

不同温度下树脂基复合材料层合板力学性能试验

宋 健^{1,2}, 温卫东^{1,2}

(1. 南京航空航天大学 能源与动力学院
江苏省航空动力系统重点实验室, 南京 210016;
2. 南京航空航天大学 能源与动力学院
机械结构力学及控制国家重点实验室, 南京 210016)

摘 要: 通过试验的方法研究了双马来酰亚胺树脂浇注体及碳纤维增强树脂基复合材料单向层合板在不同温度下的静态力学性能,并讨论了温度对材料力学行为的影响,最后对材料断口形貌进行了分析.试验结果表明:纯树脂浇注体拉伸、压缩性能受温度影响比较明显,且拉、压性能不同.对于拉伸性能,相对室温均值(20℃),160℃环境下模量均值及强度均值降幅分别为 31.73%,44.71%,200℃时又分别下降了 21.15%,20.37%;对于压缩性能,相对室温均值,160℃下模量及强度均值分别下降了 26.67%,44.40%,而 200℃时继续下降了 6.66%,12.40%.层合板的纵向拉伸性能受温度影响较小,在 200℃内,纵向模量与强度最大变幅分别为 2.82%和 2.53%,且材料断口从室温下的“毛刷”状变为沿轴向劈断.材料的横向及面内剪切性能受温度影响较大,且应力-应变曲线存在明显非线性,但横向试件断口平整、面内剪切试件无明显紧缩现象,即均表现为脆性断裂特征.另外,相对室温均值,在 160℃时,横向及面内切变模量分别下降约 32.96%,41.25%,强度分别下降约 15.83%,30.96%;在 200℃时,横向及面内剪切性能继续下降,模量降幅为 16.83%,22.52%,强度降幅 12.24%,11.01%.

关 键 词: 树脂基复合材料层合板; 横向拉伸试验; 面内剪切试验; 高温性能; 断口分析

中图分类号: V258; TB332 **文献标志码:** A

Experiment on mechanical properties of resin matrix composites laminates under various temperatures

SONG Jian^{1,2}, WEN Wei-dong^{1,2}

(1. Jiangsu Province Key Laboratory of Aerospace Power System,
College of Energy and Power Engineering,
Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China;
2. State Key Laboratory of Mechanics and Control of Mechanical Structures,
College of Energy and Power Engineering,
Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China)

Abstract: The mechanical properties of resin casting body and carbon fiber reinforced resin composite laminate were investigated under various temperatures experimentally. Influence of temperature on the stress-strain curve was discussed and then fracture surface analysis was also conducted. The experiment results showed that the tensile and compression properties of the resin casting body were obviously affected by temperature, and both of the

properties were unequal. The average tensile modulus and strength fell by 31.73% and 44.71% compared with the value at room temperature (RT 20 °C), and then dropped by 21.15% and 20.37%, respectively if continuing to heat up to 200 °C. The average compressive modulus and strength at 160 °C decreased by 26.67% and 44.40% in comparison with those at RT, and the relative values continued to decline by 6.66% and 12.40%. For the composites, the longitudinal tensile property was hardly affected by temperature. The maximum amplitudes in the average stiffness and strength were only 2.82% and 2.53%. The longitudinal fractured surface morphology illustrated a “brushy” shape at RT, while a split configuration was observed at elevated temperature. The mechanical properties of transverse and in-plane shear were significantly affected by temperature and the stress-strain curve showed an obvious nonlinearity, however, a neat fractured surface subjected to transverse loading and shear fractured surface had no significant necking appearance, which indicated brittle-natured fracture. The modulus of transverse and in-plane shear was reduced by 32.96%, 41.25% and the related strength declined by 15.83%, 30.96% at 160 °C compared with those at RT. When the temperature reached 200 °C, the modulus continued to decline by 16.83%, 22.52%, and the corresponding strength dropped by 12.24% and 11.01%, respectively.

Key words: unidirectional resin composite laminates; transverse tensile test; in-plane shear test; elevated temperature performance; fracture analysis

随着树脂基复合材料不断在航空航天领域得到应用,材料的使用温度也不断被提高,自上个世纪末开始,国内外学者就开始关注高温对树脂基复合材料力学性能的影响. Kawai 等^[1]研究了高温对 T800H/环氧树脂基单向复合材料层合板力学性能的影响. Ming 等^[2]研究了 AS-4/PEEK 树脂基复合材料正交层板和准各向同性层板在室温至 180 °C 内的疲劳性能. Rupnowski 等^[3]采用有限元仿真的方法研究了单向 T650/PMR-15 复合材料层合板在高温环境下的力学行为. Ha 等^[4-5]在研究树脂基复合材料层合板高温性能时,提出了一种两参数幂函数拟合模型,并对高温下的数据进行了拟合. Odegard 等^[6-7]在研究纤维增强树脂基单向复合材料层板时,应用 Ha 提出的幂函数公式对数据进行了拟合,并且通过引入修正因子,进一步预测了高温下复合材料偏轴拉伸力学性能. Vielle 等^[8]研究了准各向同性层合板和三维编织层板在室温及高温静载条件下的力学性能,并进一步研究了温度对热固性树脂(PPS)及热塑性树脂(epoxy)性能的影响. Selezneva 等^[9]通过试验方法探究了考虑温度条件下三维编织层合复合材料在承受偏轴静载和疲劳载荷作用下的失效机制. Montesano 等^[10]对三维树脂基编织复合材料进行了室温和高温下的静态与疲劳试验,并借助无损检测技术和 SEM 方法对两种试验条

件下的试件损伤演化过程进行试验研究.

国内由于工艺水平的限制,耐高温树脂的出现相对较晚,加之缺乏配套的高温测试设备,导致国内对高温力学性能影响的研究相对滞后. 国内目前可以应用于高温环境下的耐高温树脂主要有:环氧树脂(150 °C 稳定工作)、双马树脂(200~250 °C)和耐温可达 300 °C 以上的聚酰亚胺树脂. 冯青等^[11](温度为 70 °C)、李晔等^[12](温度为 130 °C)研究了温度对环氧复合材料层合板拉伸及剪切强度的影响. 赵渠森等^[13-15]对双马树脂(QY8911)进行了研究,分别介绍了双马树脂的 5 种改型树脂的应用领域及考虑温度下的部分性能,其中,QY8911-IV 树脂在一定温度下呈现很好的流动性,适用于 RTM(resin transfer molding)成型. 隋晓东等^[16]研究了高温(150 °C)老化对碳纤维双马树脂弯曲强度的影响,得到了在高温老化的初期,弯曲强度由于后固化交联反应而升高的现象. 张勇波等^[17]研究了 CCF300/QY8911 单向复合材料室温下的压缩性能. 崔海坡等^[18]通过试验的方法研究了 T300/BMP316 复合材料层合板室温下的压缩性能. 包建文等^[19]、杨士勇等^[20]总结了耐高温聚酰亚胺树脂基复合材料的研究进展,并介绍了我国军用发动机中耐高温聚酰亚胺(BMP)树脂基复合材料的应用现状及成型过程.

由于本文研究的材料针对某型号发动机机匣部件,其工作环境约 150~200℃且无湿度影响,另外,考虑到双马来酰亚胺树脂基复合材料易于高温 RTM 成型,可合成双马来酰亚胺树脂基编织复合材料且成本较低.因此,本文将开展双马来酰亚胺树脂及其复合材料在考虑温度下的试验研究.目前,针对双马来酰亚胺树脂基复合材料开展高温力学性能研究的文献虽有介绍,但仍然不全面,主要的问题有:以往的研究大多针对高温强度性能,而对此材料在高温条件下模量性能的研究还不够充分;结合断口分析研究材料在不同温度下的失效机制;针对双马来酰亚胺树脂浇注体进行高温下的试验研究还不多见.

综上,本文首先开展双马来酰亚胺(QY8911-IV)树脂浇注体在不同温度下的试验研究,并对碳纤维双马来酰亚胺树脂基复合材料(T300/QY8911-IV)在不同温度下的纵向、横向及面内剪切静态力学性能开展试验研究,最后对材料在不同温度下的断口进行研究.本文可为后续进一步研究双马来酰亚胺树脂基编织复合材料提供数据支持.

1 试验材料及方法

1.1 试验材料和试验件制备

本文研究的试件材料为双马来酰亚胺树脂(QY8911-IV)及双马来酰亚胺树脂基复合材料(T300/QY8911-IV)层合板,该材料是由北京航空工程研究所采用高温 RTM 工艺固化成型.对于树脂浇注体试件,采用小吨位试验机,其上下夹头通有经空调冷却的冷却水,使得夹头温度较低,固树脂浇注体试样直接采用超强环氧结构胶WD-3620(耐温上限 120℃);对于层合板试件,为防止高温条件下,由于高温胶剪切强度不足导致的加强片滑脱现象,本文材料的加强片采用二次固化方法粘贴于试件两端.树脂浇注体试件尺寸按 GBT 2567-2008 树脂浇注体试验方法设计,见图 1(a)、图 1(b)所示.层板试验件的层数及铺层顺序分别为 $[0]_8$ 、 $[90]_8$ 和 $[45/-45]_{2s}$,相应尺寸的设计长度与宽度分别为 300 mm×12.5 mm, 300 mm×25 mm 和 300 mm×25 mm,由于 RTM 工艺的影响,不同试件的厚度不同,对于纵向与横向试验件厚度为 1.59 ± 0.02 mm,对于剪切试验件,由于与纵向、横向试验件取自不同的板件,因此厚度略大,为 1.88 ± 0.02 mm,试验件示意图见图 2.

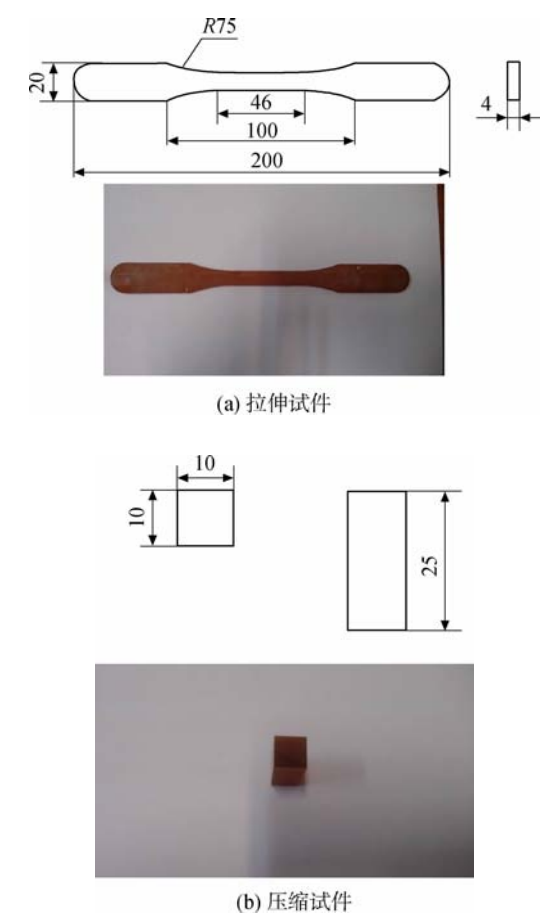
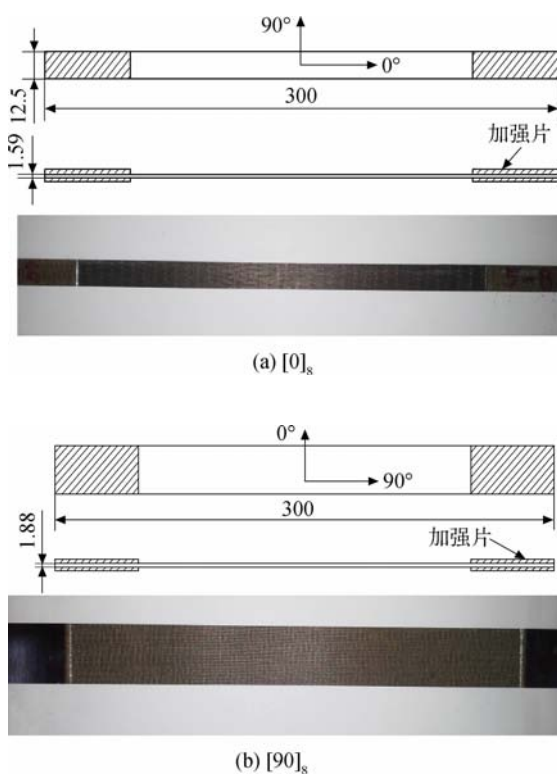


图 1 树脂浇注体试件示意图(单位:mm)
Fig. 1 Photographs of resin casting body (unit:mm)



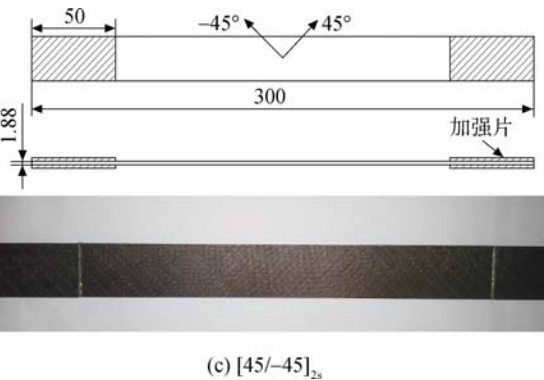


图 2 试验件图片(单位:mm)
Fig. 2 Photographs of specimen (unit:mm)

层板试验件的体积分数测试方法为:首先测定 8 层纯纤维单向布的质量 m_1 ,之后测定注胶后复合材料板的总质量 m_2 ,采用式(1)得到 $[0]_8$ 和 $[90]_8$ (取自同一块板)及 $[45/-45]_{2s}$ 层板的平均体积分数见表 1.

$$\varphi_f = \frac{m_1/\rho_f}{m_1/\rho_f + (m_2 - m_1)/\rho_m} \times 100\% \quad (1)$$

式中 ρ_f, ρ_m 分别为室温下纤维与树脂的密度,其值分别为 1.76,1.25 g/cm³;对于 $[0]_8$ 和 $[90]_8$ 层板的 m_1, m_2 为 488,976 g,对于 $[45/-45]_{2s}$ 层板的 m_2 为 947 g.

表 1 复合材料层合板体积分数

Table 1 Volume fraction of composites laminates

Types of composites laminates	Volume fraction/%
$[0]_8$	41.53
$[90]_8$	41.53
$[45/-45]_{2s}$	43.02

1.2 试验仪器

树脂浇注体静拉伸、压缩试验在清华大学 Instron8874 试验机(力传感器最大量程为 25 kN)上完成,高温引伸计为 Epsilon3548. 层合试验件均在南京航空航天大学 MTS-809 试验机上完成,高温炉及引伸计分别采用 MTS 专用高温炉 653 和高温引伸计 632.53F-11,如图 3 所示. 扫描电镜及光学纤维镜的型号分别为 JSM-6360LV(Japan)和 HIROX(Japan).

1.3 试验方法

对于树脂浇注体拉伸及层板试验件:首先执行升温程序(采用力控制,30 min),随后保温一段时间(60 min),最后调用静态拉伸程序,采用位移

控制方式,完成不同温度环境下树脂浇注体及其复合材料纵向、横向拉伸及面内剪切静态力学性

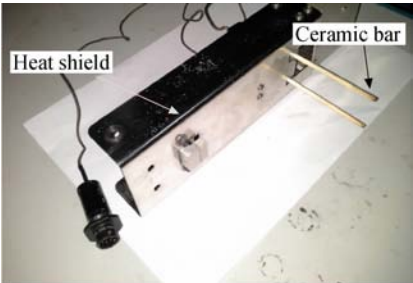
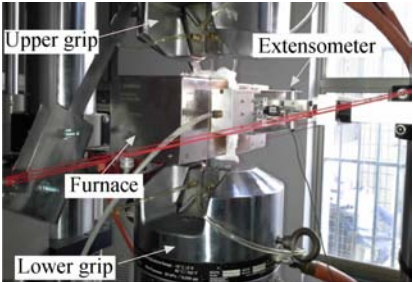


图 3 试验仪器图片

Fig. 3 Photographs of the experimental equipment

能试验(参照标准为 GB/T3354-1999^[21]);对于树脂浇注体压缩试验件:由于试件比较短,因而,借助采用两个截面相同的圆棒,伸入高温炉中,采用位移控制方式进行压缩试验(参照标准为 GB/T2567-2008^[22])

2 结果与讨论

2.1 考虑温度下树脂浇注体试验结果及讨论

2.1.1 考虑温度下树脂浇注体拉伸试验结果

图 4 和表 2 分别给出了不同温度(20,160,200℃)下双马树脂浇注体纵向拉伸载荷-位移曲线及相应试验结果数据。

从图 4 结果可以看出温度对树脂性能影响较大,载荷-位移曲线的非线性增强,峰值载荷显著下降。从表 2 可知,温度从 20℃升至 160℃时,强度均值相对 20℃降幅为 44.71%,继续升温至

200℃,强度均值又下降了 36.84%(相对160℃)。

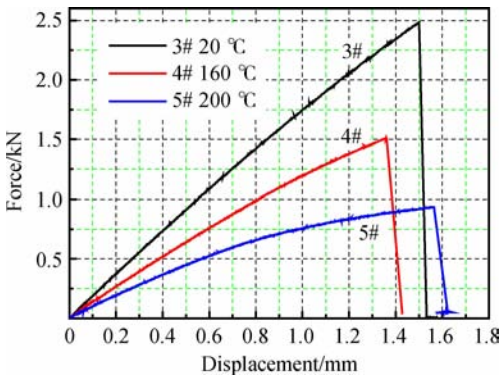


图 4 不同温度下典型树脂浇注体拉伸载荷-位移曲线(编号与表 2 对应)

Fig. 4 Tensile load-displacement curve of typical resin casting body at various temperatures (numbered in the same order in Table 2)

表 2 树脂浇注体拉伸试验结果

Table 2 Results of the tensile test for resin casting body

No.	Temperature/℃	Stiffness/GPa	Average stiffness/GPa	Loads/kN	Average loads/kN	Strength/MPa	Average strength/MPa
1#	20	3.95	4.16	2.56	2.76	49.51	68.44
2#		4.52		3.23		63.86	
3#		4.02		2.48		79.46	
4#	160	2.84	2.84	1.51	1.51	37.84	37.84
5#	200	1.98	1.96	0.94	0.96	22.18	23.90
6#		1.93		0.98		25.62	

图 5 给出了树脂拉伸破坏试件照片。从图 5 可以看出所有拉伸试件均段在中部,表明试验数据有效。另外,断口表面均比较光滑,为典型脆性破坏断口形貌,揭示了载荷-位移曲线突然下降的原因。

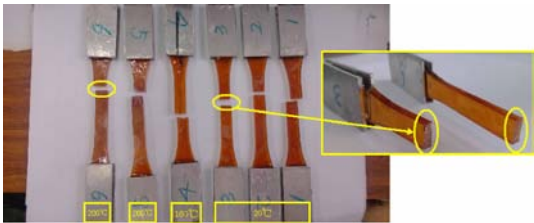


图 5 不同温度下树脂浇注体拉伸破坏照片

Fig. 5 Tensile failure photographs of resin casting body at various temperatures

2.1.2 考虑温度下树脂浇注体压缩试验结果

图 6 和表 3 分别给出了不同温度(20,160,200℃)下双马树脂浇注体压缩载荷-位移曲线及相应试验结果数据。

从图 6 中可以看出随着温度的增加,压缩试件载荷-位移曲线斜率减小,峰值载荷下降,与拉伸试件载荷-位移曲线不同的是,压缩试件的压缩载荷-位移曲线断裂伸长率显著增大,且温度越高断裂伸长率越大,另外,在高温温度环境中,曲线出现类似金属的“强化”现象。为了探究这一现象的原因,图 7 给出了压缩试件断口形貌。

由图 7 可以看出,试件在压缩过程中,并不是逐渐被压扁,而是在变短的过程中,发生了相对旋转,出现图 6 曲线变化的原因可能为:对于 20℃压缩试件,试件不会受温度的影响而发生一定程

度的软化,试样的变形程度不大,因此,在顶盘下移过程中,压力逐渐增大,曲线呈非线性增长,最终在试件根部出现脆性裂纹,载荷突然下降;对于高温试验件,由于温度的作用,使得纯树脂在压缩载荷作用下的软化现象加剧,并且出现被压短、旋转的现象,但由于温度的作用降低了树脂的脆性,使得随着压缩位移的增大,压缩载荷出现了持平或缓慢下降的现象,当树脂浇注体被压缩到一定程度后,由于浇注体内部结构排列紧密,对顶盘的支反力又会增加,使得压缩载荷在一定程度上逐渐增加,最终破坏时可听到树脂碾压破坏声。

表 3 给出了树脂浇注体压缩性能,从表 3 中可知双马树脂拉伸性能与压缩性能不一致,其压缩强度要明显高于拉伸强度。相对于 20℃,160℃

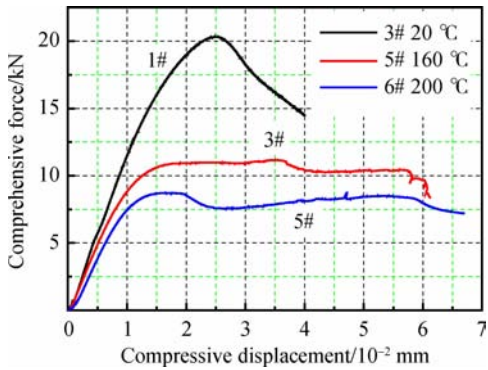


图 6 不同温度下典型树脂浇注体压缩载荷-位移曲线(编号与表 3 对应)

Fig. 6 Compression load-displacement curve of typical resin casting body at various temperatures (numbered in the same order in Table 3)

表 3 树脂浇注体压缩试验结果
Table 3 Results of the compression test for resin casting body

No.	Temperature/℃	Stiffness/ GPa	Average stiffness/GPa	Loads/kN	Average loads/kN	Strength/ MPa	Average strength/MPa
1#	20	3.38	3.45	20.32	20.04	199.25	197.29
2#		3.50		18.98		189.48	
3#		3.47		20.82		203.13	
4#		2.44		11.19		110.02	
5#	160	2.62	2.53	11.15	11.17	109.36	109.69
6#	200	2.30	2.30	8.74	20.04	85.22	197.29

时平均压缩模量下降了 26.67%、强度下降了 43.24%,200℃时压缩模量均值与强度均值又分别下降了 9.09%和 23.90%(相对 160℃)。



图 7 不同温度下树脂浇注体压缩破坏照片

Fig. 7 Compressive failure photographs of resin casting body at various temperatures

2.2 考虑温度下 T300/QY8911-Ⅳ纵向拉伸试验结果及断口分析

2.2.1 纵向拉伸试验结果

图 8 和表 4 分别给出了不同温度(20,160,

200,260℃及 300℃)下 T300/QY8911-Ⅳ纵向拉伸应力-应变曲线及相应试验结果数据。从图 8 可看出,不同温度下试件的纵向拉伸应力-应变曲线均不存在屈服现象,且曲线斜率在前期出现增加现象,之后随载荷的增加呈直线上升,直至断裂。另外,7#、8#试件的应力-应变曲线出现了水平段,这可能是由于在高温环境下(温度均已超过树脂玻璃化温度),对于较低的应力水平,树脂基体发生了软化,导致树脂发生了滑移,造成局部应力释放,使得引伸计在较低的应力水平下发生了滑动。从表 4 数据中可以发现,在 200℃范围内,材料的纵向强度随温度的升高出现波动,最大变化幅度为 2.53%(相对于 20℃时模量均值),当温度升至 260℃时,材料的纵向强度下降了 8.84%(相对于 20℃时强度均值),当温度进一步升至 300℃时,纵向强度降低到 20℃时强度的 87.42%,强度的降低可能是由于温度过高,使得树脂基体逐渐失效,失去在纤维间传递载荷的能力,这一点可以

也可以通过后续断口看出,即在高温下材料出现“劈断”、“散束”断裂。

综上,本文认为在 20℃(室温)至 200℃范围内,材料的纵向拉伸模量与强度不随温度变化(此结果与文献[1]对 T300/976 单向复合材料层合板测试结果一致),但当温度超过树脂玻璃化温度(见图 9)后,纵向强度明显下降。

2.2.2 考虑温度下 T300/QY8911-Ⅳ纵向拉伸
试验件断口分析与损伤机制研究

图 9 和图 10 分别给出了采用三点弯曲法测定的双马树脂 DMA 曲线图和采用显微设备(相机、光学显微镜 HIROX 和电子显微镜 JS M-6360LV)拍摄的材料断口微观形貌照片。从断口宏观照片来看,断裂位置在试件的中部,且随着温

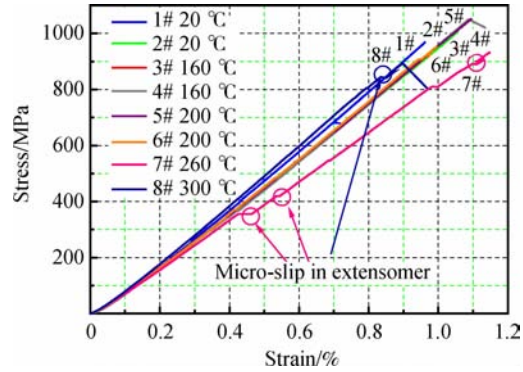


图 8 不同温度下 T300/QY8911-Ⅳ拉伸应力-应变
曲线(数据见表 4)

Fig. 8 Tensional stress-strain curve of T300/QY8911-Ⅳ
at various temperatures
(the data in Table 4)

表 4 纵向拉伸试验结果

Table 4 Results of the longitudinal tension test

No.	Temperature/℃	Stiffness/ GPa	Average stiffness/GPa	Strength/ MPa	Average strength/MPa
1 #	20	102.12	98.11	967.78	1 021.61
2 #		94.10		1 057.44	
3 #		95.62		941.29	
4 #	160	95.12	95.37	1 050.20	995.75
5 #		95.38		1 051.20	
6 #		95.29		951.91	
7 #	200	95.38	95.34	1 051.20	1 001.56
6 #		95.29		951.91	
7 #	260	89.76	89.76	931.35	931.35
8 #	300	104.75	104.75	893.14	893.14

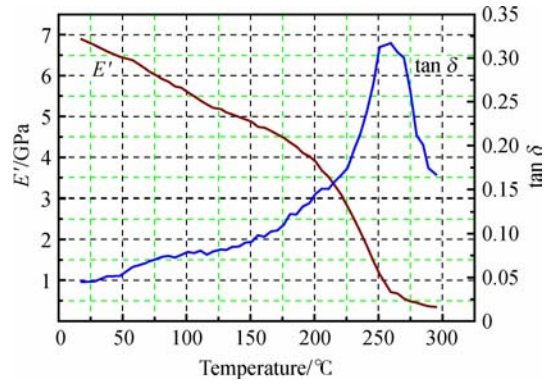


图 9 双马树脂 DMA 曲线

Fig. 9 DMA curve of QY8911-Ⅳ

度升高,材料断口的分层现象越严重(见图 10 断口侧面照片),这表明树脂的性能受温度的影响较大。另外,从图 10 可以看到,在 200℃以内断口侧面无树脂变质现象,当温度升至 260℃时,断口侧

面发现了比较多的胶状半球形包裹(图 10,7 #),这意味着树脂基体已发生变质。

从扫描电镜照片来看,在 160℃下材料的断口平齐,且断口附近很少能看见纤维被拔出,当温度达 200℃后,断口的分层程度明显增加,但纤维拔出现象仍不明显,说明在 200℃高温环境以下,树脂与纤维的结合能力仅有所下降但仍然可以传递载荷。当温度升高至 260℃时,材料断口不但分层现象明显且存在被拔出的纤维。结合图 4 数据分析,此现象产生的可能原因为:QY8911-Ⅳ树脂的玻璃转化温度 t_g 为 259.6℃,且随着温度的升高,材料的性能在一定温度范围内($\leq 200^\circ\text{C}$)缓慢下降,在温度超过 200℃后,材料的性能下降明显,图 10 断口照片发现,在 20℃下材料的断口分层不明显,随着温度的升高,断口分层现象趋于严重,当温度达到 260℃时,材料断口的侧面已经有

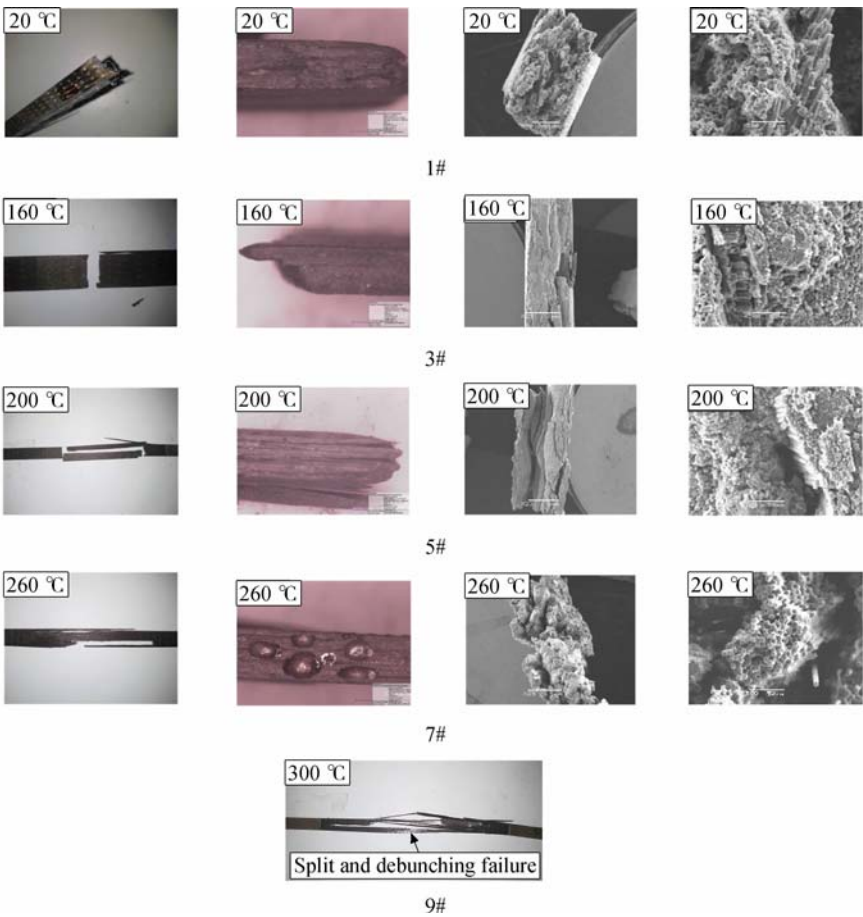


图 10 不同温度下纵向拉伸试件断口照片

Fig. 10 Photograph of fracture surface at various temperatures

树脂出现变质现象,且伴随有严重的分层破坏和纤维拔出破坏的迹象,在 300 °C 时,材料的破坏更加严重,“劈断”、“散束”破坏更加明显,这些试件的断口损伤情况恰好与 DMA 数据中测定的双马来酰亚胺基复合材料的应用温度要在 20~200 °C 左右,此结果可为今后研究更为复杂的三维编织结构提供借鉴意义。

通过以上分析可知:在 20~200 °C 范围内,纤维束周围附着有大量基体,说明树脂与纤维界面结合能力受温度的影响不严重,且断口呈现大量纤维拉伸断裂,这是导致纵向拉伸试件不会出现屈服现象的主要原因。另外,不同温度下的应力-应变曲线斜率在初始阶段出现均出现上升现象,这可能的原因有:①高温环境使得树脂变软,使得纤维变得更加平直,导致曲线初始斜率增加;②由于纤维与基体热膨胀系数差距较大,导致在高温固化成型后,复合材料内部存在热应力,而温度的升高使得初始残余热应力得到一定程度的抵消,

进而导致曲线初始模量升高现象;③由于引伸计的装夹方式是顶到试件上(见图 2 所示),且试件比较长(300 mm),试件可能会被引伸计顶弯,因此造成曲线斜率增大。为了探索产生这一现象的根本原因,本文进行如下分析:针对假设①,因试件 1#(图 8 所示)在 20 °C 下的拉伸应力-应变曲线也有初始斜率升高的现象,所以可以排除由温度导致树脂变软,进而曲线出现斜率上升的假设;对假设②,由于此复合材料的成型温度在 80~120 °C 之间,当温度升高至 200 °C 或者更高时,应该不会再出现斜率增大的现象,但观察 5#,6# 及 7# 试件的应力-应变曲线(见图 8),仍然存在斜率上升的现象,因此第 2 种假设也不成立;对于假设③,本文认为是成立的。一方面因为在不同温度下材料的应力-应变曲线均出现此现象,说明温度条件不是导致斜率上升的原因;另一方面,在 260 °C 时材料的应力-应变曲线仍然呈直线,说明材料的力学性能又比较稳定,因此,引伸计顶弯试件导致初始阶段斜率上升的假设成立。考虑到这

一点,本文选取曲线斜率上升段后的点计算材料在不同温度下的模量.

2.3 考虑温度环境下 T300/QY8911-Ⅳ 横向静态拉伸试验结果与分析

2.3.1 不同温度下 T300/QY8911-Ⅳ 横向拉伸试验结果

在横向拉伸试验过程中,均没有听到明显的纤维断裂声.图 11 给出了不同温度下复合材料层合板横向拉伸应力-应变曲线.由图 11 可知:温度对材料的横向性能影响显著,随着温度的升高,典型试件的模量、强度性能均下降,材料的断裂应变显著增加(如图 12 所示).另外,试件的横向拉伸应力-应变曲线均存在明显的非线性特征,且温度越高,曲线的非线性越明显.表 5 定量给出了横向拉伸试验结果(1#,3#,5# 数据与图 6 曲线对应).从表 5 可知:相对 20℃时,160℃下试件的模量均值下降了 32.96%,强度下降了 15.83%;当温度达 200℃时,材料性能继续下降(相对 160℃均值),其中模量均值降幅为 25.11%,强度降幅为 14.55%.

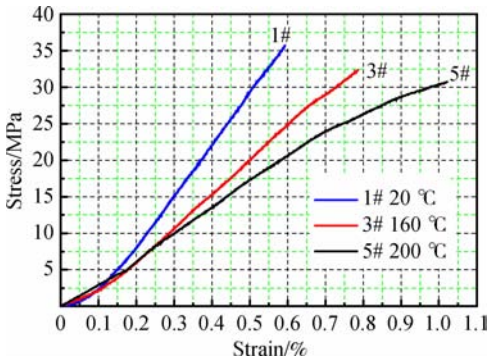


图 11 横向拉伸试件应力-应变曲线(数据见表 5)
Fig. 11 Stress-strain curve of the transverse tensile specimens (the data in Table 5)

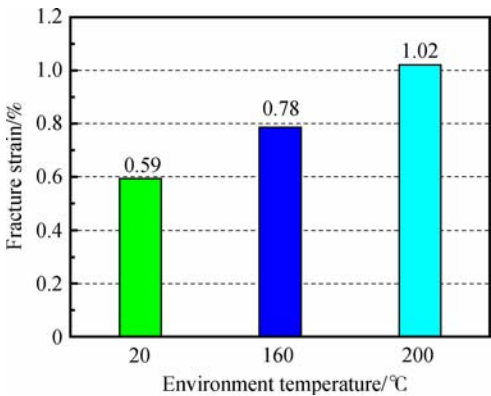


图 12 断裂延伸率随温度变化柱状图
Fig. 12 Bar chart of fracture elongation vs. environment temperature

2.3.2 考虑温度下 T300/QY8911-Ⅳ 横向拉伸试验件断口分析与损伤机制研究

图 13 给出了不同温度下试件的横向拉伸断口照片.从图中可以看出,不同温度下试验件的断口相近,均比较平齐,且断口没有出现明显的分层现象和紧缩现象,表明材料的断裂形式为脆性断裂.图 14 仅仅给出了 20℃下断口扫描电镜照片(其他温度下的断口微观形貌与 20℃下相近).从图 14 中可以看出 20℃下试件断口表面被大量树脂基体包络,且从图 14(b)可以看到断口出现了“条纹状”结构,这说明随着载荷的增加,树脂基体逐渐出现损伤,且无明显纤维断裂痕迹,因此可以推断出材料横向拉伸破坏机制是由于树脂破坏所导致材料失效,因此是树脂控制失效.

另外,通过图 13~图 14 断口分析可知:尽管不同温度下试件的断口形貌相似,但温度对树脂基体已经产生了很大的影响,这一点可以从应力-应变曲线的非线性及材料横向性能的下降看出(见图 11),即这种影响主要体现在温度使树脂逐渐失效,材料的模量、强度下降.

表 5 横向拉伸试验结果

Table 5 Results of the transverse tensile experiment

No.	Temperature/℃	Stiffness/ GPa	Average stiffness/GPa	Strength/MPa	Average strength/MPa
1#	20	7.19	7.07	35.68	38.46
2#		6.94		41.24	
3#		4.71		32.35	
4#	160	4.76	4.74	32.39	32.37
5#		3.59		30.71	
6#	200	3.50	3.55	24.60	27.66

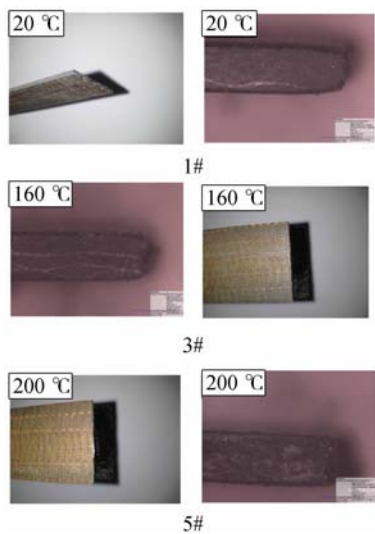


图 13 不同温度下横向拉伸试验件断口形貌
(相机和光学显微镜拍摄)

Fig. 13 Fracture photographs of the transverse tensile specimen at various temperatures (shot by camera and optical microscopy)

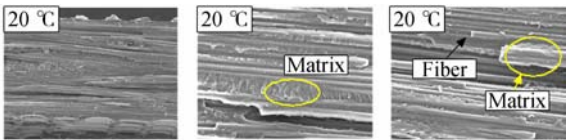


图 14 20 °C下横向拉伸试件断口照片
(采用电子显微镜拍摄)

Fig. 14 Photographs of fracture surface in transverse tensile specimen (at 20 °C)(shot by electron microscope)

2.4 考虑温度环境 T300/QY8911-Ⅳ 下面内剪切试验结果与分析

2.4.1 不同温度下 T300/QY8911-Ⅳ 面内剪切试验结果

在试验的过程中,前期及中期没有听到纤维断裂的声音,而在材料快接近断裂失效时,可以听到碾碎开裂声.图 15 给出了不同温度下典型面内剪切试件应力-应变曲线(编号与表 6 中数据编号对应).从图中可以看出,材料的应力-应变曲线存在明显的非线性特征.随着温度的升高,材料的模量与强度均明显下降,断裂应变显著升高,另外,对于 9 号(此试件试验温度超过树脂基体玻璃转化温度),材料的性能呈现明显下降,这主要归因于树脂基体性能的下降.表 6 定量给出了不同

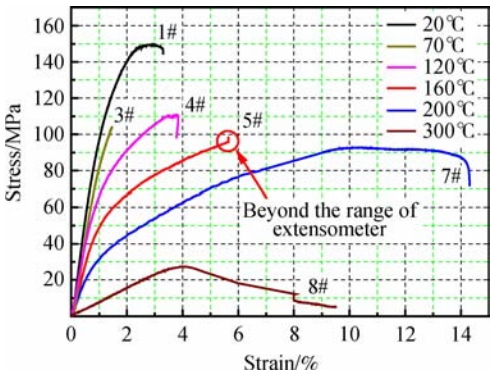


图 15 面内剪切试件应力-应变曲线(数据见表 6)
Fig. 15 Stress-strain curve of the in-plane shear specimens (the data in Table 6)

表 6 面内剪切试验结果
Table 6 Results of the in-plane shear experiment

No.	Temperature/°C	Stiffness/ GPa	Average stiffness/GPa	Strength/ MPa	Average strength/MPa
1 #	20	12.17	12.12	149.44	149.45
2 #		12.07		149.45	
3 #		10.43		134.16	
4 #	120	8.53	8.53	110.72	110.72
5 #	160	7.02	7.12	105.74	103.18
6 #		7.21		100.61	
7 #		4.40		88.72	
8 #	200	4.38	4.39	84.71	86.72
9 #	300	0.81	0.81	27.39	27.39

温度下材料面内剪切试验结果.从表 6 可知,相对于 20 ℃,160 ℃ 时试件的模量均值下降了 41.25%,强度下降了 30.96%;当温度升高至 200 ℃ 时,材料性能进一步降低,相对 160 ℃ 均值,模量降幅为 38.34%,强度降幅为 15.95%,当温度达到 300 ℃ 时,材料的模量仅为 20 ℃ 下的 6.68%,强度仅为 20 ℃ 下的 18.27%,可见材料的模量与强度受高温的影响比较明显,特别是当温度超过树脂基体玻璃化温度后,性能下降程度更加明显.

2.4.2 考虑温度下 T300/QY8911-Ⅳ 面内剪切
试验件断口分析与损伤机制研究

图 16 给出了不同温度(20,160,200 ℃ 和 300 ℃)下材料断口照片.从图 16 可以看出,不同温度下,材料的断裂方向均相沿对与轴向呈 45° 方向断裂,且断口呈现明显的分层现象,说明大量纤维被剪断、拔出,且在 300 ℃ 环境下,材料断口出现明显树脂损坏,通过树脂基体 DMA 曲线可知,此温度已经远远高于树脂转化温度,因此,树脂基体大量破坏.另外,从图 16 给出的试件侧面断口照片可以更清楚的看到随着温度升高材料的分层损伤逐渐加剧,温度的升高使得树脂与纤维的结合能力下降,树脂的传力能力下降,因而,造成材料

的力学性能随温度升高而下降.由于不同温度条件下,材料的断口均表现为严重的分层破坏,使得断口取样非常困难(取样过小会造成样件直接分层散开,取样过大无法放入扫描电镜中),且考虑到不同温度下材料面内剪切断口相近,因此,仅给出室温典型面内剪切试件断口电镜图片,如图 17 所示.通过微观形貌分析,面内剪切断口存在大量的分层损伤及纤维拔出损伤失效的形式,另外,当温度达 300 ℃ 材料断口侧面存在大量树脂基体失效.

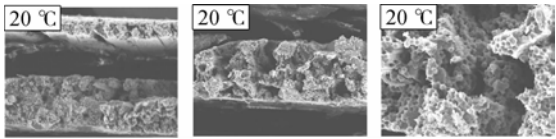


图 17 20 ℃ 温度下面内剪切试件断口形貌
(电子显微镜拍摄)

Fig. 17 Microscopic fracture photographs of specimen at 20 ℃
(shot by electron microscope)

3 结 论

本文针对 QY8911-Ⅳ 纯树脂浇注体及 T300/QY8911-Ⅳ 树脂基复合材料进行了不同温度环境下的静力学试验,并深入研究了各种载荷及温度条件下试件的断口形貌和相应的损伤机制,具体得到如下结论:

1) 纯树脂浇注体拉伸、压缩性能受温度影响较大.对于拉伸性能,当温度从 20 ℃ 升至 160 ℃ 时,相对 20 ℃ 环境下,强度均值降幅为 44.71%,继续升温至 200 ℃,强度均值又下降了 36.84% (相对 160 ℃ 下均值),材料拉伸断口平整,表现为脆性破坏断口形貌;对于压缩性能,相对 20 ℃,160 ℃ 下压缩强度均值下降了 43.24%,200 ℃ 压缩强度均值又下降了 23.90% (相对 160 ℃ 下均值),材料压缩破坏断口形貌受温度影响而不同,在室温下,压缩后试件有轻微变短和扭转变形,试件表面有轻微裂纹,对于高温下,压缩后试件明显被压扁、发生扭转变形,且试件有明显的损伤.

2) 在 20 ~ 200 ℃ 范围内,单向 T300/QY8911-Ⅳ 树脂基复合材料层合板具有良好的纵向拉伸力学性能,应力-应变曲线除初始段略有增大外,呈直线增长至断裂,破坏方式为纤维控制破坏.按均值计算,模量最大波动 2.79%,强度最大波动 2.53%;当温度升至 260 ℃ 时,材料的模量与

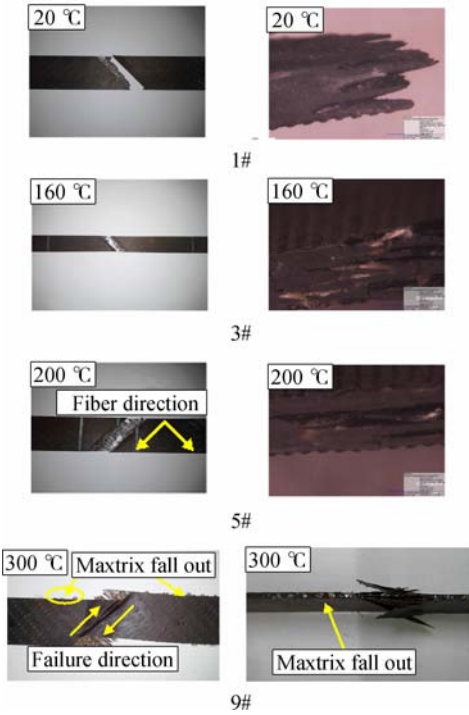


图 16 不同温度下面内剪切试验件断口形貌
Fig. 16 Fracture photographs of the in-plane shear specimen at various temperatures

强度均下降,相对 20℃,降幅分别达 5.85%,8.84%。当温度升高到 260℃时,树脂基体受温度影响严重,导致性能下降,断口处存在分层与纤维拔出破坏现象。

3) 在 20~200℃,横向拉伸及面内剪切试件性能受温度的影响明显。总体上看,材料性能均随温度的升高而显著下降。与 20℃相比,160℃时,横向拉伸试件的模量均值下降了 32.96%,强度下降 15.83%,面内剪切试件的模量均值下降了 41.25%,强度下降了 30.96%;200℃时,相对于 160℃均值,材料性能继续下降,其中横向拉伸试件的模量均值进一步下降了 25.11%,强度下降了 14.55%,面内剪切试件的模量均值下降了 38.34%,强度下降了 15.95%;300℃时,材料的模量及强度仅为 20℃时的 6.68%和 18.27%。从试件断口形貌上可以看到:对横向拉伸试件,断口主要表现为树脂破坏,而对于面内剪切试件,断口处出现的主要损伤形式为界面分层破坏及纤维拉伸破坏,而在 300℃时,面内剪切试件断口侧面出现大量树脂失效损伤。

致谢:

本文试验得到了北京航空制造工程研究所阳晓辉、黄蜂、侯艳红以及清华大学华心老师的热心帮助,在此予以感谢。

参考文献:

[1] Kawai M, Yajima S, Hachinohe A, et al. Off-axis fatigue behavior of unidirectional carbon fiber-reinforced composites at room and high temperatures[J]. Journal of Composite Materials, 2001, 35(7): 545-576.

[2] Ming H R, Yu C T, Huang K K H J. Fatigue response of APC-2 composite laminates at elevated temperatures[J]. Composites: Part B Engineering, 2008, 39(7/8): 1142-1146.

[3] Rupnowski P, Gentz M, Kumosa M. Mechanical response of a unidirectional graphite fiber/polyimide composite as a function of temperature[J]. Composites Science and Technology, 2006, 66(7): 1045-1055.

[4] Ha S K, Springer G S. Nonlinear elastic properties of organic matrix composites at elevated temperatures[J]. Journal of Engineering Materials and Technology, 1988, 110(2): 124-127.

[5] Ha S K, Springer G S. Nonlinear mechanical properties of a thermoset matrix composite at elevated temperatures[J]. Journal of Composite Materials, 1989, 23(11): 1130-1158.

[6] Odegard G, Kumosa M. Determination of shear strength of unidirectional composite materials with the Iosipescu and 10° off-axis shear tests[J]. Composites Science and Technology, 2000, 60(16): 2917-2943.

[7] Odegard G, Kumosa M. Elastic-plastic and failure properties of a unidirectional carbon/PMR-15 composite at room and elevated temperatures [J]. Composites Science and Technology, 2000, 60(16): 2979-2988.

[8] Vieille B, Taleb L. About the influence of temperature and matrix ductility on the behavior of carbon woven-ply PPS or epoxy laminates: notched and unnotched laminates[J]. Composites Science and Technology, 2011, 71(7): 998-1007.

[9] Selezneva M, Montesano J, Fawaz Z. Microscale experimental investigation of failure mechanisms in off-axis woven laminates at elevated temperatures[J]. Composites: Part A Applied Science and Manufacturing, 2011, 42(11): 1756-1763.

[10] Montesano J, Fawaz Z, Poon C. A microscopic investigation of failure mechanisms in a triaxially braided polyimide composite at room and elevated temperatures[J]. Materials & Design, 2014, 53(1): 1026-1036.

[11] 冯青, 李敏, 顾轶卓, 等. 不同湿热条件下碳纤维/环氧复合材料湿热性能实验研究[J]. 复合材料学报, 2010, 27(6): 16-20.

FENG Qing, LI Min, GU Yizhuo, et al. Experimental research on hygrothermal properties of carbon fiber/epoxy resin composite under different hygrothermal conditions [J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2010, 27(6): 16-20. (in Chinese)

[12] 李晔, 钟翔屿, 崔郁, 等. CF3052/5284RTM 复合材料湿热性能[J]. 宇航材料工艺, 2010(4): 84-87.

LI Ye, ZHONG Xiangyu, CUI Yu, et al. Hygrothermal properties of CF3052/5284RTM carbon fiber fabric composites[J]. Aerospace Materials & Technology, 2010(4): 84-87. (in Chinese)

[13] 赵渠森. QY8911 树脂系列及其工程应用[J]. 工程塑料应用, 1995, 23(1): 1-8.

ZHAO Qusen. QY8911 BMI series resin and its engineering application[J]. Engineering Plastics Application, 1995, 23(1): 1-8. (in Chinese)

[14] 赵渠森. 先进复合材料手册[M]. 北京: 机械工业出版社, 2003.

[15] 赵渠森. 双马来酰亚胺树脂和复合材料低成本[J]. 材料导报, 2001, 15(10): 2-5.

ZHAO Qusen. BMI resin system and affordable composite [J]. Materials Review, 2001, 15(10): 2-5. (in Chinese)

[16] 隋晓东, 梁成利, 刘文博, 等. 高温老化对碳纤维增强双马来酰亚胺树脂基复合材料力学性能的影响研究[J]. 纤维复合材料, 2011, 21(1): 21-23.

SUI Xiaodong, LIANG Chengli, LIU Wenbo, et al. Effect of thermal-aging on the mechanical properties of carbon fiber reinforced bis-maleimide composite material[J]. Fiber Composites, 2011, 21(1): 21-23. (in Chinese)

[17] 张勇波, 傅惠民, 王治华. CCF300/QY8911 单向纤维增强复合材料纵向压缩性能预测[J]. 航空动力学报, 2013, 28(6): 1231-1235.

ZHANG Yongbo, FU Huimin, WANG Zhihua. Compressive strength prediction of CCF300/QY8911 unidirectional fiber reinforced composites[J]. Journal of Aerospace Power, 2013, 28(6): 1231-1235. (in Chinese)

[18] 崔海坡, 温卫东. T300/BMP316 层合板冲击后压缩强度试验[J]. 航空动力学报, 2008, 23(11): 2001-2006.

CUI Haipo, WEN Weidong. Post-impact compressive strength experiment of T300/BMP316 composite laminates[J]. Journal of Aerospace Power, 2008, 23(11): 2001-2006. (in Chinese)

[19] 包建文, 陈祥宝. 发动机用耐高温聚酰亚胺树脂基复合材料的研究进展[J]. 航空材料学报, 2012, 32(6): 1-13.

BAO Jianwen, CHEN Xiangbao. Study on hygrothermal properties of 5284/T300 composites[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2012, 32(6): 1-13. (in Chinese)

[20] 杨士勇, 高生强, 胡爱军, 等. 耐高温聚酰亚胺树脂及其复合材料的研究进展[J]. 宇航材料工艺, 2000(1): 1-6.

YANG Shiyong, GAO Shengqiang, HU Aijun, et al. Progress in high temperature polyimide matrix resins and carbon fiber reinforced composites[J]. Aerospace Materials & Technology, 2000(1): 1-6. (in Chinese)

[21] 国家质量技术监督局. GB/T 3354-1999 定向纤维增强塑料拉伸性能试验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1999.

The State Bureau of Quality and Technical Supervision. GB/T 3354-1999 Test method for tensile properties of oriented fiber reinforced plastics[S]. Beijing: Standards Press of China, 1999. (in Chinese)

[22] 国家质量监督检验检疫总局. GB/T 2567-2008 树脂浇注体性能试验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

General Administration of Quality Supervision Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. GB/T 2567-2008 Test methods for properties of resin casting body[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008. (in Chinese)

(编辑: 秦理曼)