

**Механика материалов:
прочность, ресурс, безопасность****Materials mechanics: strength,
durability, safety**DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2023-89-1-46-55>**ОПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОЦЕНКИ ДЕГРАДАЦИИ СВОЙСТВ
ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ, АРМИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫМИ
ВОЛОКНАМИ, ПРИ ЦИКЛИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ**

© Сергей Викторович Панин^{1,2*}, Алексей Алексеевич Богданов^{1,2},
Павел Степанович Любутин¹, Александр Вячеславович Еремин^{1,2},
Дмитрий Геннадьевич Буслович¹, Антон Викторович Бяков¹,
Иван Сергеевич Шилько³

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Россия, 634055, г. Томск, просп. Академический, д. 2/4;
*e-mail: svp@ispms.ru

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, 634050, г. Томск, просп. Ленина, д. 30.

³ Институт механики металлополимерных систем им. В. А. Белого НАН Б, Беларусь, 246050, г. Гомель, ул. Кирова, д. 32, а.

*Статья поступила 18 апреля 2022 г. Поступила после доработки 26 мая 2022 г.
Принята к публикации 28 июня 2022 г.*

Цель работы — изучение процесса усталости в композитах на основе полиимида, армированных коротким углеродным волокном. Для этого использованы параметры петель механического гистерезиса, такие как площадь петли, секущий и динамический модули, установленные в ходе циклических испытаний. Петли гистерезиса получены посредством разработанного аппаратно-программного комплекса, в основе которого лежит оптический метод определения деформации на основе корреляции цифровых изображений (DIC). Описаны методики расчета модулей и параметров петель механического гистерезиса. Представлены результаты их оценки, а также экспериментальные данные по усталостному поведению композитов на основе полиимида, армированных короткими углеродными волокнами. Показано, что важной количественной мерой, отражающей различия в усталостном поведении исследованных композитов, является величина потерь энергии на гистерезис. Для композита с карбонизированными волокнами потери за цикл составили 35 кДж/м^3 , тогда как для композита с графитизированными волокнами — 23 кДж/м^3 , что на 34 % меньше. При этом долговечность последнего была в ~ 40 раз ниже. В ходе циклических испытаний наблюдалось снижение как секущего модуля (до 11 %), так и динамического модуля (до 3,5 %). У композита с карбонизированными волокнами, обладающего большей долговечностью, снижение было в два раза больше. Таким образом, оценка петель механического гистерезиса по параметрам секущего и динамического модулей, а также площади, получаемая методом DIC, может быть эффективно использована для интерпретации отличия усталостных характеристик на стадии накопления рассеянных повреждений. Однако это не позволяет однозначно прогнозировать остаточную долговечность. Решение данной задачи требует проведения дальнейших системных исследований с использованием подходов механики разрушения.

Ключевые слова: метод корреляции цифровых изображений; петля гистерезиса; полимерный композит; циклическое нагружение; механические свойства; полиимид; углеродные волокна; адгезия.

**OPTICAL STRAIN MEASUREMENT TECHNIQUE FOR ESTIMATING
DEGRADATION OF THE PROPERTIES OF CARBON FIBER REINFORCED
POLYMER COMPOSITES UNDER CYCLIC LOADING**

© Sergey V. Panin^{1,2*}, Alexey A. Bogdanov^{1,2}, Pavel S. Lyubutin¹, Alexander V. Eremin^{1,2}, Dmitry G. Buslovich¹, Anton V. Byakov¹, Ivan S. Shil'ko³

¹ Institute of Strength Physics and Materials SB RAS, 2/4, Akademicheskii prosp., Tomsk, 634055, Russia;
*e-mail: svp@ispms.ru

² National Research Tomsk Polytechnic University, 30, prosp. Lenina, Tomsk, 634050, Russia.

³ Metal-Polymer Research Institute of National Academy of Sciences of Belarus, 32^a, ul. Kirova, Gomel, 246050, Belarus.

Received April 18, 2022. Revised May 26, 2022. Accepted June 28, 2022.

The goal of the study is the fatigue process in polyimide-based composites reinforced with short carbon fibers. Parameters of mechanical hysteresis loops such as the loop area, secant and dynamic moduli were used in the study. Hysteresis loops were constructed using the developed hardware and software system based on the optical method of strain measurements using a digital image correlation (DIC) technique. Methods for calculating the moduli and the parameters of mechanical hysteresis loops is considered. The results of their evaluation and the experimental data on the fatigue behavior of polyimide-based composites reinforced with short carbon fibers are presented. It is shown that an important quantitative measure of the differences in the fatigue behavior of the studied composites is the hysteresis induced energy loss. For a composite with carbonized fibers, the energy loss level per cycle is 35 kJ/m³, whereas for a composite with graphitized fibers it is 34% lower (23 kJ/m³). At the same time, the fatigue durability of the latter is ~40 times lower. A decrease both in the secant modulus (up to 11%) and the dynamic modulus (up to 3.5%) was observed in cyclic tests. However, the reduction was twice as much in a composite with carbonized fibers possessing a longer durability. Thus, the DIC-based estimation of mechanical hysteresis loops by the parameters of the secant and dynamic moduli, as well as the loop area can be successfully used to interpret the difference in the fatigue characteristics at the stage of scattered damage accumulation, whereas an unambiguous prediction of the residual life appeared impossible. The problem requires further systematic studying using approaches of the fracture mechanics.

Keywords: digital image correlation method; hysteresis loop; polymer composite; cyclic load; mechanical properties; polyimide; carbon fibers; adhesion.

Введение

Полимерные композиционные материалы (ПКМ), обладая рядом важных физико-механических характеристик, являются объектом пристальных исследований, в том числе с применением метода Digital Image correlation (DIC). В частности, авторы работ [1 – 4] изучали слоистые волоконно(тканю)-армированные полимерные композиты. Известно, что слоистые армированные ПКМ ориентированы на значительные нагрузки (что обусловлено высокими прочностными свойствами армирующих слоев), а их разрушение определяется существенным различием свойств слоев как на межфазных, так и на межслоевых границах раздела. Одновременно волоконно-армированные слоистые ПКМ (ламинаты) обладают крайне низкой пластичностью, что существенно ограничивает применимость для их исследований метода DIC. Основные публикации в этой области посвящены классификации повреждений, а также анализу полей деформаций на этапах, предшествующих разрушению [5 – 7].

В случае дисперсно-наполненных ПКМ материал матрицы составляет большую часть объема композита, а нагружение проводится при напряжениях, сопоставимых с ее прочностными свойствами. Поскольку полимерная матрица обладает способностью к пластическому деформированию, на диаграммах циклического нагружения наблюдаются петли механического гистерезиса [8]. Традиционно их регистрируют по данным силоизмерителя испытательной машины и датчика перемещения. Расчет параметров петель механического гистерезиса позволяет получить оценку, в частности, изменения модуля (жесткости) либо

развития поврежденности (по данным площади петель). Однако, как и в ламинатах, в дисперсно-наполненных ПКМ выявить и количественно охарактеризовать развитие локализации деформации не удается [9] вплоть до начала развития выраженных несплошностей (трещин) по полям деформаций.

Для контроля степени повреждения металлов применяют различные акустические и магнитные методы неразрушающего контроля [10], которые малоприменимы для подобных исследований полимерных дисперсно-наполненных композитов. Петли механического гистерезиса, характерные для циклического нагружения, могут менять свою форму и параметры в зависимости от структурного состояния материала, что позволяет использовать их для оценки развития повреждений. Площадь петель гистерезиса [11] и динамический модуль [12] использовали многие исследователи для анализа процессов, развивающихся в материалах при циклическом нагружении. Для оценки дефектности, формирующейся при усталостных испытаниях, большинство из них применяло величину снижения модуля, но не изменение площадей петель гистерезиса.

Всестороннее исследование, основанное на применении параметров механического гистерезиса в координатах перемещение-нагрузка, представлено в [13]. При этом параметры петель гистерезиса измеряли по показаниям тензодатчиков. В работе [14] подчеркнуто, что не только площадь, но и изменение формы петель гистерезиса отражают развитие процессов накопления повреждений. Однако некоторые исследователи считают, что площадь петель зависит только от

частоты циклического нагружения, т.е. фактически от скоростной способности материала к развитию релаксационных процессов [15]. В [16] показано, что изменение петель гистерезиса происходит в течение первых 10 % времени от полной наработки (до разрушения). Считается, что вязкоупругие потери из-за гистерезиса включают диссипацию энергии как на тепловыделение, так и на структурные изменения, вызванные приложением циклических нагрузок [17].

Большинство моделей, описывающих эволюцию гистерезисного поведения при циклических нагрузках, основаны на феноменологических подходах и разработаны для слоистых композитов. Механизмы накопления повреждений в этих методах не учитывались, хотя для оценки их уровней использовались соответствующие показатели поврежденности (усталостная жесткость, усталостная прочность, остаточная прочность и т.д.). Эти показатели зависят от многих факторов, включая уровень прикладываемой нагрузки, режим усталости, уровень текущей наработки, частоту циклирования, условия окружающей среды [18] и пр. В [19] показано, что при испытаниях на усталость не наблюдается ни механической, ни термодинамической циклической устойчивости. Это может быть вызвано неравномерным распределением деформации по объему образца и приводить к неравномерной диссипации энергии (гистерезису).

Для оценки изменений параметров петель, особенно при многоциклового усталости, необходима высокая точность определения деформации, например, за счет использования бесконтактного метода DIC. Он позволяет достичь точности определения деформации до 0,01 % [20]. Метод DIC использовали для построения петель гистерезиса при циклических испытаниях ненаполненных термопластов [19] и реактопластов [20]. Комбинирование методов DIC и инфракрасной термографии дает возможность определить энергию деформации, а также рассеянную и накопленную энергии. Энергия, рассеиваемая за цикл, всегда меньше механической энергии, которая связана с площадью петли гистерезиса [19]. Эта разница характеризует вклад накопленной энергии, связанной с микроструктурными изменениями. Таким образом, использование метода DIC для определения параметров петель механического гистерезиса — актуальная задача, требующая развития соответствующих аппаратно-программных средств, включая автоматизацию процесса циклических испытаний и регистрации оптических изображений.

Известно, что для высокопрочных инженерных полимеров и композитов на их основе при циклических испытаниях характерно хрупкое разрушение. При этом основное время наработки

занимает накопление рассеянных дефектов, а непосредственное зарождение и распространение трещины происходит за сравнительно короткий промежуток времени [21]. Для исследования накопления усталостных повреждений необходим параметр, чувствительный к структурным изменениям материала, который можно контролировать в ходе испытаний.

При циклическом нагружении полимеров и композитов на их основе образуется петля механического гистерезиса, отражающая количество энергии, затраченной на нагрев. Физическая природа этого тепловыделения объясняется внутренним межмолекулярным трением при деформировании материала [22]. Рассеянные дефекты, которые накапливаются в объеме материала при циклических испытаниях, выступают как концентраторы напряжений. Они приводят к локальным перегрузкам и изменяют характер отклика деформации на приложенную нагрузку. Это должно сопровождаться изменением формы и других параметров петли гистерезиса.

В данной работе предложено для дисперсного наполнения (армирования) одного и того же полимера использовать одинаковые по размеру и форме, но существенно отличные по прочности и модулю углеродные волокна. Это обеспечит различные как прочностные свойства композитов, так и их деформационное поведение в условиях циклического растяжения. Ожидается, что параметры петель будут отражать степень поврежденности ПКМ, что позволит прогнозировать их текущее механическое состояние.

Материалы и методы исследования

В состав аппаратно-программного комплекса для проведения усталостных испытаний входила сервогидравлическая машина Biss Nano (Бангалор, Индия), включающая силоизмеритель Biss Bi-06-103 15 kN (Бангалор, Индия). Последний был установлен в осевом направлении в верхней части силовой рамы. Для регистрации изображений поверхности использовали цифровую фотокамеру технического зрения PointGrey Grasshopper 50S5M (Point Grey Research® Inc., Канада) с матрицей Sony® ICX625 2/3" 2448 × 2048 CCD разрешением 5 мегапикселей при физическом размере сенсора 8,4 × 7,0 мм и размере пикселя 3,45 × 3,45 мкм. Необходимый уровень освещенности поверхности обеспечивал светодиодный осветитель Jinbei EF-100 LED Sun Light. Контроллер, подключенный к компьютеру через последовательный порт, использовался для управления испытательной машиной и камерой. Авторами разработано программное обеспечение для синхронизации съемки аппаратным триггером, управляемым с помощью ЭВМ с сервогидравли-

ческой испытательной машиной Biss Nano (рис. 1).

В качестве альтернативного оптическому методу оценки деформаций (DIC) использовали способ их определения контактным экстензометром Bi-06-304 с рабочей зоной 12,5 мм (BISS, Бангалор, Индия).

Для усталостных испытаний были выбраны следующие материалы:

ненаполненный термопластичный полиимид (ПИ); использован порошок марки SolverPI-Powder 1600 (Solver Polyimide Co., Китай) со средним размером частиц 16 мкм;

композит на основе ПИ, наполненный углеродными волокнами (10 % вес.) марки «УВИ-ПХО-12» (ИММС НАН Б, Гомель, Беларусь) диаметром 6 – 10 мкм, длиной 100 мкм, относящимися к классу карбонизированных (CCF);

композит на основе ПИ, наполненный подобными по размеру и форме волокнами (10 % вес.) марки «УВИ-ПХО-22» (ИММС НАН Б, Гомель, Беларусь), относящимися к классу графитизированных (GCF).

Согласно литературным данным, карбонизированные УВ относятся к высокопрочным, тогда как графитизированные УВ — к высокомодульным. В среднем прочность карбонизированных УВ в 1,5 раза выше, чем графитизированных, тогда как последние обладают в 1,5 раза более высоким модулем упругости [23 – 25].

Для обеспечения равномерности распределения волокон, а также предотвращения образования их агломерирования (что дополнительно препятствует проникновению матрицы внутрь агломератов) полимерный порошок и наполнители смешивали путем диспергирования компонентов в спирте с использованием ультразвуковой ванны «ПСБ-Галс 1335-05» (Центр ультразвукового оборудования «ПСБ-Галс», Москва). Время обработки составляло 3 мин, частота генератора — 22 кГц. После смешивания суспензию сушили в печи с принудительной вентиляцией при температуре 120 °С в течение 3 ч. Далее методом компрессионного спекания при давлении 15 МПа и температуре 370 °С с последующей скоростью охлаждения 2 °С/мин были изготовлены пластины размером 70 × 60 × 10 мм. Затем из них с помощью фрезерного станка вырезали образцы в форме двойной лопатки общей длиной 64 мм. Длина рабочей зоны образцов составляла 10 мм, площадь поперечного сечения — 3,2 × 3,2 мм. Требуемое качество поверхности образцов обеспечивали обработкой шкуркой зернистостью до 2000.

Структурные исследования проводили с использованием образцов с надрезами, механически разрушенных после охлаждения в жидком азоте (при $T = -197$ °С) в течение одного часа.

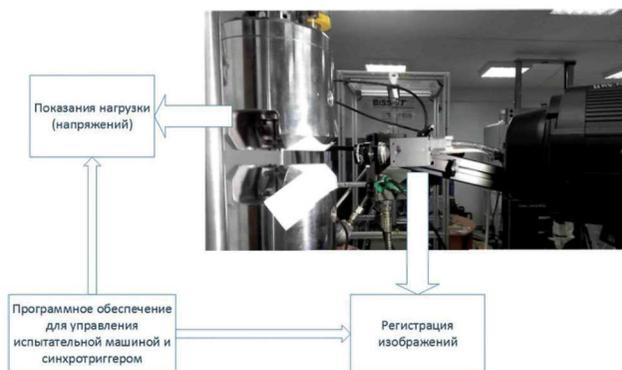


Рис. 1. Схема регистрации данных при проведении усталостных испытаний

Fig. 1. The data logging scheme for fatigue tests

Поверхности сколов использовали для характеристики распределения волокон и оценки общей структуры (строения) композита. На поверхность излома наносили пленку меди толщиной около 10 нм с использованием вакуумного испарителя «JEOL JEE-420» (JEOL USA, Inc., США). Съемки проводили на сканирующем электронном микроскопе «LEO EVO 50» (Carl Zeiss, Германия) при ускоряющем напряжении 20 кВ.

Усталостные испытания проводили по стандарту ASTM E606 в режиме растяжения и контроля нагрузки в отнулевом цикле при $R (\sigma_{\min}/\sigma_{\max}) = 0$. Форма сигнала — синусоидальная, частота приложения нагрузки 1 Гц. Данные по нагрузке регистрировали в режиме реального времени, собирая их один раз в 10 мс (100 Гц).

Для оценки деформации методом DIC поверхности композитов фотографировали при первых 100 циклах нагружения. Затем изображения для расчета петель фиксировали через каждые 50 циклов; частота испытаний в процессе фоторегистрации составляла 0,05 Гц, в остальное время — 1 Гц. Съемка велась с частотой 5 Гц, что позволяло получать порядка 100 точек на одну петлю. Режим нагружения с указанием циклов фотографирования приведен на рис. 2.

Кривые усталости (кривые Вёллера) получали, подбирая амплитуду нагрузки таким образом, чтобы число циклов до разрушения находилось в диапазоне $10^2 - 10^6$ циклов. Для выявления различий в характере, а также параметрах петель гистерезиса двух композитов испытания проводили в режиме малоциклового усталости, где такие отличия наиболее выражены. Для этого был выбран уровень прикладываемой нагрузки, равный $\sim 0,7$ от предела прочности σ_b каждого из композитов — ПИ + CCF и ПИ + GCF (заметим, что предел прочности у обоих композитов практически одинаков).

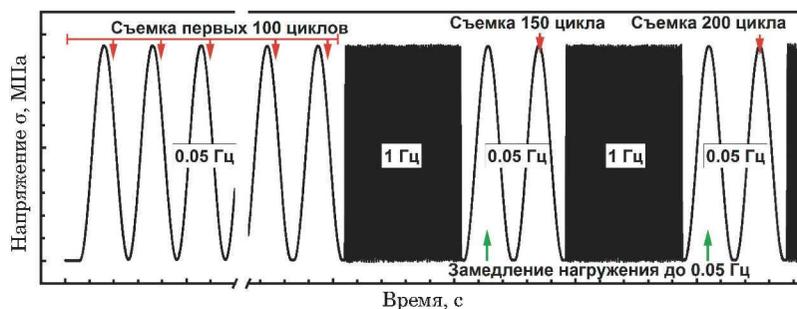


Рис. 2. Режим циклического нагружения

Fig. 2. The loading modes with the indication of capturing cycles

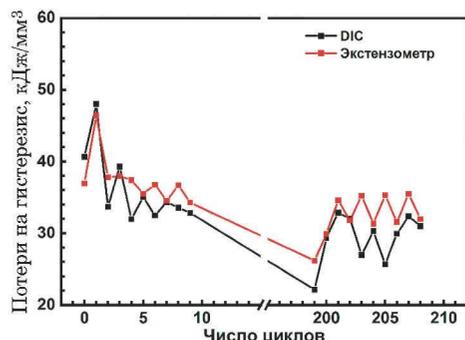


Рис. 3. Результаты модельного эксперимента по вычислению площади петель контактным экстензометром и методом DIC

Fig. 3. The results of the trial experiment on the calculation of the loop areas from the contact extensometer and the DIC method

Определяли следующие параметры петель механического гистерезиса: площадь, секущий модуль и динамический модуль. Площадь петли находили как разность интегралов двух частей петли, отражающих полупериоды нагрузки и разгрузки:

$$S = \int_{\delta_{\min}}^{\delta_{\max}} \sigma(\delta) d\delta - \int_{\delta_{\max}}^{\delta_{\min}} \sigma(\delta) d\delta, \quad (1)$$

где δ_{\min} , δ_{\max} — величины деформации, соответствующие началу и концу цикла.

Динамический и секущий модули упругости определяли следующим образом:

$$E_{dyn} = \frac{\sigma_{\max}(\delta_{\max}) - \sigma_{\min}(\delta_{\min})}{\delta_{\max} - \delta_{\min}};$$

$$E_{sec} = \frac{\sigma(\delta_{\max})}{\delta_{\max}}. \quad (2)$$

Систему тестировали путем оценки параметров петель гистерезиса при модельном циклическом испытании в режиме контроля нагрузки. На

рис. 3 представлены графики изменения площади петель, построенные по данным деформации, полученной контактным экстензометром и бесконтактным методом DIC. Видно, что результаты определения деформации, которые впоследствии использовали для построения петель гистерезиса, методами экстензометрии и оптическими сопоставимы.

Обсуждение результатов

Согласно данным производителя [26] карбонизированные УВ (CCF) по сравнению с графитизированными имеют более шероховатую поверхность и значительно химически активней за счет наличия на поверхности функциональных (кислородсодержащих) групп. Данные волокна обладают меньшим модулем упругости, но большей прочностью, а также вследствие более развитой поверхности — большей адгезией. Это согласуется с результатами испытаний на статическое растяжение композитов, представленными на рис. 4, а также в табл. 1.

Видно, что наибольшее значение модуля упругости имеет композит с графитизированными волокнами GCF; промежуточное — композит с карбонизированными УВ (CCF), а наименьшее — ненаполненный ПИ. В то же время у композита ПИ + 10 % GCF значительно меньше величина удлинения до разрушения. Таким образом, введение карбонизированных УВ обеспечило повышение прочностных свойств композита на 13 – 20 % при сохранении деформационных на исходном уровне. С другой стороны, введение графитизированных УВ при повышении прочностных свойств на 20 – 40 % обуславливало снижение деформационных на 17 – 48 % (см. табл. 1).

Результаты усталостных испытаний представлены на рис. 5 в логарифмических координатах. Видно, что максимальным сопротивлением усталости обладает ПИ-композит, наполненный карбонизированным УВ (CCF); существенно уступает ему ПИ-композит с графитизированными УВ (GCF), а также ненаполненный ПИ. Испол-

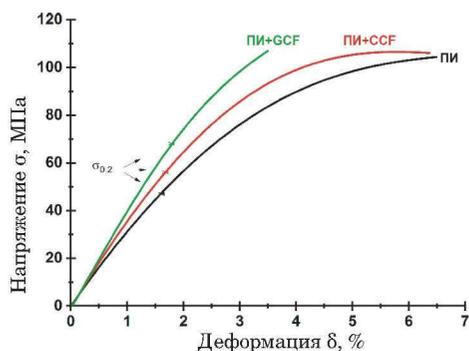


Рис. 4. Диаграммы растяжения дисперсно-армированных ПИ-композитов

Fig. 4. The loading diagrams for the dispersed-reinforced PI-based PCMs

зованные уровни нагрузок и числа циклов до разрушения приведены в табл. 2.

Сравнение усталостных свойств ненаполненного ПИ, а также композитов ПИ + ССФ и ПИ + GCF проводили по характеру изменения и параметров их петель механического гистерезиса. На рис. 6 показаны петли, полученные при испытаниях с одинаковым уровнем приложенного циклического напряжения 74 МПа (~0,7σ_в). Видно, что ширина и площадь петель выше других у ненаполненного ПИ; меньшие значения характерны для композита ПИ + ССФ, а низкие — для ПИ

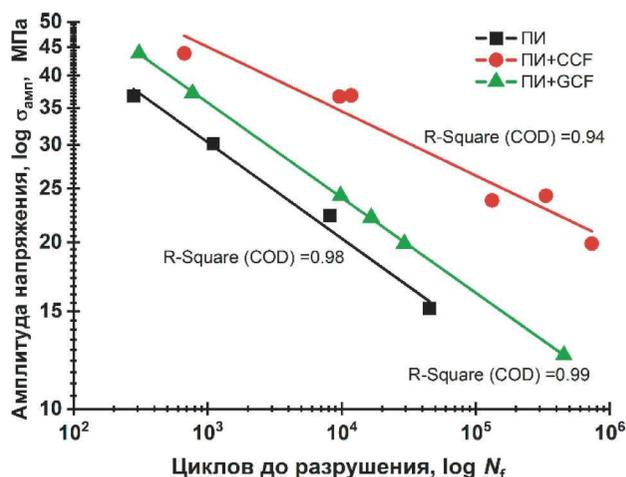


Рис. 5. Кривые усталости (Вёллера) дисперсно-армированных ПИ-композитов

Fig. 5. The fatigue (Wöhler) curves for the dispersed-reinforced PI-based PCMs

+ GCF. Это может быть связано в том числе с ростом модуля упругости в рассмотренных материалах по мере циклического нагружения. Так, вследствие низкого модуля упругости материал может испытывать больше деформации — более 2 % для ПИ + GCF (см. рис. 6, в), около 2 % для ПИ + ССФ (см. рис. 6, б) и ниже 2 % для ненаполненного ПИ (см. рис. 6, а). Отметим, что в случае

Таблица 1. Механические свойства дисперсно-наполненных ПИ-композитов

Table 1. The mechanical properties of neat PI and the dispersed-reinforced PI-based composites

Материал	σ _в , МПа	δ, %	E, ГПа	σ _{0,2} , МПа	δ _{0,2} , %
ПИ	104 ± 3	6,6 ± 0,5	3,42 ± 0,21	46,9 ± 0,5	1,57 ± 0,1
ПИ + GCF	103 ± 21	3,4 ± 1,1	4,15 ± 0,3	67,5 ± 4,2	1,83 ± 0,07
	Изменение, %				
	-1	-48	21	44	17
ПИ + ССФ	108 ± 4	6,5 ± 0,8	3,88 ± 0,1	56,4 ± 7,1	1,65 ± 0,21
	Изменение, %				
	4	-1	13	20	5

Примечание. σ_{0,2} и δ_{0,2} — условный предел текучести 0,2 % и соответствующая ему деформация.

Таблица 2. Результаты усталостных испытаний дисперсно-армированных ПИ-композитов

Table 2. The result of fatigue tests for the dispersed-reinforced PI-based PCMs

σ _{ампл} [*] , МПа	N _f (ПИ)	N _f (ПИ + ССФ)	N _f (ПИ + GCF)
44	—	700 ± 200	300 ± 100
37	300 ± 150	10 700 ± 1500	800 ± 200
24	10 000 ± 1000	230 000 ± 140 000	13 000 ± 5000
20	—	733 000**	30 000 ± 8000
12	27 000**	—	453 710**

* σ_{ампл} — амплитуда напряжения в цикле. ** Выход значений за базу испытаний.

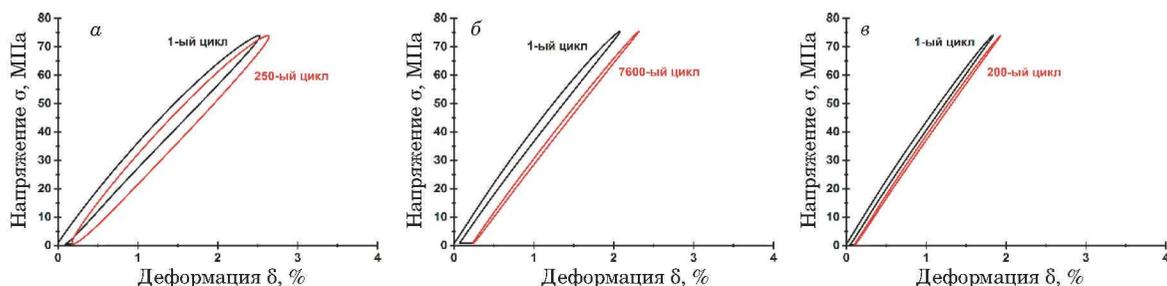


Рис. 6. Петли гистерезиса ненаполненного ПИ (а), ПИ-композита, наполненного карбонизированными УВ (б), графитизированными (в) УВ

Fig. 6. The mechanical hysteresis loops under the cyclic loading for: a) neat PI; b) PI-based PCMs filled with CCFs; and c) GCFs

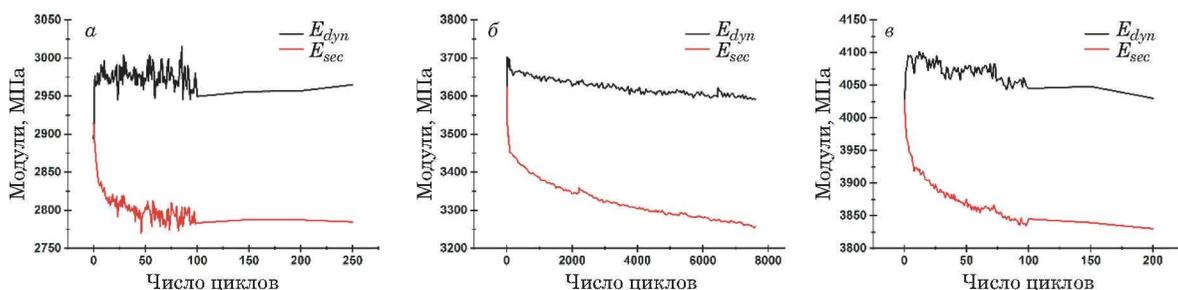


Рис. 7. Зависимости динамического и секущего модулей от величины циклической наработки ненаполненного ПИ (а), ПИ-композита, наполненного карбонизированными (б) и графитизированными (в) УВ

Fig. 7. The hysteresis loops (dynamic and secant modules) for: a) neat PI; b) PI-based PCMs filled with CCFs; and c) GCFs

ненаполненного ПИ площадь петли возрастает с ростом числа циклов, тогда как у композитов она наоборот убывает.

На рис. 7 представлены графики изменения динамического и секущего модулей в ходе циклического нагружения вплоть до разрушения. Для всех исследуемых материалов оба модуля с ростом числа циклов снижаются. Изменение секущего модуля связано с протеканием пластической деформации течения в циклически нагружаемом материале. Оно наиболее выражено на начальном этапе испытаний, однако после 100 циклов приложения нагрузки падение замедляется и выходит на линейный участок (с постоянной скоростью снижения вплоть до разрушения). В свою очередь динамический модуль зависит непосредственно от жесткости материала, которая должна снижаться с развитием повреждений, поскольку в том числе уменьшается и эффективное сечение образца. Снижение секущего модуля в ПИ + ССФ на 200 МПа (5,5 %) происходит за первые 200 циклов; к моменту разрушения (~8000 циклов) модуль снижается еще на 200 МПа (в сумме на 11 %). В композите ПИ + GCF падение секущего модуля также составило ~200 МПа (4,7 %) за первые 200 циклов, после чего сразу последовало разрушение. Динамический модуль уменьшился на 50 (1,4 %) и 60

(1,5 %) МПа за первые 200 циклов у ПИ + ССФ и ПИ + GCF соответственно. В случае композита ПИ + ССФ снижение этого модуля продолжилось и далее и составило еще ~80 МПа (в сумме 3,5 %) на момент разрушения. По данному параметру ненаполненный полиимид демонстрирует схожее композитам поведение.

На рис. 8 показано изменение площади петель гистерезиса (отражающее диссипацию энергии) от числа циклов нагружения. Для ненаполненного ПИ параметр площади резко возрастает вначале, далее постепенно выходит на постоянное значение. Совершенно по-другому изменяется площадь петли для композитов ПИ + ССФ и ПИ + GCF. Видно резкое снижение параметра за первые 5 – 10 циклов нагружения, после чего его значение стабилизируется и сохраняется вплоть до разрушения.

Для двух типов исследованных композитов выявлено важное отличие в величине потерь энергии на гистерезис. Для ненаполненного ПИ она составила 230 кДж/м³, а долговечность на данном уровне нагрузок — 250 циклов. Для композита ПИ + ССФ установившийся уровень потерь за цикл — 35 кДж/м³, тогда как для ПИ + GCF — 23 кДж/м³, что на 34 % ниже. Вместе с этим долговечность у более жесткого композита ПИ + GCF снизилась в ~40 раз. Незадолго до

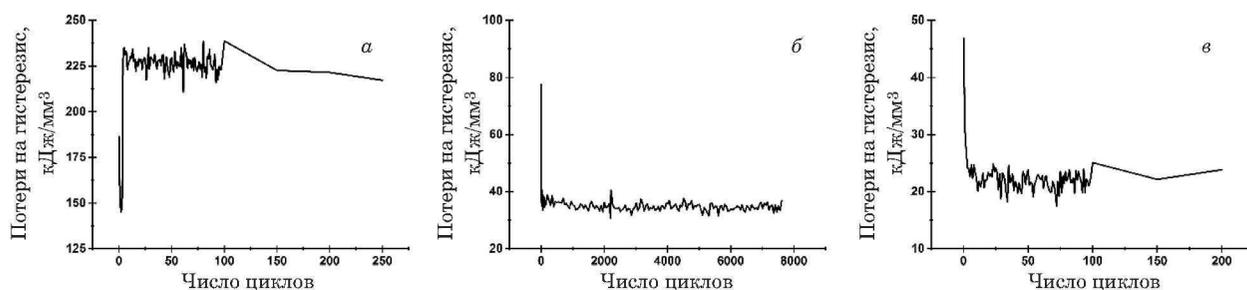


Рис. 8. Зависимости площади петель от величины циклической наработки неаполненного ПИ (а), ПИ-композиата, наполненного карбонизированными (б) и графитизированными (в) УВ

Fig. 8. Dependences of the loop area versus the number of cycles during fatigue tests for: a) neat PI; b) for the PI-based PCMs filled with CCFs; and c) GCFs

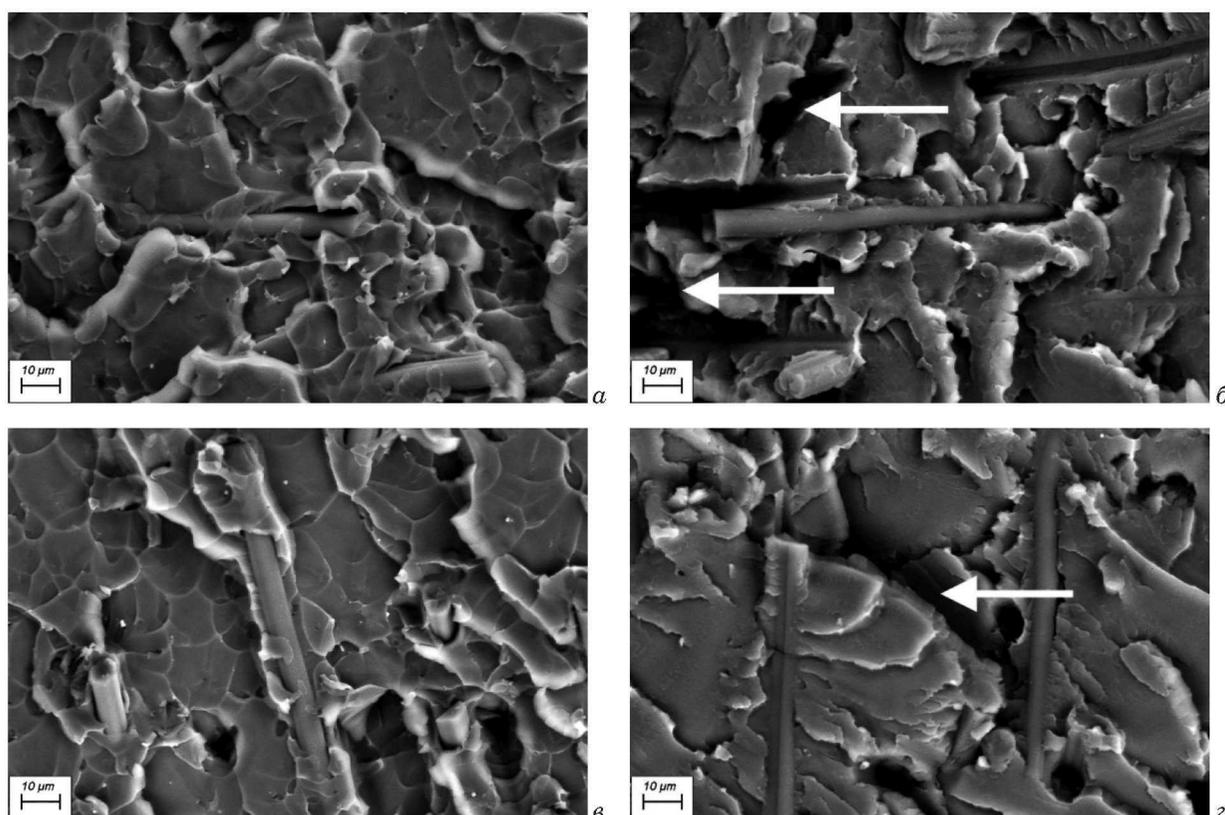


Рис. 9. РЭМ-фотографии поверхностей разрушения композитов ПИ + CCF (а, в) и ПИ + GCF (б, г) после усталостных испытаний в режиме малоциклового (а, б) и многоциклового (в, г) усталости

Fig. 9. SEM-micrographs of the fracture surfaces of PI + CCF (a, c) and PI + GCF (b, d) PCMs after testing in the low- (a, b) and high-cycle fatigue (c, d) modes

разрушения у обоих композитов наблюдался некоторый рост площади петли, что совместно с развитием процесса диссипации тепла может быть связано с активным развитием повреждений и ростом трещины.

Таким образом, при введении УВ в полимер происходит резкое снижение (до 10 раз) площади петель гистерезиса. Однако усталостные свойства изменяются неоднозначно. Если при введении волокон CCF долговечность резко возрастает,

то при введении GCF она остается на уровне неаполненного полиимида.

Анализ РЭМ-фотографий поверхностей сколов образцов (рис. 9), разрушенных после охлаждения в жидком азоте, показал, что волокна в объеме распределены равномерно, а их ориентация носит произвольный характер. Волокна полностью хорошо смачиваются материалом матрицы для обоих рассмотренных композитов, что свидетельствует об удовлетворительной адгезии.

Как отмечалось выше, при усталостном разрушении дисперсно-наполненных композитов стадия распространения трещины крайне непродолжительна, именно ее и отражают приведенные на рис. 9 фрактографические картины.

Результаты фрактографического анализа показали, что даже принципиально различные режимы усталости (мало- и многоцикловогой) не оказывают существенного влияния на характер разрушения — хрупкий. Однако для разных типов упрочняющих волокон рельеф полимерной матрицы выглядит по-разному: для более пластичного композита ПИ + ССФ характерен ячеистый фрактографический рельеф; в более жестком композите ПИ + GCF (см. рис. 9, б, з) выявляются микротрещины, а его фрактографический рельеф качественно можно характеризовать как более грубый.

С точки зрения анонсированной выше (по данным изготовителя) более развитой поверхности ССФ это никак не отражается на развитии разрушения: границы раздела между волокнами обоих типов и ПИ-матрицей выглядят подобно, а адгезию можно визуальным образом характеризовать как высокую (см. рис. 9). Таким образом, несмотря на некоторые визуально фиксируемые отличия данные фрактографического анализа ни качественно, ни тем более количественно не позволяют определить причины наблюдаемых различий в усталостной прочности ПИ-композитов. Именно результаты анализа петель гистерезиса, полученные с использованием метода DIC, дают возможность убедительно объяснить фиксируемые отличия.

Заключение

В рамках усталостных испытаний композитов ПИ + ССФ и ПИ + GCF показано, что как динамический, так и секущий модуль снижаются с ростом числа циклов. За первые 200 циклов секущий модуль более вязкого композита ПИ + ССФ снижается на 200 МПа; к моменту разрушения (~8000 циклов) его величина падает еще на 200 МПа. Секущий модуль более жесткого композита ПИ + GCF за первые 200 циклов снижается также на ~200 МПа, после чего следует разрушение.

Подобное поведение характерно и для динамического модуля, величина которого за первые 200 циклов снижается на 50 и 60 МПа для ПИ + ССФ и ПИ + GCF соответственно. Для более вязкого композита ПИ + ССФ снижение этого модуля продолжилось при дальнейших циклических испытаниях и составило еще ~80 МПа на момент разрушения.

Установлено, что для композитов ПИ + ССФ и ПИ + GCF изменения площадей петель гисте-

резиса в зависимости от числа циклов нагружения подобны. За первые шесть циклов нагружения наблюдалось резкое снижение параметра, после чего его значение оставалось практически постоянным вплоть до разрушения.

Показано, что важной количественной мерой, отражающей различия в усталостном поведении двух исследованных композитов, является величина потерь энергии на гистерезис. Для композита ПИ + ССФ уровень потерь за цикл составил 35 кДж/м³, тогда как для ПИ + GCF — 23 кДж/м³, что на 34 % ниже. При этом долговечность более жесткого композита ПИ + GCF снизилась в ~40 раз.

Таким образом, оценка петель механического гистерезиса по параметрам секущего и динамического модулей, а также площади, получаемая методом DIC, может быть эффективно использована для интерпретации отличия усталостных характеристик на стадии накопления рассеянных повреждений. Однако это не позволяет однозначно прогнозировать остаточную долговечность. Решение данной задачи требует проведения дальнейших системных исследований с использованием подходов механики разрушения.

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, проект FWRW-2021-0010. Фрактографические исследования были выполнены в рамках проекта Российского научного фонда № 21-19-00741, <https://rscf.ru/project/21-19-00741>

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

ЛИТЕРАТУРА/REFERENCES

1. Hugaas E., Echtermeyer A. T. Filament wound composite fatigue mechanisms investigated with full field DIC strain monitoring / Open Eng. 2021. Vol. 11. N 1. P 401 – 413. DOI: 10.1515/eng-2021-0041
2. Qiao Y., Salviato M. Micro-computed tomography analysis of damage in notched composite laminates under multi-axial fatigue / Compos. Part B Eng. 2020. Vol. 187. P 107789. DOI: 10.1016/j.compositesb.2020.107789
3. Battams G. P., Dulieu-Barton J. M. Data-rich characterisation of damage propagation in composite materials / Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 2016. Vol. 91. P 420 – 435. DOI: 10.1016/j.compositesa.2016.08.007
4. Boufaïda Z., Farge L., André S., et al. Influence of the fiber/matrix strength on the mechanical properties of a glass fiber/thermoplastic-matrix plain weave fabric composite / Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 2015. Vol. 75. P 28 – 38. DOI: 10.1016/j.compositesa.2015.04.012
5. Kalteremidou K. A., Aggelis D. G., Hemelrijck D. Van, et al. On the use of acoustic emission to identify the dominant stress/strain component in carbon/epoxy composite materials / Mech. Res. Commun. 2021. Vol. 111. P 103663. DOI: 10.1016/j.mechrescom.2021.103663

6. **Broughton W. R., Gower M. R. L., Lodeiro M. J., et al.** An experimental assessment of open-hole tension-tension fatigue behaviour of a GFRP laminate / *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 2011. Vol. 42. N 10. P 1310 – 1320. DOI: 10.1016/j.compositesa.2011.05.014
7. **Pannier Y., Foti F., Gigliotti M.** High temperature fatigue of carbon/polyimide 8-harness satin woven composites. Part I: Digital Image Correlation and Micro-Computed Tomography damage characterization / *Compos. Struct.* 2020. Vol. 244. P 112255. DOI: 10.1016/j.compstruct.2020.112255
8. **Izzaty R. E., Astuti B., Cholimah N.** Fatigue of Structures and Materials / *Angewandte Chemie International Edition*, 6(11), 951 – 952 / Ed. Schijve J. Dordrecht. — Netherlands: Springer, 2009. P 5 – 24.
9. **Bokhoeva L. A., Baldanov A. B., Rogov V. E., Chermoshentseva A. S., Ameen T.** The effect of the addition of nanopowders on the strength of multilayer composite materials / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2021. Vol. 87. N 8. P 42 – 50. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-8-42-50
10. **Khlybov A. A., Kabaldin Yu. G., Ryabov D. A., Anosov M. S., Shatagin D. A.** Study of the damage to 12Cr18Ni10Ti steel samples under low cycle fatigue using methods of nondestructive control / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2021. Vol. 87. N 5. P 61 – 67. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-5-61-67
11. **Shrestha R., Simsiriwong J., Shamsaei N.** Mean strain effects on cyclic deformation and fatigue behavior of polyether ether ketone (PEEK) / *Polym. Test.* 2016. Vol. 55. P 69 – 77. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2016.08.002
12. **Berer M., Major Z., Pinter G., et al.** Investigation of the dynamic mechanical behavior of polyetheretherketone (PEEK) in the high stress tensile regime / *Mech. Time-Dependent Mater.* 2014. Vol. 18. N 4. P 663 – 684. DOI: 10.1007/s11043-013-9211-7
13. **Baxter T.** The development and application of the load-stroke hysteresis technique for evaluating fatigue damage development in composite materials. — Virginia Polytechnic Institute and State University, 1994. — 156 p.
14. **Ruggles-Wrenn M. B., Noomen M.** Fatigue of unitized polymer/ceramic matrix composites with 2D and 3D fiber architecture at elevated temperature / *Polym. Test.* 2018. Vol. 72. P 244 – 256. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2018.10.024
15. **Abbasnezhad N., Khavandi A., Fitoussi J., et al.** Influence of loading conditions on the overall mechanical behavior of polyether-ether-ketone (PEEK) / *Int. J. Fatigue.* 2018. Vol. 109. P 83 – 92. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2017.12.010
16. **McKeen L. W.** Fatigue and Tribological Properties of Plastics and Elastomers, 2nd Edition. 2010. ISBN 9780080964508
17. **Takahara A., Magome T., Kajiyama T.** Effect of glass fiber-matrix polymer interaction on fatigue characteristics of short glass fiber-reinforced poly(butylene terephthalate) based on dynamic viscoelastic measurement during the fatigue process / *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.* 1994. Vol. 32. N 5. P 839 – 849. DOI: 10.1002/polb.1994.090320507
18. **Movahedi-Rad A. V., Keller T., Vassilopoulos A. P.** Modeling of fatigue behavior based on interaction between time- and cyclic-dependent mechanical properties / *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 2019. Vol. 124. P 105469. DOI: 10.1016/j.compositesa.2019.05.037
19. **Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert G.** Kinetics of stored and dissipated energies associated with cyclic loadings of dry polyamide 6.6 specimens / *Polym. Test.* 2014. Vol. 34. P 155 – 167. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2014.01.009
20. **Tao G., Xia Z.** A non-contact real-time strain measurement and control system for multiaxial cyclic/fatigue tests of polymer materials by digital image correlation method / *Polym. Test.* 2005. Vol. 24. N 7. P 844 – 855. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2005.06.013
21. **Chen C. C., Chheda N., Sauer J. A.** Craze and Fatigue Resistance of Glassy Polymers / *J. Macromol. Sci. Part B.* 1981. Vol. 19. N 3. P 565 – 588. DOI: 10.1080/00222348108015318
22. **Pichon P. G., Boutaous M., Me'chin F., et al.** Simulation and Measurement of the Self Heating and Thermal Stability of Polymers Under Fatigue Sollicitations. Vol. 7. Fluid Flow, Heat Transfer and Thermal Systems, Parts A and B. ASMEDC, 2010. P 653 – 661.
23. **Huang X.** Fabrication and properties of carbon fibers / *Materials (Basel).* 2009. Vol. 2. N 4. P 2369 – 2403. DOI: 10.3390/ma2042369
24. **Karacan I., Erzurumluoğlu L.** The effect of carbonization temperature on the structure and properties of carbon fibers prepared from poly (m-phenylene isophthalamide) precursor / *Fibers Polym.* 2015. Vol. 16. N 8. P 1629 – 1645. DOI: 10.1007/s12221-015-5030-6
25. **Zhang X., Lu Y., Xiao H., et al.** Effect of hot stretching graphitization on the structure and mechanical properties of rayon-based carbon fibers / *J. Mater. Sci.* 2014. Vol. 49. N 2. P 673 – 684. DOI: 10.1007/s10853-013-7748-0
26. **Shelestova V. A., Letova L. N., Kostelcev V. V., et al.** Effect of the type of a carbon-fiber filler on the properties of fluoro-rubber compositions / *Polym. Mater. Technol.* 2019. Vol. 5. N 2. P 76 – 81. DOI: 10.32864/polymmattech-2019-5-2-76-81