

连续碳纤维增强的聚芳醚酮复合材料的层间破坏*

何天白 周江 曲桂杰 陈天禄 李滨耀

(中国科学院长春应用化学研究所高分子物理开放实验室, 长春 130022)

摘 要

用双悬臂梁和端开口弯曲试件分别研究了连续碳纤维增强的聚芳醚酮复合材料(CF/PEK-C)的I型和II型的层间破坏。CF/PEK-C的I型层破坏的线弹性断裂判据 G_{Ic} 和弹塑性断裂判据 J_{Ic} 分别为 0.69KJ/m^2 且与裂纹长度无关。CF/PEK-C的II型层间破坏的稳定性,与裂纹和半跨距之比 a/L 有关。当 a/L 小于0.7时,表现为不稳定的II型层间破坏的断裂韧性 G_{IIc} 为 1.62KJ/m^2 。当 a/L 大于0.7时,则为稳定的II型层间破坏。此时的 G_{IIc} 与临界点的选择有关。由亚临界点和0.95点法得出的 G_{IIc} 值分别为 1.73 和 2.74KJ.M^2 。

关键词 聚芳醚酮、复合材料、能量释放速率、层间破坏、I型和II型破坏

连续纤维增强的聚合物基复合材料,不论铺层如何设计,最常见的破坏形式为层间破坏。因此,研究层间破坏的特点,建立层间破坏的判据,找出抵抗层间破坏的方法,都是聚合物基复合材料断裂力学的重要内容之一^[1]。建立层间破坏的判据通常是测定作用在层间的临界应变能释放速率 G_c 。复合材料的层间破坏常常发生在正应力或剪切应力的作用下。对应的层间破坏判据称为I型和II型层间断裂韧性,记为 G_{Ic} 和 G_{IIc} 。提高层间断裂韧性主要是选用韧性好的基材树脂^[2]。比如可以选用橡胶或聚砜改性的环氧树脂制备热固性复合材料,或选用热塑性树脂,如酰胺/酰亚胺共聚物、聚硫醚、聚醚醚酮或聚醚酮酮等,制备热塑性复合材料。

我们曾报道了用国产碳纤维和树脂制备的连续碳纤维增强的热塑性复合材料的常规力学性能^[3]。本文继续介绍这类复合材料的层间破坏行为及I型和II型层间断裂韧性的测定。

实 验 部 分

所用复合材料为单向层压的连续碳纤维增强的热塑性聚芳醚酮(CF/PEK-c)。碳纤维为吉林炭素厂生产,拉伸强度为 2.5GPa ,断裂伸长为 1.5% 。使用前未作任何表面处理,仅在 120°C 下干燥2小时。聚芳醚酮树脂(PEK-C)是长春应化所技术^[4],徐州工程塑料厂生产。 25°C 下在三氯甲烷中的比浓粘度为 0.7dl/g 。动态力学法测得的 T_g 为

* 1989年6月19日,国家自然科学基金资助的项目。

214℃.

将碳纤维连续通过 PEK-C 的溶液, 制得厚度约为 0.2mm 的单层片. 把单层片单向铺叠, 并在中心层的一端置宽约 20mm、厚约 0.7mm 的铝箔, 然后在 PEK-C 的 T_g 温度以上热压成厚约 2—3mm, 一端有初始裂纹的板材. 其树脂含量约为 35wt%.

测定 I 型层间断裂韧性采用双悬臂梁 (DCB) 试件^[7], 长×宽为 170 × 20mm. 在试件有初始裂纹的一端的两面分别粘上合页, 将合页的另一端夹在 1121 型 INSTRON 试验机的夹头中, 以 10mm/min 的速度在室温下拉伸 (图 1). 记录载荷 P -位移 δ 的曲线. 当载荷开始下降时, 停机, 用读数显微镜在试件涂有白漆的一侧量出裂纹长度, 然后卸载. 重复以上步骤, 直到裂纹长度接近试件长度的一半时. 在正式读取数据前, 需对初始裂纹进行预裂, 即当试件经过第一次加载-卸载过程后, 从第二个循环开始记录有关数据.

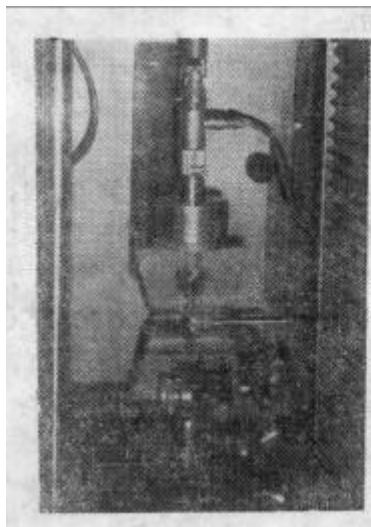


图 1 双悬臂梁试验装置

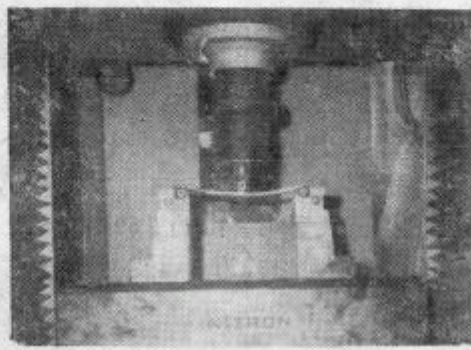


图 2 单边开口三点弯曲试验装置

测定 II 型层间断裂韧性采用端部开口弯曲 (ENF) 试件^[6], 长×宽为 130 × 20mm. 将试件放在间距为 116mm 的两个固定支座上, 在试件中心以 0.1mm/min 的速度将半径为 2mm 的压头压下 (图 2). 记录载荷 P 和压头位移 δ 的曲线. 当载荷开始下降时, 停机, 用读数显微镜在试件涂有白漆的一侧量出裂纹长度, 然后卸载. 重复以上步骤, 直到裂纹长度接近半跨距时. 初始裂纹的预裂, 是在尽可能小的跨距下将试件弯曲, 使初始裂纹发生扩展.

实 验 结 果

层间断裂韧性 G_c 可由 Irwin-Kies 公式得到^[7]:

$$G_c = (P^2/2B)dC/da \quad (1)$$

式(1)中 P 是载荷, B 是试件宽度, C 是试件的柔度, a 是试件中裂纹的长度. 对于不同的层间破坏形式, 找出试件柔度与裂纹长度的函数关系, 代入式(1)则可算出相应的断裂韧性.

为了确定试件柔度与裂纹长度的函数关系, 可以采用梁理论或柔度标定法. 若将双

悬臂梁(DCB)试件看成是一对梁长为 a 、在裂尖处交接的悬臂梁,按照梁弯曲理论,当忽略剪切形变对柔度的贡献时,DCB 试件的柔度与裂纹长度的关系为^[8]:

$$C = 8a^3/BE_Lh^3 \quad (2)$$

式(2)中 E_L 是材料的纵向模量, h 是试件的半厚度。因此,用 DCB 试件测得的 I 型层间断裂韧性 G_{Ic} 为:

$$G_{Ic} = 3P_c\delta_c/2Ba \quad (3)$$

式(3)中 P_c 和 δ_c 是在裂纹长度为 a 时的临界载荷和位移。

同样地若将端部开口弯曲 (ENF) 试件看成是三段悬臂梁的组合,其固定端分别在中心加载点和裂尖处。按照梁弯曲理论,当忽略剪切形变和断面间的摩擦时,ENF 试件的柔度与裂纹长度的关系为^[9]:

$$C = (2L^3 + 3a^3)/8E_F Bh^3 \quad (4)$$

式(4)中 L 是半跨距, E_F 是材料的弯曲模量。因此用 ENF 试件测定的 II 型层间断裂韧性 G_{IIc} 为:

$$G_{IIc} = 9a^2P_c^2/16E_F B^2h^3 \quad (5)$$

图 3 是 CF/PEK-C 复合材料的 DCB 试件的 P - δ 曲线。用式(3)计算 G_{Ic} 时,应该用图 3 中加载最大时的 P 、 δ 和 a 。从图 3 看出,前次加载-卸载过程中的卸载点处的 P 和 δ 与下一次加载-卸载过程中最大加载点处的 P 和 δ 基本相同。因此为了实验方便起见,把前次加载-卸载过程中卸载时的 a 与下次过程中加载最大时的 P 和 δ 代入式(3)计算 G_{Ic} ^[9]。将这样得到的有关数据代入式(3),得到表面未处理的连续碳纤维增强的聚芳醚酮 I 型层间断裂韧性 G_{Ic} 为 0.69KJ/m²。图 4 表明在裂纹长度为 40—70mm 时,CF/PEK-C 的 G_{Ic} 值可以视为不随裂纹长度而变。

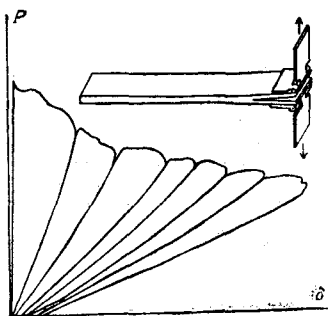


图 3 CF/PEK-C 复合材料的 DCB 试件的载荷-位移 (P - δ) 曲线

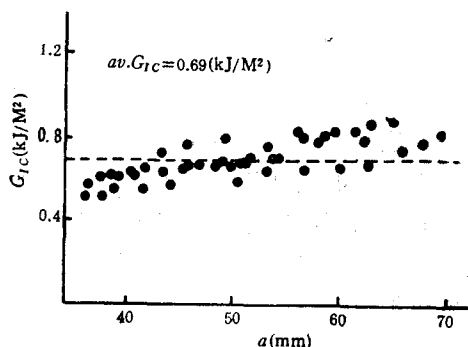


图 4 CF/PEK-C 的 I 型层间断裂韧性 G_{Ic} 与裂纹长度 a 无关

从图 5 中 CF/PEK-C 复合材料的 ENF 试件的 P - δ 曲线可以看出,在裂纹长度与半跨距之比 a/L 小于 0.7 时,当载荷增至最大时,裂纹快速扩展,同时发生大幅度卸载,试件呈不稳定破坏。当 a/L 大于 0.7 时,载荷增大时,裂纹缓慢扩展,没有明显的卸载现象出现。此时试件发生稳定破坏。用式(5)计算 G_{IIc} 时,对于不稳定破坏,可用图 5 中最大载荷 P_{max} 作为 P_c ; 对于稳定破坏, P_c 的取法较难确定。我们用图 5 中亚临界点的

载荷 P_{ic} 作为 $P_{0.95}$ 。亚临界点是 $P-\delta$ 曲线上偏离初始线性的那一点,实验发现在亚临界点附近试件发生破裂声,说明试件中的裂纹发生了亚临界扩展^[10]。将有关数据代入式(5),其中 E_F 为 50GPa,是用无裂纹试件测得的。表面未处理的连续碳纤维增强的聚芳醚酮的 II 型层间断裂韧性 G_{IIc} ,在不稳定破坏时为 $1.62 \pm 0.14 \text{ KJ/m}^2$; 稳定破坏时为 $1.73 \pm 0.13 \text{ KJ/m}^2$ 。

讨 论

用式(3)和(5)计算复合材料的层间断裂韧性,要求材料在载荷下表现出线弹性力学行为。因此,对于有着明显的能量耗散等特点的聚合物材料,为了能更严格地确定它的断裂判据,需用 J-积分的方法^[11,12]。用 J-积分建立材料的断裂判据,有多试件法,单试件法和阻力曲线法等。由于实验方法的限制,以及复合材料的各向异性增加了理论分析的困难,在建立

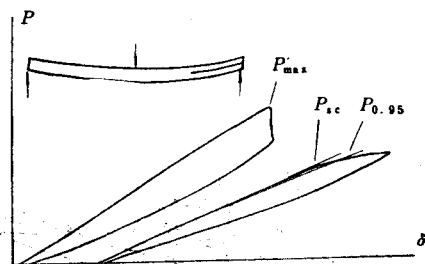


图5 CF/PEK-C 复合材料的 ENF 试件的载荷-位移 ($P-\delta$) 曲线

复合材料的层间断裂判据时,常常采用多试件法^[13,14]。

我们用每组 5 个试件共 5 组样品测定了 CF/PEK-C 的 I 型层间破坏的弹塑性判据 J_{Ic} 。将每组 5 个尺寸相同、裂纹长度不等的 DCB 试件的 $P-\delta$ 曲线分成四等分,算出相应的面积 U 。将由相同等分得到的 U 对裂纹长度 a 作图,得一组曲线(图 6a)。求出图 6a 中各曲线在 a 最小处的斜率除以厚度 B 。再将此值的负值,即 J_I 值对 δ 作图(图 6b)。图 6b 中对应于 δ_c 的 J_I 值即为 J_{Ic} 。 δ_c 是一组样品中 a 值最小的试件的临界 δ 。图 6b 中给出了两组样品的 J_{Ic} 值。5 组样品的平均 J_{Ic} 值为 0.63 KJ/m^2 ,比 G_{IIc} 略小。

影响复合材料层间破坏的稳定性的原因,有裂纹尖端的钝化,纤维桥结及裂尖处的树脂富集等^[2]。另外如果加载速度跟不上裂纹扩展速度,也会发生大幅度卸载。在用 ENF 试件研究 CF/PEK-C 复合材料的 II 型层间破坏时,我们发现 a/L 的比值也会影响破坏的稳定性。图 7 是 CF/PEK-C 的 ENF 试件在不同 a/L 时的 $P-\delta$ 曲线。 a/L 小于 0.7 时,载荷加至最大时裂纹迅速扩展。同时伴随着大幅度的卸载,试件表现出不稳定的破坏。当 a/L 大于 0.7 时,不出现大幅度

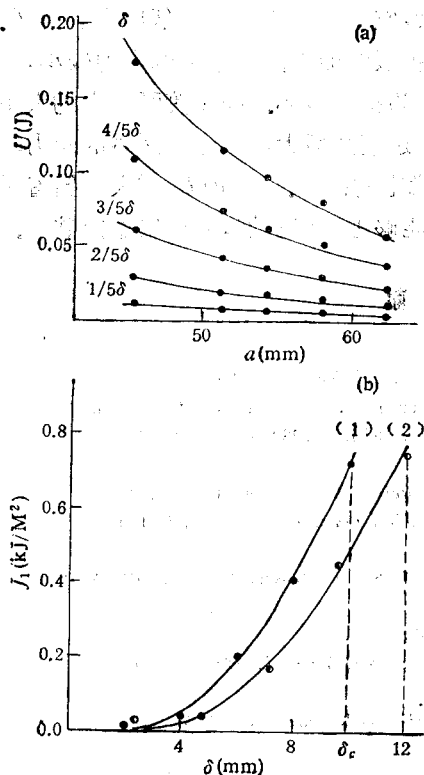


图6 (a) 给定位移的情况下,位能 U 与裂纹长度 a 的关系, $\delta = 12 \text{ mm}$; (b) 对一定的裂纹长度, I 型 J 积分值 J_I 是位移 δ 的函数。(1) $a = 41.85 \text{ mm}$, (2) $a = 45.41 \text{ mm}$ 。

卸载的现象,试件发生稳定的破坏。进一步分析表明,当 $0.7 < a/L < 0.9$ 时,在 $P-\delta$ 曲

线上有一最大点或转折点,说明试件的破坏经历了裂纹的引发和增长过程。 a/L 大于 0.9 时的 $P-\delta$ 曲线单调变化,试件的破坏来源于裂纹的逐步增长。

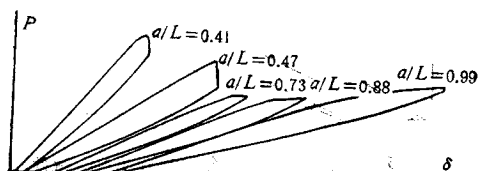


图 7 CF/PEK-c 的 ENF 试件在不同 a/L 时的载荷-位移 ($P-\delta$) 曲线

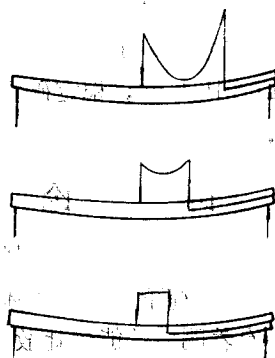


图 8 裂尖与中心加载点间的应力分布的示意图
随着 a/L 的增大,过渡区域变小,过渡区内应力增大。

ENF 试件中,中心加载点和裂尖处的应力都较大,它们二者之间有一低应力过渡区。此过渡区应力的大小,决定了裂纹扩入过渡区后继续扩展的能力。过渡区的应力较小,裂纹难以继续扩展,表现为不稳定的破坏。反之,则表现为稳定破坏。而过渡区应力的大小又取决于过渡区域的大小。如图 8 所示。 a/L 较小,过渡区域大,则过渡区域的应力较小,因而裂纹进入过渡区后难以继续扩展,表现为不稳定的破坏。当 a/L 增大,随着过渡区域的减小和过渡区的应力增大,裂纹在过渡区中能够进一步扩展,表现出稳定破坏。

参 考 文 献

- [1] Garg, A., *Eng. Fract. Mech.*, 1988, 20, 557.
- [2] Hine, P. J., Brew, B., Duckett, R. A. and Ward, I. M., *Comp. Sci. Technol.*, 1988, 33, 35.
- [3] He, T., Li, B., Zhang, Y., Qu, G., Zhuang, Y., Chen, T., Yuan, Y., Qu, X., Ding, M. and Liu, K., *Proceedings of 7th Int. Conf. Comp. Mater. Int. Academic Pub.*, Beijing, 1989, 4, pp. 40—42.
- [4] 张海春、陈天禄、袁雅桂, 中国专利, 85108751, 1985.
- [5] Whitney, J. H., Browning, C. E. and Hoogsteden, W. H., *J. Reinf. Plast. Comp.*, 1982, 1, 297.
- [6] Carlsson, L. A., Gillespie, J. W. and Trethewey, B. R., *J. Reinf. Plast. Comp.*, 1986, 5, 170.
- [7] Irwin, G. R. and Kies, J. A., *Welding J.*, 1954, 33, 193.
- [8] Wilkins, D. J., Eisenmann, J. R., Camin, R. A., Margolis, W. S. and Benson, R. A., *ASTM STP*, 1982, 775, 168.
- [9] Russell, A. J. and Street, K. N., *ASTM STP*, 1985, 876, 349.
- [10] Gillespie, J. W., Jr., Carlsson, L. A. and Smiley, A. J., *Comp. Sci. Technol.*, 1987, 28, 1.
- [11] Rice, J. R., *J. Appl. Mech.*, 1968, (6), 379.
- [12] Williams, J. G., "Fracture Mechanics of Polymers", Ellis Horwood, Chichester, 1984.
- [13] Begley, J. A. and Landes, J. D., *ASTM STP*, 1972, 514, 1; 24.
- [14] Keary, P. E., Ilciewicz, L. B., Shaar, C. and Trostle, J., *J. Comp. Mater.*, 1985, 19, 154.
- [15] Carlsson, L. A., Gillespie, J. W., Jr. and Pipes, R. B., *J. Comp. Mater.*, 1986, 20, 594.
- [16] Gillespie, J. W., Jr., Carlsson, L. A. and Pipes, R. B., *Comp. Sci. Technol.*, 1986, 27, 177.
- [17] Ye, L., *Comp. Sci. Technol.*, 1988, 33, 257.

DELAMINATION OF CONTINUOUS CARBON FIBER REINFORCED POLY (PHENYLENE ETHER KETONE)

HE Tianbai, ZHOU Jiang, QU Guijie, CHEN Tianlu and LI Binyao

(Polymer Physics Laboratory, Changchun Institute of Applied Chemistry, Academia Sinica, Changchun 130022)

ABSTRACT

Mode I and II delamination of continuous carbon fiber reinforced poly (phenylene ether ketone) were studied by using, respectively, double cantilever beam (DCB) specimens and end notched flexure (ENF) specimens. Mode I fracture criteria based on the linear elastic theory, G_{IC} , and that on the elastic-plastic theory, J_{IC} , were 0.69 and 0.63 kJ/m², respectively. Both G_{IC} and J_{IC} was independent of the crack length. Stability of Mode II delamination depended on the ratio of crack length to half span a/L . Unstable Mode II delamination occurred at a/L less than 0.7 and the critical energy release rate for it was 1.62 kJ/m². The critical energy release-rate for stable Mode II delamination depended on determination of the critical load at which crack started to grow and ranged from 1.74 to 2.74 kJ/m².

Key words Poly (phenylene ether ketone), Composite, Energy release rate, Delamination, Mode I and II fracture