

# 湿热环境下复合材料孔板压缩性能的研究

马少华<sup>1</sup> 王勇刚<sup>1</sup> 回丽<sup>1,2</sup> 费昺强<sup>1</sup>

(1 沈阳航空航天大学机电工程学院,沈阳 110136)

(2 沈阳航空航天大学航空制造工艺数字化国防重点学科实验室,沈阳 110136)

**文 摘** 采用压缩试验的方法,对含孔机织碳纤维环氧复合材料层板进行了湿热环境下的压缩试验,研究了湿热环境对其压缩性能的影响。分析了复合材料孔板的吸湿特性、压缩强度、破坏模式及动态力学性能。结果表明:机织碳纤维环氧复合材料吸湿率较低,其饱和吸湿率仅为 0.88% 左右。湿热环境会降低由基体性能主导的压缩强度,130℃ 下湿态试样的开孔压缩强度保持率约为 70%。含孔复合材料层合板的破坏模式均为过孔破坏,破坏均发生在应力集中的区域,并且断裂都是沿着应力集中最大的方向扩展。侧面断口主要为剪切失效,有分层和屈曲的特征。吸湿后复合材料的 DMA  $T_g$  为 125℃,比干态时下降了 16℃。

**关键词** 机织碳纤维环氧复合材料,湿热环境,吸湿特性,压缩强度,破坏模式,动态力学性能  
中图分类号:TB332 DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2015.06.014

## Compressing Property of Composite Laminate With Hole in Hygrothermal Environment

MA Shaohua<sup>1</sup> WANG Yonggang<sup>1</sup> HUI Li<sup>1,2</sup> FEI Bingqiang<sup>1</sup>

(1 College of Electromechanical Engineering, Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136)

(2 Key Laboratory of Fundamental Science for National Defense of Aeronautical Digital Manufacturing Process, Shenyang 110136)

**Abstract** The influence of hygrothermal environment on compressive property of woven carbon fiber epoxy resin composite was investigated via compress test under different hygrothermal environment. Moisture absorption, compressive property, failure modes and dynamic mechanical property were analyzed. The results show that the moisture absorption of woven carbon fiber epoxy resin composite is not high, which is just about 0.88%. The compressive strength of the laminates, dominated by the matrix, are reduced by the hygrothermal conditions. The retention rate of compressive strength are about 70% on the condition of 130℃ after moisture absorption. The failure modes of composite laminate with hole were hole failure, the damage occurred in the area of stress concentration, and the fracture was extend in the direction of the stress concentration of the largest. The side of fracture morphology was mainly shear failure, and the characteristic of buckling and delaminating. The glass transition temperature (DMA  $T_g$ ) of composite after moisture absorption is 125℃, which is 16℃ lower than dry conditions.

**Key words** Woven carbon fiber epoxy resin composite, Hygrothermal environment, Moisture absorption, Compressive property, Failure modes, Dynamic mechanical property

### 0 引言

碳纤维及其复合材料具有高比强度、高比模量,并在耐疲劳性能、抗冲击性能、减振性能、耐高低温性

能、耐腐蚀性能等方面都有显著的优点,作为一种性能优异的结构材料被广泛应用于航空航天领域<sup>[1-3]</sup>。

湿与热是引起复合材料老化的最重要因素,直接

影响其使用性能,设计与使用部门分外关注湿热环境对复合材料力学性能的影响。在复合材料的结构件中,经常会存在一些孔,如用于螺栓连接的螺栓孔,用于检查的通孔以及装配孔等,开孔后部分碳纤维被完全切断,会产生严重的应力集中。复合材料结构对损伤非常敏感,在含损伤状态下剩余强度会严重降低,特别是压缩剩余强度,压缩剩余强度之一的开孔压缩性能一直是学者的研究重点<sup>[4]</sup>。湿热环境下的开孔压缩性能是评定复合材料体系力学性能的重要环节,湿热环境对结构安全性的影响也成为复合材料结构验证的技术关键之一<sup>[5]</sup>。在湿热环境对复合材料孔板压缩性能影响方面的研究还很少,只有彭雷等<sup>[6]</sup>研究了湿热环境对碳纤维双马树脂复合材料静态拉伸和压缩性能的改变规律,针对 T300/QY8911 孔板进行了不同湿热环境下的力学性能试验,得出孔板的拉伸强度受湿热环境的影响不大,而压缩强度逐渐减小。展全伟等<sup>[7]</sup>研究了湿热环境中玻璃纤维开孔的层合板试件力学特性的改变情况,探讨了湿热环境对玻璃纤维孔板强度和压缩设计许用值的影响。姚宇超等<sup>[8]</sup>通过试验研究了复合材料孔板在 6 种湿热环境下的拉伸和压缩性能,对比了不同湿热环境下材料的破坏模式,通过有限元仿真建立了复合材料孔板极限强度的预测方法。

本文针对中心含孔的机织碳纤维环氧树脂复合材料层压板,吸湿至饱和后,借助 SEM 观察试样吸湿前后的形貌变化,借助红外光谱分析来鉴定吸湿前后内部官能团的变化,进行不同环境下的压缩试验,分析湿热环境对复合材料孔板压缩性能的影响。这对复合材料的结构设计和性能使用提供了一定的依据,具有重要的工程实际意义。

## 1 实验

### 1.1 试样

试验件选用 3K 编织碳纤维布,基体材料为 BA9916-II,热压罐工艺制备,试样尺寸为 300 mm×36 mm×3.68 mm,中心开孔的直径为 6.35 mm,铺层为 [(45/-45)/(0/90)]<sub>4s</sub>。

### 1.2 试验过程

试验前把试样称重后置于 70℃ 的烘箱内烘烤,每 24 h 对试样称重一次,记录试样的质量变化,直到 24 h 内试样的质量变化相对量小于 0.02% 时认为试样达到了工程干态,接着将试样放入干燥器中冷却至室温,对所有试样重新称重并记录此时的质量作为工程干态质量。随后将试样放在温度为 71℃、相对湿度为 85% 的恒温恒湿箱中吸湿至平衡。吸湿过程按照 ASTM D 5229—2014《聚合物基复合材料吸湿性能 宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2015 年 第 6 期

和浸润平衡的标准实验方法》<sup>[9]</sup> 进行。达到吸湿平衡后,利用日立 SU3500 扫描电子显微镜观察吸湿前后试样的形貌,运用美国 SPECTRUM 100 型傅里叶红外光谱仪对吸湿前后的试样进行定性分析。

压缩性能试验按照 ASTM D6484—2014 标准<sup>[10]</sup> 在 INSTRON 5982 电子万能试验机进行,加载速度为 1 mm/min,测试环境分为 23℃ 干态,70℃ 湿态,90℃ 湿态,110℃ 湿态,130℃ 湿态,实验结果取 6 个试样的平均值。

动态力学性能测试按照 ASTM D7028 标准<sup>[8]</sup> 进行,采用 DMA Q800 型动态力学热分析仪得到干态和湿态的 DMA 曲线。试验采用单悬臂梁加载模式,试样尺寸: 35 mm×12 mm×4 mm,频率 1 Hz,升温速率为 5℃/min。

## 2 结果和分析

### 2.1 吸湿行为分析

复合材料在 71℃、湿度 85% 下的吸湿曲线,如图 1 所示。在吸湿的初始阶段,在温湿度的共同作用下,水分子在复合材料中的扩散速度很快,曲线的梯度较大,此时吸湿率和  $t^{1/2}$  成线性关系,这是由于复合材料本身的缺陷和树脂本身吸水造成的。随着吸湿时间的延长,吸湿速率逐渐减慢,最后趋于零,达到吸湿平衡,平衡吸湿率为 0.88% 左右。由此可以得出水分在复合材料中的扩散符合 Fick 定律,由 Fick 第二定律<sup>[11]</sup> 求得其吸湿扩散系数  $D$  为  $2.65 \times 10^{-3} \text{ mm}^2/\text{h}$ 。

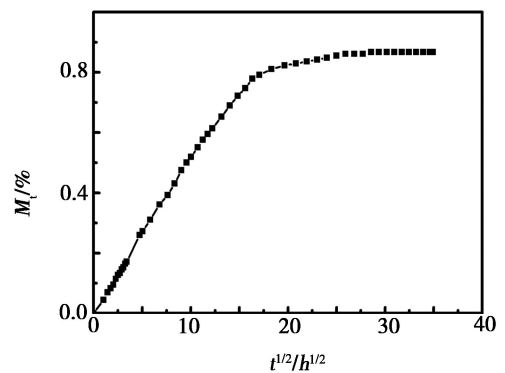


图 1 复合材料吸湿曲线

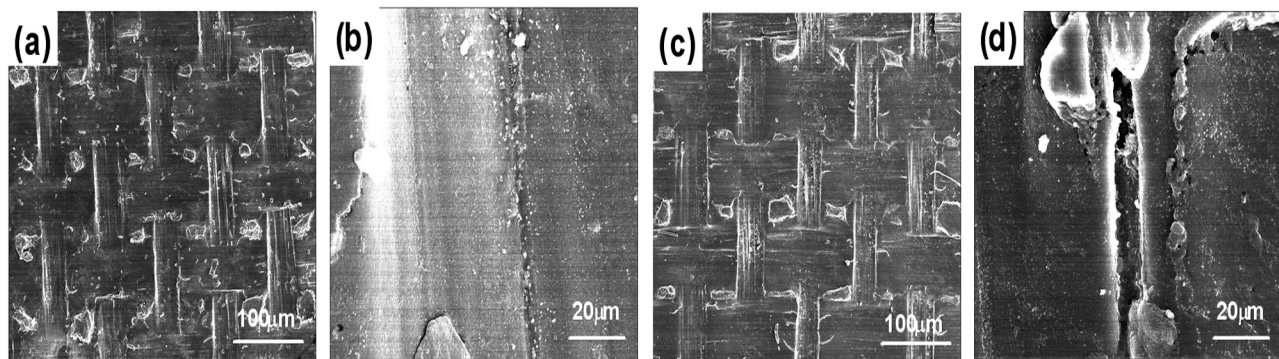
Fig. 1 Moisture absorption curves of composite laminates

### 2.1.1 扫描电子显微镜观察分析

使用扫描电子显微镜观察吸湿前后试样的形貌如图 2 所示,从图中可以看出干态试样纤维与基体之间粘结良好,无纤维拔出现象;湿态试样在形貌上略有变化,吸湿后试样表面变得较为光滑,存在一些树脂破坏,有少量纤维拔出,并发生了界面破坏。这是由于碳纤维本身基本不吸收水分,树脂吸湿后会膨胀,这种湿膨胀上的明显差异使纤维与树脂基体间

的界面粘合遭到破坏,从而引起了界面破坏,进而使

复合材料的力学性能下降。



(a) 干态低倍

(b) 干态高倍

(c) 湿态低倍

(d) 湿态高倍

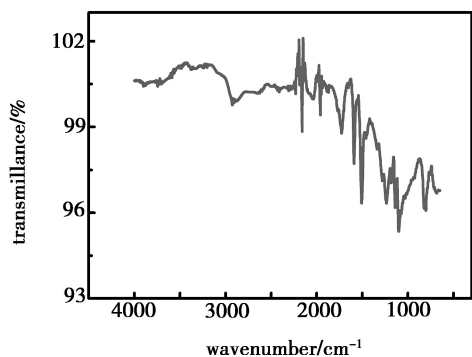
图2 复合材料的表面形貌

Fig. 2 SEM photomicrographs of composite

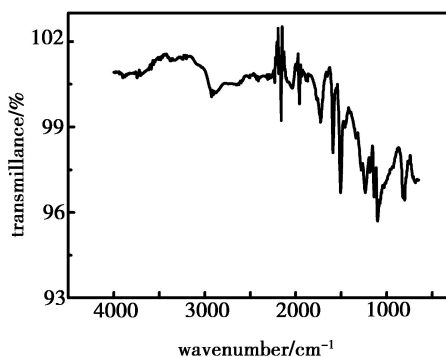
### 2.1.2 红外光谱分析

分别将吸湿前后的复合材料试样研磨成粉末,制备成所要求的试样,运用美国 SPECTRUM 100 型傅立叶红外光谱仪进行测试。图3为复合材料湿热老

化前后的红外光谱图。可以看出,复合材料干态试样与饱和吸湿试样的红外谱图峰位完全相同,也没有峰的增减,说明此复合材料湿热老化后没有新物质生成,也没有发生化学反应。



(a) 干态试样



(b) 湿态试样

图3 吸湿前后复合材料红外光谱图

Fig. 3 FTIR spectra of dry and wet

### 2.2 压缩性能分析

试样在不同试验环境下的压缩性能如图4所示。压缩强度在23℃干态时分散性较小,在湿态环境下分散性较大,这与基体的高温性能相关。随着试验温度的升高,压缩强度逐渐下降,这是因为复合材料压缩强度受基体材料性能的影响较大,湿态试样在吸湿过程中水分子的浸入会使基体发生溶胀塑化,降低了基体强度。复合材料孔板在湿热环境下的压缩强度结果反映了湿热对树脂基体强度的影响。另外,水分子还会进入复合材料内部,使基体与纤维之间由于湿膨胀系数的差异而发生界面脱粘,降低界面传递载荷的能力,从而导致其性能进一步下降<sup>[12]</sup>。在90℃之后试样的强度下降幅度变大,这是因为聚合物在玻璃态,弹性模量随温度的变化下降很少,但在玻璃化转变区会急剧下降,这必然会导致复合材料性能的下降<sup>[13]</sup>。吸湿后70、90、110、130℃环境下试验件压缩强度的保持率约为90%、85%、75%、70%,湿热环境

对该复合材料孔板压缩性能的影响较为显著。

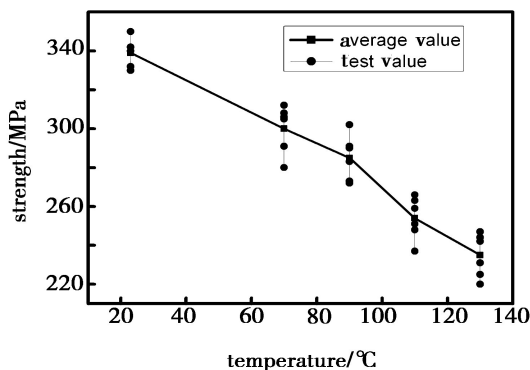


图4 压缩强度和试验环境的关系

Fig. 4 Relationship between compress strength and test environment

### 2.3 断口形貌分析

复合材料孔板压缩的破坏模式均为过孔破坏,破坏均发生在应力集中区域,并且断裂都是沿着应力集

中最大的方向扩展,在孔的两边也存在明显的纤维压入现象。复合材料层合板开孔压缩失效类型可分为脆性断裂、纤维压入和分层三种模式。利用体式显微镜观察试样的侧面形貌,如图 5 所示,可以看出不同湿热环境下开孔压缩试件的破坏模式基本一致,侧面断口主要为剪切失效,有分层和屈曲的特征,湿热环境对开孔复合材料在压缩载荷下的破坏模式影响不

大。23℃干态试样主要为剪切分层失效,有屈曲特征;70℃湿态试样由于应力集中,发生了剪切屈曲失效,可见大量的弯折带;110℃湿态试样主要为剪切失效,有少量的分层,断面与加载方向约成 45°角,可以观察到微屈曲等失效特征。

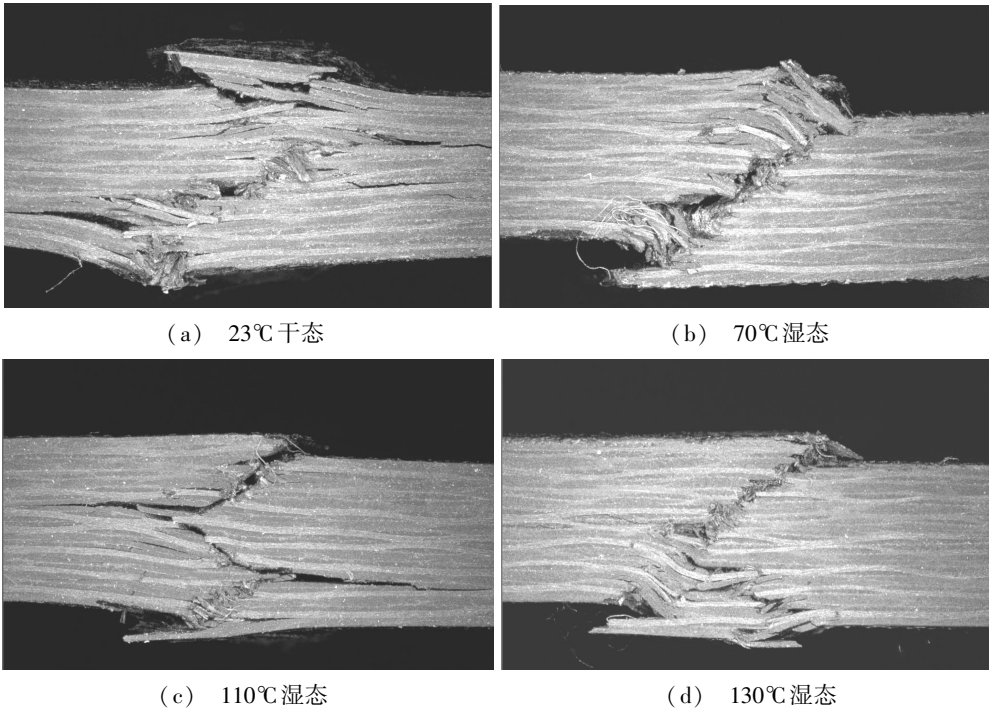


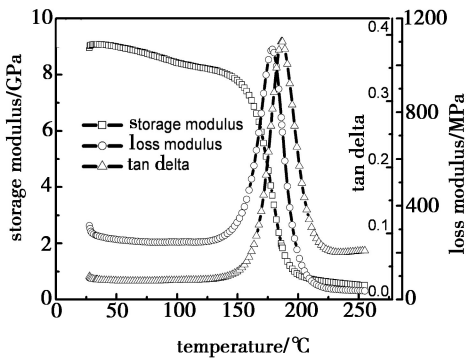
图 5 典型压缩破坏模式

Fig. 5 Failure modes of compressive test

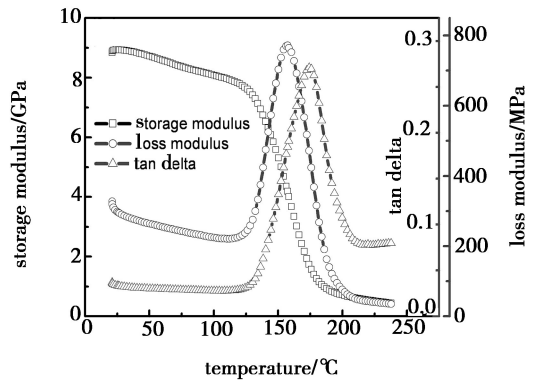
## 2.4 动态力学分析

干态和湿态条件下的 DMA 曲线如图 6 所示。从干态的 DMA 曲线可以看出,损耗因子峰值为 186℃,这就是损耗因子玻璃化转变温度  $T_l(\tan\delta)$ ,它是此复合材料保持刚性的最高温度。湿态的 DMA 曲线对

应的损耗因子峰值为 174℃,比干态试样下降了 12℃,其最主要原因是树脂基体吸湿塑化导致刚度降低,同时基体和碳纤维的吸湿量相差很大,直接导致了纤维和基体的体积膨胀不匹配,最终导致复合材料模量的下降<sup>[14]</sup>。



(a) 干态



(b) 湿态

图 6 干态和湿态的 DMA 曲线

Fig. 6 DMA curves of dry and wet

根据文献[15],在实际工程应用中以损耗因子  $T_l(\tan\delta)$  值来衡量复合材料的耐湿热性能是不合理的,因为在此温度下材料已基本上从玻璃态转变到了

高弹态,材料的模量已降到了最低点,对承力结构的复合材料而言,这时它已完全失去了使用价值。因此,以 DMA 曲线中储能模量曲线明显下降的起始点

所对应的温度来衡量复合材料耐湿热性能才是较为科学的,更能反映复合材料的实际使用性能。通过干态和湿态条件下的 DMA 曲线可以看出,干态试样的  $T_g$  为  $141^\circ\text{C}$ ,湿态试样的  $T_g$  为  $125^\circ\text{C}$ 。但是吸湿后的复合材料在实际使用过程中随着温度的升高会出现力学性能的退化,超过某一温度后力学性能急剧下降并不可逆,该温度叫做最高使用温度(MOL),确定最高使用温度是为了保证材料在服役过程中不会因温度的稍微增加就引起强度和刚度的骤然下降,开孔压缩强度是最成功的 MOL 标志。根据相关标准<sup>[16]</sup>,最高使用温度为其玻璃化转变温度减去某个温度裕度,对于环氧树脂基复合材料来说,通常选取  $30^\circ\text{C}$  作为温度裕度,则吸湿后的此复合材料的最高使用温度(MOL)为  $95^\circ\text{C}$ ,这与图 3 得出的不同湿热环境下复合材料孔板压缩性能曲线是相对应的。

### 3 结论

(1) 国产平纹机织碳纤维环氧复合材料吸湿率较低,其饱和吸湿率仅为 0.88% 左右。干态试样纤维与基体之间粘结良好,无纤维拔出现象;湿态试样在形貌上略有变化,吸湿后试样表面变得较为光滑,存在一些树脂破坏,有少量纤维拔出,并发生了界面破坏。吸湿老化后并没有新物质生成,也没有发生化学反应。

(2) 湿热环境对树脂基体具有塑化效应,纤维与基体的界面性能也会因湿膨胀系数的差异而脱粘。因此湿热会降低由基体性能主导的压缩强度。 $130^\circ\text{C}$  环境下湿态试样的开孔压缩强度保持率约为 70%,且其分散性较  $23^\circ\text{C}$  干态有所增加,湿热环境对该复合材料孔板压缩性能的影响较为显著。

(3) 湿热环境对开孔复合材料在压缩载荷下的破坏模式影响不大。含孔复合材料层合板的破坏模式均为过孔破坏,破坏均发生在应力集中区域,并且断裂都是沿着应力集中最大的方向扩展。侧面断口主要为剪切失效,有分层和屈曲特征。

(4) 在实际的工程应用中,采用 DMA 曲线中储能模量曲线明显下降的起始点所对应的温度来衡量复合材料耐湿热性能是较为科学的。吸湿后复合材料  $T_g$  为  $125^\circ\text{C}$ ,比干态时下降了  $16^\circ\text{C}$ ,其主要原因是树脂基体的吸湿塑化以及基体和碳纤维的吸湿量相差很大。

### 参考文献

- [1] 杜善义. 先进复合材料与航空航天[J]. 复合材料学报,2007,24(1):1-12
- [2] 沈军,谢怀勤. 先进复合材料在航空航天领域的研发与应用[J]. 材料科学与工艺,2008,16(5):737-740
- [3] Kumar S B, Sridhar I, Sivashanker S. Influence of humid environment on the performance of high strength structural carbon fiber composites[J]. Materials Science and Engineering A,2008,498(1):174-178
- [4] 关志东,黎增山,刘德博,等. 复合材料层板开孔压缩损伤分析[J]. 复合材料学报,2012,29(3):167-172
- [5] 沈真,杨胜春. 飞机结构用复合材料的力学性能要求[J]. 材料工程,2007(S1):248-252
- [6] 彭雷,张建宇,鲍蕊,等. 湿热、紫外环境对 T300/QY8911 复合材料孔板静力性能的影响[J]. 复合材料学报,2009,26(3):18-22
- [7] 展全伟,范学领,孙秦. 复合材料孔板在湿热环境下的力学性能研究[J]. 固体火箭技术,2011,34(6):764-767
- [8] 姚宇超,许希武,毛春见,湿热环境下开孔复合材料层合板的强度[J]. 材料科学与工程学报,2015,33(3):425-431
- [9] American Society for Testing and Materials. ASTM D5229 /D 5229M Standard test method for moisture absorption properties and equilibrium conditioning of polymer matrix composite materials[S]. PA: ASTM International,2014
- [10] American Society for Testing and Materials. ASTM D6484/D6484M-2014 standard test method for open-hole compressive strength of polymer matrix composite laminates [S]. PA: ASTM International,2014
- [11] 范金娟,程小全,陶春虎. 聚合物基复合材料构件失效分析基础[M]. 北京:国防工业出版社,2011,115-143
- [12] 陈伟明,王成忠,周同悦,等. 多频动态热机械分析法研究碳纤维复合材料湿热老化[J]. 材料工程,2006(S1):355-359
- [13] 陈平,刘胜平. 环氧树脂[M]. 北京:化学工业出版社,1999:176-184
- [14] Rar B C. Temperature Effect during humid ageing on interfaces of glass and carbon fibers reinforced epoxy composites [J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2006, 298: 111-117
- [15] 包建文,陈祥宝. 5284/T300 复合材料湿热性能研究[J]. 宇航材料工艺,2000,30(4):37-40
- [16] 中国航空工业集团公司. HB 7618-2013 聚合物基复合材料力学性能数据表达准则[S]. 北京:国防科学技术工业委员会,2013

(编辑 任涛)