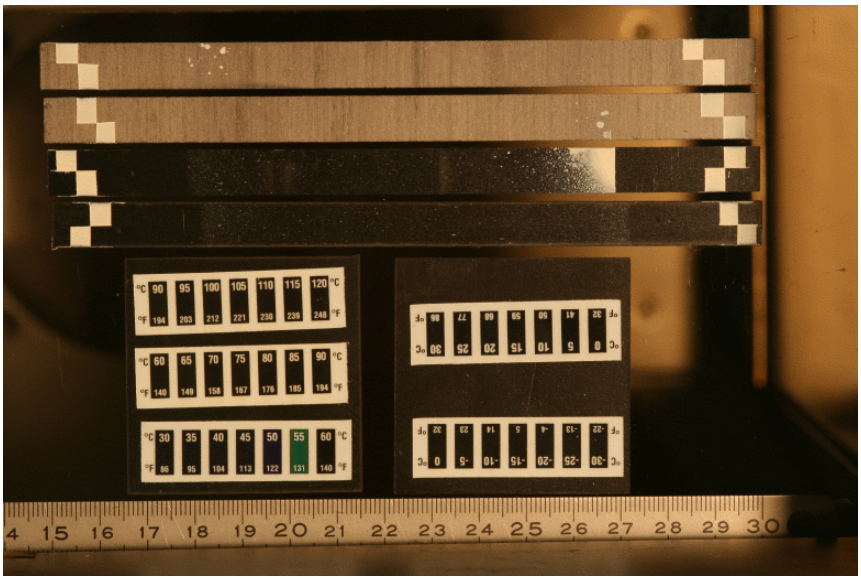
Tab. 2. Koeficienty teplotní délkové roztažnosti určené z přibližných vztahů

K experimentálnímu měření délkové teplotní roztažnosti kompozitu byla použita teplotní komora. Jedná se o příslušenství trhacího stroje Zwick/Roell Z050, které může pracovat v teplotním intervalu ⟨-80°C, 250°C⟩. Schématický nákres teplotní komory je na obr. 2.



Obr. 2. Schéma teplotní komory a uspořádání experimentu

Při realizaci experimentu byla vyzkoušena řada metod. Vzorek byl například upnut do čelisti trhacího stroje a jeho prodloužení bylo měřeno pomocí extenzometru. Při tomto pokusu se například ukázalo, že v komoře není teplota rovnoměrně rozložena. V dalším kroku bylo provedeno měření za pomocí tenzometrů a teplota na vzorku byla sledována laserovým pyrometrem. I tentokrát nebylo dosaženo uspokojivých výsledků. Lepidlo, kterým byl tenzometr přilepen na vzorek selhávalo již pro teploty od 80°C. Dále se pak vyskytl problém s kompenzací teplotní roztažnosti samotného tenzometru. A díky lesklosti povrchu kompozitu a malému rozměru vzorku, nebyla teplota na jeho povrchu měřitelná s dostatečnou přesností. Proto byl proveden experiment za použití fotografické techniky.



Obr. 3. Pohled na vzorky skrze žáruvzdorné sklo

Komora má na horní i spodní části otvory pro čelisti trhacího stroje. Tyto otvory lze uzavřít izolačními prvky. Při tomto měření bylo na spodní otvor namísto izolačního prvku položeno žáruvzdorné sklo s vysokou průhledností. Samotné vzorky byly umístěny na toto sklo. Na destičku ze stejného materiálu, jako byl měřený, byly nalepeny proužky určené ke sledování teploty. Dále byly na vzorky nastříkány terčíky použité ke sledování prodloužení vzorků.

Na focení byl použit fotoaparát s rozlišením 10 Mpix, což při plném rozlišení odpovídá fotografiím o rozměrech 3888 px x 2592 px. Přesnost této metody pro tento typ měření je 0.5 px. Přesnost metody pro nalezení koeficientů teplotní roztažnosti lze odvodit následujícím způsobem. Původní průměrná vzdálenost mezi terčíky byla cca. 2900 px. Pak tedy deformace kterou zaznamená fotoaparát jako posun o 0.5 px, například při změně teploty $\Delta T = 90°C$ bude:

$$\varepsilon_{0.5\,px} \cong 1.7 \cdot 10^{-4}. \tag{5}$$

A přesnost s jakou lze stanovit koeficient teplotní délkové roztažnosti bude dána vztahem

$$\alpha_{0.5\,px} = \frac{\varepsilon_{0.5\,px}}{\Delta T}, \tag{6}$$

tedy

$$\alpha_{0.5\,px} \cong 2 \cdot 10^{-6} K^{-1}. \tag{7}$$

Naměřené hodnoty koeficientů teplotní délkové roztažnosti jsou uvedeny v tab. 3.

α_L	$2 \cdot 10^{-6}\ K^{-1} \pm 2 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$
α_T	$43 \cdot 10^{-6}\ K^{-1} \pm 2 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$

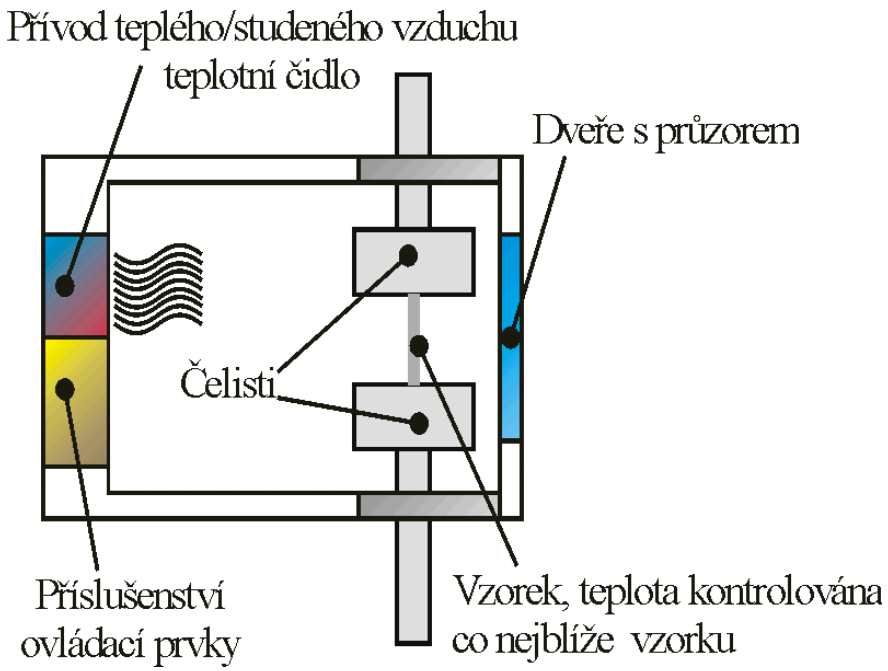
Tab. 3. Změřené hodnoty koeficientů teplotní délkové roztažnosti

Závěrem této kapitoly lze říci, že pro stanovení hodnoty koeficientu teplotní délkové roztažnosti ve směru příčném na vlákna α_T je tato metoda dostačující. Pro stanovení hodnoty koeficientu teplotní délkové roztažnosti ve směru vláken α_L je tato metoda zatím nedostačující, proto se v současné době pracuje na jejím vylepšení.

4. Tahové diagramy jednosměrového kompozitu při různých teplotách

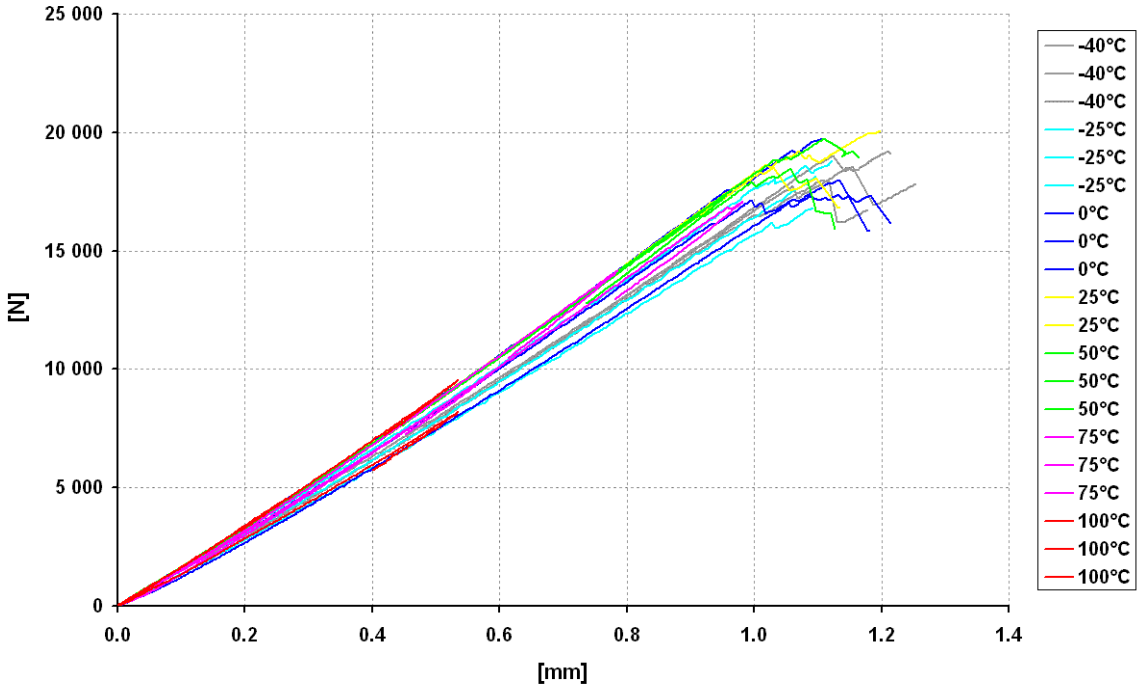
Experiment, při kterém byly určovány tahové diagramy kompozitního materiálu ve směrech materiálových os, byl proveden na již zmiňovaném trhacím stroji Zwick/Roell Z050. Vzorky byly upnuty do čelistí a prodloužení bylo měřeno na délce 6 cm pomocí extenzometru jímž je trhací stroj vybaven.

Tahové diagramy byly měřeny při teplotách -40°C, -25°C, 0°C, 25°C, 50°C, 75°C, 100°C a 120°C. Při každé teplotě byly změřeny tři vzorky s vlákny ve směru zatěžování (vzorky typu L) a tři vzorky s vlákny v kolmém směru ke směru zatěžování (vzorky typu T). Před uchycením do čelistí bylo nutné nalepit hliníkové bandáže na části vzorků, které budou upnuty v čelistech. To z důvodu, aby nedošlo k rozdrcení kompozitního materiálu samosvornými čelistmi. K tomuto účelu bylo použito lepidlo LOCTITE 9466 A&B HYSOL, které se osvědčilo do teplot cca. 75°C. Nad touto teplotou začalo lepidlo selhávat pro případ vzorků typu L. V případě vzorků typu T se tento problém neprojevil, protože tahová síla byla relativně malá.

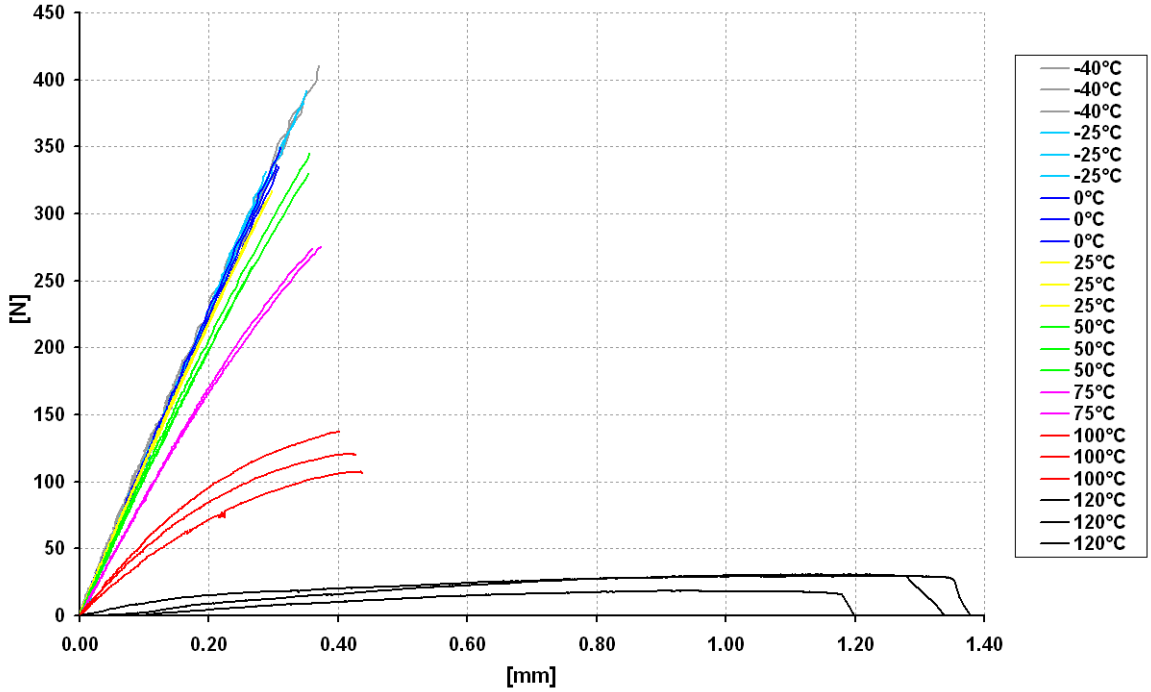


Obr. 4. Schéma uspořádání experimentu

Na následujících obrázcích jsou ukázány výsledky tahových zkoušek pro oba typy vzorků. Vzorky typu L byly zatěžovány rychlostí 1 mm·s^{-1} na příčníku a vzorky typu T rychlostí 0.1 mm·s^{-1}.



Obr. 5. Závislost tahové síly a prodloužení u vzorků typu L

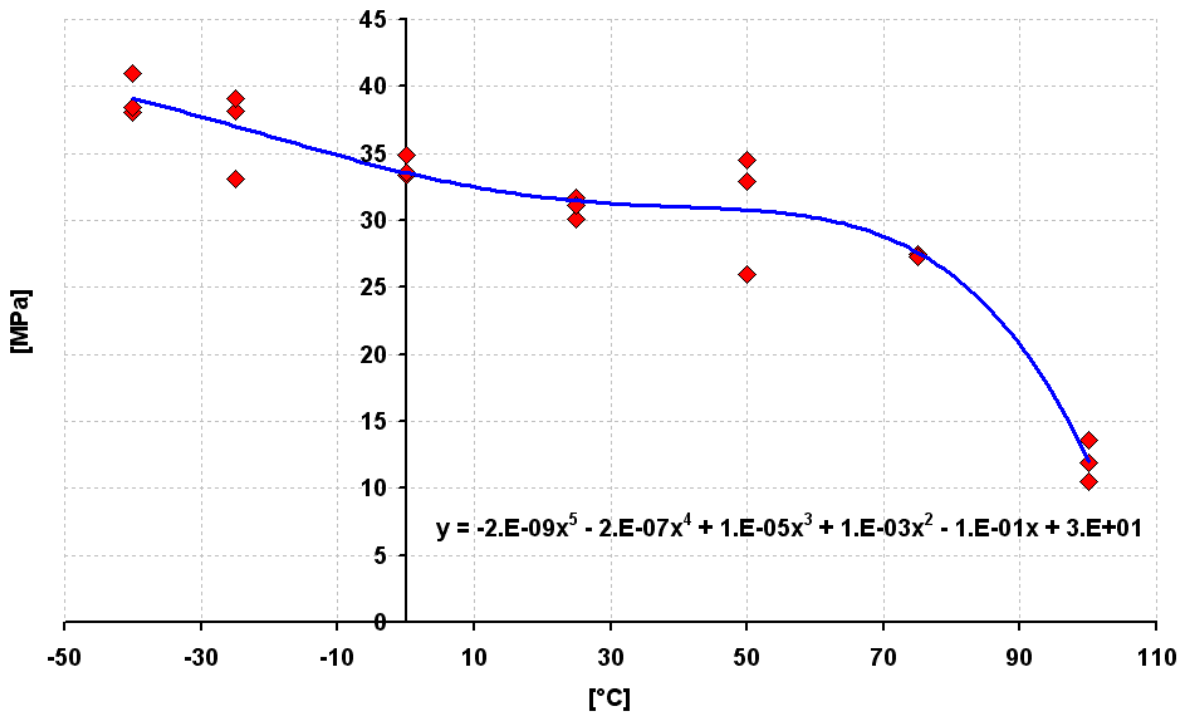


Obr. 6. Závislost tahové síly a prodloužení u vzorků typu T

Na pásky zatěžované ve směru vláken (typ L) neměla teplota žádný vliv, jak je vidět z obr. 5. Modul pružnosti ve směru vláken se v závislosti na teplotě téměř vůbec nemění. Zatížení přenáší vlákna a jejich mechanické vlastnosti jsou na změny teplot necitlivé téměř až do 800°C [7]. Rovněž mez pevnosti v tahu ve směru vláken (X^T) není teplotou nijak ovlivněna. Pro případy, kdy nedošlo k selhání lepidla je to patrné z grafu na obr. 5. Pro vysoké teploty, kdy došlo k selhání lepidla je tomu nicméně také tak (viz. [7]). Rozdíly ve sklonu křivek na obr. 5 jsou dány nepřesným nařezáním vzorků (sklon vláken byl 0° ± 1°)

Na rozdíl od předchozího případu jsou mechanické vlastnosti ve směru příčném na vlákna velmi ovlivnitelné teplotou. Epoxidová matrice je na změny teploty velmi citlivá. Při normální pokojové teplotě je závislost síly na prodloužení prakticky lineární. Pro teploty nižší než 25°C dochází k mírnému zvýšení tuhosti a pro teploty vyšší než 25°C je průběh závislosti tahová síla vs. prodloužení více a více nelineární. Jak je vidět na obr. 6 pro teplotu 120°C (jedná se o tabulkovou hodnotu teploty T_g skelného přechodu matrice) docházelo k očividnému tečení matrice. Otázkou zůstává a předmětem dalšího výzkumu bude, jak velký vliv má tečení matrice při teplotách nižších než teplota skelného přechodu matrice.

Dále byl zkoumán vliv teploty na tahovou pevnost kompozitu ve směru příčném na vlákna (Y^T). Hodnoty mezí pevnosti v závislosti na teplotě jsou vyneseny do grafu na obr. 7. Na tomto grafu je patrný přibližně lineární nárůst meze pevnosti při snižování teploty pod běžnou pokojovou teplotu a její radikálnější snižování při nárůstu teploty nad 50°C.



Obr. 7. Hodnoty meze pevnosti ve směru příčném na vlákna Y^T (červené body) a pro názornost naznačený trend změny této hodnoty (modrá křivka)

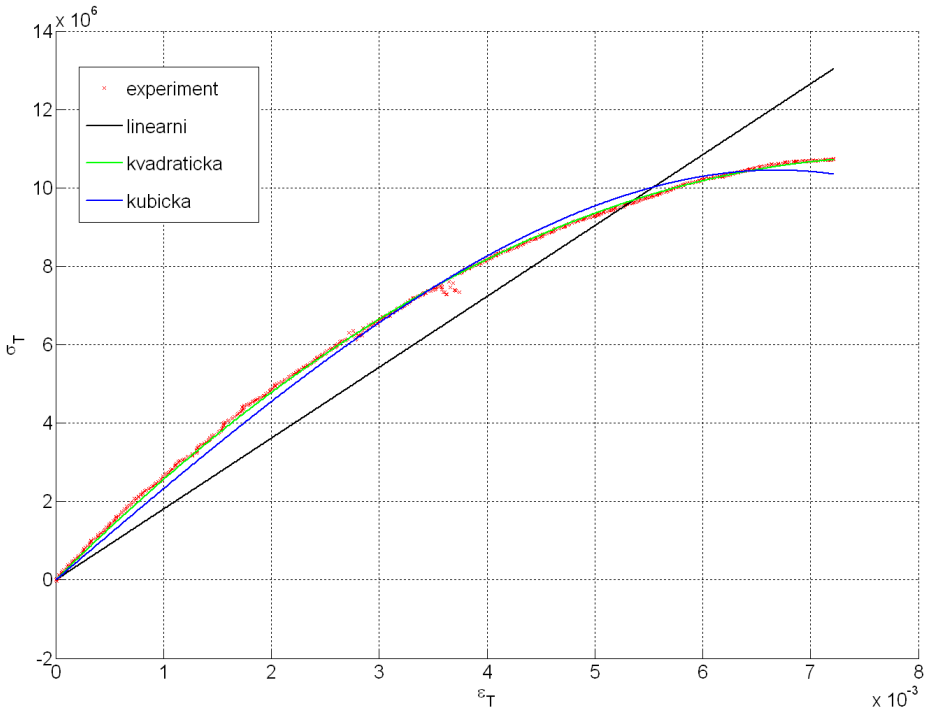
Po provedení výše zmíněného experimentu byla získaná data pro vzorky typu T zpracována v prostředí MATLAB. Pro vzorky typu L nebylo třeba dalšího zpracování, v tomto směru změny teploty námi sledované materiálové vlastnosti neovlivňují. Cílem zpracování experimentálních dat bylo nalezení vhodné aproximace křivek a nalezení závislosti koeficientů zvolené aproximace na teplotě, pokud taková závislost existuje. Výsledky z tahových zkoušek při teplotě 120°C nebyly dále zpracovávány, protože při této teplotě došlo k dosažení nebo překročení teploty skelného přechodu matrice.

Během zpracování dat byla vyzkoušena řada aproximací, některé z nich jsou ukázány v tab. 4.

Lineární	$\sigma_T = E(T)\varepsilon_T$
Kvadratická	$\sigma_T = A(T)\varepsilon_T + B(T)\varepsilon_T^2$
Kubická	$\sigma_T = F(T)\varepsilon_T + G(T)\varepsilon_T^3$
Kubická inverzní	$\varepsilon_T = H(T)\ \sigma_T + K(T)\ \sigma_T^3$
Polynom třetího řádu	$\sigma_T = L(T)\varepsilon_T + M(T)\varepsilon_T^2 + N(T)\varepsilon_T^3$

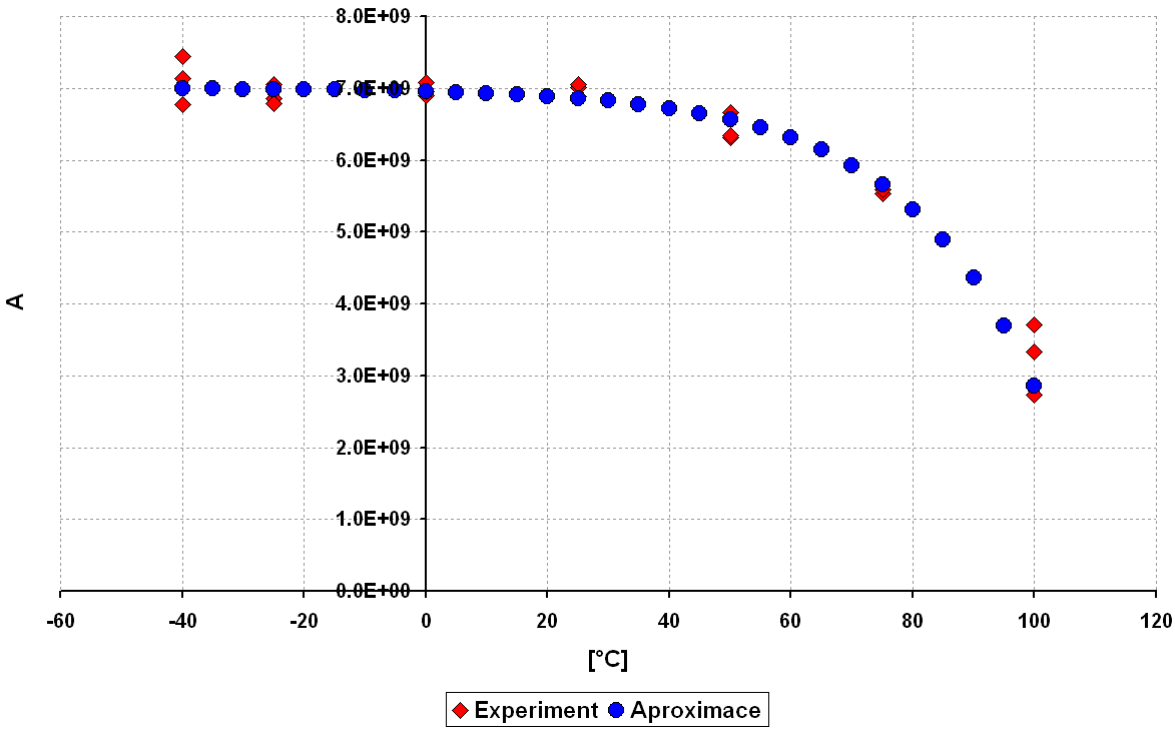
Tab. 4. Ukázka některých ze zkoušených aproximací

Pro každé měření a každou teplotu byly experimentální data proloženy vybraným typem křivky pomocí metody nejmenších čtverců. Tím byly nalezeny hodnoty koeficientů *A, B* atd. závislé na teplotě. Poté byla sledována jak kvalita aproximací tak průběh závislosti koeficientů jednotlivých aproximací na teplotě. Rozdíly v kvalitě aproximace mezi lineární, kvadratickou a kubickou aproximací dokládá obr. 8.

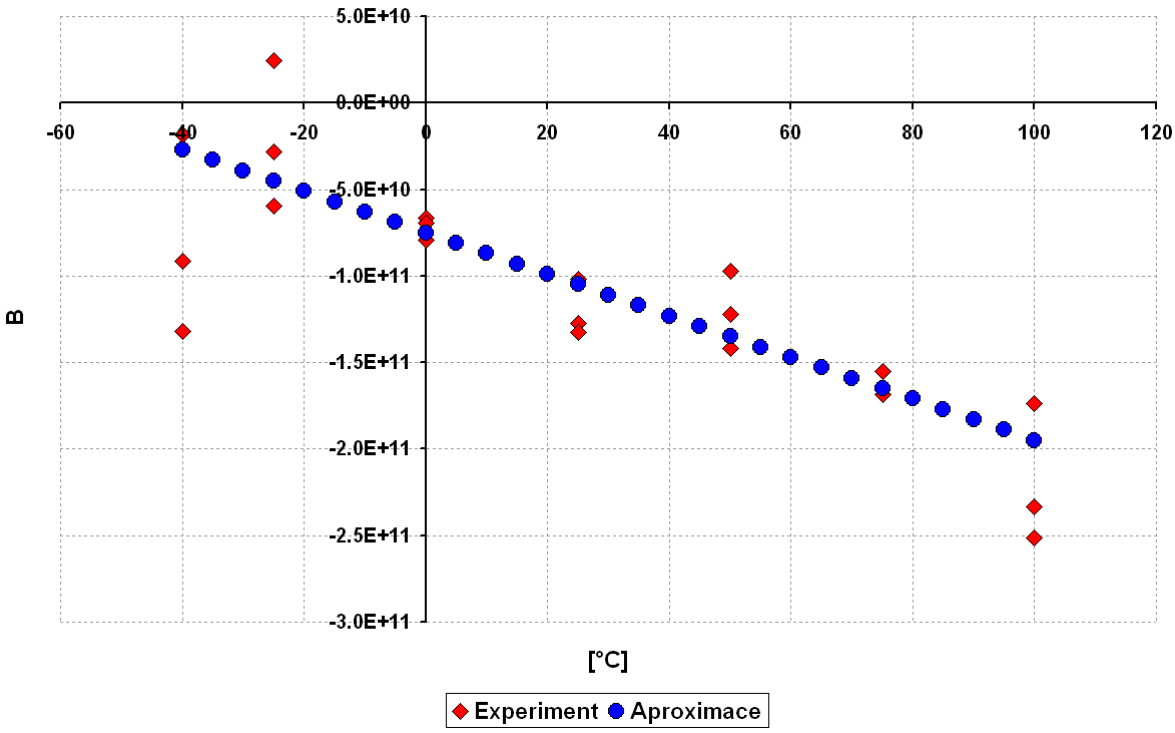


Obr. 8. Závislost $\sigma_T=f(\varepsilon_T)$, teplota 100°C, ukázka aproximací

Jak dokládá i obr. 8 jako nejlepší se nakonec ukázala kvadratická aproximace. Hodnoty koeficientů *A* a *B* v závislosti na teplotě jsou ukázány na obr. 9 a obr. 10.



Obr. 9. Závislost koeficientu *A* na teplotě



Obr. 10. Závislost koeficientu *B* na teplotě

Jak je zmíněno výše, byl sledován i průběh těchto koeficientů v závislosti na teplotě. Jak je patrné z obrázků, koeficient A vykazuje exponenciální závislost na teplotě a koeficient B závislost lineární. Explicitní vyjádření těchto závislostí je uvedeno v tab. 5.

$A = 7 \cdot 10^{9} - 46 \cdot 10^{6} \cdot e^{0.045 \cdot T}$
$B = -1.2 \cdot 109 \cdot T - 75 \cdot 10^{9}$

Tab. 5. Závislost koeficientů kvadratické aproximace na teplotě

Experimenty ukázaly, že zvýšení či snížení teploty má vliv jen na chování matrice, vlákna zůstávají změnou teploty ve zkoumaném intervalu ⟨-40°C, 120°C⟩ nedotčena. Pro zvolenou rychlost zatěžování vzorku byla nalezena vhodná aproximace tahového diagramu. Byla nalezena závislost mezi koeficienty zvolené aproximace. S velkou pravděpodobností bude podstatným faktorem i rychlost zatěžování, tomuto bude v budoucnu rovněž věnována pozornost. Dále budou tyto experimenty prováděny na vzorcích z čisté matrice.

5. Závěr

Předkládaný příspěvek je prvním nahlédnutím do problematiky chování kompozitních materiálů při podmínkách odlišných od běžných (za běžné podmínky můžeme označit běžnou vlhkost vzduchu a teploty od -10°C do +40°C).

Byly stanoveny koeficienty teplotní délkové roztažnosti. Koeficient teplotní délkové roztažnosti ve směru vláken je tak malý, že v současnosti je vhodné stanovovat tento koeficient pomocí přibližného vztahu uváděného v literatuře.

Pro dané rychlosti zatěžování byly stanoveny tahové diagramy pro různé teploty. Z výsledků experimentů pro vzorky s vlákny kladenými ve směru zatěžovací síly lze říci, že vliv teploty ve zkoumaném intervalu ⟨-40°C, 120°C⟩ je zanedbatelný. Pro druhý typ vzorků byl vliv teploty značný. Ve směru příčném na vlákna jsou rozhodující mechanické vlastnosti matrice a ty jsou teplotou velmi ovlivnitelné.

Při experimentech bylo patrné, že při teplotě 120°C došlo k překročení teploty skelného přechodu vláken a materiál začal velmi výrazně téct. Pro teploty pod hodnotou T_g byly tahové diagramy (závislost příčného napětí na příčné deformaci) aproximovány kvadratickou funkcí a mezi hodnotami koeficientů byla nalezena závislost na teplotě. Při znalosti libovolné teploty ve zkoumaném intervalu lze tedy stanovit průběh tahového diagramu pro zvolenou rychlost zatěžování.

V dalším výzkumu by bylo dobré stanovit závislost hodnot poissonovo čísel na teplotě, vliv teploty na chování kompozitu ve smykové oblasti a zjistit vliv vlhkosti na změnu teploty skelného přechodu matrice. Dále by bylo dobré provést creepové zkoušky a tím zjistit vliv rychlosti zatěžování na materiál a cyklické zátěžové zkoušky pro zjištění případné plastické deformace matrice. Zmíněné testy by bylo vhodné provést i pro tlakové namáhání.

Poděkování: Příspěvek byl podpořen grantovým projektem GAČR č. 101/07/P059 a výzkumným záměrem MŠMT č. MSM 4977751303.

Literatura

[1] Fiedler, B., Gagel, A., Hobbiebruken, T., Schulte, K., Hojo, M., Ochiai, S.: Modelling of the transverse strength of fibre reinforced epoxy composite at low and high temperature, Composite interface, Vol. 12, no. 3-4, pp. 379-394, 2006.

[2] Křena, J.: Technologie výroby leteckých dílů z kompozitu na bázi uhlíkového vlákna a termoplastické matrice, Seminář VZLÚ v Praze, 2007

[3] Laš, V.: Mechanika kompozitních materiálů, skripta, ZČU v Plzni, Plzeň, 2004.

[4] Odegard, G., Kumosa, M.: Elastic-plastic and failure properties of unidirectional carbon/PMR-15 composite at room and elevated temperatures, Elsevier, Composites Science and Technology 60, pp. 2979-2988, 2000.

[5] Rupnowski, P., Gentz, M., Kumosa, M.: Mechanical response of a unidirectional graphite fiber/polyimide composite as a function of temperature, Elsevier, Composites Science and Technology 66, pp. 1045-1055, 2006.

[6] Rupnowski, P., Gentz, M., Sutter, J.K., Kumosa, M.: An evaluation of the elastic properties and thermal expansion coefficients of medium and high modulus graphite fibers, Elsevier, Composites: Part A 36, pp. 327-338, 2005.

[7] Sauder, C., Lamon, J., Pailler, R.: The tensile behavior of carbon fibers at high temperatures up to 2400°C, Elsevier, Carbon 42, pp. 715–725, 2004.