

# МЕХАНИКА КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

MECHANICS  
OF COMPOSITE  
MATERIALS

**2022**

**2**

ЛАТВИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК  
LATVIAN ACADEMY of SCIENCES

**МЕХАНИКА КОМПОЗИТНЫХ  
МАТЕРИАЛОВ**

**MECHANICS  
of COMPOSITE MATERIALS**

2022 ● Т. 58 ● 2 ● 221—434

Март—апрель  
March—April

<https://doi.org/10.22364/mkm.58.2>

Выходит 6 раз в год с января 1965 г.  
Issued since 1965, bimonthly

ЛАТВИЙСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
РИГА

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР *A. K. Chate*  
EDITOR-IN-CHIEF *A. K. Chate*

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

*X. Альтенбах* (зам. главного редактора, Германия), *Я. Андерсонс* (зам. главного редактора, Латвия), *А. Анискевич* (Латвия), *Я. Варна* (Швеция), *А. Красников* (Латвия), *О. Старкова* (Латвия), *С. В. Шешенин* (Россия)

#### EDITORIAL BOARD

*H. Altenbach* (ass. editor, Germany), *J. Andersons* (ass. editor, Latvia), *A. Aniskevich* (Latvia), *J. Varna* (Sweden), *A. Krasnikovs* (Latvia), *O. Starkova* (Latvia), *S. V. Sheshenin* (Russia)

#### РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ

*M. Айдогду* (Турция), *С. Д. Акбаров* (Турция), *А. Артеиру* (Португалия), *Л. Асп* (Швеция), *Е. Барканов* (Латвия), *В. Беккер* (Германия), *В. Н. Бурлаенко* (Украина), *И. Гузь* (Великобритания), *Нгуен Дин Дык* (Вьетнам), *Г. Кан* (Китай), *В. Карвелли* (Италия), *В. А. Касьянов* (Латвия), *А. Катунин* (Польша), *Сон С. Ким* (Южная Корея), *Е. Контю* (Греция), *Е.-М. Крачун* (Румыния), *А. Кривицов* (Россия), *В. Кулаков* (Латвия), *Г. Куликов* (Россия), *С. В. Ломов* (Бельгия, Россия), *Ю. Маяк* (Эстония), *Г. Михасёв* (Беларусь), *А. Муц* (Польша), *В. Н. Паймушин* (Россия), *С. В. Панин* (Россия), *Л. Плачиди* (Италия), *Т. Садовский* (Польша), *С. Б. Сапожников* (Россия), *М. Ди Скьюва* (Италия), *Р. Талрея* (США), *Ю. Токовий* (Украина), *В. Хван* (Южная Корея)

#### ADVISORY BOARD

*M. Aydogdu* (Turkey), *S. D. Akbarov* (Turkey), *A. Arteiro* (Portugal), *L. Asp* (Sweden), *E. Barkanov* (Latvia), *W. Becker* (Germany), *V. N. Burlayenko* (Ukraine), *I. Guz* (United Kingdom), *Nguyen Dinh Duc* (Vietnam), *G. Kang* (China), *V. Carvelli* (Italy), *V. A. Kasyanov* (Latvia), *A. Katunin* (Poland), *Seong S. Kim* (South Korea), *E. Kontou* (Greece), *E. M. Craciun* (Rumania), *A. Krivtsov* (Russia), *V. Kulakov* (Latvia), *G. Kulikov* (Russia), *S. V. Lomov* (Belgium, Russia), *J. Majak* (Estonia), *G. Mikhasev* (Belarus), *A. Muc* (Poland), *V. N. Pajmushin* (Russia), *S. V. Panin* (Russia), *L. Placidi* (Italy), *T. Sadowski* (Poland), *S. B. Sapozhnikov* (Russia), *M. Di Sciuva* (Italy), *R. Talreja* (USA), *Yu. Tokovyy* (Ukraine), *W. Hwang* (Korea)

#### ПОЧЕТНАЯ РЕДКОЛЛЕГИЯ

*Л. Агалярян* (Армения), *А. Богданович* (США), *А. Н. Гузь* (Украина), *А. Дуда* (Германия), *А. Д. Заманов* (Азербайджан), *М. Калнинь* (Латвия), *В. В. Коврига* (Россия), *С. Т. Милейко* (Россия), *Ю. М. Плескачевский* (Беларусь), *В. А. Поляков* (Латвия), *Н. Щербина* (Украина)

#### HONORARY BOARD

*L. Aghalovyan* (Armenia), *A. Bogdanovich* (USA), *A. N. Guz* (Ukraine), *A. Duda* (Germany), *A. D. Zamanov* (Azerbaijan), *M. Kalniņš* (Latvia), *V. V. Kovriga* (Russia), *S. T. Mileiko* (Russia), *Yu. M. Pleskachevskii* (Belarus), *V. A. Polyakov* (Latvia), *N. Shcherbina* (Ukraine)

Журнал издается на английском языке Springer Science+Business Media, Inc. (США, ISSN 0191-5665) и аннотируется в следующих изданиях:

The Journal is published in English by Springer Science+Business Media, Inc. (USA, ISSN 0191-5665) and is abstracted or indexed in:

Science Citation Index Expanded (SciSearch), Journal Citation Reports/Science Edition, SCOPUS, INSPEC, Chemical Abstracts Service (CAS), Google Scholar, EBSCO, CSA, Academic OneFile, Academic Search, ChemWeb, CSA, Environmental Sciences, Current Contents/Engineering, Computing and Technology, Earthquake Engineering Abstracts, EI-Compendex, Gale, INIS Atomindex, OCLC, Polymer Library, Reaction Citation Index, Referativnyi Zhurnal (VINITI), SCImago, Summon by ProQuest.

*К. Гусейнов\*, С. Б. Сапожников, О. А. Кудрявцев*

*Южно-Уральский государственный университет, Аэрокосмический факультет,  
Челябинск, Россия*

## **ОСОБЕННОСТИ ИСПЫТАНИЙ НА ТРЕХТОЧЕЧНЫЙ ИЗГИБ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕЖСЛОЙНОГО МОДУЛЯ СДВИГА СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ**

*K. Guseinov\*, S. B. Sapozhnikov, and O. A. Kudryavtsev*

## **FEATURES OF THREE-POINT BENDING TESTS FOR DETERMINING OUT-OF-PLANE SHEAR MODULUS OF LAYERED COMPOSITES**

**Keywords:** polymer-matrix composites (PMCs), out-of-plane shear modulus, three-point bending, local deformation, degree of anisotropy

Three-point bending tests are widely used to determine the elastic and shear moduli of polymer matrix composites due to their simplicity. Nevertheless, the accuracy of the elastic constants definition has a significant sensitivity to a degree of anisotropy of the laminates. This work is aimed to analyze experimentally and numerically the capabilities of the bending tests for determining the out-of-plane shear modulus of composites with different degrees of anisotropy. The methodology considering an influence of shear and local deformation effects was used. Finite element modeling was performed for an independent assessment of the accuracy of the methodology. It was found out that the methodology considered allowed one to determine the out-of-plane shear modulus with reasonable accuracy for both unidirectional and woven CFRPs. At the same time, the accuracy of the out-of-plane shear modulus determining is significantly reduced for materials with a low degree of anisotropy, such as woven GFRP.

**Ключевые слова:** материалы композитные полимерные, модуль сдвига межслойный, изгиб трехточечный, деформации контактные локальные, степень анизотропии

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [guseinovk@susu.ru](mailto:guseinovk@susu.ru)  
Corresponding author: [guseinovk@susu.ru](mailto:guseinovk@susu.ru)

Испытания на трехточечный изгиб для определения упругих характеристик слоистых пластиков при сдвиге получили широкое распространение благодаря их простоте. Результаты испытаний демонстрируют значительную чувствительность к степени анизотропии материала. Цель работы — анализ возможностей метода испытаний на трехточечный изгиб для оценки межслойного модуля сдвига композитных материалов с разной степенью анизотропии. Для определения межслойного модуля сдвига использован известный метод, учитывающий вклад сдвигов и локальных деформационных эффектов. Для независимой оценки чувствительности метода и погрешности вычисления упругих характеристик при сдвиге выполнено численное моделирование. Установлено, что межслойный модуль сдвига возможно корректно определить не только на однонаправленных, но и на тканевых углепластиках. Точность определения межслойного модуля сдвига материалов с низкой степенью анизотропии, таких как тканевый стеклопластик, значительно снижается.

## Введение

Использование численного моделирования для проектирования и оценки прочности конструкций из полимерных композитных материалов (ПКМ) требует наличия надежных данных о свойствах материалов. На сегодняшний день используют большое количество разных экспериментальных методов для определения упругих и прочностных постоянных композитов. Экспериментальные методы оценки упругих характеристик слоистых пластиков при сдвиге, основанные на изгибе балок, получили широкое распространение благодаря простоте их осуществления [1]. Для определения модуля межслойного сдвига обработку результатов эксперимента проводят по известным формулам, учитывающим влияние поперечных сдвигов [2]. Однако анализ результатов испытаний полимерных композитных материалов на изгиб не так прост и нагляден, как, например, при одноосном растяжении. Измеряемые при испытаниях величины (нагрузка, прогиб) связаны с исследуемыми характеристиками материала (упругими постоянными) аналитическими зависимостями, точность которых определяют лежащие в их основе гипотезы. Погрешности вычислений констант упругости в силу принятых допущений существенно возрастают при увеличении степени анизотропии материала (отношение продольного модуля упругости к межслойному модулю сдвига  $E_x / G_{xz}$ ) [3].

Вклад сдвига при изгибе балок в общий прогиб существенно зависит от анизотропии механических характеристик материала балки, площади поперечного сечения и отношения ее пролета к толщине  $L / h$ . Значимость этих факторов неодинакова, но они взаимосвязаны. Их совместная оценка обязательна при испытаниях на изгиб балок из анизотропных материалов. При выборе размеров балок необходимо иметь в виду, что вследствие масштабного эффекта толщина влияет на прогиб при изгибе [4—9]. В работе [9]

влияние толщины изучали путем сравнения кривых деформирования при изгибе однонаправленных композитов четырех разных толщин. Установили, что жесткость при изгибе существенно возрастает с увеличением толщины слоистого пластика. Значительное количество экспериментальных [8—13] и расчетно-экспериментальных работ [14—20] посвящено исследованию возможностей метода определения упругих характеристик слоистых пластиков при разном отношении пролета к толщине. В работах [12—17] приведены рекомендации по выбору отношения пролета к толщине  $L/h$ , при котором возможно пренебречь вкладом сдвига для корректного определения модуля упругости при изгибе. В работах [10, 18] авторы исследовали возможности метода при определении межслойного модуля сдвига на образцах с малым отношением  $L/h$ . При этом авторы ограничились рассмотрением только однонаправленных композитов, обладающих значительной анизотропией. Однако в работах [14—16] продемонстрировали значительную чувствительность метода к степени анизотропии материала в широком диапазоне отношений пролета к толщине. Таким образом, в настоящее время возможности метода по определению межслойного модуля сдвига при испытаниях на трехточечный изгиб исследованы недостаточно подробно, и нет четко сформулированных границ его применимости для композитов с разной степенью анизотропии.

При определении межслойных упругих свойств слоистых пластиков метод испытаний на трехточечный изгиб часто считают приближенным, поскольку прогнозируемые значения межслойного модуля сдвига получаются заниженными [12, 17]. Одна из причин заниженных оценок связана с неучетом локальных деформационных эффектов, возникающих в месте контакта образца с роликами [21, 22]. Методология оценки межслойного модуля сдвига, учитывающая вклад локальных деформационных эффектов, рассмотрена в работах [10, 18, 23]. Авторами показано, что при оценке модуля сдвига для образцов с малым отношением  $L/h$  вклад локальных деформационных эффектов в общий прогиб может иметь тот же порядок, что и вклад от сдвиговых деформаций [10]. При корректном выборе диапазона деформаций, в котором контактные перемещения линейно зависят от нагрузки, удастся определить значение межслойного модуля сдвига с высокой точностью. В то же время прогностические возможности методологии рассмотрены авторами только на примере однонаправленного углепластика, и ее корректность для определения межслойного модуля сдвига менее анизотропных материалов, например, тканевых композитов, не изучена.

Цель настоящей работы — анализ возможностей метода трехточечного изгиба для определения межслойного модуля сдвига композитных материалов, различающихся степенью анизотропии. Рассмотрены три материала: однонаправленный и тканевый углепластики и тканевый стеклопластик. Балочные образцы испытали на трехточечный изгиб, после чего оценили межслойный модуль сдвига с применением методологии, описанной в [10, 18, 23]. Для оценки точности полученных результатов провели численное моделирование испытаний всех типов образцов. Показано, что использо-

вание аналитических зависимостей дает корректные результаты только для материалов с достаточно высокой степенью анизотропии.

## 1. Существующий подход определения межслойного модуля сдвига на основе испытаний на трехточечный изгиб

**1.1. Процедура оценки вклада сдвигов и локальных деформационных эффектов в общее перемещение.** Использовали методику определения межслойного модуля сдвига, первоначально предложенную для однонаправленных композитов [10]. Уравнение (1) основано на балочной теории Тимошенко и дополнено слагаемым, учитывающим локальные деформационные эффекты [10]. Композитный материал считали ортотропным с одинаковыми свойствами при растяжении и сжатии. Предположили, что  $E_f = E_x$ , где  $E_f$  и  $E_x$  — модуль упругости при изгибе и продольный модуль упругости соответственно. Полный прогиб балки  $\delta$  определяет сумма следующих компонент:

$$\delta = \delta_b + \delta_s + \delta_l = \frac{1}{4} \frac{PL^3}{E_x b h^3} + \frac{3}{10} \frac{PL}{G_{xz} b h} + \frac{P}{k}, \quad (1)$$

где  $\delta_b$  — прогиб от изгиба;  $\delta_s$  — прогиб от сдвига;  $\delta_l$  — прогиб от локальной деформации;  $P$  — нагрузка;  $L$  — длина пролета;  $b$  и  $h$  — ширина и толщина образца соответственно;  $E_x$  — продольный модуль упругости;  $G_{xz}$  — межслойный модуль сдвига.

Локальную деформационную жесткость  $k$  определяли как

$$\frac{1}{k} = \frac{1}{2k_a} + \frac{1}{k_c}, \quad (2)$$

где

$$k_a = \frac{P}{2\delta_a}, \quad (3)$$

$$k_c = \frac{P}{\delta_c} \quad (4)$$

локальная жесткость, связанная с жесткостью машины и податливостью на опорах соответственно.

На рис. 1 схематично отображены возникающие прогибы образца при испытаниях на трехточечный изгиб. Вклад локальных деформационных эффектов в общий прогиб включает компоненты  $\delta_a$  и  $\delta_c$ . Перемещение  $\delta_a$  вызвано вдавливанием нагружающего и опорных роликов в образец. Податливость испытательной машины обуславливает дополнительное перемещение  $\delta_c$ . Учет вклада локальных деформационных эффектов в общий прогиб позволяет получить более точную оценку межслойного модуля сдвига. Для надежного определения межслойного модуля сдвига выбором относительного пролета в зависимости от степени анизотропии исследуемого матери-

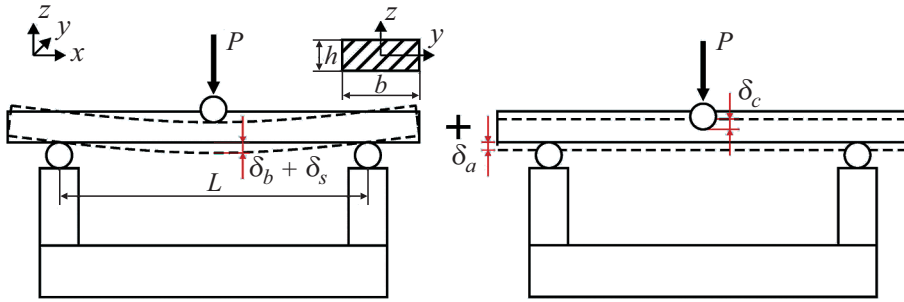


Рис. 1. Разные компоненты общего прогиба при испытаниях на трехточечный изгиб.

ала должна быть обеспечена достаточная чувствительность метода, т.е. вклад от сдвига должен быть одного порядка с вкладом от изгиба [2].

Вклад сдвигов и локальных деформационных эффектов из уравнения (1) может быть определен как

$$\frac{\delta_s}{\delta_b} = \frac{6}{5} \frac{E_x}{G_{xz}} \left( \frac{h}{L} \right)^2, \quad (5)$$

$$\frac{\delta_l}{\delta_b} = \frac{4b}{k} E_x \left( \frac{h}{L} \right)^3. \quad (6)$$

**1.2. Процедура определения диапазона деформаций.** При испытаниях на трехточечный изгиб образцов с малым отношением  $L/h$  имеется начальный нелинейный участок, не отражающий свойств материала. Эта нелинейность обусловлена выравниванием образца на опорах. Для корректного определения упругих характеристик при обработке результатов испытаний на трехточечный изгиб этот эффект должен быть скомпенсирован, чтобы получить скорректированную нулевую точку на оси деформации [24]. Таким образом, для всей серии испытаний по кривой напряжение—деформация строят линейную регрессионную зависимость, исключая начальный нелинейный участок. Деформации  $\varepsilon_b$  и напряжения  $\sigma_b$  при изгибе определяем как

$$\varepsilon_b = \frac{6\delta h}{L^2}, \quad (7)$$

$$\sigma_b = \frac{3PL}{2bh^2}, \quad (8)$$

где  $\delta$  — прогиб в середине пролета.

**1.3. Процедура определения упругих постоянных** в выбранном диапазоне деформаций состоит из нескольких этапов. Сначала проводим испытания образца на трехточечный изгиб на разных пролетах согласно рекомендациям стандарта ASTM D790 [24]. По кривой напряжение—де-



формация определяем значение кажущегося изгибного модуля, не учитывающего вклад сдвигов и локальных деформационных эффектов. Кажущийся изгибный модуль находим из соотношения

$$E_b = \frac{1}{4} \frac{mL^3}{bh^3}, \quad (9)$$

где  $m$  — наклон секущей по кривой нагрузка—перемещение. Вычисленные значения  $E_b$  на разных пролетах подставляем в уравнение (1), представленное в виде

$$E_b^{-1} = E_x^{-1} \left[ 1 + \frac{6}{5} \frac{E_x}{G_{xz}} \left( \frac{h}{L} \right)^2 + 4 \frac{E_x b}{k} \left( \frac{h}{L} \right)^3 \right], \quad (10)$$

Уравнение (10) можно записать как

$$y = A + Bx^2 + Cx^3, \quad (11)$$

где  $x = \frac{h}{L}$ ,  $y = E_b^{-1}$ ,  $A = E_x^{-1}$ ,  $B = \frac{6}{5} G_{xz}^{-1}$ ,  $C = 4 \left( \frac{k}{b} \right)^{-1}$ .

Коэффициенты  $A, B$  и  $C$  уравнения (11) определяем методом наименьших квадратов по экспериментальным точкам, соответствующим разным отношениям пролета к толщине. Важно отметить, что полученное значение межслойного модуля сдвига в этом случае является усредненным.

Как уже было отмечено, рекомендации по выбору параметров образцов и условий испытаний, позволяющих получить корректную оценку межслойного модуля сдвига, существуют только для однонаправленных углепластиков. Для исследования границ применимости указанного подхода провели экспериментальные и расчетные исследования механического поведения образцов композитных материалов с разной степенью анизотропии при трехточечном изгибе.

## 2. Эксперименты

**2.1. Материалы и образцы.** Для изготовления композитов использовали три типа армирующих наполнителей: однонаправленную углеродную ленту UMATEX® FIBARM TAPE-230/300 (12К, 230 г/м<sup>2</sup>), углеткань саржевого переплетения UMATEX® UWB-200-3К-Twill2/2-100 (3К, 200 г/м<sup>2</sup>), стеклоткань полотняного переплетения T-13 (12К, 280 г/м<sup>2</sup>, ООО “ЕЗИМ”). Композиты, состоящие из 24 слоев, изготовили методом ручной выкладки с использованием смеси эпоксидной смолы, диэтиленгликоля и триэтилентетрамина ЭД-20/ДЭГ/ТЭТА (82/8/10 вес. частей). Начальное отверждение провели в прессе при температуре 25 °С в течение 24 ч при давлении 2 МПа. Постотверждение проведено при температуре 80 °С в течение 5 ч. Объемная доля волокна в среднем 61, 61 и 63% для однонаправленного углепластика, тканевого углепластика и тканевого

Табл. 1

Размеры образцов слоистых пластиков

Материал	$h$	$b$	$L$
	мм		
Однонаправленный углепластик $[0^\circ]_{24}$	$5,38 \pm 0,03$	$12,7 \pm 0,03$	$220 \pm 0,05$
Тканевый углепластик $[0^\circ]_{24}$	$4,50 \pm 0,03$	$12,7 \pm 0,03$	$220 \pm 0,05$
Тканевый стеклопластик $[0^\circ]_{24}$	$4,38 \pm 0,02$	$12,7 \pm 0,03$	$220 \pm 0,05$

стеклопластика соответственно. Из каждой плиты в направлении основы вырезали пять прямоугольных образцов с помощью станка с ЧПУ. Размеры образцов трех типов слоистых пластиков представлены в табл. 1.

**2.2. Испытания на трехточечный изгиб** провели на универсальной испытательной машине INSTRON 5900R с силоизмерителем 5 кН на основе стандарта ASTM D790 [24]. Радиус нагружающего и опорных цилиндров составлял 5 мм при комнатной температуре ( $23 \pm 3$  °C). Скорость движения траверсы варьировали для получения постоянной скорости деформирования  $0,01 \text{ мин}^{-1}$  на внешней поверхности образца.

Как уже было отмечено, деформации при изгибе, определенные по перемещению траверсы, включают в себя не только прогиб образца, но и податливость испытательной машины. Возникающая при этом контактная нелинейность, связанная с развитием площадки контакта между образцом и нагрузочным роликом, дополнительно усложняет интерпретацию результатов испытаний на изгиб. В связи с этим в настоящей работе деформации при изгибе определяли по перемещениям нижней точки в центре образца. В этом случае можно считать, что локальные деформационные эффекты обусловлены только вдавливанием образца в опоры. Для определения деформации при изгибе динамический экстензометр INSTRON 2620-601 с измерительной базой 50 мм установили на специальном шупе в середине пролета (рис. 2).



Рис. 2. Экспериментальная установка для испытаний на трехточечный изгиб.

Испытания на трехточечный изгиб провели, варьируя отношение пролета в диапазоне от 38 до 180 мм. С учетом линейного поведения рассматриваемых материалов при испытаниях на изгиб [9, 20] и рекомендаций [10] для оценки упругих характеристик все испытания проводили до изгибных деформаций 0,5%. Диапазон деформаций, в котором локальные деформационные эффекты допустимо считать линейными, определяли при минимальном пролете  $L = 38$  мм, который позволяет приспособление с установленным экстензометром. Для каждого типа материала испытали по пять образцов.

**2.3. Экспериментальные результаты.** На рис. 3 представлены кривые нагрузка—перемещение образца однонаправленного углепластика при разной длине пролета. Однонаправленный углепластик при испытаниях на изгиб демонстрирует нелинейное поведение только на начальном участке нагружения (см. рис. 3—б). При изгибе образцов тканевых угле- и стеклопластиков кривые нагрузка—перемещение имели аналогичный вид.

На рис. 4 показан диапазон деформаций при наименьшем пролете  $L = 38$  мм, в котором поведение при изгибе образца допустимо считать линейным для всех материалов. Таким образом, для рассматриваемых материалов выбором диапазона деформаций 0,05—0,25% обеспечено гарантированное исключение начального нелинейного участка. Более того, все образцы демонстрировали линейное поведение и при больших деформациях, и, соответственно, наклон секущей  $m$  остается неизменным. Использование экстензометра позволило значительно снизить вклад локальных деформаций, связанных с жесткостью машины.

Далее по кривым нагрузка—перемещение построили линию линейной регрессии и определили значение наклона секущей  $m$ , а затем вычислили значения кажущегося изгибного модуля  $E_b$  по формуле (9). В табл. 2 представлены полученные значения и стандартные отклонения  $E_b$ . С уменьшением длины пролета наблюдали монотонное снижение значений  $E_b$ . Это связано прежде всего с увеличением вклада сдвиговых деформаций.

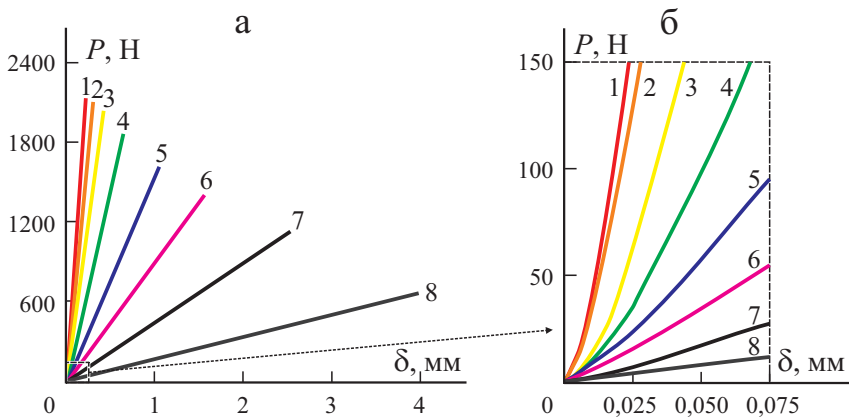


Рис. 3. Зависимости нагрузка—перемещение  $P—\delta$  однонаправленного углепластика при длине пролета  $L = 38$  (1); 44 (2); 52 (3); 64 (4); 82 (5); 100 (6); 128 (7); 180 мм (8).

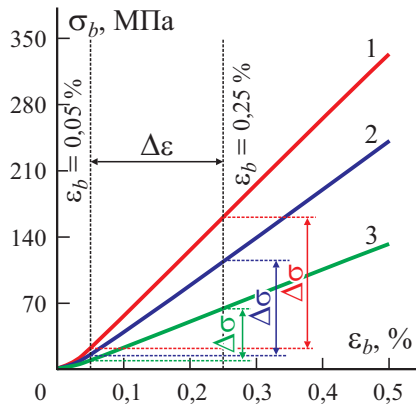


Рис. 4. Диапазон изгибных деформаций  $\varepsilon_b$  с линейными контактными эффектами однонаправленного углепластика (1), тканевого углепластика (2), тканевого стеклопластика (3) при  $L = 38$  мм.

С учетом полученных значений  $E_b$  (см. табл. 2) методом наименьших квадратов определяли коэффициенты уравнения (11). Для этого был использован численный пакет MathCAD (функция “genfit”). Прогнозируемые значения упругих характеристик слоистых пластиков в диапазоне деформаций 0,05—0,25%, степень анизотропии материалов  $\beta = E_x / G_{xz}$  и локальная жесткость  $k$  представлены в табл. 3. На рис. 5 представлены полученные зависимости относительного кажущегося модуля упругости при изгибе  $E_b / E_x$  от отношения пролета к толщине с результатами натурных испытаний для всех материалов. Относительное изменение величины  $E_b / E_x$  было различно для рассматриваемых слоистых пластиков. Прогнозируемое относительное изменение величины  $E_b / E_x$  при  $L / h = 5$  для однонаправленного углепластика — 65%, тканевого углепластика — 52%,

Табл. 2

Значения кажущегося изгибного модуля при разных значениях пролета

$L$ , мм	Однонаправленный углепластик		Тканевый углепластик		Тканевый стеклопластик	
	$E_b$ , ГПа	$L/h$	$E_b$ , ГПа	$L/h$	$E_b$ , ГПа	$L/h$
38	$69,73 \pm 0,37$	7,06	$49,78 \pm 0,13$	8,44	$27,22 \pm 0,25$	8,68
44	$78,65 \pm 0,14$	8,18	$52,65 \pm 0,17$	9,77	$27,92 \pm 0,13$	10,05
52	$90,67 \pm 0,17$	9,66	$56,91 \pm 0,26$	11,55	$29,01 \pm 0,17$	11,87
64	$101,24 \pm 0,20$	11,9	$60,08 \pm 0,22$	14,22	$29,41 \pm 0,27$	14,61
82	$109,99 \pm 0,43$	15,24	$62,10 \pm 0,25$	18,22	$29,97 \pm 0,22$	18,72
100	$116,32 \pm 0,51$	18,59	$63,90 \pm 0,28$	22,22	$30,04 \pm 0,13$	22,83
128	$120,72 \pm 0,56$	23,79	$64,72 \pm 0,33$	28,44	$30,47 \pm 0,16$	29,22
180	$124,36 \pm 0,66$	33,46	$65,65 \pm 0,26$	40	$30,74 \pm 0,20$	41,1

Значения упругих констант, степени анизотропии и локальной деформационной жесткости для всех материалов

Материал	$E_x$ , ГПа	$G_{xz}$ , ГПа	$k$ , кН/мм	$\beta = E_x/G_{xz}$
Однонаправленный углепластик $[0^\circ]_{24}$	128,46	4,59	105,35	27,98
Тканевый углепластик $[0^\circ]_{24}$	66,62	3,75	125,02	17,75
Тканевый стеклопластик $[0^\circ]_{24}$	30,80	3,88	410,52	7,94

тканевого стеклопластика — 29%. Это различие подтверждает существенное влияние степени анизотропии на результаты испытаний на изгиб.

По средним значениям кажущегося изгибного модуля по формулам (5), (6) определили значения вклада локальных деформационных эффектов и сдвигов по отношению к изгибу (рис. 6). Установили, что использование экстензометра не позволяет полностью исключить вклад контактов в общий прогиб, в частности, при малой длине пролета, в связи с чем учет данного фактора все ещё является необходимым при обработке результатов испытаний. В то же время при сопоставлении результатов по вкладу локальных деформационных эффектов в общий прогиб однонаправленных углепластиков с результатами [10] установили, что использование экстензометра позволило в три раза снизить вклад локальных деформационных эффектов. Важно отметить, что применение экстензометра при определении прогиба исключило вдавливание лишь нагружающего ролика в слоистый пластик, что существенно повлияло на значения локальной жесткости  $k$ . Кроме того, локальная жесткость менее анизотропных тел, например, тканевого стеклопластика, в 3—4 раза больше, чем тканевого и однонаправленного

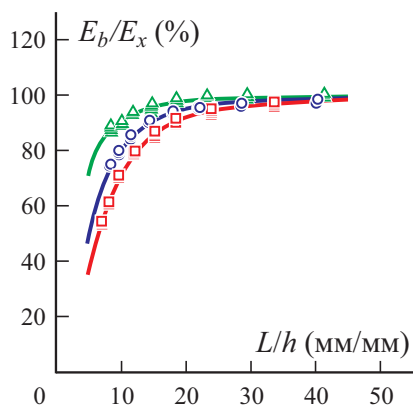


Рис. 5. Зависимость относительного кажущегося модуля упругости при изгибе  $E_b/E_x$  от отношения пролета к толщине  $L/h$  и результаты натурных испытаний для всех материалов: однонаправленный углепластик (■), тканевый углепластик (●), тканевый стеклопластик (▲).

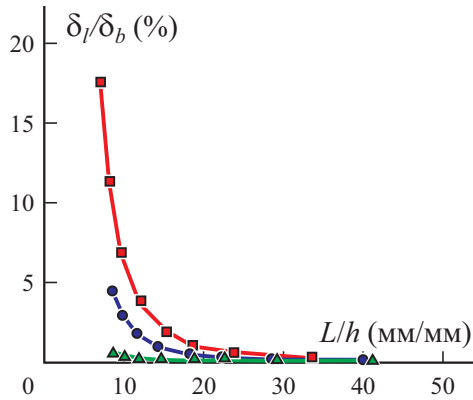


Рис. 6. Вклад локальных деформационных эффектов  $\delta_l / \delta_b$  по отношению к изгибу: однонаправленный углепластик (■), тканевый углепластик (●), тканевый стеклопластик (▲).

углепластиков. Вероятно, это связано с тем, что в силу большей общей податливости меньший вклад вносит локальная податливость.

На рис. 7 представлены значения вклада сдвигов по отношению к изгибу. Видно, что чем ниже степень анизотропии материала, тем меньше вклад сдвигов в общий прогиб. Диапазон  $L/h < 15$  позволяет проводить корректную оценку межслойного модуля сдвига однонаправленного и тканевого углепластиков, что хорошо согласуется с рекомендациями [8, 9]. Однако для тканевого стеклопластика в этом диапазоне не обеспечена достаточная чувствительность метода, т.е. вклад от сдвигов в общее перемещение незначителен. Таким образом, прогнозируемое значение межслойного модуля сдвига может быть некорректным. Для увеличения вклада сдвигов в общее перемещение возможно использование более толстых образцов [10]. Однако увеличение толщины приводит к возникновению масштабного эффекта, способного влиять на конечные свойства компози-

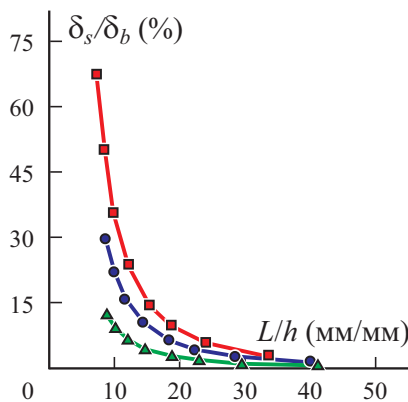


Рис. 7. Вклад сдвиговых деформаций  $\delta_s / \delta_b$  по отношению к изгибу: однонаправленный углепластик (■), тканевый углепластик (●), тканевый стеклопластик (▲).

тов [4—9]. В то же время возможность увеличения толщины ограничена, поскольку перестает работать балочная схема Тимошенко, и формулы обработки испытаний на изгиб становятся неправомерны [17]. Все эти факторы могут привести к потенциальным ошибкам, которые трудно оценить.

Важно отметить, что рассмотренная методология предполагает осреднение экспериментальных данных, полученных при разной длине пролета. В связи с этим необходима независимая оценка погрешности вычисления упругих характеристик с рассмотрением повторяемости экспериментальных результатов для каждого материала.

### 3. Численное моделирование

Для оценки погрешности определения упругих характеристик слоистых пластиков с разной степенью анизотропии провели численное моделирование испытаний образцов на трехточечный изгиб. Все вычисления выполнили с помощью программного обеспечения ANSYS Workbench 2020 R1. Конечно-элементная модель имитирует натурные испытания образца на трехточечный изгиб без разрушения.

**3.1. Описание численной модели.** Стратегия численных расчетов определена на основе гипотез, лежащих в основе уравнения (1). Материал изгибаемого стержня считали ортотропным, однородным и с одинаковыми характеристиками при растяжении и сжатии в предположении, что прогиб стержня мал. Для образцов использовали модель линейно-упругого ортотропного материала (orthotropic linear elastic). Слоистую структуру композита учитывали путем введения соответствующих точек интегрирования в конечный элемент по толщине материала. Использовали твердотельный тип конечного элемента высокого порядка SOLID186. Размер конечного элемента 0,25 мм выбрали на основе предварительных исследований сходимости результатов. Общее число конечных элементов 95 322. Нагружающий и опорные ролики задали абсолютно жесткими аналогично работам [25, 26], с типичными свойствами стали:  $E_x = 210$  ГПа,  $\mu = 0,3$ . Между образцом и роликами реализовали тип контакта трения (Frictional)

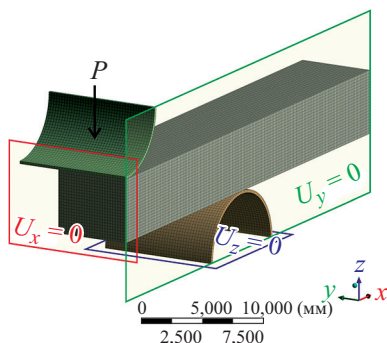


Рис. 8. Конечно-элементная модель для моделирования испытаний на трехточечный изгиб.

Табл. 4

Типичные свойства однонаправленного углепластика, тканевого углепластика и тканевого стеклопластика [27]

Композит	$E_x$	$E_y$	$E_z$	$G_{xy}$	$G_{xz}$	$G_{yz}$	$\mu_{xy}$	$\mu_{xz}$	$\mu_{yz}$
	ГПа								
Однонаправленный углепластик	147	10,3	10,3	7	7	3,7	0,27	0,27	0,54
Тканевый углепластик	77	75	13,8	6,5	5,1	4,1	0,06	0,5	0,37
Тканевый стеклопластик	24,5	23,8	11,6	4,7	2,6	3,6	0,11	0,15	0,20

с формулировкой Augmented Lagrange. Коэффициент трения в контактной паре задали 0,2 [26].

Геометрию конечно-элементной модели задали на основе размеров натуральных образцов (см. табл. 1). Расстояние между опорными роликами для каждого численного расчета изменяли согласно данным табл. 2. При численном расчете рассмотрели четвертую часть образца ввиду симметрии с соответствующими граничными условиями. Нагрузку прикладывали через нагружающий ролик и регистрировали перемещение образца в средней части. Геометрия, граничные условия и конечно-элементная сетка представлены на рис. 8.

**3.2. Анализ чувствительности модели к свойствам материала.** Для оценки чувствительности результатов к параметрам численной модели провели предварительные расчетные исследования. На этом этапе в конечно-элементных расчетах использовали типичные упругие характеристики слоистых пластиков (табл. 4). Для рассматриваемых материалов установили, что фиктивный модуль упругости наиболее чувствителен к модулю упругости  $E_x$  и межслойному модулю сдвига  $G_{xz}$  (рис. 9—11). При этом влияние этих параметров на результаты расчетов неодинаково вследствие

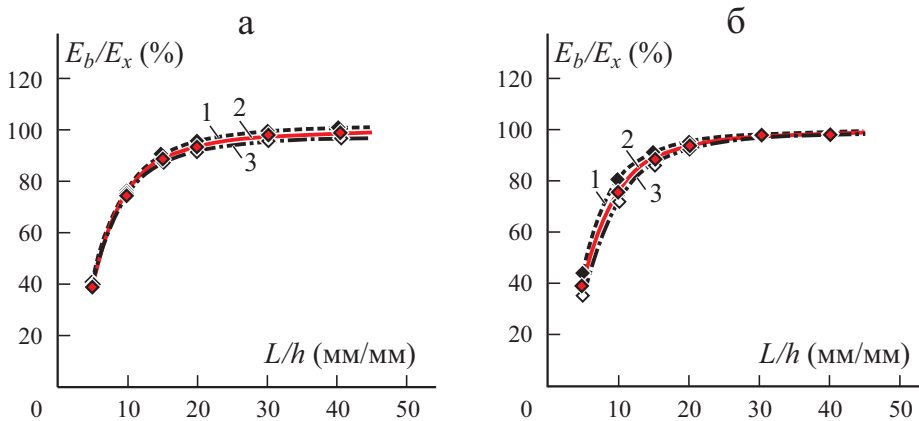


Рис. 9. Зависимость расчетного отношения  $E_b / E_x$  однонаправленного углепластика от отношения  $L / h$ : а — при  $G_{xz} = 7$  ГПа и  $E_x = 150$  (1); 147 (2); 144 ГПа (3); б — при  $E_x = 147$  ГПа и  $G_{xz} = 10$  (1); 7 (2); 5,5 ГПа (3).



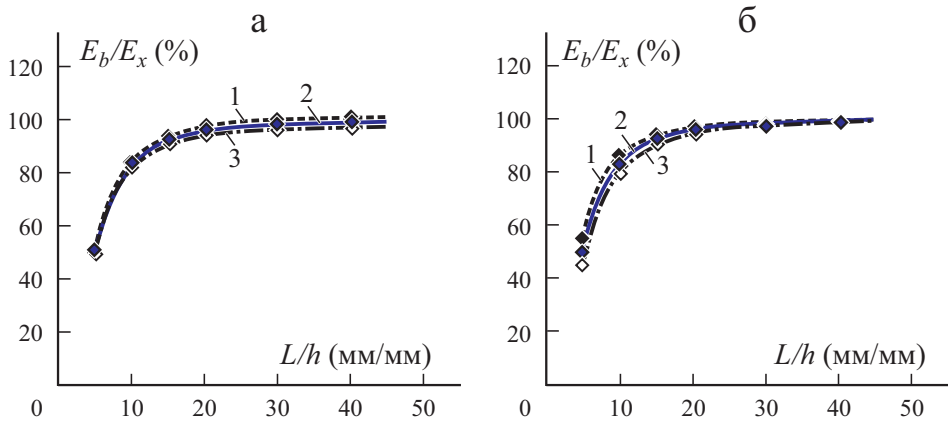


Рис. 10. Зависимость расчетного отношения  $E_b / E_x$  тканевого углепластика от отношения  $L / h$ : а — при  $G_{xz} = 5,1$  ГПа и  $E_x = 78,5$  (1); 77 (2); 75,5 ГПа (3); б — при  $E_x = 77$  ГПа и  $G_{xz} = 7$  (1); 5,1 (2); 4 ГПа (3).

различий степени анизотропии слоистых пластиков. Влияние остальных параметров модели материала на величину прогиба на порядок меньше. В связи с этим значения модуля упругости  $E_x$  и межслойного модуля сдвига  $G_{xz}$  взяты из экспериментальных результатов (см. табл. 3). Другие упругие свойства для каждого из слоистых пластиков заданы в соответствии с данными табл. 4.

**3.3. Численная оценка точности аналитических результатов.** Процедуру определения межслойного модуля сдвига на основе конечно-элементного моделирования выполнили в два этапа. На первом задали нагрузки, зарегистрированные в экспериментах, после чего определили значения наклона секущей  $m$  и по уравнению (9) вычислили значения кажущегося

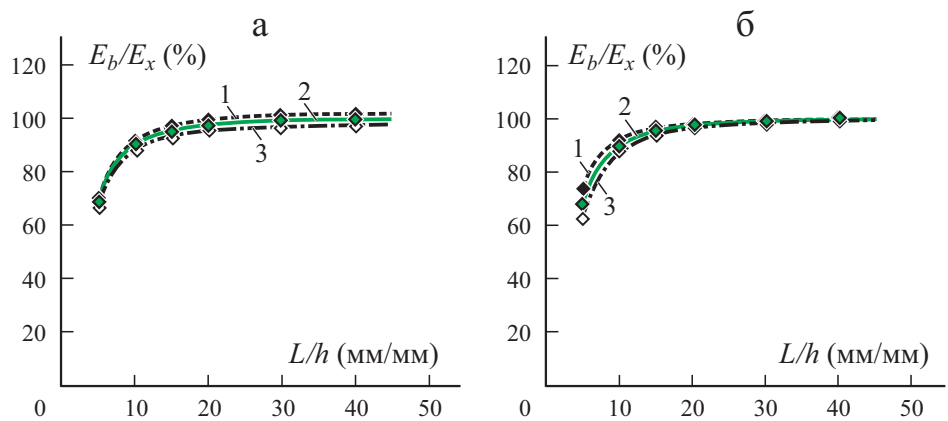


Рис. 11. Зависимость расчетного отношения  $E_b / E_x$  тканевого стеклопластика от отношения  $L / h$ : а — при  $G_{xz} = 2,6$  ГПа и  $E_x = 25$  (1); 24,5 (2); 24 ГПа (3); б —  $E_x = 24,5$  ГПа и  $G_{xz} = 3,5$  (1); 2,6 (2); 2 ГПа (3).

изгибного модуля при разном отношении пролета к толщине  $L/h$  в расчетной модели. На втором этапе провели варьирование значения модуля сдвига материала до совпадения расчетных и экспериментальных (см. табл. 2) значений кажущихся изгибных модулей на каждом пролете. Верхнюю и нижнюю оценки межслойного модуля сдвига получили с учетом среднеквадратического отклонения кажущегося модуля упругости при изгибе. Аппроксимацию с использованием уравнения (11) выполняли для всех групп расчетных точек, чтобы отобразить связь между кажущимся изгибным модулем  $E_b$  и отношением  $L/h$ . На рис. 12 отображен интервал, представляющий критическую разницу между результатами испытаний для каждого из материалов. Средняя величина межслойного модуля сдвига 4,9 ГПа для однонаправленного углепластика (см. рис. 12—а), 3,75 ГПа —

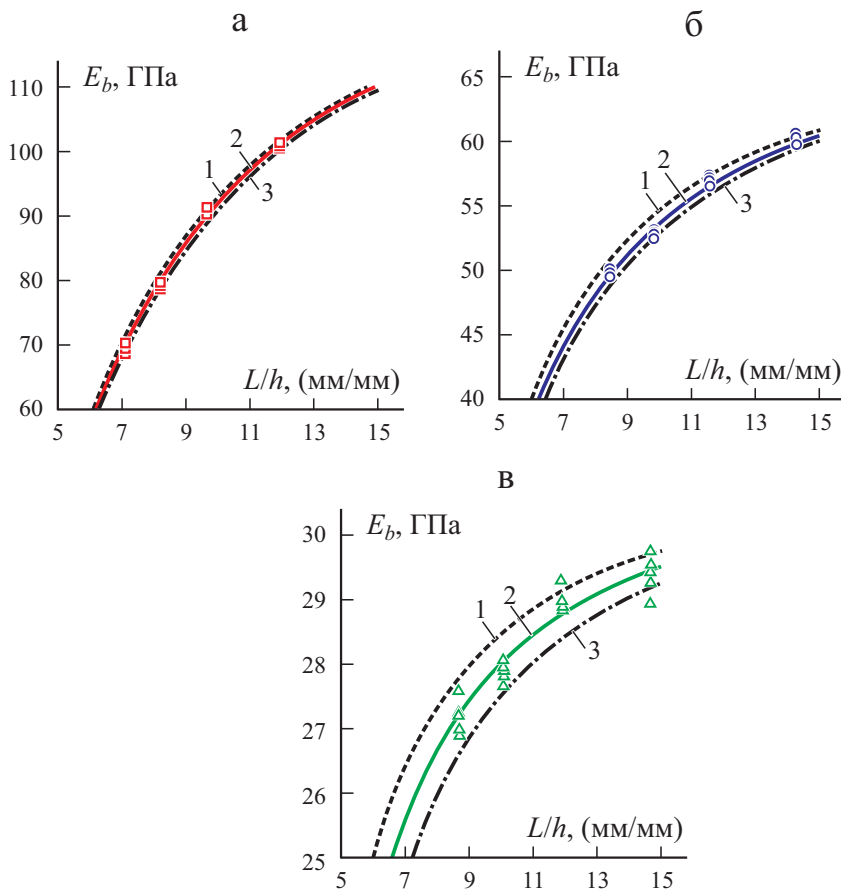


Рис. 12. Нижняя, верхняя и средняя оценки межслойного модуля сдвига  $G_{xz}$  и результаты натуральных испытаний. Для однонаправленного углепластика  $G_{xz} = 5,1$  (1); 4,9 (2); 4,7 ГПа (3) и эксперимент ( $\square$ ) (а); для тканевого углепластика  $G_{xz} = 4,15$  (1); 3,75 (2); 3,45 ГПа (3) и эксперимент ( $\circ$ ) (б); для тканевого стеклопластика  $G_{xz} = 4,78$  (1); 3,88 (2); 3,18 ГПа (3) и эксперимент ( $\Delta$ ) (в).

для тканевого углепластика (см. рис. 12—б) и 3,88 ГПа — для тканевого стеклопластика (см. рис. 12—в). Отличие от результатов, предсказываемых на основе уравнения (7), менее 7%, что подтверждает адекватность используемой конечно-элементной модели.

Из данных рис. 12—а и б следует, что различие значений межслойного модуля сдвига по верхней и нижней границе интервала не превышает 5 и 10% для однонаправленного и тканевого углепластиков соответственно. Повторяемость результатов для этих материалов позволяет судить об относительно высокой точности методологии. Однако в случае тканевого стеклопластика это различие по верхней и нижней границе интервала превышает 20%.

Следует отметить, что предъявляемые требования к точности определения межслойного модуля сдвига обусловлены конкретной задачей, в которой будет использован этот параметр. В том случае, если чувствительность конечного результата к вариации значений межслойного модуля сдвига незначительна, можно пренебречь низкой точностью определения данной величины в испытаниях на изгиб. В противном случае необходимо переходить к более трудоемким экспериментальным методам, в частности, испытаниям на сдвиг образцов с двойным вырезом (Double-Notch Shear tests).

### Заключение

Сложность определения упругих характеристик слоистых пластиков при сдвиге в испытаниях на трехточечный изгиб связана со значительным влиянием на результаты испытаний многих факторов: локальных деформационных эффектов, отношения длины пролета к толщине и степени анизотропии материала. В настоящей работе оценивали влияние этих факторов на результаты эксперимента и точность определения межслойного модуля сдвига слоистых пластиков. Испытания на трехточечный изгиб балочных образцов, значительно различающихся степенью анизотропии, проведены в широком диапазоне значений отношения пролета к толщине. На основе анализа вклада локальных деформационных эффектов в общий прогиб установили, что использование экстензометра не позволило полностью исключить вклад контактов.

Также продемонстрировали, что вклад сдвигов при разном отношении длины пролета к толщине образца существенным образом зависит от степени анизотропии. Выбором диапазона  $L/h < 15$  для однонаправленного и тканевого углепластиков обеспечили достаточную чувствительность метода. Однако для тканевого стеклопластика в этом диапазоне вклад сдвигов в общий прогиб был незначителен. Для независимой оценки точности определяемых упругих характеристик при сдвиге выполнили численное моделирование с использованием метода конечных элементов. Результаты моделирования показали, что различие между верхней и нижней оценкой межслойного модуля сдвига с использованием результатов испытаний на трехточечный изгиб около 5 и 10% для однонаправленного и тканевого углепластиков соответственно. В случае тканевого стекло-

пластика повторяемость результатов испытаний значительно ниже. Различие между верхней и нижней оценкой межслойного модуля сдвига в этом случае более 20%. Таким образом, точность определения межслойного модуля сдвига на основе результатов испытаний на трехточечный изгиб значительно снижается, когда рассматриваются материалы с низкой степенью анизотропии ( $E_x / G_{xz} < 15$ ).

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект номер 18-19-00377).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Mallick P. K.* Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design. — CRC press, 2007.
2. *Vasiliev V. V. and Morozov E. V.* Advanced Mechanics of Composite Materials and Structural Elements. — Newnes, 2013.
3. *Tarnopol'skii Y. M., Zhigun I. G. and Polyakov V. A.* Spatially Reinforced Composites. — Technomic Publ. Co. Inc., Lancaster, Pa, 1992.
4. *Demiral M., Kadioglu F. and Silberschmidt V. V.* Size effect in flexural behaviour of unidirectional GFRP composites // *J. Mech. Sci. Technol.* — 2020. — Vol. 34, No. 12. — P. 5053—5061.
5. *Wisnom M. R.* The effect of specimen size on the bending strength of unidirectional carbon fibre-epoxy // *Compos. Struct.* — 1991. — Vol. 18, No. 1. — P. 47—63.
6. Size Effects in Composites // *Comprehensive Composite Materials. Vol. II* / Eds. M. R. Wisnom and C. H. Zweben. — Bristol, United Kingdom: Elsevier, 2018. — P. 56—78.
7. *Jackson K. E., Kellas S., and Morton J.* Scale effects in the response and failure of fiber reinforced composite laminates loaded in tension and in flexure // *J. Compos. Mater.* — 1992. — Vol. 26, No. 18. — P. 2674—2705.
8. *Rącz Zs. and Vas L. M.* Relationship between the flexural properties and specimen aspect ratio in unidirectional composites // *Compos. Interfaces.* — 2005. — Vol. 12, Nos. 3-4. — P. 325—339.
9. *Caminero M. A., Rodríguez G. P., Chacón J. M. and García-Moreno I.* Tensile and flexural damage response of symmetric angle-ply carbon fiber-reinforced epoxy laminates: Non-linear response and effects of thickness and ply-stacking sequence // *Polym. Compos.* — 2019. — Vol. 40, No. 9. — P. 3678—3690.
10. *Mujika F.* On the effect of shear and local deformation in three-point bending tests // *Polym. Test.* — 2007. — Vol. 27, No. 7. — P. 869—877.
11. *Jalali S. J. and Taheri F.* New test method for measuring the longitudinal and shear moduli of fiber reinforced composites // *J. Compos. Mater.* — 1999. — Vol. 33, No. 23. — P. 2134—2160.
12. *Sideridis E. and Papadopoulos G. A.* Short-beam and three-point-bending tests for the study of shear and flexural properties in unidirectional-fiber-reinforced epoxy composites // *J. Appl. Polym. Sci.* — 2004. — Vol. 93, No. 1. — P. 63—74.
13. *Caminero M. A., Rodríguez G. P. and Muñoz V.* Effect of stacking sequence on Charpy impact and flexural damage behavior of composite laminates // *Compos. Struct.* — 2016. — Vol. 136. — P. 345—357.
14. *Hara E., Yokozeki T., Hatta H., Iwahori Y. and Ishikawa T.* Out-of-plane tensile modulus of CFRP laminates by 3-point bending test // *Adv. Compos. Mater.* — 2015. — Vol. 24, No. 3. — P. 221—237.

15. Hara E., Yokozeki T., Hatta H., Iwahori Y. and Ishikawa T. Comparison of out-of-plane tensile moduli of CFRP laminates obtained by 3-point bending and direct loading tests // *Composites: Part A*. — 2014. — Vol. 67. — P. 77—85.

16. Hara E., Yokozeki T., Hatta H., Iwahori Y., Ogasawara T., and Ishikawa T. Comparison of out-of-plane tensile strengths of aligned CFRP obtained by 3-point bending and direct loading tests // *Composites: Part A*. — 2012. — Vol. 43, No. 11. — P. 1828—1836.

17. Caprino G., Iaccarino P. and Lamboglia A. The effect of shear on the rigidity in three-point bending of unidirectional CFRP laminates made of T800H/3900-2 // *Compos. Struct.* — 2009. — Vol. 88, No. 3. — P. 360—366.

18. Insausti N., Adaraga I., De Gracia J., Arrese A. and Mujika F. Numerical assessment of an experimental procedure applied to DCB tests // *Polym. Test.* — 2020. — Vol. 82. — P. 106288.

19. Solyaev Y., Lurie S., Prokudin O., Antipov V., Rabinskiy L., Serebrennikova N., and Dobryanskiy V. Elasto-plastic behavior and failure of thick GLARE laminates under bending loading // *Composites: Part B*. — 2020. — Vol. 200. — P. 108302.

20. Ullah H., Harland A. R. and Silberschmidt V. V. Characterisation of mechanical behaviour and damage analysis of 2D woven composites under bending // *Composites: Part B*. — 2015. — Vol. 75. — P. 156—166.

21. Vinšová L. and Urban T. Testing of mechanical properties of thick-walled carbon fiber composite for FEM simulations // *Mater. Today: Proceedings*. — 2017. — Vol. 4, No. 5. — P. 5989—5994.

22. Hongkarnjanakul N., Rivallant S., Bouvet C. and Miranda A. Permanent indentation characterization for low-velocity impact modelling using three-point bending test // *J. Compos. Mater.* — 2014. — Vol. 48, No. 20. — P. 2441—2454.

23. Mujika F., Pujana J. and Olave M. On the determination of out-of-plane elastic properties of honeycomb sandwich panels // *Polym. Test.* — 2011. — Vol. 30, No. 2. — P. 222—228.

24. ASTM D790. Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA, 2007.

25. Ullah H., Harland A. R., and Silberschmidt V. V. Damage modelling in woven-fabric CFRP laminates under large-deflection bending // *Comput. Mater. Sci.* — 2012. — Vol. 64. — P. 130—135.

26. Seifoori S., Mirzaei M., and Afjoland H. Experimental and FE analysis for accurate measurement of deflection in CFRP and GFRP laminates under bending // *J. Int. Measurement Confederation*. — 2020. — Vol. 153. — P. 107445.

27. Daniel I. M. and Ishai O. *Engineering Mechanics of Composite Materials*. — Oxford Univ. Press, N. Y., 2006.

Поступила в редакцию 03.08.2021

Окончательный вариант поступил 13.10.2021

Received Aug 3, 2021 (Oct. 13, 2021)

---

Э. Зиле<sup>a\*</sup>, Д. Зеленькене<sup>b</sup>, А. Анискевич<sup>a</sup>

<sup>a</sup>*Institute for Mechanics of Materials, University of Latvia, Riga, LV-1004, Latvia*

<sup>b</sup>*Department of Mechanical Engineering, Kaunas University of Technology, Kaunas, Lithuania*

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОЛИМОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ МОДЕЛИРОВАНИЯ НАПЛАВЛЕНИЯ<sup>1</sup>

*E. Zīle\*, D. Zeleniakiene, and A. Aniskevich*

## CHARACTERIZATION OF POLYLACTIC ACID PARTS PRODUCED USING THE FUSED DEPOSITION MODELLING

**Keywords:** fused deposition modelling, laminate, voids, fiber

This work is devoted to studying the mechanical behavior of a polylactic acid (PLA) material produced by the fused deposition modelling. The influence of mesostructure on their macro-scale mechanical properties is characterized by porosity. The dependence of its longitudinal and transverse properties on the porosity is found experimentally. It is shown that, due to the crystallization after melting and extrusion, the properties of a single PLA fiber increase in time. The results obtained show that the classical lamination theory and the Tsai—Hill failure criterion can predict the modulus and strength of PLA printed materials.

**Keywords:** моделирование наплавления, композит слоистый, пустоты, волокно

Работа посвящена изучению механического поведения материала на основе полимолочной кислоты (ПМК), изготовленного методом моделирования наплавления. Влияние мезоструктуры на макромасштабные механические свойства материала характеризовали степенью пористости. Экспериментально установлена зависимость продольных и поперечных механических свойств от пористости. Показано, что в силу кристаллизации после плав-

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [edmunds.zile@gmail.com](mailto:edmunds.zile@gmail.com)

Corresponding author: [edmunds.zile@gmail.com](mailto:edmunds.zile@gmail.com)

<sup>1</sup>Перевод с англ.

ления и экструдирования свойства одиночного волокна из ПМК со временем возрастают. Полученные результаты показывают, что классическая теория слоистых композитов и критерий разрушения Цая—Хилла позволяют предсказать модуль упругости и прочность материалов из ПМК, изготовленных с помощью 3D печати.

## Введение

Моделирование методом наплавления (ММН) — быстро развивающаяся технология 3D печати, в которой используют термопластичную нить, расплавляемую, а затем экструдруемую через сопло. Сопло с цифровым управлением наносит сжиженный материал на платформу для послойного создания изделия. Материалы, используемые для печати, включают полимолочную кислоту (ПМК), акрилонитрилбутадиенстирол (АБС), поликарбонат (ПК) и т.д.

Проблемы, связанные с окружающей средой, экономикой и безопасностью, обусловили частичную замену полимеров на основе нефтехимии на биоразлагаемые [1]. В качестве основного кандидата ПМК представляет собой биоразлагаемый, высокопрочный и высокомодульный термопласт, изготавливаемый из возобновляемых источников. По этой причине в настоящем исследовании ПМК выбран в качестве материала для 3D печати.

Основная проблема технологии ММН заключается в несогласованности свойств материалов, поскольку свойства напечатанного материала отличаются от таковых исходного объемного полимера, используемого при изготовлении изделий на 3D принтере. Послойное изготовление материала создает неоднородности, такие как поры и пустоты, обуславливающие анизотропию свойств, например, механических в наплавленном материале. Понимание упругих свойств и прочности конечного материала необходимо для эффективного проектирования изделий, изготавливаемых на 3D принтере.

В [2] испытания на растяжение использовали для определения прочности, деформации при максимальной прочности и модуля упругости изделий из ПМК, изготовленных с помощью разных настольных принтеров с открытым исходным кодом с разной ориентацией раstra и высотой слоя. В [3] показали, что заполнение оказывает более значительное влияние на свойства материала изделий из ПМК, изготовленных на 3D принтере, чем толщина слоя и ориентация печати. В [4] описали механическое поведение печатных изделий из ПМК, используя классическую теорию слоистых композитов (КТСК). Значения модуля Юнга в направлениях, продольном и поперечном волокнам, определили из испытаний однослойных образцов с углами раstra 0 и 90°. Однако эти упругие постоянные определили только для одного фиксированного набора параметров печати. В [5] изучали влияние угла печати и толщины слоя на прочность при растяжении и мо-

дуль Юнга печатных материалов из ПМК. Установили, что эти параметры существенно влияют на свойства печатных материалов. Также показали, что гипотезы трансверсально-изотропного и ортотропного материалов при плоском напряженном состоянии пригодны для анализа печатных материалов из ПМК. Аналогичные результаты относительно влияния параметров печати получили в [6—8], где также предложили теоретическую модель, способную предсказать прочность при растяжении и межслойное разрушение печатных материалов из ПМК. В [9] использовали три плоскости печати, определили механические параметры в каждой плоскости печати под разными углами и показали, что для материалов ПМК ортотропная модель предпочтительнее трансверсально-изотропной.

В упомянутых исследованиях толщину слоя ПМК выбрали для представления влияния параметров печати на свойства материала. Однако такой выбор делает очень трудным сравнение и анализ данных о свойствах, полученных в разных исследованиях, поскольку сама по себе толщина слоя плохо отражает полученную мезоструктуру. При заданных ориентациях формирования и раstra, плотности заполнения и рисунке печати свойства печатаемого материала зависят не только от толщины слоя, но и от величины воздушного зазора, температуры экструзии, скорости печати и ширины раstra. Одновременное воздействие этих параметров создает мезоструктуру с определенной картиной пустот. Для правильной оценки влияния процесса изготовления на свойства материала необходимо установить зависимость между параметром, связанным с пустотами или порами, с механическими свойствами напечатанного материала. Такой параметр — пористость, которую можно определить как плотность воздушных пустот в заданной плоскости печатного материала [10] или как отношение общего объема пор к общему объему материала [11]. Цель настоящего исследования — предсказание с помощью КТСК свойств изделий из ПМК с упорядоченной пористой мезоструктурой, изготовленных методом ММН.

## 1. Структура печатных материалов, изготовленных наплавлением

Каждый слой, созданный с помощью ММН, состоит из двух фаз: термопластичного материала и неизбежно присутствующих пустот. В ходе ММН пряжи или волокна полутвердого расплавленного материала наплавляются рядом (см. раздел 3.1 с описанием параметров принтера). В результате каждый наплавленный слой состоит из связанных плотно упакованных волокон, структура которого очень похожа на слой волокнисто-армированного композита, состоящего из волокон, внедренных в матрицу другого материала. Таким образом, изделие, изготавливаемое ММН, имеет структуру слоистого композита, первой фазой которого являются волокна наплавленного материала, второй — пустоты. Для описания ориентации внутренней структуры печатного материала относительно



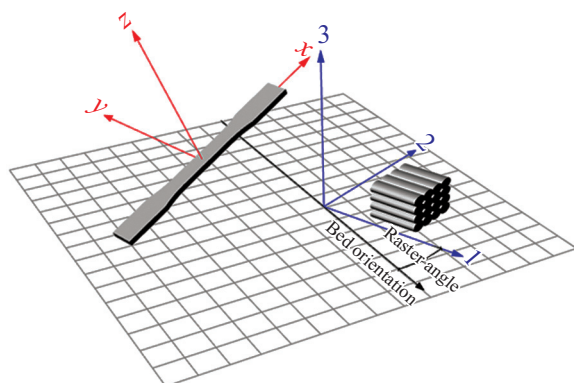


Рис. 1. Определение систем координат материала (1—2—3) и образца (x—y—z).  
1 — угол растра; 2 — направление станины.

геометрии образца определим две правые системы координат, а именно: систему слоя материала (1—2—3) и систему образца ММН (x—y—z), как показано на рис. 1. В системе материала оси 1 и 2 находятся в плоскости слоя, ось 3 (направление формирования) — перпендикулярна этой плоскости, ось 1, или ориентация растра, направлена по длине волокна. 3D принтер Ultimaker S5 позволяет задавать произвольный угол растра, изменяя параметр “направление линии заполнения”. Другая возможность изменить угол растра — повернуть модель образца, сохранив направление печати. Обе возможности реализует программное обеспечение нарезки Ultimaker Cura 4.9.0 принтера. Поперечное (“слабое”) направление, или направление оси 2, — перпендикулярно длине волокна. Плоскость 1—2 всегда параллельна станине принтера.

## 2. Классическая теория слоистых композитов

Внутренняя архитектура, создаваемая с помощью ММН, предполагает, что напечатанные изделия можно рассматривать как слоистые композиты, состоящие из ортотропных слоев, и использовать КТСК для анализа жесткостных характеристик изделий, изготовленных с помощью ММН. Для паспортизации ортотропного слоя при плоском напряженном состоянии необходимы четыре упругие постоянные: продольный  $E_1$  и поперечный  $E_2$  модули упругости, коэффициент Пуассона  $\nu_{12}$  и модуль сдвига в плоскости  $G_{12}$ . Приведенную жесткость  $Q_{ij}$  в системе координат слоя можно рассчитать следующим образом [12]:

$$\begin{bmatrix} Q_{ij} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix}, \quad (1)$$

где

$$Q_{11} = \frac{E_1}{1 - \nu_{12}\nu_{21}}, \quad Q_{22} = \frac{E_2}{1 - \nu_{12}\nu_{21}}, \quad Q_{12} = \frac{\nu_{12}E_2}{1 - \nu_{12}\nu_{21}}, \quad Q_{66} = G_{12}. \quad (2)$$

Кроме того, для ортотропных материалов справедливо соотношение

$$\frac{\nu_{21}}{E_2} = \frac{\nu_{12}}{E_1}. \quad (3)$$

Приведенную жесткость  $\bar{Q}_{ij}$  в системе координат слоистого композита выразим как

$$\left[ \bar{Q}_{ij} \right] = \left[ T_{ij} \right]^{-1} \left[ Q_{ij} \right] \left[ T_{ij} \right]^{-T}, \quad (4)$$

где  $\left[ T_{ij} \right]$  — матрица преобразования, определяемая как

$$\left[ T_{ij} \right] = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & 2 \sin \theta \cos \theta \\ \sin^2 \theta & \cos^2 \theta & -2 \sin \theta \cos \theta \\ -\sin \theta \cos \theta & \sin \theta \cos \theta & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta \end{bmatrix}, \quad (5)$$

$\theta$  — угол между осями  $x$  и 1 (рис. 2).

Результирующие силы  $\mathbf{N}^T = \left[ N_x \quad N_y \quad N_{xy} \right]$  и моменты  $\mathbf{M}^T = \left[ M_x \quad M_y \quad M_{xy} \right]$  на единицу ширины слоистого композита можно записать в терминах деформаций  $\left( \boldsymbol{\varepsilon}^0 \right)^T = \left[ \varepsilon_x^o \quad \varepsilon_y^o \quad \gamma_{xy}^o \right]$  и кривизн  $\left( \boldsymbol{\kappa} \right)^T = \left[ \kappa_x \quad \kappa_y \quad \kappa_{xy} \right]$  средней поверхности как

$$\begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{A} & \mathbf{B} \\ \mathbf{B} & \mathbf{D} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}^0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix}, \quad (6)$$

где

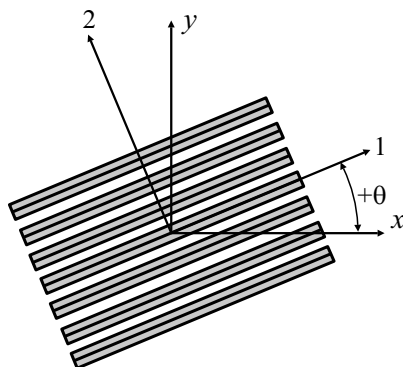


Рис. 2. Определение угла  $\theta$  между осями 1 и  $x$ .

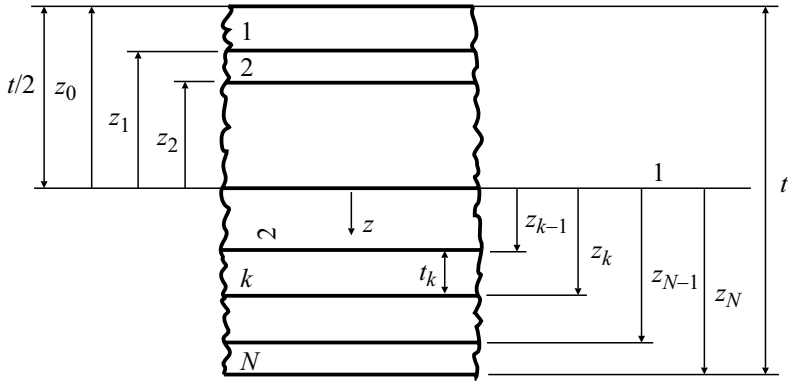


Рис. 3. Структура слоистого композита: 1 — срединная поверхность; 2 — номер слоя.

$$A_{ij} = \sum_{k=1}^N (Q_{ij})_k (z_k - z_{k-1}), \quad B_{ij} = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^N (Q_{ij})_k (z_k^2 - z_{k-1}^2), \quad (7)$$

$$D_{ij} = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^N (Q_{ij})_k (z_k^3 - z_{k-1}^3).$$

Структура слоистого композита показана на рис. 3. Выражения для деформаций и кривизн срединной поверхности в терминах результирующих сил и моментов зададим в инверсной форме уравнения (6):

$$\begin{bmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}^0 \\ \boldsymbol{\kappa} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{A}^{-1} + \mathbf{A}^{-1} \mathbf{B} \mathbf{D}^{*-1} \mathbf{B} \mathbf{A}^{-1} & -\mathbf{A}^{-1} \mathbf{B} \mathbf{D}^{*-1} \\ -\mathbf{D}^{*-1} \mathbf{B} \mathbf{A}^{-1} & \mathbf{D}^{*-1} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{a} & \mathbf{b} \\ \mathbf{b}^T & \mathbf{d} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathbf{N} \\ \mathbf{M} \end{bmatrix}, \quad (8)$$

где  $\mathbf{D}^* = \mathbf{D} - \mathbf{B} \mathbf{A}^{-1} \mathbf{B}$ . Таким образом, выражение для модуля слоистого композита в направлении оси  $x$  имеет вид

$$E_x = \frac{1}{a_{11} t}. \quad (9)$$

### 3. Эксперимент

**3.1. Материал и параметры принтера.** Материал, исследованный в настоящей работе, — ПМК (Devil Design Sp. J, Польша). Образцы из нити ПМК диаметром 2,85 мм изготовили на 3D принтере Ultimaker S5 (Ultimaker B.V., Нидерланды) с соплом диаметром 0,4 мм. Температуру сопла установили на 200 °С, а температуру слоя — на 60 °С. Скорость печатающей головки 20 мм/с. Для исследования пористости выбрали слои толщиной 0,05, 0,1, 0,15, 0,2, 0,25 и 0,3 мм. Для проверки применимости КТСК выбрали слой толщиной 0,1 мм. Во всех случаях устанавливали ри-

сунок заполнения — “линии”, ширину волокна (“ширину линии”) 0,35 мм, плотность заполнения 100%. Толщину оболочки и толщины верхнего и нижнего слоев установили равными нулю.

ПМК — это полукристаллический материал. После плавления и экструзии происходит кристаллизация материала, его свойства после печати изменяются со временем. Для определения времени, необходимого для достижения стабильного состояния материала, выполнили предварительное испытание.

**3.2. Одиночные экструдированные волокна.** Серию образцов одиночного экструдированного волокна ПМК среднего диаметра  $0,42 \pm 0,06$  мм и длиной  $\sim 140$  мм испытали на растяжение на машине ZWICK 2.5 со скоростью перемещения траверсы 10 мм/мин. Растягивающую деформацию вычислили исходя из начального расстояния между захватами, равного 100 мм. Модуль упругости вычислили в диапазоне деформаций 0,05—0,25%. Испытания провели в разные моменты времени после печати: от одного часа до одного месяца.

**3.3. Изготовление образцов для испытаний на растяжение.** Для испытаний на растяжение использовали образцы-лопатки (стандарт ISO\_527-2\_1B) длиной 150 мм с поперечным сечением  $3 \times 10$  мм в рабочей зоне. Испытания провели на машине ZWICK 2.5 со скоростью перемещения траверсы 1 мм/мин. Деформацию растяжения измеряли с помощью накладного экстензометра с длиной базы 30 мм. Ко всем образцам прикладывали предварительную нагрузку 0,5 Н. Модуль упругости вычисляли в диапазоне деформации 0,05—0,25%. Деформацию измеряли при расстоянии между захватами 0,7%, отнесенному к начальному значению 110 мм.

Для проверки эффективности применения КТСК изготовили семь серий стандартных образцов-лопаток с углом наклона волокон  $\theta = 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90^\circ$  (рис. 4). Образцы с  $\theta = 0^\circ$  позволили определить продольный модуль упругости  $E_1$ , коэффициент Пуассона  $\nu_{12}$  и продольную прочность

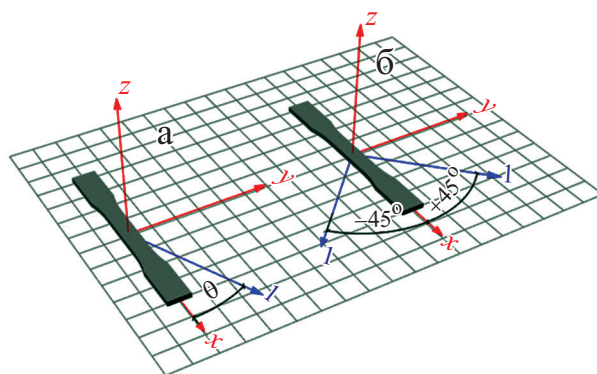


Рис. 4. Образец-лопатка с углом  $\theta$  между направлением волокон и осью нагружения (а) и образец-лопатка с ориентацией раstra  $[\pm 45^\circ]$  (б).

$S_1$ . Поперечный модуль упругости  $E_2$ , коэффициент Пуассона  $\nu_{21}$  и поперечную прочность  $S_2$  определили на образцах с  $\theta = 90^\circ$ .

Для измерения продольных и поперечных деформаций, необходимых для вычисления коэффициентов Пуассона, использовали корреляцию цифрового изображения (КЦИ), выполненную с помощью программного обеспечения GOM Correlate 2020 от GOM GmbH (Брауншвейг, Германия). Центральную часть образцов покрасили серой грунтовкой в качестве фона, а затем напылили серебряную краску. Такое двухслойное покрытие обеспечивает высококонтрастные стохастические узоры, хорошо распознаваемые программным обеспечением, с оценкой качества  $\sim 8$ — $9$  из  $10$ . Фотографии размером  $3888 \times 2592$  пикселей сделали камерой Canon EOS 40D с макрообъективом EF100 mm f/2.8 Macro USM, линза USM с интервалом  $3$  с, таймер дистанционный. Использовали режим Av с настройкой  $f/11$ , выдержкой  $1/100$ , AWB, ISO400, отключенной автофокусировкой и точечным экспозамером. Вспышка Canon Speedlite 600EXII-RT обеспечивала постоянную подсветку образцов в ходе испытаний. С помощью программного обеспечения GOM Correlate на фотографиях каждого образца вручную выбрали  $12$  “точек поверхности” размером  $19 \times 19$  пикселей. Для измерения продольной деформации, параллельной оси образцов, использовали шесть точек с контролем “2-точечного расстояния” и аналогично шесть точек для измерения поперечной деформации. Таким образом, каждую продольную и поперечную деформацию усредняли по трем параллельным измерениям. Зависимости обеих деформаций от времени линейные. При малых деформациях (меньше  $0,05\%$  для продольной и больше примерно  $-0,02\%$  для поперечной) наблюдали некоторый разброс данных. Во избежание влияния этого разброса временные диаграммы деформаций аппроксимировали прямыми линиями в диапазоне  $0,12$ — $0,72\%$  для продольной деформации и в диапазоне  $0,04$ — $0,24\%$  — для поперечной. Коэффициент Пуассона вычислили как отношение наклонов двух линейных приближений.

Для дополнительного сравнения с предсказаниями с помощью КТСК напечатали четыре 30-слойных образца с растровой ориентацией  $[\pm 45^\circ]_{15}$  (см. рис. 4).

## 4. Экспериментальные результаты и моделирование

**4.1. Испытание одиночных волокон на растяжение.** Типичные диаграммы растяжения одиночных волокон ПМК, испытанных через разный период времени после их экструдирования, представлены на рис. 5. Временные зависимости модуля упругости и прочности волокон, определенные по результатам этих испытаний, представлены на рис. 6. Видно, что вначале значения модуля упругости и прочности возрастали со временем экспонирования образцов, а примерно через  $200$ — $300$  ч значения стабилизировались. В качестве объемного модуля печатного материала выбрали

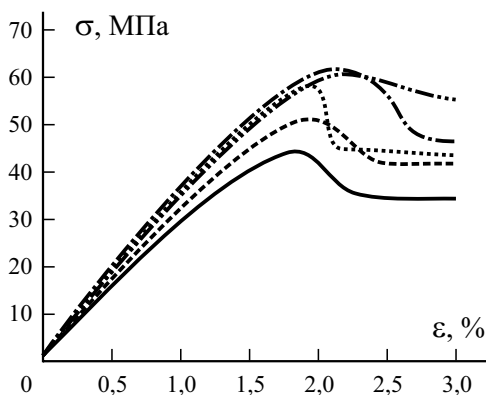


Рис. 5. Типичные диаграммы деформирования при растяжении  $\sigma - \varepsilon$  одиночного волокна после 1 ч (—) и 4 (---), 7 (⋯⋯), 14 (---) и 28 (---) дней после экструдирования.

среднее значение модуля упругости  $E = 3,57 \pm 0,11$  ГПа на интервале времени [342, 678 ч].

**4.2. Влияние пористости на упругие свойства.** Для оценки эффекта пористости печатный материал рассматривали как твердое тело с упорядоченными пустотами. При таком подходе описание характеристик материала основано исключительно на его мезоструктуре и свойствах исходного объемного полимера. Свойства такого твердого тела обычно зависят от формы пустот и пористости  $p$ , представляющей относительную плотность воздушных пустот в данной плоскости печатного материала. Для расчета пористости образцы разрушили в жидком азоте по плоскости материала 2—3. Затем с помощью оптического микроскопа Olympus и цифровой камеры Motis получили изображения их поперечных сечений,

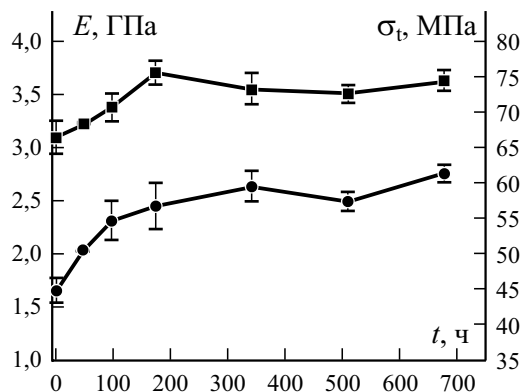


Рис. 6. Изменение модуля упругости  $E$  (—■—) и прочности  $\sigma_t$  (—●—) одиночного волокна из ПМК со временем  $t$  после экструдирования.

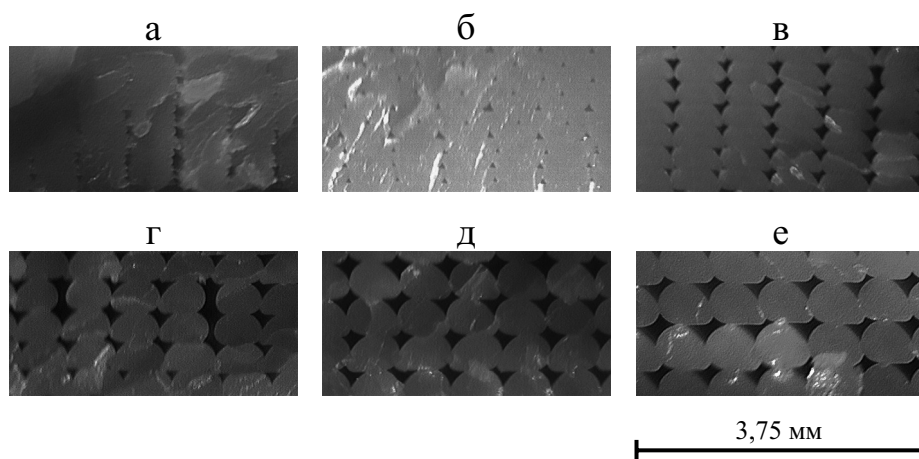


Рис. 7. Фотографии поперечного сечения образцов с пористостью  $p = 0,015$  (а),  $0,017$  (б),  $0,055$  (в),  $0,062$  (г),  $0,092$  (д) и  $0,096$  (е).

показанные на рис. 7. Пористость  $p$  оценили путем подсчета пикселей в пустотах с помощью программного обеспечения ImageJ. Для определения значения пористости сумму пустых пикселей делили на общее количество пикселей в изображении. Для расчета средней пористости с использованием этой процедуры проанализировали два—три изображения поперечного сечения на толщину слоя. Измеренные значения пористости и соответствующие значения модулей упругости и прочностей приведены в таблице.

Общая форма пустот при большей степени пористости напоминает сильно деформированный четырехточечный гипотрохоид. Видно, что иногда отсутствует перекрытие между соседними нитями, что приводит к большим узким пустотам.

На основе модели смеси в [13] для модулей упругости предложены выражения

$$E_1 = (1 - p)E, \tag{10}$$

$$E_2 = (1 - \sqrt{p})E. \tag{11}$$

В [10] для модуля упругости в плоскости предложили решение в замкнутой форме, предположив, что пустоты не взаимодействуют (условие низкой пористости), а также приняв во внимание форму пустот, которую смоделировали с помощью четырехточечной гипотрохоидной кривой с параметром формы  $c$  (рис. 8) для контроля заостренности угловых точек:

$$E_2 = \frac{(c-1)(3c^2-1)}{(c-1)(3c^2-1) - p(3c^3-3c^2+c-3)} E. \tag{12}$$

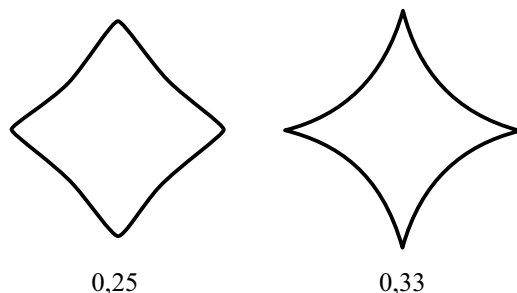


Рис. 8. Четырехточечные гипотрохидные пустоты с разными значениями  $c$ .

В обоих подходах пористость считали постоянной для любой плоскости твердого тела.

Экспериментальные зависимости продольного и поперечного модулей упругости от измеренной пористости показаны на рис. 9, включая экспериментальные данные из [10], где использовали нить ПМК, произведенную eSUN (Shenzhen eSUN Industrial Co., Ltd, Китай).

Как и ожидали, оба модуля уменьшались по мере увеличения пористости, при этом поперечный модуль демонстрировал более резкое снижение. Как видно из данных рис. 9 для продольного модуля, уравнение (10), основанное на законе смеси, достаточно хорошо описывает тенденцию убывания. Хотя уравнение (11) обеспечило наилучшее соответствие для поперечного модуля, следует отметить, что точность предсказания с помощью формул (11) и (12) сильно зависит от свойств исходного объемного полимера, которые изменяются во времени в силу процесса кристаллизации. Также очевидно, что поперечные свойства должны зависеть от формы пустот, которая явно нерегулярна в реальных печатных материалах (см. рис. 7), тогда как уравнение (12) получено для пустот “идеальной” формы. Необходимы дополнительные экспериментальные испытания для

Экспериментальные значения продольного  $E_1$  и поперечного  $E_2$  модулей упругости и прочностей  $S_1$ ,  $S_2$  и их стандартные отклонения при разной пористости  $p$  и толщине слоя  $h$

$h$ , мм	$p$	$E_1$ , ГПа	$S_1$ , МПа	$E_2$ , ГПа	$S_2$ , МПа
0,05	$0,0148 \pm 0,0004$	$3,402 \pm 0,047$	$57,0 \pm 1,0$	$3,189 \pm 0,049$	$38,0 \pm 0,7$
0,10	$0,0174 \pm 0,0024$	$3,421 \pm 0,026$	$56,9 \pm 0,4$	$3,053 \pm 0,039$	$37,9 \pm 1,8$
0,15	$0,0551 \pm 0,0094$	$3,314 \pm 0,064$	$53,7 \pm 0,3$	—	—
0,20	$0,0615 \pm 0,0097$	$3,293 \pm 0,022$	$51,8 \pm 0,5$	$2,760 \pm 0,076$	$23,9 \pm 0,1$
0,25	$0,0919 \pm 0,0096$	$3,176 \pm 0,034$	$50,0 \pm 0,4$	—	—
0,30	$0,0959 \pm 0,0084$	$3,186 \pm 0,029$	$50,8 \pm 1,1$	$2,692 \pm 0,002$	$30,4 \pm 0,2$



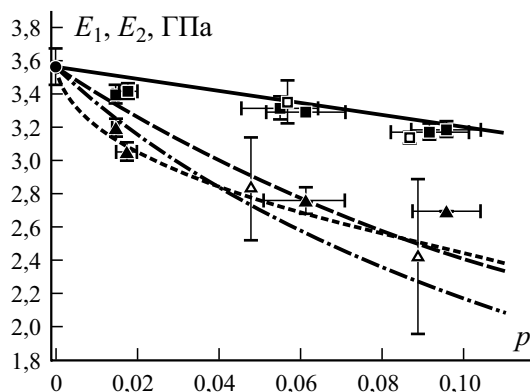


Рис. 9. Зависимости продольного  $E_1$  и поперечного  $E_2$  модулей упругости от пористости  $p$ : экспериментальные данные для исходного объемного полимера ( $\bullet$ ),  $E_1$  ( $\blacksquare$ ) и  $E_2$  ( $\blacktriangle$ ) в настоящей работе и  $E_1$  ( $\square$ ) и  $E_2$  ( $\triangle$ ) в [10]; аналитический расчет по модели уравнений (10) (—), (11) (- - -), (12) при  $c = 0,25$  (— · —),  $0,33$  (- · - · -).

выявления зависимости поперечного модуля упругости от пористости. Тем не менее, в настоящем исследовании уравнение (11) обеспечило разумное приближение при малых значениях пористости, хотя данные о геометрии пустот были неизвестны.

**4.3. Упругие свойства внеосевых образцов.** Для изучения модулей упругости в зависимости от ориентации раstra выбрали образцы с пористостью  $p = 0,0174$ . Уравнение (9) для однонаправленных образцов принимает вид

$$E_x(\theta) = \left[ \frac{\cos^4 \theta}{E_1} + \frac{\sin^4 \theta}{E_2} + \left( \frac{1}{G_{12}} - \frac{2\nu_{12}}{E_1} \right) \cos^2 \theta \sin^2 \theta \right]^{-1}. \quad (13)$$

Экспериментальные значения коэффициентов Пуассона  $\nu_{12} = 0,305 \pm 0,006$  и  $\nu_{21} = 0,275 \pm 0,004$ . В виду отсутствия экспериментальных данных для расчета модуля сдвига  $G_{12}$  использовали модуль упругости  $E_x(45^\circ)$  образцов с ориентацией волокон  $\theta = 45^\circ$ , как предложено в [14]:

$$G_{12} = \left( \frac{4}{E_x(45^\circ)} - \frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2} + \frac{2\nu_{12}}{E_1} \right)^{-1}. \quad (14)$$

Уравнение (14) получено путем решения уравнения (13) относительно  $G_{12}$  при  $\theta = 45^\circ$ . Расчетное значение модуля сдвига в плоскости  $G_{12} = 1,126 \pm 0,016$  ГПа. Сравнение рассчитанных по формуле (13) и экспериментальных значений модуля упругости при разных ориента-

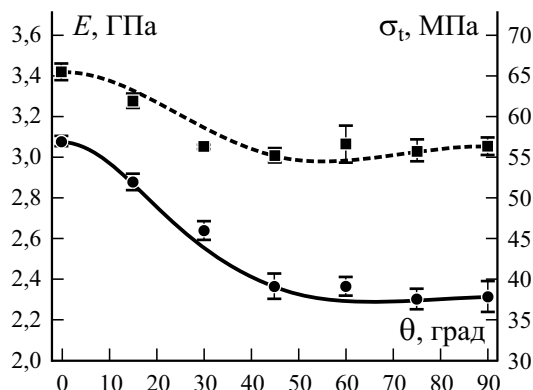


Рис. 10. Зависимости модуля упругости  $E$  (■) и прочности  $\sigma_t$  (●) от угла ориентации волокон  $\theta$  при  $p = 0,0174$ . Кривые — предсказания согласно уравнениям (17) (—) и (13) (- - -).

циях волокон, показанное на рис. 10, иллюстрирует хорошее предсказание с помощью КТСК.

Экспериментальное значение модуля упругости образцов с растровой ориентацией  $[\pm 45^\circ]$  равно  $2,854 \pm 0,054$  ГПа. Модуль упругости, предсказанный КТСК для этих образцов (уравнение (9)), равен 3,012 ГПа. Разница значений, рассчитанных с помощью КТСК и экспериментально, 5,5%, что является удовлетворительным.

**4.4. Прочность.** Для определения прочности при растяжении напечатанного материала ПМК с  $p = 0,0174$  использовали критерий разрушения Цая—Хилла для композитных материалов при многоосном нагружении [15]. Для ортотропного слоя, находящегося в плоском напряженном состоянии, критерий Цая—Хилла имеет вид

$$\frac{\sigma_{11}^2}{S_1^2} + \frac{\sigma_{22}^2}{S_2^2} - \frac{\sigma_{11}\sigma_{22}}{S_1^2} + \frac{\tau_{12}^2}{S_{12}^2} = 1, \quad (15)$$

где  $S_{12}$  — прочность сдвига в плоскости. При одноосном растяжении  $\sigma_{xx}$  компоненты напряжений в системе координат слоя вычисляем как

$$\sigma_{11} = \sigma_{xx} \cos^2 \theta, \quad \sigma_{22} = \sigma_{xx} \sin^2 \theta, \quad \tau_{12} = -\sigma_{xx} \cos \theta \sin \theta. \quad (16)$$

Подстановка уравнений (16) в (15) дает

$$S(\theta) = \left[ \frac{\cos^4 \theta}{S_1^2} + \frac{\sin^4 \theta}{S_2^2} + \cos^2 \theta \sin^2 \theta \left( \frac{1}{S_{12}^2} - \frac{1}{S_1^2} \right) \right]^{-\frac{1}{2}}. \quad (17)$$

В нашем случае экспериментальные данные по прочности при сдвиге в плоскости  $S_{12}$  отсутствовали, поэтому для ее расчета использовали прочность образцов под углом  $45^\circ$ :

$$S_{12} = \left( \frac{4}{[S(45^\circ)]^2} - \frac{1}{S_2^2} \right)^{-\frac{1}{2}}. \quad (18)$$

При  $p = 0,0174$  расчетная прочность при сдвиге в плоскости  $S_{12} = 22,8 \pm 1,3$  МПа. Экспериментальные и предсказанные по формуле (17) значения прочности  $S(\theta)$  при разной ориентации волокон также показаны на рис.10.

Данные рис. 10 свидетельствуют о том, что критерий Цая—Хилла обеспечивает достаточно точное предсказание прочности образцов, хотя и с незначительной недооценкой. Видно, что ориентация волокон оказывает более значительное влияние на прочность, чем модуль упругости. В целом образцы с продольной ориентацией волокон имели большую прочность и модуль упругости, чем образцы с поперечной ориентацией.

### Заключение

В настоящей работе экспериментально исследовали механические свойства материалов из ПМК, напечатанных на 3D принтере. Полученные результаты позволяют сделать следующие выводы.

1. Настоятельно рекомендуется исследовать влияние пористости в упорядоченных мезоструктурах на макроскопические механические свойства материалов из ПМК. Высота слоя, обычно используемая для выявления различия мезоструктур, для этой цели недостаточна.

2. Наличие пустот способствует снижению и анизотропии механических свойств материалов из ПМК.

3. В силу кристаллизации после плавления и экструдирования модуль упругости и прочность одиночного волокна из ПМК сначала возрастают, а затем стабилизируются.

4. Установлено, что классическая теория слоистых композитов и критерий разрушения Цая—Хилла способны предсказать упругие свойства в плоскости и прочность при растяжении материалов из ПМК, подтверждая результаты других исследований.

Строго говоря, пористость также не полностью учитывает влияние параметров печати, например, формы пустот, на механические свойства материалов из ПМК. Поэтому необходимы дальнейшие исследования и дополнительные экспериментальные данные для выявления влияния формы пустот.

*Благодарность.* Авторы выражают благодарность технику К. Пизовой за измерения плотности и пористости, исследователю О. Булдерберг и ассистенту С. Станкевичу за выбор нити и технические чертежи, а также научному сотруднику Е. Шевченко за выполнение механических испытаний.

Исследование выполнено при поддержке проектом ERDF № 1.1.1.1/19/A/031 “OPTITOOL, Инструмент принятия решений для оптимального проектирования интеллектуальных полимерных нанокompозитных структур, изготовленных с помощью 3D печати”.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Jamshidian M., Tehrany E. A., Imran M., Jacquot M., and Desobry S.* Poly-lactic acid: production, applications, nanocomposites, and release studies // *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* — 2010. — Vol. 9, No. 5. — P. 552—571.
2. *Tymrak B. M., Kreiger M., and Pearce J. M.* Mechanical properties of components fabricated with open-source 3-D printers under realistic environmental conditions // *Mater. Des.* — 2014. — Vol. 58. — P. 242—246.
3. *Melenka G. W., Eujin Pei D., Schofield J. S., Dawson M. R., and Carey J. P.* Evaluation of dimensional accuracy and material properties of the MakerBot 3D desktop printer // *Rapid Prototyping J.* — 2015. — Vol. 21, No. 5. — P. 618—627.
4. *Casavola C., Cazzato A., Moramarco V., and Pappalettere C.* Orthotropic mechanical properties of fused deposition modelling parts described by classical laminate theory // *Mater. Des.* — 2016. — Vol. 90. — P. 453—458.
5. *Zhao Y., Chen Y., and Zhou Y.* Novel mechanical models of tensile strength and elastic property of FDM AM PLA materials: Experimental and theoretical analyses // *Mater. Des.* — 2019. — Vol. 181. — P. 108089.
6. *Yao T., Deng Z., Zhang K., and Li S.* A method to predict the ultimate tensile strength of 3D printing polylactic acid (PLA) materials with different printing orientations // *Composites: Part B.* — 2019. — Vol. 163. — P. 393—402.
7. *Yao T., Ye J., Deng Z., Zhang K., Ma Y., Ouyang H.* Tensile failure strength and separation angle of FDM 3D printing PLA material: Experimental and theoretical analyses // *Composites: Part B.* — 2020. — Vol. 188. — P. 107894.
8. *Yao T., Zhang K., Deng Z., and Ye J.* A novel generalized stress invariant-based strength model for inter-layer failure of FFF 3D printing PLA material // *Mater. Des.* — 2020. — Vol. 193. — P. 108799.
9. *Dai S., Deng Z. C., Yu Y. J., Zhang K., Wang S. H., and Ye J.* Orthotropic elastic behaviors and yield strength of fused deposition modeling materials: Theory and experiments // *Polym. Test.* — 2020. — Vol. 87, No. 7.
10. *Chen R., Kaplan A. F., and Senesky D. G.* Closed-form orthotropic constitutive model for aligned square array mesostructured // *Additive Manuf.* — 2020. — Vol. 36.
11. *Wang X., Zhao L., Fuh J. Y. H., and Lee H. P.* Effect of porosity on mechanical properties of 3d printed polymers: experiments and micromechanical modeling based on X-ray computed tomography analysis // *Polymers (Basel).* — 2019. — Vol. 11.
12. *Jones R. M.* *Mechanics of Composite Materials.* — CRC Press, 2018.

13. *Rodríguez J. F., Thomas J. P., and Renaud J. E.* Mechanical behavior of acrylonitrile butadiene styrene fused deposition materials modeling // *Rapid Prototyping J.* — 2003. — Vol. 9, No. 4. — P. 219—230.

14. *Li L., Sun Q., Bellehumeur C., and Gu P.* Composite modeling and analysis for fabrication of FDM prototypes with locally controlled properties // *J. Manufacturing Processes.* — 2002. — Vol. 4, No. 2. — P. 129—141.

15. *Azzi V. D. and Tsai S. W.* Anisotropic strength of composites // *Exp. Mech.* — 1965. — Vol. 5, No. 9. — P. 283—288.

Поступила в редакцию 15.07.2021

Окончательный вариант поступил 02.09.2021

Received July 15, 2021 (Sept. 2, 2021)

---

*Р. Янелиукстис\**, *Д. Мироновс*, *А. Сафоновс*

*Riga Technical University, Institute of Materials and Structures, Latvia*

**СТАТИСТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ЦЕЛОСТНОСТИ КОМПОЗИТНЫХ  
КОНСТРУКЦИЙ НА ОСНОВЕ АВТОМАТИЧЕСКОГО  
ОПЕРАЦИОННОГО МОДАЛЬНОГО АНАЛИЗА<sup>1</sup>  
ОБЗОР**

*R. Janeliukstis\**, *D. Mironovs*, *A. Safonovs*

**STATISTICAL STRUCTURAL INTEGRITY CONTROL OF COMPOSITE  
STRUCTURES BASED ON AUTOMATIC OPERATIONAL MODAL ANALYSIS  
REVIEW**

**Keywords:** operational modal analysis, structural health monitoring, damage, composite structure, statistical control

Operational modal analysis (OMA), as a passive technique, has found a practical application in structural health monitoring (SHM) of structures in service subjected to dynamic loading. The state of structural integrity is judged by exploring the changes of modal parameter values estimated with OMA. However, the entire framework of on-line damage identification and continuous monitoring is a complex one, involving several key building blocks. This work reviews the main steps in achieving a functionality of automatic damage identification in composite structures with a particular focus on wind turbine blades. Sensor instrumentation, extraction of damage-sensitive features from the measured response signals, removal of environmental influence, automatic classification of physical and spurious modes of the system and application of statistical control to obtain information on possible structural damage are discussed. The merits and limitations of OMA-based SHM approach for composite wind turbine blades are provided.

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: Rims.Janeliukstis\_1@rtu.lv  
Corresponding author: Rims.Janeliukstis\_1@rtu.lv

<sup>1</sup>Перевод с англ.

**Ключевые слова:** анализ модальный операционный, мониторинг состояния конструкции, повреждение, конструкция композитная, контроль статистический

Операционный модальный анализ (ОМА), как пассивный метод, нашел практическое применение в мониторинге состояния конструкций (МСК), подвергающихся динамическому нагружению. О состоянии конструкционной целостности судят, исследуя изменения значений модальных параметров, оцениваемых с помощью ОМА. Однако вся схема выявления повреждений в режиме онлайн и непрерывного мониторинга является сложной и включает несколько ключевых базисных блоков. В настоящей работе рассмотрены основные этапы для достижения функциональности автоматической идентификации повреждений в композитных конструкциях с особым акцентом на лопасти ветряных турбин. Обсуждены измерительная аппаратура, выявление признаков, чувствительных к повреждениям, из измеренных сигналов отклика, устранение влияния окружающей среды, автоматическая классификация физических и ложных мод системы и применение статистического контроля для получения информации о возможных повреждениях конструкции. Представлены преимущества и ограничения подхода МСК на основе ОМА для композитных лопастей ветряных турбин.

## Введение

Композитные лопасти ветряных турбин (ЛВТ) — важный компонент установок, вырабатывающих энергию с помощью ветра. Ремонт их повреждений дорогостоящий и может составлять от 2 до 4% стоимости вырабатываемой ветровой энергии [1]. Согласно [2] около 85% установленных в настоящее время ЛВТ имеют дефекты. На сегодняшний день повреждения в ЛВТ выявляют путем периодических осмотров на основе камер, установленных на беспилотных летательных аппаратах, телескопической фотосъемки и осмотра людьми с помощью веревок/подвесных систем [3]. Однако эти подходы имеют многочисленные недостатки. Во-первых, человеческий фактор — могут быть допущены ошибки. Во-вторых, невозможно осмотреть каждую лопасть: регулярно осматривают только выборочную совокупность лопастей турбин [3]. Среди многих подходов к обнаружению конструкционных повреждений один из наиболее разработанных — вибрационный, при котором конструкционные модальные параметры, такие как собственные частоты, коэффициенты демпфирования и формы колебаний, идентифицируют для исходного состояния конструкции, предположительно не содержащей повреждений. Эти начальные значения модальных параметров служат базой, с которой сравнивают любые их последующие показания. Любое отклонение от совпадения может свидетельствовать о возникновении повреждения [4—7].

Следовательно, можно отслеживать эволюцию повреждения, контролируя значения модальных параметров. Важный аспект применения концепции мониторинга состояния конструкций (МСК) — автоматическая идентификация и отслеживание модальных параметров. Идентификацию конструкционно-модальных параметров крупных сооружений в ходе их эксплуатации часто осуществляют с помощью операционного модального анализа (ОМА), поскольку он дешевле и быстрее, чем традиционный экспериментальный модальный анализ (ЭМА) [8]. Во многих исследованиях изучают основанные на данных методы выявления информации о повреждениях конструкций исходя из идентифицированных модальных параметров. Эти методы по большей части основаны на многомерной статистике и машинном обучении. Наиболее часто используют анализ главных компонентов (РСА) [9, 10], анализ независимых компонентов [11], метод частных наименьших квадратов [12], дискриминантный анализ Фишера (ДАФ) [13], анализ Монте-Карло [14], алгоритм дискретизации Гиббса [15].

Цель настоящей работы — обзор ключевых компонентов процесса МСК на основе статистического контроля работающих композитных конструкций, в частности, лопастей ветряных турбин, с обсуждением прогресса автоматизации процедуры ОМА для достижения полной функциональности МСК в режиме онлайн.

## 1. Структура МСК на основе ОМА

Фундаментальное допущение ОМА заключается в том, что анализируемая система должна быть линейной и не изменяться во времени [16]. По сути, это пассивный метод МСК, при котором анализируют только отклик конструкции на внешние действующие силы, такие как ветер, движение транспорта и волны на воде. Эти возбуждающие силы в идеале должны быть широкополосными с характеристиками белого шума для возбуждения интересующей полосы частот, но саму возбуждающую силу не измеряют [16, 17]. Подход на основе ОМА пригоден для мониторинга крупной гражданской инфраструктуры, когда нет возможности точно измерить приложенную силу, использовать дорогостоящие возбудители или невозможно остановить работу сооружения [18]. Хотя ЭМА применяли при идентификации модальных параметров промышленных сооружений, возбуждение которых обеспечивали большими вибраторами или ударными молотами [19, 20], этот метод в основном используют в лабораторных условиях. Но основной недостаток ОМА заключается в том, что случайный характер возбуждения не может должным образом возбудить все частоты, следствием чего является потенциальное необнаружение имеющегося повреждения [21]. Хорошо известная проблема оценок модальных параметров на основе ОМА заключается в том, что они обычно зашумлены (ложные моды). Следовательно, точность ОМА для оцениваемых модальных параметров меньше, чем у ЭМА [6]. Кроме того, окру-



жающее возбуждение на практике также содержит гармонические составляющие, снижающие точность оценки модальных параметров, особенно коэффициента затухания [22]. Для отделения этих гармонических составляющих от конструкционных необходимо применять специальные процедуры. Например, описано применение статистического распознавания образов [23] или метода, включающего случайное уменьшение измеренного отклика [24]. Другой подход заключается в использовании статистических дескрипторов, таких как энтропия и кurtosis измеренного конструкционного отклика [25]. Функция плотности вероятности сигнала случайного отклика представляет собой нормальное распределение, тогда как для гармонического отклика она является детерминированной. Если отклик содержит как случайные, так и гармонические составляющие, энтропия отклика в частотной области будет максимальной на всех возбуждаемых частотах, кроме частоты возбуждения, где она будет минимальной. Максимальная энтропия  $H_{\max}$  полностью определяется стандартным отклонением  $\sigma$  сигнала отклика [25]

$$H_{\max} = \log_2 \sigma \sqrt{2\pi e}, \quad (1)$$

где  $e$  — основание натурального логарифма. Следовательно, значения энтропии для спектра отклика будут лежать в интервале  $H \in [0; H_{\max}]$ . Анализ кurtosis — простой метод, оценивающий, насколько случайный процесс похож на гауссовский [25]:

$$K^* = K - 3 = \frac{1}{N\sigma^2} \sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^4 - 3, \quad (2)$$

где  $K$  — кurtosis сигнала отклика;  $K^*$  — кurtosis сигнала отклика с учетом того, что кurtosis процессов с гауссовым распределением равен 3;  $N$  — количество наблюдений;  $\mu$  — среднее значение наблюдений. Следовательно, значение  $K^*$  является показателем того, насколько «далеко» от случайного процесса находится анализируемый отклик. Известно, что для чисто гармонических сигналов  $K^* = -1,5$  [26].

Ключевые этапы создания МСК на основе ОМА в режиме онлайн показаны на блок-схеме рис. 1. Первый этап — это датчики и их пригодность для измерения отклика в реальных условиях эксплуатации. Второй этап связан с оценкой модальных параметров по измеренным откликам конструкции с использованием оценок ОМА. Этот этап в настоящей работе подробно не рассматривали, поскольку основное внимание в обзоре уделено разделу идентификации повреждений посредством МСК. Третий этап включает анализ признаков, чувствительных к повреждениям, извлеченных на втором этапе. Кроме того, необходимо отделить эффект повреждения от эффекта изменения воздействий окружающей среды, таких как температура и влажность, как описано в четвертом этапе. На пятом этапе предусмотрены решения по автоматизации признаков, чувствительных к повреждениям.

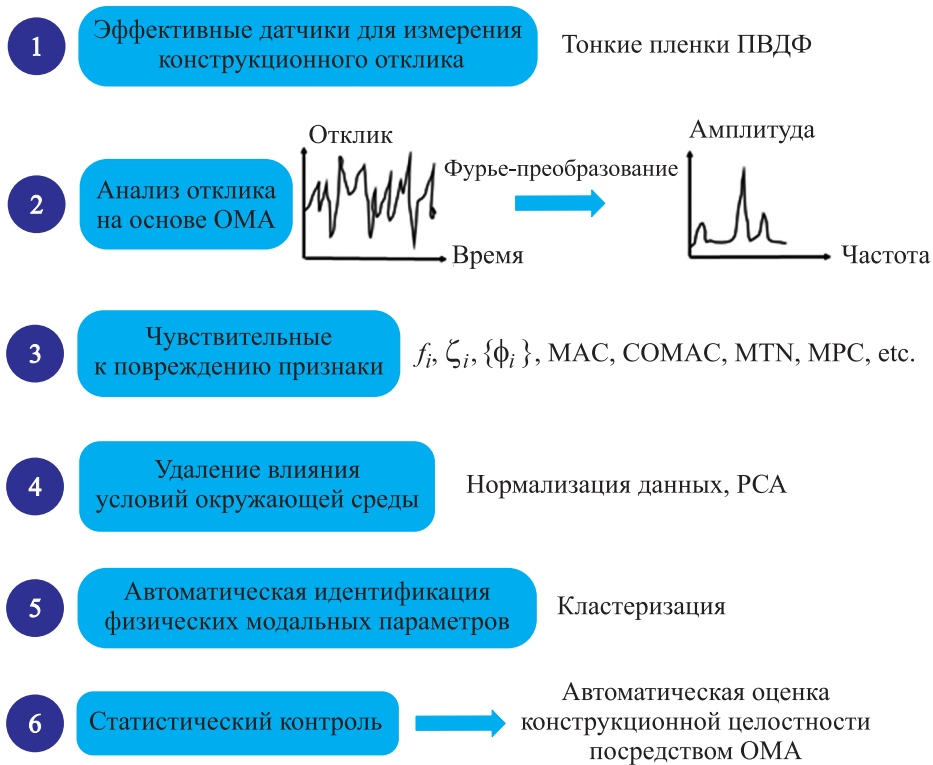


Рис. 1. Блок-схема МСК на основе ОМА.

Этот этап необходим для онлайн-мониторинга повреждений без необходимости вмешательства пользователя в этот процесс. Наконец, шестой этап демонстрирует применение статистического контроля для автоматической идентификации повреждений (обнаружение, локализация, количественная оценка).

## 2. Пленочные пьезоэлектрические датчики в ОМА

**2.1. Свойства.** Датчики общего типа, используемые в приложениях ОМА, основаны на пьезоэлектричестве и представляют собой акселерометры, в том числе цирконат-титанат свинца (ЦТС). Эластичная легкая пластиковая пленка, обладающая пьезоэлектрическими свойствами, изобретена в 1969 г. Каваи [27]. Было предложено использовать её в качестве датчика для динамических конструкционных измерений. Пленка изготовлена из поляризованного полукристаллического фторидного полимера, называемого поливинилиденфторидом (ПВДФ) [17, 28, 29]. Доступны пленки ПВДФ разного размера. Пьезоэлектрический пленочный преобразователь, приклеенный к конструкции, показан на рис. 2.

Результаты сравнения преимуществ и недостатков пьезоэлектрических пленок ПВДФ и других популярных датчиков в сообществах МСК,

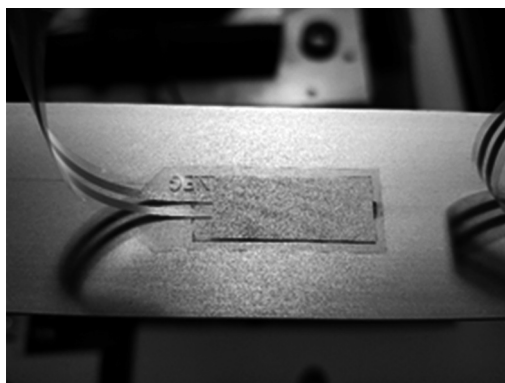


Рис. 2. Пьезоэлектрический плёночный датчик ПВДФ для измерений колебаний [30].

Табл. 1

Сравнение характеристик пленочных датчиков ПВДФ и других популярных датчиков в приложениях МСК [31—37]

ЦТС	Акселерометр	ВБР
	<b>Преимущества</b>	
Улучшенные электромеханические характеристики, большая рабочая температура, возможны статические измерения, хорошо разработаны методы калибровки	Лучшая ударопрочность, 3D-акселерометры позволяют проводить 3D-измерения, отработанная технология, возможно экранирование от электромагнитных помех	Низкая электропроводность (защита от электромагнитных помех и молнии), коррозионная и водостойкость, доступны разные геометрические формы, легко встраивается в конструкцию, высокое отношение сигнал/шум и низкое затухание сигнала, распределенное считывание легко достигается с помощью мультиплексирования
	<b>Недостатки</b>	
Большая плотность, малая эластичность, хрупкость, токсичность свинца, дорогое вспомогательное оборудование, недостаточная динамическая характеристика, которую необходимо компенсировать	Малая эластичность, массовая нагрузка снижает точность оценки модальных параметров, пренебрежимо малый размер может повлиять на аэродинамические характеристики конструкции, не может быть встроен в конструкцию, полезен только для измерения колебаний, большая стоимость	Хрупкое защитное покрытие из акрилатного волокна, может потребоваться температурная компенсация, диапазон рабочих частот недостаточен для большинства промышленных применений, значительно высокая стоимость

а именно, ЦТС, акселерометров и датчиков из волоконных брэгговских решеток (ВБР), приведены в табл. 1.

Материал ПВДФ превосходит материалы других типов датчиков по многим параметрам [29, 38]:

- широкая полоса частот ( $10^{-3}$  до  $10^9$  Гц),
- большой динамический диапазон ( $10^{-8}$  до  $10^6$  psi),
- высокая эластичность (2—4 ГПа по сравнению с 43 ГПа у ЦТС),
- низкая плотность ( $1780$  кг/м<sup>3</sup> по сравнению с  $7500$  кг/м<sup>3</sup> у ЦТС и  $5700$  кг/м<sup>3</sup> у ВаTiO<sub>3</sub>),
- высокая диэлектрическая прочность – выдерживает сильные электрические поля ( $75$  В/мм), при которых большинство пьезоэлектрических керамических материалов деполяризуются,
- высокая механическая и ударная прочность ( $10^9$  до  $10^{10}$  Па),
- высокая химическая стабильность — сопротивление влажности (влагопоглощение  $< 0,02\%$ ), большинству химических веществ, окислителям и интенсивному ультрафиолетовому излучению.

Датчики на основе пьезоэлектрических пленок являются экономичным решением для МСК. Они намного дешевле ( $\sim 10$  евро за штуку), чем акселерометры, которые для промышленного применения могут стоить сотни евро [36]. Акселерометры обычно увеличивают массу конструкции и имеют существенный размер, влияющий на модальные и аэродинамические свойства конструкции. Это в большей степени актуально для аэрокосмической отрасли, где обычно испытывают легкие конструкции. Кроме того, пьезопленочные датчики измеряют деформации в продольном направлении (сжатие/растяжение), что во многих случаях полезно. Пленки также легки и могут быть плотно приклеены к поверхности или встроены внутрь композитной конструкции [39]. Кроме того, если измеряют только динамическую составляющую деформации, то можно использовать современные пьезопленки, не требующие балансировочных схем, как, например, мост Уитстона для тензорезисторов [39]. Кроме того, пленочные датчики ПВДФ можно изготовить разной формы и прикрепить к поверхностям с помощью имеющихся в продаже клеев. В техническом описании SDT [40] указано, что пленки ПВДФ можно приклеивать к поверхности с помощью двусторонней клейкой ленты. Эта возможность значительно упрощает монтаж пленочных датчиков ПВДФ на конструкции по сравнению с другими датчиками. Кроме того, при таком поверхностном наклеивании пленки ПВДФ можно монтировать и снимать с поверхности несколько раз [41]. По сравнению с измерениями ускорения измерения динамической деформации оказались чувствительными к небольшим локальным повреждениям [42—44], что является еще одним позитивным обстоятельством для использования пленочных датчиков ПВДФ вместо акселерометров в концепции МСК.

Слабые стороны пленочного материала ПВДФ следующие [28, 45]:

- относительная диэлектрическая проницаемость 12 по сравнению с 1200 у ЦТС и 1700 у ВаTiO<sub>3</sub>;

— коэффициент  $d_{31} = 23 \cdot 10^{-12}$  К/Н по сравнению с  $110 \cdot 10^{-12}$  К/Н у ЦТС и  $78 \cdot 10^{-12}$  К/Н у  $\text{BaTiO}_3$ ;

— меньшая максимальная рабочая температура ( $100^\circ\text{C}$  по сравнению с  $135^\circ\text{C}$  у пленки из сополимера).

В [35, 36] рассмотрено добавление преусилителей к чувствительному элементу для обеспечения возможности использования более длинных измерительных кабелей. Показано, что имеется значительный разброс чувствительности отдельных преобразователей в сети датчиков; следовательно, датчики с преусилителями не оптимальны для точных измерений. Более того, каждый отдельный преобразователь в более крупной сети необходимо калибровать индивидуально, что трудозатратно [35]. Другая проблема связана с условиями окружающей среды: в [36] описано, что влажность привела к короткому замыканию в преусилителях пленочных преобразователей, что сделало невозможным выполнение измерений. Авторы этой же работы также утверждали, что преусилители могут быть серьезно повреждены сильными электромагнитными полями. Таким образом, пленки ПВДФ лучше использовать без предварительного усиления.

В нескольких исследованиях сравнивали измерения конструкционного отклика, выполненные с помощью тонкопленочного датчика ПВДФ и акселерометра [17] или тензодатчика [28]. Авторы пришли к выводу, что спектры, полученные при измерениях с помощью ПВДФ, содержат больше шума, особенно в области более низких частот. Этот эффект может быть связан с плохим электромагнитным экранированием датчиков ПВДФ. Несколько других источников указывают на чувствительность пленочных датчиков ПВДФ к электромагнитным помехам [41, 46]. Электромагнитное экранирование пленочных датчиков ПВДФ можно улучшить, согнув пленку и поместив ее в литой пластиковый корпус [40].

**2.2. Коммерческие продукты.** Компания Accelent Technologies разработала инновационные решения для МСК металлических и композитных конструкций с применением сенсорных технологий. SMART Layer<sup>®</sup> представляет собой чрезвычайно тонкую диэлектрическую пленку, содержащую сеть взаимосвязанных пьезоэлектрических датчиков. Возможна установка разных типов датчиков – ЦТС, волоконно-оптических датчиков, датчиков температуры и т. д. SMART Layer<sup>®</sup> протестирован в суровых условиях с колебаниями влажности и температуры. SMART Layer<sup>®</sup> может быть встроен в конструкцию или установлен на её поверхности [47]. SMART Layer<sup>®</sup> показан на рис. 3—*a*. Другой продукт Piezotech<sup>®</sup> включает электроактивные сополимеры P (VDF-TrFE) (коммерческое название Piezotech<sup>®</sup> FC) с монтажной платой, непосредственно напечатанной на бумаге [48]. Чувствительный элемент чрезвычайно легкий, эластичный (модуль упругости не более 5 ГПа при пластичности до 300%) и чувствительный (чувствительность в диапазоне от миллипаскалей до гигапаскалей) в широкой полосе частот (в диапазоне от миллигерц до гигагерц). Эти печатные полимеры химически стабильны и имеют низкое энергопо-



Рис. 3. Разные изделия из пьезоэлектрической тонкой плёнки: SMART Layer<sup>®</sup> компании Accelent Technologies, приспособленный к МСК [47] (а); Piezotech<sup>®</sup> FC компании Piezotech<sup>®</sup> & Arkema [48] (б); образцы реальных датчиков Piezotech<sup>®</sup> FC [48] (в).  
1 — печатная клавиатура на бумаге.

требление. Они предназначены для использования в направлении  $d_{33}$  (по толщине). Этот продукт показан на рис. 3—б, в. По сравнению с гомополимером ПВДФ Piezotech<sup>®</sup> FC обладает следующими достоинствами: более высокой термостабильностью, улучшенным коэффициентом связи (0,15 у ПВДФ по сравнению с 0,3 у P (VDF-TrFE)), пригоден для печати и обладает улучшенными пьезоэлектрическими характеристиками (большее значение  $d_{33}$ ) [48].

**2.3. Практические применения.** Возможности зондирования пьезоэлектрическими пленками продемонстрированы во многих исследованиях. В [35] сеть из 32 равномерно распределенных пьезоэлектрических пленочных датчиков измеряла отклик конструкции масштабной модели ветровой турбины высотой 1,75 м. Датчики прикрепили к продольным балкам башни ветрогенератора с помощью двустороннего эластичного скотча. Такую же систему измерения использовали на полномасштабной радиолокационной башне аэропорта высотой 24 м [36]. Авторы утверждали, что, хотя

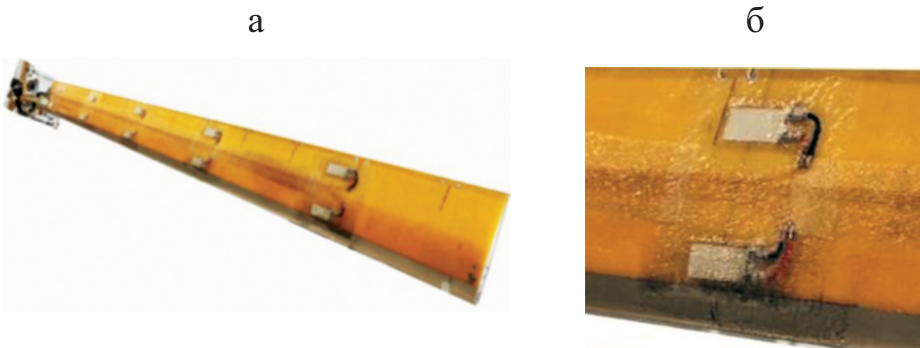


Рис. 4. Поверхность композитной лопасти (а) с пьезоэлектрические пленочными датчиками (б) [39].

измерения для процедуры ОМА были успешными, предусилители для пленочных датчиков ПВДФ были нестабильными. Попытку использовать пьезопленочные датчики без предусилителей задокументировали в [30]. В [49] на модели трубопровода установили в общей сложности 168 пьезоэлектрических тонкопленочных преобразователей ПВДФ. Несколько участков трубопровода зарыли в землю. Установили, что измерительная система проявляла чувствительность к некоторым помехам, включая акустическое возбуждение. В [39, 50] датчики из пленки ПВДФ прикрепили к поверхности вертолетной лопасти из полимерного стеклопластика. Удалось выполнить ОМА конструкции и выявить модальные параметры лопасти при вращении на номинальных частотах, что невозможно при использовании ЭМА в статическом режиме. Датчики защитили покрытием из тонкого стекломата, пропитанного эпоксидной смолой (рис. 4). Это позволило защитить сеть датчиков от воздействия центробежных сил и сильного ветра. Еще одним преимуществом покрытия было то, что оно обеспечивало гладкую аэродинамическую поверхность лопасти, предотвращая тем самым чрезмерную турбулентность, которая могла бы повлиять на результаты эксперимента.

### 3. Фильтрация данных

В широком смысле МСК можно разделить на управляемый данными или основанный на моделях [7]. Важным преимуществом МСК, управляемого на основе данных, является то, что полезную информацию о состоянии конструкции можно получить исключительно из измеренных данных без необходимости разработки сложных физических моделей конструкции и моделирования последствий повреждения. Это несомненное достоинство подхода, основанного на данных, поскольку, во-первых, построение детальных физических моделей требует больших вычислительных ресурсов [51—53] и, во-вторых, влияние повреждений конструкции всегда можно аппроксимировать только в физических моделях. Для достаточно крупных конструкций, находящихся в эксплуатации, разработка точных физических моделей затруднена, а измерения в поврежденном состоянии не всегда возможны [7].

Общая идея концепции машинного обучения для МСК заключается в следующем. Сначала устанавливают базовое или эталонное состояние конструкции путем выявления чувствительных к повреждению признаков из измеренного отклика конструкции. Многократные наблюдения этих признаков сортируют в так называемые векторы признаков. Количество наблюдений признаков влияет на достоверность результатов идентификации повреждений. Выявленные признаки затем используют контролируемым или неконтролируемым образом для изучения закономерностей, связанных с повреждением, на основе существующих данных и, возможно, для предсказания развития деградации конструкции. В [54] указано, что

контролируемое машинное обучение (МО) часто имеет преимущества по сравнению с неконтролируемым МО, во-первых, благодаря более высокой точности обнаружения повреждений и, во-вторых, большими возможностями идентификации повреждений. С другой стороны, неконтролируемое МО может быть более подходящим для практических применений мониторинга больших сооружений. Причина заключается в том, что в действительности отсутствуют какие-либо предварительные сведения о поврежденном состоянии конструкции. Следовательно, трудно получить маркированные данные, содержащие разнообразную информацию о повреждении, такую как местоположение повреждения, его серьезность, тип и т. д., подходящие для обучения классификатора или регрессионной модели. Во многих исследованиях, использующих подход контролируемого машинного обучения, авторы используют либо смоделированные данные о колебаниях, либо эксплуатационные данные (колебания или систему контроля и сбора данных (СКСД)), где необходимые маркеры обычно предоставляют эксперты.

По всем упомянутым пунктам в настоящем обзоре основное внимание уделено подходу МСК, управляемому данными, с использованием МО и, в частности, неконтролируемому МО, поскольку этот подход больше подходит для мониторинга больших конструкций в условиях эксплуатации.

**3.1. Чувствительные к повреждению признаки (ЧПП).** Решение о состоянии конструкционной целостности обычно не может быть принято путем прямого изучения первичных измерений отклика конструкции. Вместо этого информация о повреждении содержится в ЧПП, выявленных из этих откликов [55, 56]. В процедуре ОМА эти признаки основаны на модальности. Наиболее распространенные модальные ЧПП — собственные частоты анализируемой конструкции. Собственные частоты и коэффициенты демпфирования являются глобальными конструкционными параметрами. Следовательно, в отличие от точной идентификации формы колебаний для определения собственных частот и коэффициентов затухания не требуется плотная сеть датчиков. Однако в отличие от коэффициентов демпфирования собственные частоты также более устойчивы к шуму [57]. Анализ собственных частот является одним из наиболее разработанных и дешевых подходов к выявлению повреждений. Контроль собственных частот также широко применяют для выявления отклонений конструкции от проектных значений: например, в фундаментах ветряных турбин [58]. Однако в [59] указано, что собственные частоты не являются оптимальным показателем для выявления повреждений в композитных ЛВТ. В [55] указано, что собственные частоты более чувствительны к факторам внешней среды, чем к фактическому повреждению.

Моды колебаний конструкции содержат пространственную информацию о повреждении. Так, формы мод высокого порядка более чувствительны к повреждению. Формы мод менее чувствительны к влиянию температуры и влажности по сравнению со значениями собственных частот [55]. ЧПП, основанный на формах мод, представляет собой модальный критерий до-



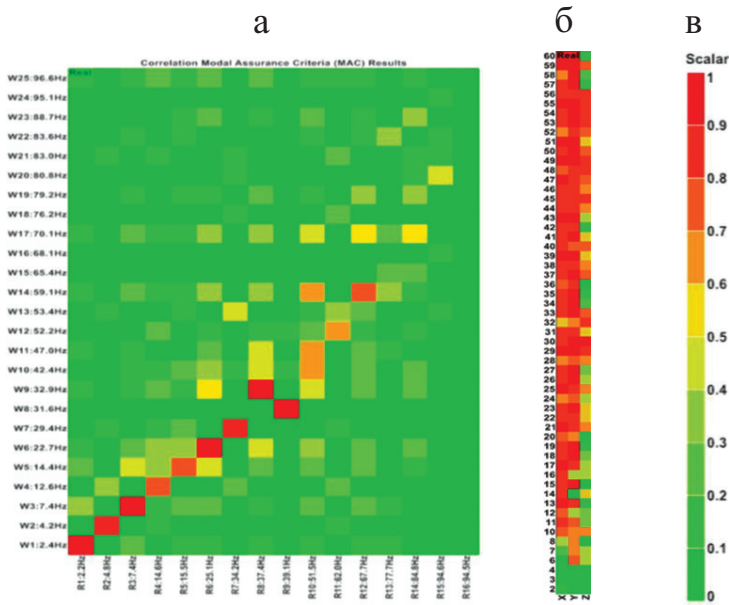


Рис. 5. ЧПП формы мод, применяемые для проверки качества идентифицированных векторов формы мод композитной полноразмерной ЛВТ: MAC (а); СОМАС (б); цветовая шкала для MAC и СОМАС (в) [62].

верия (modal assurance criterion — MAC), определяющий относительную корреляцию между формами мод (от 0 до 1), вычисляемый как [60]

$$MAC(\{\phi_i\}, \{\phi_j\}) = \frac{\left| \{\phi_i^T\} \{\phi_j\}^* \right|^2}{\left( \{\phi_i^T\} \{\phi_i^*\} \right) \left( \{\phi_j^T\} \{\phi_j^*\} \right)}, \quad (3)$$

где  $\{\phi_i\}$  и  $\{\phi_j\}$  — векторы формы разных мод. Обычно MAC отображают в виде матрицы, в которой формы колебаний из одного набора сравнивают с такими же формами колебаний из другого набора. Значения корреляции, близкие к единице, указывают на то, что формы мод подобны. Пример MAC, сравнивающий смоделированные и экспериментально определенные формы мод ЛВТ, показан на рис. 5—а. Оценку повреждения можно выполнить с использованием MAC, сравнив формы колебаний неповрежденной конструкции и той же конструкции с повреждением. Другой широко применяемый ЧПП на основе формы моды — модальный критерий достоверности координат (coordinate modal assurance criterion — СОМАС), сравнивающий каждую степень свободы  $i$  из  $L$  пар векторов формы мод колебаний [61]:

$$COMAC(i) = \frac{\sum_{l=1}^L \left| \{\phi_1\}_{i,l}^T \{\phi_2\}_{i,l} \right|^2}{\sum_{l=1}^L \{\phi_1\}_{i,l}^2 \cdot \sum_{l=1}^L \{\phi_2\}_{i,l}^2}. \quad (4)$$

Пример СОМАС, сравнивающий две формы мод колебаний ЛВТ для всех трансляционных и вращательных степеней свободы, показан на рис. 5—б.

Идея применения формы мод в качестве ЧПП заключается в том, чтобы использовать тот факт, что повреждение вызывает локальные ложные пики в амплитуде формы мод. Недостатком использования форм мод, в том числе более высокого порядка, является высокая плотность сетки датчиков, необходимая для достижения достаточной точности идентификации формы мод. Кроме того, процесс идентификации формы мод не является полностью автоматическим [55].

Другие модальные ЧПП, описанные в литературе, получают из спектральной плотности мощности (СПМ), в которой всю полосу пропускания делят на полосы частот  $[f_1, f_2]$  около каждой собственной частоты. Ширину полосы частот можно установить от 10 до 20% от значения рассматриваемой собственной частоты. ЧПП вычисляют только для интервалов  $[f_1, f_2]$ . Эти ЧПП являются характеристиками среднего значения и разброса частот в полосе частот, например, центр частот (FC), корневая дисперсионная частота (RVF) и пиковый показатель ( $I_{peak}$ ) определены в [55] как

$$FC = \frac{\int_{f_1}^{f_2} f \times s(f) df}{\int_{f_1}^{f_2} s(f) df}, \quad (5)$$

$$RVF = \sqrt{\frac{\int_{f_1}^{f_2} (f - FC)^2 \times s(f) df}{\int_{f_1}^{f_2} s(f) df}}, \quad (6)$$

$$I_{peak} = \frac{\sqrt{3}RVF}{FC(f_2 - f_1)}. \quad (7)$$

Другие ЧПП могут быть основаны на трансмиссивности, вычисляемой как отношение двух спектров отклика, измеренных при степенях свободы  $i$  и  $j$  [63]:

$$T_{i,j}(f) = \frac{Y_i(f)}{Y_j(f)}, \quad (8)$$

где  $Y$  — перемещение, скорость, ускорение или деформация [64]. При использовании функции трансмиссивности никаких предположений о природе сил возбуждения не требуется. Силы могут быть произвольными, однако интересующая полоса частот должна постоянно возбуждаться [64]. ЧПП как сумму трансмиссивности в интересующем диапазоне частот записывают как [65]

$$ST_{i,j} = \int_{f_1}^{f_2} T_{i,j} df. \quad (9)$$

Концепция выбора ЧПП только в полосах частот вокруг собственной частоты, а не во всей полосе частот СПМ выгодна как мера сокращения объема данных. Кроме того, для близко расположенных мод количество ЧПП можно еще уменьшить, объединив полосы частот [55]. Этот подход также эффективен для подавления шума в выявленных ЧПП [65].

**3.2. Устранение воздействия окружающей среды.** Изменения параметров окружающей среды и эксплуатационных, таких как температура, влажность, транспортные и ветровые нагрузки и т. д., контролируемой конструкции изменяют выявленные модальные ЧПП [66, 67]. Порядок величины этих изменений может быть равен или даже больше изменений, вызванных незначительным повреждением конструкции, что может привести к ложноположительному обнаружению повреждения. Этот фактор может сделать систему МСК ненадежной [68].

Для линейных конструкций влияние вводных данных можно устранить из выявленных ЧПП путем нормализации измеренных откликов [58]. Нормализацию можно выполнить путем вычитания среднего значения отклика для удаления смещения постоянного тока из измеренной временной последовательности

$$x_{\text{-DC}} = x(t) - \mu_x \quad (10)$$

или путем стандартизации откликов для нормализации разных амплитуд, обусловленных факторами окружающей среды. Однако этот подход применим только в том случае, если значения отклика распределены нормально:

$$Z_x = \frac{x(t) - \mu_x}{\sigma_x}. \quad (11)$$

Другой подход основан на анализе главных компонент (РСА) [68—71]. В этом методе измерение переменных окружающей среды, таких как температура и влажность, не требуется, поскольку их рассматривают как встроенные в измеренный сигнал отклика. Таким образом, влияние переменных окружающей среды присутствует в выявленных ЧПП.

Ключевая идея провести различие между влиянием переменных окружающей среды и повреждением включает следующие шаги [55].

1. Определение линейного подпространства, в котором лежат переменные окружающей среды.

2. Проецирование ЧПП в подпространство, ортогональное идентифицированному линейному подпространству.

В общем случае вектор ЧПП определяют как

$$\{X\} = f(T, h, \dots) + d(\theta), \quad (12)$$

где  $f(T, h, \dots)$  — функция переменных окружающей среды: температуры  $T$ , влажности  $h$  и т.д.;  $d(\theta)$  — функция переменной  $\theta$ , связанная с повреждением.

Функцию  $f(T, h, \dots)$  трудно идентифицировать. Таким образом, её разбивают на два последовательных отображения. Во-первых, нелинейное отображение  $N$  преобразует функцию  $f(T, h, \dots)$  в новый вектор переменных окружения  $\xi$

$$\{\xi\} = N(f(T, h, \dots)). \quad (13)$$

Функция нелинейного отображения  $N$  неизвестна и в её идентификации нет практической необходимости [55]. Затем используют линейное отображение  $\Lambda$ , чтобы связать этот новый вектор  $\{\xi\}$  с вектором  $\{X\}$ , описывающим ЧПП, как

$$\{X\} = [\Lambda] \cdot \{\xi\} + d(\theta). \quad (14)$$

Переменные окружающей среды можно удалить, а содержательную информацию о повреждении сохранить, только если размерность  $\{\xi\}$  меньше, чем количество признаков [55]. Для идентификации функции линейного отображения  $\Lambda$  можно использовать два разных подхода.

*Идентификация на основе ковариации*

Ковариационную матрицу вектора  $\{X\}$  для ЧПП вычисляют как

$$[\Sigma_X] = E \left[ \{X\} \cdot \{X\}^T \right] = E \left[ [\Lambda] \cdot \{\xi\} + d(\theta) \right] \left[ [\Lambda] \cdot \{\xi\} + d(\theta) \right]^T, \quad (15)$$

где  $E$  — математическое ожидание. Предполагают, что переменные окружающей среды имеют нулевое среднее значение, а ковариационная матрица является единичной [55]. Это предположение упрощает выражение (15) до

$$[\Sigma_X] = [\Lambda] \cdot [\Lambda]^T + [\Delta_\theta], \quad (16)$$

где  $[\Delta_\theta]$  — диагональная ковариационная матрица  $d(\theta)$ . С другой стороны, ковариационную матрицу можно вычислить с помощью процедуры разложения по сингулярным числам (РСЧ) как

$$[\Sigma_X] = [U] \cdot [S] \cdot [U]^T, \quad (17)$$

где  $[U]$  — ортонормированная матрица  $[U] \cdot [U]^T = [I]$ , столбцы которой определяют векторы главных компонент;  $[S]$  представляет собой диагональную матрицу квадратов сингулярных значений  $s$ , ранжированных в порядке убывания:

$$[S] = \text{diag}(s_1^2, s_2^2, \dots, s_m^2, \dots, s_n^2). \quad (18)$$

Последующие диагональные элементы от  $m$ -го до  $n$ -го намного меньше первых  $m$  сингулярных значений, но неравные нулю в силу шума или

незначительных нелинейных эффектов. Индикатор, где  $m$  факторов вносят вклад в произвольный заданный процент  $e$  дисперсии наблюдаемых данных, равен [55, 68]

$$L = \frac{\sum_{i=1}^m s_i^2}{\sum_{i=1}^n s_i^2}. \quad (19)$$

Это доля объяснимой дисперсии. Параметр  $m$  определяется как наименьшее целое число, удовлетворяющее условию  $L > e(\%)$ . Таким образом,  $m$  переменных необходимы для объяснения  $e\%$  дисперсии измеренных данных.

Основываясь на этой идее, матрицу  $[U]$  также можно разбить на две части —  $[U] = \begin{bmatrix} [U]_{1:m} & [U]_{m:n} \end{bmatrix}$ , позволяющие идентифицировать  $[\Lambda]$  и  $[\Delta_\theta]$  как [55]

$$[\Lambda] = [U]_{1:m} \cdot \sqrt{[S]_{1:m}}, \quad (20)$$

$$[\Delta_\theta] = [U]_{m:n} \cdot [S]_{m:n} \cdot [U]_{m:n}^T. \quad (21)$$

#### *Идентификация на основе данных*

Процедуру РСЧ также можно выполнить непосредственно на векторе  $\{X\}$  для ЧПП [55]

$$\{X\} = [U] \cdot \sqrt{[S]} \cdot [V]^T. \quad (22)$$

Этот подход, основанный на данных, имеет два недостатка по сравнению с основанным на ковариации. Во-первых, он менее эффективен в вычислительном отношении, поскольку РСЧ выполняются на большой прямоугольной матрице. Во-вторых, применение порога  $L$  как процента объяснимой дисперсии не является прямым и обычно не практикуется для этого подхода [55, 72].

#### *Разложение ЧПП*

После определения функции линейного отображения  $[\Lambda]$  вектор переменных окружающей среды  $\{\xi\}$  находят путем минимизации [55]

$$\|\{X\} - [\Lambda] \cdot \{\xi\}\|^2. \quad (23)$$

Выбор  $L_2$  или евклидовой нормы  $\|\cdot\|^2$  приводит к классической оценке методом наименьших квадратов, являющейся наиболее часто используемой [69, 70, 72]:

$$\{\xi\} = [S]_{1:m} \cdot [U]_{1:m}^T \cdot \{X\} = \left( [U]_{1:m}^T \cdot [U]_{1:m} \right)^{-1} \cdot [U]_{1:m}^T \cdot \{X\} = [U]_{1:m}^T \cdot \{X\}. \quad (24)$$

Другие варианты оценки  $\{\xi\}$  основаны на статистическом анализе [73]. Из подхода максимального правдоподобия (*оценка фактора Бартлетта*)

$$\{\xi\} = \left( [\Lambda]^T \cdot [\Delta_\theta]^{-1} \cdot [\Lambda] \right)^{-1} \cdot [\Lambda]^T \cdot [\Delta_\theta]^{-1} \cdot \{X\}. \quad (25)$$

Из байесовского подхода (*оценка фактора Томсона*)

$$\{\xi\} = \left( [I] + [\Lambda]^T \cdot [\Delta_\theta]^{-1} \cdot [\Lambda] \right)^{-1} \cdot [\Lambda]^T \cdot [\Delta_\theta]^{-1} \cdot \{X\}, \quad (26)$$

где  $[I]$  — единичная матрица. В отличие от метода наименьших квадратов факторные оценки Томсона и Бартлетта учитывают ковариационную матрицу  $d(\theta)$ , присваивая меньший вес ЧПП с более высоким уровнем неопределенности. Эту концепцию используют в статистической теории оценки [74], она полезна, если для идентификации повреждений используют разные типы ЧПП с разным уровнем чувствительности к шуму, например, формы колебаний и собственные частоты.

Удаление влияния переменных окружающей среды из исходного вектора ЧПП дает вектор  $\{d\}$ , содержащий информацию исключительно о состоянии конструкции:

$$\{d\} = \{X\} - [\Lambda] \cdot \{\xi\}. \quad (27)$$

**3.4. Автоматизация идентификации модальных параметров.** Можно достичь полной функциональности МСК, автоматизировав выявление конструкционных модальных параметров из измеренных откликов на основе ОМА. Одна из самых больших проблем в автоматизации процесса выявления модальных параметров заключается в том, что традиционная модальная идентификация требует обширного взаимодействия со стороны опытного пользователя [75] для выявления физических и математических мод в большом количестве системных порядков [60].

До сих пор задача оператора заключалась в том, чтобы вручную определить физические полюса, изучив диаграмму стабилизации, показывающую полюса, оцененные с помощью оценщика ОМА на горизонтальной оси частот, а возрастающий порядок модели — на вертикальной оси. Порядок модели показывает количество мод в модели, используемой для согласования с измерениями отклика. Затем оператор может выбрать физические полюса, поскольку их значения стабильны с увеличением порядка модели, в то время как расчетные полюса имеют разброс. Тем не менее, результаты идентифицированных полюсов могут различаться, поскольку выбор стабильного полюса при другом порядке модели все равно даст несколько иные результаты. Кроме того, высокие уровни шума вносят дополнительную неопределенность в определение физических полюсов, поскольку диаграммы стабилизации становятся трудно интерпретируемыми. Таким образом, общепринятый инструмент оценки модальных параметров в ОМА

– диаграмма стабилизации – не может быть непосредственно использован для автоматической идентификации модальных параметров.

### Критерии проверки

Безопаснее завязать порядок модели, чтобы убедиться, что выявляются все физические моды. Однако это также приводит к включению математических (ложных) мод в окончательный набор идентифицируемых параметров [8, 76]. Исследования автоматической идентификации модальных параметров проводят для отделения математических (ложных) мод от физических, тем самым очищая диаграмму стабилизации [16, 77]. Наиболее широко используемый подход — неконтролируемое МО, например, кластерный анализ — либо неиерархический [75, 78, 79], либо иерархический [80, 81].

Согласно [76] критерии разделения полюсов в стабилизационных диаграммах можно классифицировать на три группы – жесткие критерии, мягкие критерии и модальная неопределенность. Жесткие критерии проверки налагают строгие числовые значения, которым должны удовлетворять идентифицированные объекты. Например, коэффициент демпфирования должен быть положительным и не превышать некоторого порога; мода исключается, если она не встречается в комплексно-сопряженной паре и т. д. Мягкие критерии проверки — модальные показатели без строго заданных значений. Эти показатели используют, скорее, в статистической структуре для очистки диаграммы стабилизации. Несколько мягких критериев проверки включают относительные различия между модальными объектами. Метрику относительной разницы между скалярными значениями  $x_i$  и  $x_j$  определяют как [60]

$$d(x_i, x_j) = \frac{|x_i - x_j|}{\max(|x_i|, |x_j|)}. \quad (28)$$

Малая относительная разность указывает на хорошо стабилизированную моду, а высокая разность указывает на ложную [82]. Относительные различия могут быть рассчитаны между идентифицированными собственными частотами и коэффициентами демпфирования. Модальная передаточная норма (MTN), введенная в [83], обозначает меру вклада конкретной моды в общий отклик [82]. Модальный вклад в положительную спектральную плотность мощности (PSD+) в физических единицах скорости равен

$$\text{MTN}_{\alpha_i}^s = \max_f \sigma \left( \left[ S_{aa_j}^+(f) \right] \right) = \max \sigma \left( \frac{\{\phi_j\} \{g_{dj}\}^T}{z - \lambda_{dj}} + \frac{\{\phi_j\} \{g_{dj}\}^T}{2\lambda_{dj}} \right), \quad (29)$$

где  $\left[ S_{aa_j}^+(f) \right]$  — сингулярная матрица;  $\{\phi_j\}$  — вектор амплитуд моды  $j$ ;  $\{g_{dj}\}$  — дискретный стохастический вектор участия моды  $j$ ;  $z = e^{i2\pi f_j T}$

с  $T$  в качестве периода выборки. Аналогично можно рассчитать относительные различия между модальными нормами переноса. Модальная фазовая коллинеарность (МРС) измеряет сложность формы моды. Значения МРС безразмерны и лежат в диапазоне между 0 (совсем неколлинеарность) и 1 (совершенная коллинеарность) [82]:

$$\text{MPC}(\{\phi_j\}) = \frac{\left\| \text{Re}(\{\tilde{\phi}_j\}) \right\|_2^2 + \frac{1}{\epsilon_{\text{MPC}}} \text{Re}(\{\tilde{\phi}_j\}^T) \text{Im}(\{\tilde{\phi}_j\}) \left[ 2(\epsilon_{\text{MPC}}^2 + 1) \cdot \sin^2(\theta_{\text{MPC}}) - 1 \right]}{\text{Re}(\{\tilde{\phi}_j\})_2^2 + \text{Im}(\{\tilde{\phi}_j\})_2^2}, \quad (30)$$

где

$$\{\tilde{\phi}_{j0}\} = \{\phi_{j0}\} - \frac{\sum_{0=1}^{n_y} \{\phi_{j0}\}}{n_y}, \quad \epsilon_{\text{MPC}} = \frac{\left\| \text{Im}(\{\tilde{\phi}_j\}) \right\|_2^2 - \left\| \text{Re}(\{\tilde{\phi}_j\}) \right\|_2^2}{2 \text{Re}(\{\tilde{\phi}_j\}^T) \text{Im}(\{\tilde{\phi}_j\})},$$

$$\theta_{\text{MPC}} = \arctg \left( \left| \epsilon_{\text{MPC}} \right| + \text{sign}(\epsilon_{\text{MPC}}) \sqrt{1 + \epsilon_{\text{MPC}}^2} \right).$$

При возбуждении конструкции силой, отличной от идеального белого шума, выявленные модальные параметры неизбежно содержат неопределенность, называемую модальной неопределенностью и представляющую разброс идентифицированных значений параметров [76]. Эти критерии работают, учитывая относительно большой разброс значений ложных модальных данных по сравнению с данными физических полюсов.

### *Статистическая структура*

После оценки модальных параметров с помощью оценщика ОМА следующий этап — применение критериев проверки к модальным параметрам-кандидатам. Затем физические режимы группируют с использованием неконтролируемого обучения. Наконец, вычисляют статистические показатели для устранения любых выбросов, обнаруженных в группах. Этапы подхода модальной идентификации описаны в табл. 2.

На этапе I количество времен запаздывания корреляционных функций влияет на спектральное разрешение. С одной стороны, спектральное разрешение должно быть достаточно большим, чтобы успешно охарактеризовать все моды. С другой стороны, оно должно быть как можно меньше, чтобы уменьшить влияние шума. В [84, 85] указано, что число 512 точек задержки по времени является оптимальным.

На этапе II устойчивую агломерационную иерархическую кластеризацию можно выполнить с использованием программного обеспечения



Matlab Statistics Toolbox [16]. Каждый кластер формируется путем вычисления матрицы расстояний  $[D]$  между всеми полюсами, оцененными для разных порядков  $n$ . Количество полюсов в одном кластере определяется как  $N_P = \max(n_{\text{model}}) - n_{NC}$ , где  $n_{\text{model}}$  — максимальный порядок модели, а  $n_{NC}$  — количество порядков, не учитываемых при кластеризации. Полюс добавляется в кластер, если его значение находится в заданном частотном интервале, зависящем от чистоты данных. Для зашумленных данных необходим больший частотный интервал. После формирования кластера для последующих кластеров рассматриваются только оставшиеся полюса, где вычисляются новые матрицы расстояний.

Кластеризацию нечетких С-средних также можно выполнить в Matlab Statistics Toolbox [16]. Идентифицированные кластеры можно дополнительно сгруппировать в два класса на основе точности классификации: кластеры с четко определенными физическими полюсами (коэффициент классификации  $>50\%$ ) и кластеры с вычислительными полюсами или плохо определенными физическими полюсами (коэффициент классификации  $<50\%$ ). В [16] описано использование следующих пяти критериев проверки: переменная 1 — стандартные отклонения собственных частот  $\sigma_{f1}, \sigma_{f2}, \dots, \sigma_{fn}$ ; переменная 2 — стандартные отклонения коэффициентов демпфирования  $\sigma_{\zeta1}, \sigma_{\zeta2}, \dots, \sigma_{\zeta n}$ ; переменная 3 — вероятность успешной идентификации (количество полюсов в каждом кластере/максимальное количество полюсов, которое может содержать кластер); переменная 4 —  $\frac{\phi_{MPC>0,8}}{\sum_i \phi_i}$  и переменная 5 —  $\frac{\phi_{MPD<10^\circ}}{\sum_i \phi_i}$ . Значения переменных нормализуют для сравнения разных масштабов переменных. Результаты расчистки карты стабилизации представлены на рис. 6. Исходная карта стабилизации изображена на рис. 6—а, а идентифицированные кластеры физических

Табл. 2

Процедура автоматической идентификации модальных параметров с помощью ОМА [16, 76]

Этап	Исполнение
1	2
I Идентификация модальных параметров с помощью оценщика ОМА	Вычислить корреляции между измеренными откликами <b>Методы идентификации в частотной области</b> — используют быстрое преобразование Фурье для положительных временных задержек корреляционных функций <b>Методы идентификации во временной области</b> – применяют непосредственно к матрице с авто- и взаимокорреляционными функциями
II	
Устранить как можно больше математических полюсов, используя жесткие критерии проверки и порог модальной частотной неопределенности	

1	2
<p>III</p> <p>Двухэтапная кластеризация для группировки физических мод</p>	<p><b>Использовать значения частот для группирования мод с помощью надежной агломерационной иерархической кластеризации или алгоритма нечеткой кластеризации <math>S</math>-средних</b></p> <p>Получены кластеры, каждый из которых представляет группу модальных параметров (собственные частоты, коэффициенты затухания и формы колебаний) с близкими значениями</p> <p><b>Уточнить результаты кластеризации на основе значений MAC</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Матрицу расстояний между <math>n</math> модами вычисляют как</li> </ul> $[D] = \begin{bmatrix} d_{11} & \dots & d_{1n} \\ \dots & \dots & \dots \\ d_{n1} & \dots & d_{nn} \end{bmatrix} .$ <p>Например, расстояние между модами <math>i</math> и <math>j</math> равно</p> $d_{ij} = 1 - \text{MAC}_{ij}$ <ul style="list-style-type: none"> <li>• Автоматически вычислить пороговое значение <math>d_{ij}</math> для группирования мод</li> </ul> <p>Сохранить максимальные и минимальные значения каждой строки матрицы <math>[D]</math> в векторах</p> $\{\text{MAX}\} = \{d_{1\max} \dots d_{n\max}\}, \{\text{MIN}\} = \{d_{1\min} \dots d_{n\min}\} .$ <p>Порог вычисляют с учетом средних значений этих векторов: <math>d_{\text{MAC}} = \frac{1}{2}(\mu_{\max} + \mu_{\min})</math></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Для каждой строки <math>[D]</math> моды группируются, если</li> </ul> $d_{ij} < d_{\text{MAC}}$
<p>IV</p> <p>Обнаружение и устранение выбросов в каждом кластере на основе анализа коробчатой диаграммы</p>	<p>Таким образом, создается <math>n</math> подмножеств мод</p> <p><b>Выбросы в данных можно легко обнаружить с помощью коробчатых диаграмм, не зная основного распределения истинных мод</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Верхние и нижние пределы в коробчатых диаграммах устанавливают как</li> </ul> $L_U = Q_3 + 1,5IQR, L_L = Q_1 - 1,5IQR,$ <p>где <math>Q_3</math> и <math>Q_1</math> — третье и первое квартильные значения данных выборки соответственно; <math>IQR = Q_3 - Q_1</math> — межквартильный размах.</p> <p>Данные, не находящиеся между верхним и нижним пределами, считаются выбросами и исключаются. Этот процесс повторяют до тех пор, пока не будут устранены все выбросы</p>

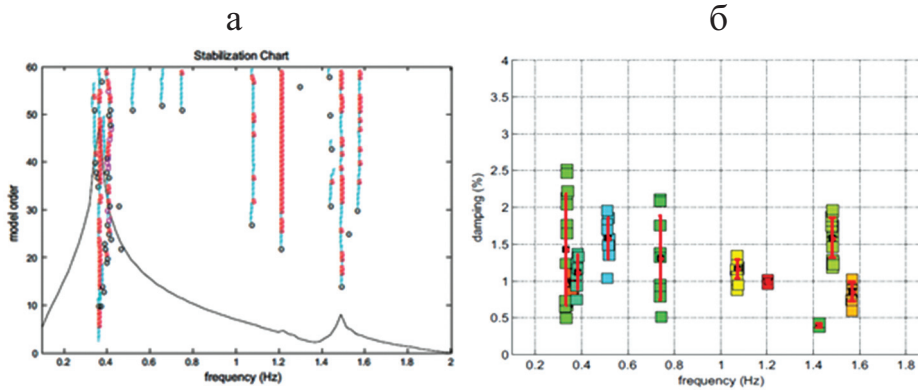


Рис. 6. Оценка устойчивых полюсов системы: *а* — пример диаграммы стабилизации порядок моды—частота (Гц) ветровой турбины с помощью оценщика *p*-LSCF; *б* — зависимость демпфирование—частота (Гц), иллюстрирующая результаты агломеративной иерархической кластеризации для автоматического определения полюсов (с указанием среднего значения и стандартного отклонения) [16].

мод — на рис. 6—б. Идентифицированные кластеры имеют высокий показатель успешности идентификации (т.е. 80%) и соответствуют устойчивым линиям на диаграмме стабилизации. Включение переменных 4 и 5 улучшило результат классификации двух последних кластеров, соответствующих слабо возбужденным модам более высокого порядка. Аналогичный результат с двухэтапной кластеризацией представлен на рис. 7.

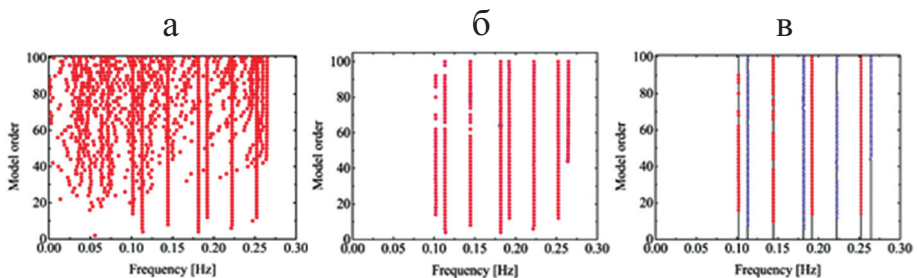


Рис. 7. Удаление математических полюсов из диаграммы стабилизации порядок моды—частота (Гц): *а* — по умолчанию; *б* — очищенной с использованием жестких критериев и критериев модальной неопределенности; *в* — с последующей обработкой с использованием двухэтапного кластерного подхода (значения частоты + МАС) [76].

#### 4. Статистический контроль

К выявленным ЧПП применяют статистический контроль, чтобы сделать вывод о состоянии конструкционной целостности. В случае, когда измерения конструкционного отклика доступны только для неповрежденной конструкции, статистические алгоритмы, работающие с выявленными ЧПП, относятся к неконтролируемому типу [56]. Метрика сходства между базовыми признаками и полученными из данных определенных в последующих по времени измерениях, вычисляют для оценки того, демонстрируют ли новые данные отклонения от исходного состояния [68]. Метрики сходства указывают на различия между значениями признаков в пространстве признаков. В МСК расстояние Махаланобиса (MD) представляет собой метрику подобия, используемую в режиме неконтролируемого обучения для выявления отклонений от нормального конструкционного состояния [54, 86, 87]. MD работает путем обнаружения выбросов в многомерном пространстве признаков. Выбросы могут быть связаны с повреждением конструкции, хотя также известно, что на поведение конструкции влияет и воздействие окружающей среды (см. раздел 3.2). MD применим только к нормально распределенным данным с достаточным объемом выборки [88]. MD определяют как

$$MD(X) = \sqrt{([X_o] - \{\mu_X\})^T [\Sigma_X]^{-1} ([X_o] - \{\mu_X\})}, \quad (31)$$

где  $[X_o]$  — потенциальный выброс;  $[X] \in R^{n \times N}$  — матрица, содержащая несколько векторов значений эталонных признаков, идентифицированных в моменты времени  $t_k$ ,  $k = 1, 2, \dots, N$ ;  $\{\mu_X\}$  — вектор, содержащий средние значения каждого столбца  $[X]$ ;  $[\Sigma_X]$  — ковариационная матрица  $[X]$  (см. *Идентификация на основе ковариации*). Преимущество MD заключается в том, что он является простым и эффективным в вычислительном отношении методом. Другие метрики расстояния, используемые в приложениях МСК, — евклидово расстояние, косинусное расстояние и расстояние Хаусдорфа [65].

Для выявления возможных повреждений в неконтролируемом режиме строят *контрольную карту (control chart)* [89—91]. Общую теорию контрольных карт впервые разработали в [92]. Контрольные карты, построенные по принципам этой теории, называют “*контрольными картами Шухарта*” [56]. Тип контрольных карт Шухарта — так называемая *контрольная карта X-bar*, отслеживающая изменения средних признаков и идентифицирующая наблюдения за признаками, не согласующимися с данными за прошедший период [56]. Другой тип контрольных карт Шухарта — *S-контрольная карта*, отслеживающая изменения стандартного отклонения значений признаков [56]. Стандартное отклонение выборки рассчитывают для каждого независимого вектора ЧПП в матрице признаков  $[X]$ . Следовательно, если признаки ЧПП отсортированы как век-

тор-столбцы в матрице  $[X]$ , то  $\sigma_j = \text{std}(x_{ij})$ . Среднее значение стандартного отклонения —  $\bar{\sigma} = \text{mean}(\sigma_j)$ .

Контрольную карту строят путем проведения двух линий: центральной линии ( $CL$ ) и дополнительной горизонтальной линии, соответствующей верхнему пределу ( $UCL$ ), задаваемых как [68]

$$CL = \bar{\psi}, \quad (32)$$

$$UCL_X = CL + \alpha\sigma_\psi, \quad (33)$$

где  $\psi$  — значение или переменная, на основе которой строится контрольная карта, а черта сверху обозначает среднее значение. Нижний индекс  $X$  обозначает карту  $X$ -bar;  $\bar{\psi}$  может быть либо средним значением вектора ЧПП [56] (среднее значение какой-либо меры подобия, например, [68]), либо даже средним значением стандартных отклонений  $\bar{\sigma}$  ЧПП (для  $S$ -контрольных карт) [56]; значение  $\alpha$  можно принять равным 3, что соответствует достоверности 99,7% [68, 93]. Однако в [94] приведены значения  $\alpha = 1:4,5$ . В [95] также рассматривали нижний контрольный предел управления:

$$LCL_X = CL - \alpha\sigma_\psi. \quad (34)$$

Идея заключается в том, что значения признаков в идеале должны располагаться между верхним и нижним пределами, чтобы их можно было рассматривать как исходящие из нормального конструкционного состояния. Кроме того, в том же исследовании вместо стандартного отклонения авторы использовали термин стандартной ошибки  $\sigma / \sqrt{N}$  для ужесточения допуска на ошибку с увеличением количества наблюдений. Критериями предупреждения о повреждении, использованными в [68], были MD процент превышения  $UCL$  и отношение MD между неповрежденным и поврежденным состояниями. Для  $S$ -контрольных карт рассчитывают следующие коэффициенты, зависящие от количества наблюдений признаков  $n$  [92]:

$$c_4 = \frac{4(n-1)}{4n-3}, \quad (35)$$

$$B_3 = 1 - \frac{3}{c_4 \sqrt{2(n-1)}}, \quad (36)$$

$$B_4 = 1 + \frac{3}{c_4 \sqrt{2(n-1)}}. \quad (37)$$

Верхний и нижний контрольные пределы для  $S$ -контрольных карт равны  $UCL_S = B_4 \bar{\sigma}$  и  $LCL_S = B_3 \bar{\sigma}$  [56]. Нижний индекс  $S$  обозначает  $S$ -контрольную карту.

Как можно вывести из уравнения (33), установка значений  $UCL$  и  $LCL$  напрямую влияет на возможность выявления поврежденного состояния. Слишком низкое значение коэффициента  $\alpha$  приведет к слишком большому количеству ложных срабатываний, и наоборот, — слишком высокое значение  $\alpha$  — к слишком большому количеству пропущенных срабатываний (ложноотрицательных результатов). Один из способов оценить правильность установки  $\alpha$  — вычисление равномерно сбалансированного показателя  $F_1$  [96]:

$$\text{precision} = \frac{tp}{tp + fp}, \quad (38)$$

$$\text{recall} = \frac{tp}{tp + fn}, \quad (39)$$

$$F_1 = \frac{2 \cdot \text{precision} \cdot \text{recall}}{\text{precision} + \text{recall}}, \quad (40)$$

где  $tp$  обозначает истинно положительные классификации (наблюдения класса 1 (поврежденные) правильно классифицируются как класс 1);  $fp$  обозначает ложноположительные классификации (наблюдения класса 0 (неповрежденные) неправильно классифицируются как класс 1 (поврежденные));  $fn$  обозначает ложноотрицательные классификации (наблюдения класса 1 (поврежденные), неправильно отнесенные к классу 0 (неповрежденные)). Увеличение показателя  $F_1$  свидетельствует об увеличении качества обнаружения повреждений.

В отличие от контрольных карт Шухарта контрольные карты экспоненциально-взвешенных скользящих средних (EWMA) [9, 97] более совершенны и могут использоваться, когда вариация среднего значения признаков невелика [56]. Карту EWMA определяют как средневзвешенное значение предыдущего наблюдения  $i-1$  и текущего наблюдения  $i$  наблюдаемого значения признака  $x(i)$ :

$$z(i) = \lambda x(i) + (1 - \lambda)z(i-1), \quad (41)$$

где  $\lambda$  — постоянная в диапазоне  $0 < \lambda \leq 1$ , а начальное значение установлено как центральная линия и равно среднему значению вектора средних значений ЧПП:  $CL = z(0) = \{\overline{\mu_X}\}$ .

Контрольную карту EWMA строят путем построения зависимости  $z(i)$  от номера выборки  $i$  со следующими контрольными пределами [56]:

$$UCL_{EWMA} = \{\overline{\mu_X}\} + \alpha\sigma\sqrt{\frac{\lambda}{2-\lambda}} \left[ 1 - (1-\lambda)^{2i} \right], \quad (42)$$

$$LCL_{EWMA} = \{\overline{\mu_X}\} - \alpha\sigma\sqrt{\frac{\lambda}{2-\lambda}} \left[ 1 - (1-\lambda)^{2i} \right]. \quad (43)$$

Авторы [98] предложили модифицировать стратегию контроля EWMA, включив адаптивные пороги для повышения устойчивости системы статистического контроля к выбросам данных. В [56] отмечено, что контрольные карты EWMA более чувствительны к наличию повреждений по сравнению с  $\bar{X}$ -bar и  $S$ -контрольными картами.

Контрольные карты Хоттеллинга  $T^2$  используют для анализа взаимосвязи нескольких признаков [7]. Для  $p$  признаков с  $p$ -нормальным распределением верхний контрольный предел рассчитывают на основе  $F$ -распределения:

$$UCL = \frac{p(m+1)(m-1)}{m^2 - mp} F_{\gamma, p, m-p}, \quad (44)$$

где  $m$  — количество наблюдений за признаками;  $\gamma$  — вероятность, что наблюдение будет выходить за пределы управления. Пример статистических контрольных карт для мониторинга повреждений показан на рис. 8. Сравнивают статистические контрольные карты  $\bar{X}$ -bar,  $S$  и EWMA для неповрежденного и поврежденного состояний. Более характерные наблюдения в случае использования EWMA — превышение контрольных пре-

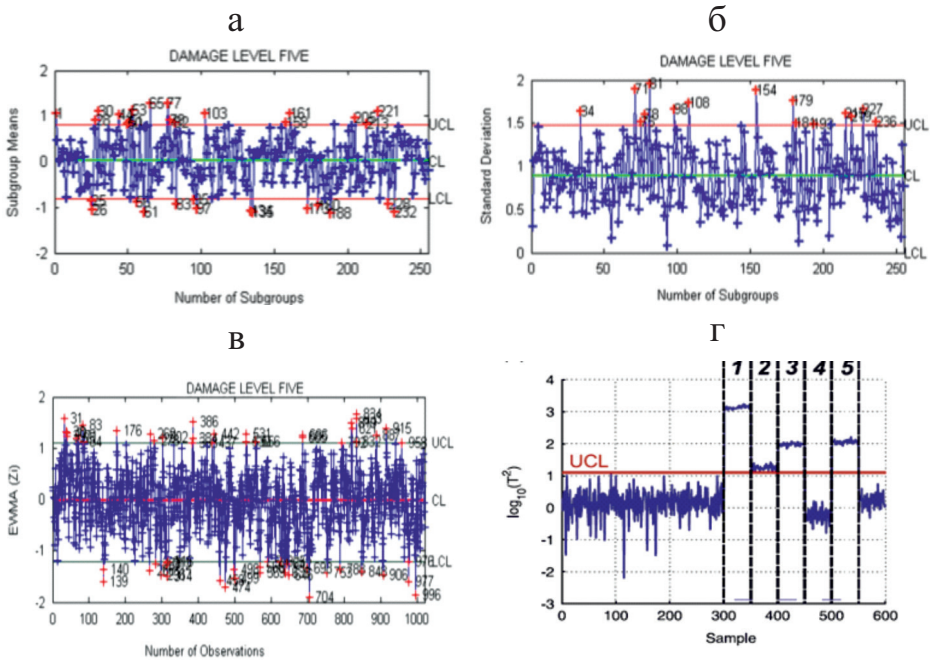


Рис. 8. Разные типы статистических контрольных карт, применяемых для мониторинга повреждений: а — карта  $\bar{X}$ -bar — подгруппы средних—количество подгрупп; б —  $S$ -карта — стандартное отклонение—количество подгрупп; в — EWMA—количество наблюдений [56]; г — карта Хотеллинга ( $\log(T^2)$ )—выборка для модальных ЧПП, отслеживающих состояние работоспособности конструкции в пяти местах.

делов с возникновением повреждений по сравнению с неповрежденной конструкцией. Эти признаки содержат информацию о повреждениях и могут быть идентифицированы после изучения карт статистического контроля. Контрольные карты Хоттеллинга  $T^2$  применили для мониторинга расстояния Махаланобиса [7], как показано на рис. 8—2. Значения ЧПП в поврежденном конструкционном состоянии начинают значительно отклоняться от  $UCL$ , что зафиксировали датчики 1—5. Исключение — датчик 4, не обнаруживший повреждение.

Авторы в [98] предложили использовать показатель производительности, называемый частотой ложных срабатываний (FAR), характеризующий устойчивость статистического контроля к шуму и неточностям:

$$FAR = 100 \frac{N_f}{N_n}, \quad (45)$$

где  $N_f$  — количество наблюдений, ложно идентифицированных как ошибки;  $N_n$  — общее количество наблюдений.

Идентификация повреждений — это более широкий термин, используемый для характеристики повреждения. Идентификация (переход от низших к высшим уровням иерархии МСК, предложенной в [99]) включает в себя обнаружение, локализацию, оценку тяжести и прогноз повреждения [99]. В [87] продемонстрировали, что применение анализа главных компонент (PCA) и MD может охватывать почти весь спектр иерархии МСК, предложенной в [99]. Обнаружение повреждений иллюстрируют данные рис. 9—а, оценку их величины с помощью MD — рис. 9—б, локализацию повреждений с помощью MD на каждом датчике — рис. 9—в; деградацию жесткости конструкции — данные рис. 9—г. В качестве признаков использовали собственные частоты композитной лопасти ветряной турбины. Красной пунктирной линией отмечен  $UCL$ , а цветными линиями показан уровень  $CL$  для каждого значения жесткости. Значительный скачок индекса новизны (*novelty index*) при уменьшении жесткости на 30% находится выше  $UCL$ , что может свидетельствовать о повреждении.

Следует отметить, что неправильная классификация повреждений возможна для некоторых откликов, имеющих сходные значения MD. Из данных рис. 9—б видно, что одна точка значений MD, соответствующая среднему повреждению, ближе к значениям, связанным с большим повреждением. Вероятность неправильной классификации зависит от типа и количества используемых ЧПП. В [87] использовали только собственные частоты. Добавление форм мод колебаний, MAC, COMAC или других признаков значительно уменьшит вероятность ошибочной классификации.

В [57] обнаружили наличие добавочной массы, локализовали ее и оценили степень опасности, используя собственные частоты полноразмерной композитной ЛВТ и статистическое распознавание образов. ЛВТ возбуждали ветром и вручную метлами, пытаясь имитировать случайное



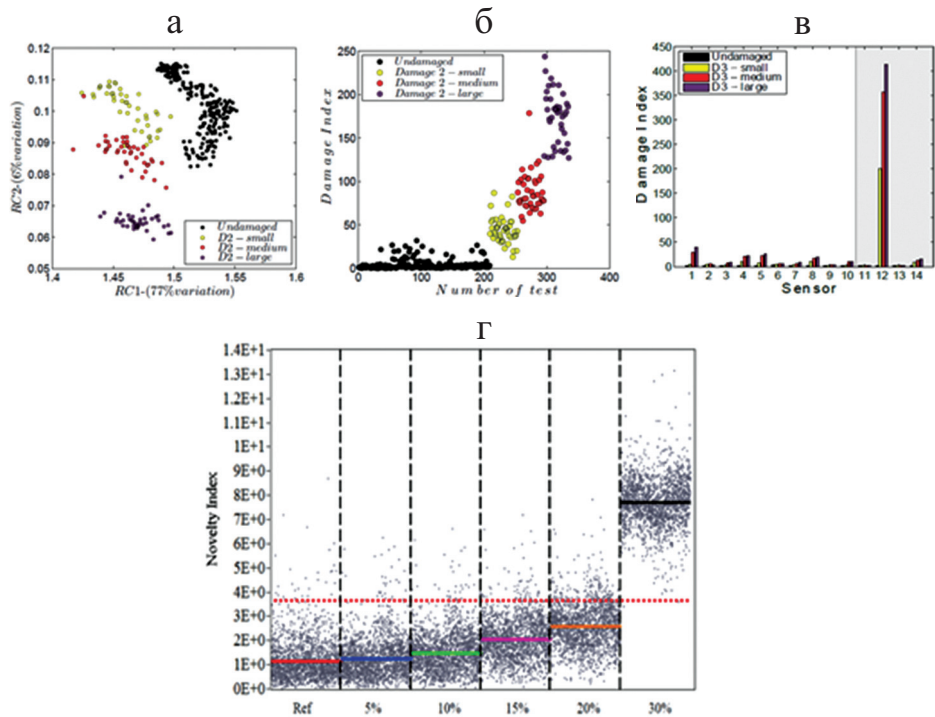


Рис. 9. Результаты идентификации повреждений с использованием обнаружения новизны с помощью метрики расстояния Махаланобиса: *a* — обнаружение повреждений [87]; *b* — оценка серьезности повреждений [87]; *c* — локализация повреждений [87]; *d* — обнаружение повреждения, смоделированного снижением жесткости конструкции с использованием собственных частот как признаков [87].

возбуждение от ветра. Отклик измеряли одноосными акселерометрами. Основная идея заключалась в том, что невозможно экспериментально измерить все данные, необходимые для автоматизации выявления разных случаев повреждения. Следовательно, только данные для неповрежденного состояния экспериментально измерили на реальной полномасштабной ЛВТ, в то время как данные для поврежденного случая смоделировали численно с помощью метода конечных элементов (МКЭ). Метод идентификации повреждений на основе добавленной массы приведен в табл. 3, иллюстрирующей рабочий процесс с основными комментариями. Идея добавленной массы заключается в том, что она является псевдодефектом в том смысле, что, подобно реальному повреждению, присутствие добавленной массы локально модифицирует массу конструкции, влияя на её отклик. Однако в отличие от реального повреждения никакой деградации конструкции не происходит. Более того, этот подход позволяет проводить параметрическое исследование, при котором влияние повреждения можно исследовать в разных местах конструкции, а тяжесть повреждения можно варьировать, изменяя величину массы [100]. Тем не менее, хотя этот

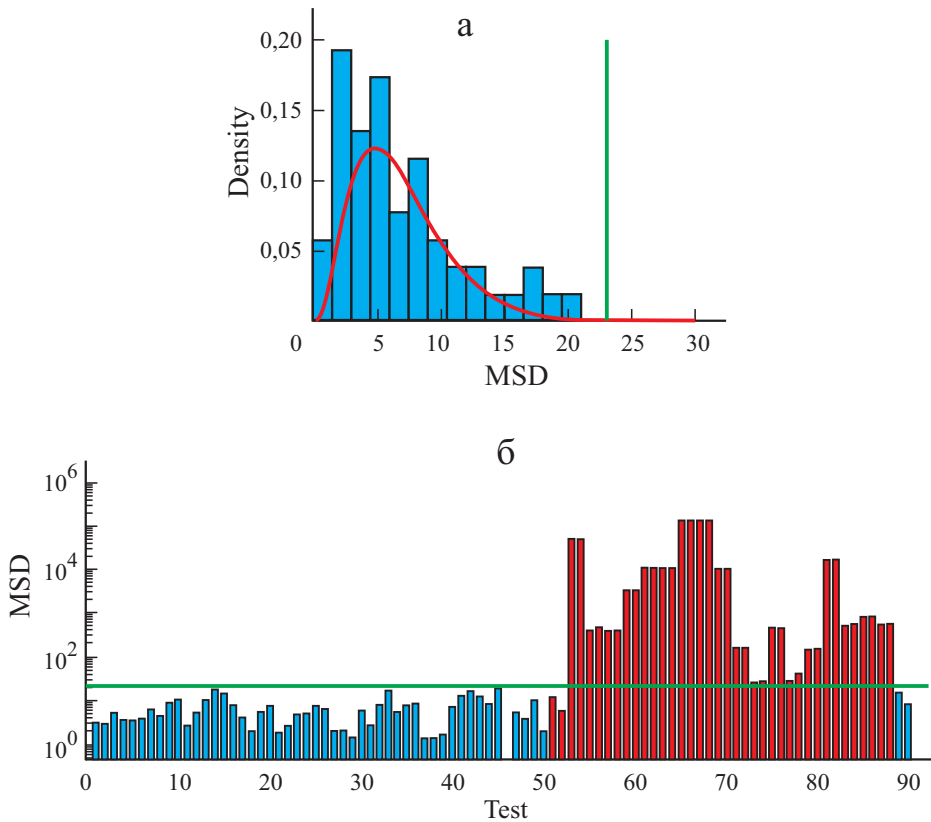


Рис. 10. Обнаружение новизны на основе квадрата расстояния Махаланобиса (MSD) в композитной лопасти ветряной турбины с использованием собственных частот в качестве признаков: а — гистограмма плотность—значения MSD ( $\square$ ), подогнанное распределение  $\chi^2$  (—) и пороговое значение MSD (98-го перцентиля распределения  $\chi^2$  (- - -); б — тестовые примеры, превышающие порог MSD (- - -), помечены как поврежденные [57].

подход хорошо работает для демонстрации концепции идентификации повреждений, его практическое применение в МСК реальных действующих конструкций вызывает сомнения.

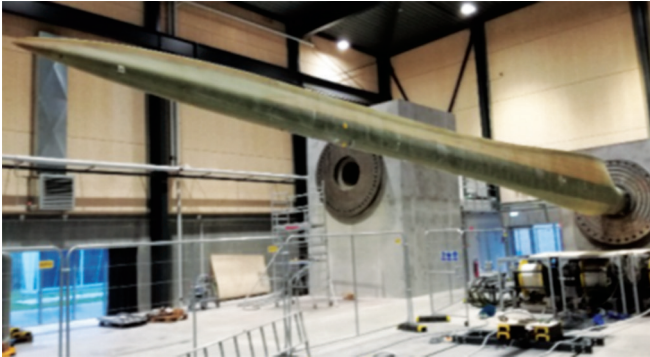
Исследование с применением машинного обучения для различения разных состояний конструкции на основе изменений модальных параметров представлено в [101]. Исследовали полноразмерную ЛВТ из стеклопластика, возбуждаемую установкой, вызывающей её свободные колебания. ЛВТ, установленная на испытательном стенде в консольной конфигурации, показана на рис. 11—а. Измерили отклик на ускорение, а для определения собственных частот и коэффициентов демпфирования к профилям затухания свободных колебаний применили непрерывное вейвлет-преобразование. Информация о фазе вейвлета позволила выявить многочисленные экземпляры пар модальных параметров. График

Статистическая процедура распознавания образов для идентификации добавленной массы [57]

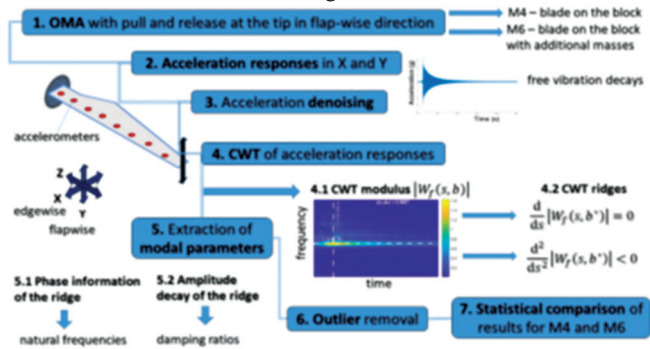
Неповрежденное состояние	<p>Экспериментально получают данные о конструкционном отклике только для неповрежденной конструкции</p> <p>Построить многомерный вектор признаков <math>\{X\}</math> собственных частот</p> <p>Используют частоты с наименьшим коэффициентом вариации и те, значения которых лучше всего согласуются с конечно-элементной моделью</p> <p>Вычислить статистическое распределение <math>\{X\}</math></p> <p>Проверка нормальности частотного распределения с использованием критерия хи-квадрат</p> <p>Определить среднее значение <math>\{\mu_X\}</math> и ковариацию <math>[\Sigma_{XX}]</math> частотного распределения</p>
Поврежденное состояние	<p>Численное моделирование данных для разных сценариев повреждения путем изменения местоположения и величины приложенной массы</p>
Статистическое распознавание образов	<p>Объединить эти данные для построения статистических моделей и классификаторов для выявления повреждений</p> <p><b>Испытание 1: Обнаружение повреждения</b> (неконтролируемое МО). Вычислить метрику расстояния Махаланобиса между новыми немаркированными данными и данными неповрежденной конструкции для экспериментальных частот. Повреждение обнаруживается при превышении порога (98-го перцентиля распределения значений <math>MD</math> по критерию хи-квадрат) (см. рис. 10)</p> <p><b>Испытание 2: Локализация и оценка повреждения</b> (контролируемое МО). Если при испытании 1 обнаружено повреждение, то:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>— зарегистрировать изменения среднего значения <math>\Delta\mu_X</math> вследствие повреждений;</li> <li>— заменить фактическое среднее значение <math>\Delta\mu_X</math> на среднее значение <math>\Delta\mu_{X,FE}</math>, полученное посредством моделирования МКЭ;</li> <li>— величина <math>[\Sigma_{XX}]</math> неизменённая, она связана только с изменениями окружающей среды и шумом;</li> <li>— набор признаков собственной частоты корректируется на ошибку случайной выборки</li> </ul> $b_X = \mu_{f, \text{неповрежденный}} (\text{измеренный}) - \mu_{f, \text{неповрежденный}} (\text{МКЭ})$ <p>Численно смоделированные выборки собственной частоты с распределением <math>N(\mu_X - \Delta\mu_{X,FE} + b_X, [\Sigma_{XX}])</math> и обучение используют для построения линейного дискриминантного классификатора Фишера</p>

разброса одного модального параметра по сравнению с другим показал агломерацию этих значений в разных координатах плоскости коэффициент затухания—собственная частота. Применение классификатора позволило установить границы между этими агломерациями с существенным различием модальных параметров при разных граничных условиях ЛВТ. Подробные схемы показаны на рис. 11—б, а результаты классификации с использованием классификатора  $k$ -ближайших соседей — на рис. 11—в.

а



б



в

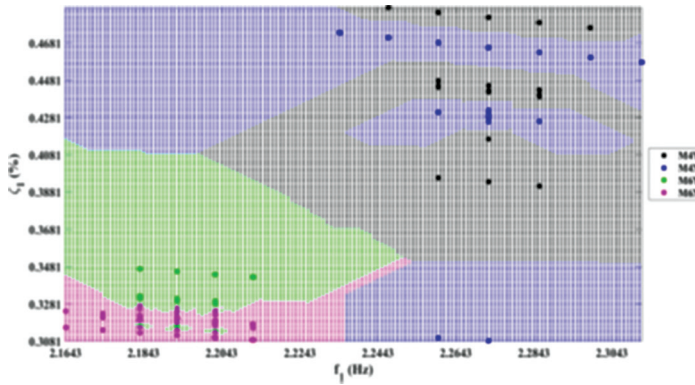


Рис. 11. Применение непрерывного вейвлет-преобразования для извлечения модальных параметров из откликов свободных колебаний полноразмерной композитной ЛВТ, установленной на испытательном стенде (а); схема исследования (б); классификатор  $k$ -соседей, построенный на основе извлеченных модальных данных (в) [101].

Хотя это и не было целью исследования, данный подход может быть применен для ОМА находящихся в эксплуатации ЛВТ для определения разных стадий повреждения, отражающихся в изменениях модальных параметров.

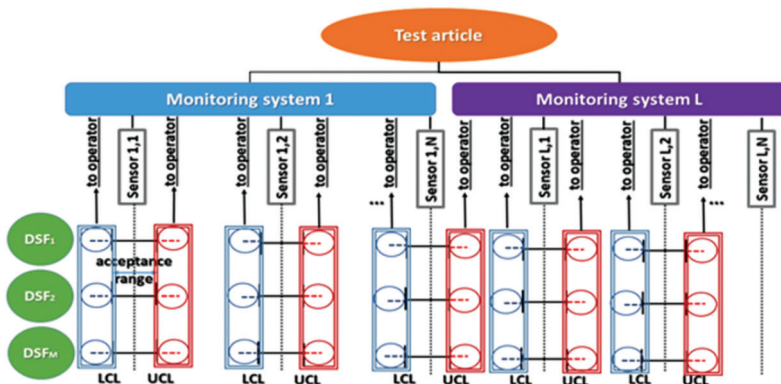


Рис. 12. МСК на основе статистического контроля при использовании  $M$  наборов ЧПП,  $N$  датчиков и  $L$  систем мониторинга [95].

Концепция интеллектуального контроля повреждений с обратной связью показана на рис. 12. Расчет  $UCL$  и  $LCL$  для каждого датчика устанавливает допустимый диапазон для значений ЧПП. Выбросы ЧПП вызывают нарушение допустимого диапазона. Это, в свою очередь, создает обратную связь, передаваемую инженеру-испытателю или оператору и указывающую на возникновение повреждения вблизи датчика с резко выпадающим значением ЧПП [95].

### Обсуждение и заключительные замечания

Настоящая работа посвящена обзору ключевых компонентов, необходимых для разработки осуществимой технологии мониторинга состояния конструкций (МСК) крупных сооружений, находящихся в эксплуатации. Обзор сосредоточен на использовании подхода операционного модального анализа (ОМА) в силу его потенциала для МСК крупных конструкций. Основные выводы заключаются в следующем.

- Тонкопленочные датчики ПВДФ обеспечивают эффективное средство проведения ОМА. По сравнению с другими типами датчиков преимуществом является простота крепления и соответствие конструкции, малая масса, чувствительность к небольшим повреждениям и низкая цена. К основным ограничениям относятся плохое электромагнитное экранирование, чувствительность к изменяющимся условиям окружающей среды и более низкие значения основных электромеханических характеристик. Эти датчики вместе с соответствующей электрической схемой следует защищать от влияния окружающей среды. Это большая проблема, например, при мониторинге лопастей морских ветряных турбин, где сильные порывы ветра и колебания температуры представляют угрозу для стабильности работы датчиков ПВДФ. Данную проблему можно решить, если техно-

логически возможен монтаж датчиков ПВДФ на внутреннюю сторону конструкции пустотелой лопасти. Коммерческие продукты, доступные на рынке, уже преодолели по крайней мере некоторые из этих проблем. Следовательно, ожидается, что с дальнейшим усовершенствованием материала датчика и защитой электрических цепей пьезоэлектрические тонкопленочные датчики на основе полимера будут широко использоваться при измерениях конструкционного отклика действующих конструкций в ближайшем будущем.

- Фильтрация и подготовка данных — сложный многоэтапный процесс. Во многих исследованиях описано использование собственных частот в качестве ЧПП в силу простоты (с точки зрения стоимости измерения и времени) их идентификации. Однако их практическое использование для конструкций, находящихся в эксплуатации, сомнительно в силу малой чувствительности к повреждениям. Формы колебаний, хотя и более чувствительны к повреждениям и предлагают возможности локализации повреждений, в большей степени подвержены воздействию шума и условиям окружающей среды. В качестве альтернативы ЧПП, основанные на частотах, также могут быть получены из спектральной плотности мощности. Крайне важно исключить воздействие факторов окружающей среды на ЧПП, поскольку они могут маскировать наличие повреждений. В случае, если ЧПП следуют нормальному распределению, может быть достаточно простой стандартизации. Более продвинутый и эффективный подход основан на PCA. После того как факторы окружающей среды отделены от ЧПП, функциональность МСК в режиме онлайн может быть достигнута только путем автоматического отфильтровывания ложных мод колебаний от реальных физических. Подходы неконтролируемого машинного обучения (МО), такие как разные варианты кластеризации и, возможно, дополнительные критерии для дальнейшего уточнения результатов идентифицированных модальных параметров, оказались эффективными.

- После того как ЧПП подготовлены для анализа, статистический контроль предоставляет простые средства для отслеживания состояния конструкции. В случаях, когда ЧПП следуют нормальному распределению, один из наиболее популярных подходов — построение статистических контрольных карт расстояния Махаланобиса для признаков. Показано, что можно обнаружить, локализовать и количественно оценить степень повреждения. Доступны разные типы статистических контрольных карт — от отслеживания простой метрики описательной статистики до более сложных, основанных на экспоненциально взвешенных скользящих средних ЧПП. Этот более поздний подход, как показывают исследования, также более чувствителен к повреждениям, особенно при ограничениях адаптивного управления. Важным шагом в продвижении МСК на основе статистического контроля является выявление многочисленных наблюдений ЧПП из измерения единичного отклика. Этого достигли, применив вейвлет-преобразования и продемонстрировав на

полноразмерной композитной лопасти ветряной турбины. Конечная цель заключается в том, чтобы построить интеллектуальную систему обратной связи, автоматически информирующую оператора в случае, если выброс значения ЧПП связан с повреждением.

Исследование выполнено при финансовой поддержке проекта Европейского фонда регионального развития № 1.1.1.1/20/A/016 “Прототип типовой системы мониторинга состояния конструкций действующих объектов для технического обслуживания по состоянию”.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. VTT Technical Research Centre of Finland. Erosion in wind turbine blades solved with the help of artificial intelligence. <https://phys.org/news/2019-01-erosion-turbine-blades-artificial-intelligence.html> (2019)
2. Jeffrey M. Managing turbine operating costs through comprehensive and targeted rotor blade inspections // Operation and Maintenance Summit, 26—27 February, 2015, Toronto.
3. Martinez C., Asare Yeboah F., Herford S., Brzezinski M., and Puttagunta V. Predicting wind turbine blade erosion using machine learning // SMU Data Sci. Rev. — 2019. — Vol. 2, No. 2.
4. Rucevskis S., Janeliukstis R., Akishin P., and Chate A. Mode shape-based damage detection in plate structure without baseline data // Struct. Control Health Monit. — 2016. — Vol. 23. — P. 1180—1193.
5. David-West O. S., Amafabia D. M., Haritos G., and Montalavao D. A Review of structural health monitoring techniques as applied to composite structures // Structural Durability and Health Monitoring SDHM, 2017.
6. Hansen J. B., Brincker R., López-Aenlle M., Overgaard C. F., and Kloborg K. A new scenario-based approach to damage detection using operational modal parameter estimates // Mech. Syst. Signal Pr. — 2017. — Vol. 94. — P. 359—373.
7. Tondreau G. and Deraemaeker A. Automated data-based damage localization under ambient vibration using local modal filters and dynamic strain measurements: Experimental applications // J. Sound Vib. — 2014. — Vol. 333. — P. 7364—7385.
8. Rainieri C., Fabbrocino G., and Cosenza E. Automated operational modal analysis as structural health monitoring tool: theoretical and applicative aspects // Key Eng. Mat. — 2007. — Vol. 347. — P. 479—484.
9. Bakdi A., Kouadri A., and Abderazak B. Fault detection and diagnosis in a cement rotary kiln using PCA with EWMA-based adaptive threshold monitoring scheme // Control Eng. Pract. — 2017. — Vol. 66. — P. 64—75.
10. Bakdi A. and Kouadri A. A new adaptive PCA based thresholding scheme for fault detection in complex systems // Chemom. Intell. Lab. Syst. — 2017. — Vol. 162. — P. 83—93.
11. Yingwei Z., Jiayu A., and Hailong Z. Monitoring of time-varying processes using kernel independent component analysis // Chem. Eng. Sci. — 2013. — Vol. 88. — P. 23—32.

12. *Qian K., Qingguo R., Yan L., Lingyan X., et al.* On-line monitoring the extract process of Fu-fang Shuanghua oral solution using near infrared spectroscopy and different PLS algorithms // *Spectrochim. Acta Part A: Mol. Biomol. Spectrosc.* — 2016. — Vol. 152. — P. 431—437.
13. *Jiawei T. and Xuefeng Y.* Neural network modeling relationship between inputs and state mapping plane obtained by FDA-t-SNE for visual industrial process monitoring // *Appl. Soft Comput.* — 2017. — Vol. 60. — P. 577—590.
14. *Silvio S. and Paolo C.* Data-driven and adaptive control applications to a wind turbine benchmark model // *Control Eng. Pract.* — 2013. — Vol. 21, No. 12. — P. 1678—1693.
15. *Valente de Bessa I., Palhares R. Martinez, D'Angelo M. Flavio Silveira Vasconcelos, and Chaves F. Joao Edgar.* Data-driven fault detection and isolation scheme for a wind turbine benchmark // *Renew. Energy.* — 2016. — Vol. 87. — P. 634—645.
16. *Devriendt C., Magalhães F., Weijtjens W., De Sitter G., Cunha Á., and Guillaume P.* Structural health monitoring of offshore wind turbines using automated operational modal analysis // *Struct. Health Monit.* — 2014. — Vol. 13. — P. 644.
17. *Liu D., Luo M., Zhang Z., Hu Y., et al.* Operational modal analysis based dynamic parameters identification in milling of thin-walled workpiece // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2022. — Vol. 167. — P. 108469.
18. *Zahid F. B., Ong Z. C., and Khoo S. Y.* A review of operational modal analysis techniques for in-service modal identification // *J. Braz. Soc. Mech. Sci.* — 2020. — Vol. 42. — P. 398.
19. *Minette R., Silva Neto S., Vaz L., and Monteiro U.* Experimental modal analysis of electrical submersible pumps // *Ocean Eng.* — 2016. — Vol. 124. — P. 168—179.
20. *Pietrzko S., Cantieni R., and Deger Y.* Modal testing of a steel/concrete composite bridge with a servo-hydraulic shaker // *Proc. SPIE Int. Soc. Optical Eng.*, 1996. — P. 91—98.
21. *Haroon M.* Free and forced vibration models // *Encyclopedia of Structural Health Monitoring* /Eds. C. Boller, F.-K. Chang, and Y. Fujino. — Wiley, 2009.
22. *Kang J., Liu L., Zhou S.-D., and Shao Y.-P.* A novel time-domain representation of transmissibility and its applications on operational modal analysis in the presence of non-white stochastic excitations // *J. Sound Vib.* — 2019. — Vol. 457. — P. 157—180.
23. *Brincker R., Andersen P., and Møller N.* An indicator for separation of structural and harmonic modes in output-only modal testing // *Proc. Eur. COST F3 Conf. on System Identification and Structural Health Monitoring.* — Universidad Politecnica de Madrid, Spain, 2000. — P. 265—272.
24. *Modak S. V.* Separation of structural modes and harmonic frequencies in Operational Modal Analysis using random decrement // *Mech. Syst. Signal Process.* — 2013. — Vol. 41, No. 1—2. — P. 366—379.
25. *Agneni A., Coppotelli G., and Grappasonni C.* Operational modal analysis of a rotating helicopter blade // *Proc. ISMA 2010 and USD 2010, 2010.*
26. *Jacobsen N. J., Andersen P., and Brincker R.* Eliminating the influence of harmonic components in operational modal analysis // *Proc. XXV Int. Modal Analysis Conf. IMAC, 2007.*
27. *Kawai H.* The piezoelectricity of poly(vinylidene fluoride // *Jpn. J. Appl. Phys.* — 1969. — Vol. 8, No. 7. — P. 975—976.



28. Bregar T., Starc B., Čepon G., and Boltežar M. On the use of PVDF sensors for experimental modal analysis // Topics in Modal Analysis Testing, Vol. 8 / Eds. B. Dilworth and M. Mains. — Proc. 38th IMAC. A Conf. Exposition on Struct. Dynamics, 2020.

29. Luo M., Luo H., Axinte D., Liu D. S., et al. A wireless instrumented milling cutter system with embedded PVDF sensors // Mech. Syst. Sig. Process. — 2018. — Vol. 110. — P. 556—568.

30. Mironovs D. and Mironov A. Vibration based signal processing algorithm for modal characteristics change assessment // AIP Conf. Proc., 2029, 020043, 2018.

31. Wu R., Selvadurai P. A., Chen C., et al. Revisiting piezoelectric sensor calibration methods using elastodynamic body waves // J. Nondestruct. Eval. — 2021. — Vol. 40. — P. 68.

32. Li D., M. Ho S.-C., Song G., Ren L., et al. A review of damage detection methods for wind turbine blades // Smart Mater. Struct. — 2015. — Vol. 24. — P. 033001.

33. Janeliukstis R. and Mironovs D. Smart composite structures with embedded sensors for load and damage monitoring. A Review // Mech. Compos. Mater. — 2021. — Vol. 57. — P. 131—152.

34. Nain S., Rathore J. S., and Sharma N. N. Comparison of piezo-material based energy transduction systems for artificial nanoswimmer // IOP Conf. Ser. Mat. Sci. — 2018. — Vol. 346. — P. 012079.

35. Mironov A. and Mironovs D. Experimental application of OMA solutions on the model of industrial structure // IOP Conf. Ser. Mat. Sci. — 2017. — Vol. 251. — P. 012092.

36. Mironovs D., Mironov A., and Chate A. Application case: Prototype of radar tower structural health monitoring system // Proc. Conf. ERDeV, Eng. for Rural Development, Jelgava, Latvia, 2018.

37. Li Y.-J., Wang G.-C., Cui H.-Y., Cao S.-K., et al. Dynamic characteristics and optimization research on PVDF piezo electric film force sensor for steel ball cold heading machine // ISA T. — 2019. — Vol. 94. — P. 265—275.

38. Piezo Film Sensors Technical Manual, Measurement Specialties, Inc. [www.msuisa.com](http://www.msuisa.com)

39. Mironov A., Priklonskiy A., Mironovs D., and Doronkin P. Application of deformation sensors for structural health monitoring of transport vehicles // Reliability and Statistics in Transportation and Communication / Eds. I. Kabashkin, I. Yatskiv, and O. Prentkovskis, RelStat 2019 — Lecture Notes in Networks and Systems, Vol. 117. — Springer, Cham, 2019.

40. SDT Shielded Piezo Sensors, Technical Data, 2009.

41. Oliveira É. L., Maia N. M. M., Marto A. G., da Silva R. G. A., et al. Modal characterization of composite flat plate models using piezoelectric transducers // Mech. Syst. Signal Pr. — 2016. — Vol. 79. — P. 16—29.

42. Pandey A. K., Biswas M., and Samman M. M. Damage detection from changes in curvature mode shapes // J. Sound Vib. — 1991. — Vol. 145. — P. 321—332.

43. Deraemaeker A. On the use of dynamic strains and curvatures for vibration based damage localization // Proc. 5th Eur. Workshop on Structural Health Monitoring. — Sorrento, Italy, 2010.

44. Gu Y., Long L., and Tan P. Surface strain distribution method for delamination detection using piezoelectric actuators and sensors // Proc. 9th Int. Conf. on Damage Assessment of Structures. — Oxford, UK, 2011.

45. *Xin Y., Sun H., Tian H., Guo C., et al.* The use of polyvinylidene fluoride (PVDF) films as sensors for vibration measurement: A brief review // *Ferroelectrics*. — 2016. — Vol. 502, No. 1. — P. 28—42.
46. FAQ's RHB2007-05-02. [http://www.metrolog.net/files/tech/meas\\_spec/piezo\\_an/piezofilm\\_faq\\_enus\\_metrolog.pdf](http://www.metrolog.net/files/tech/meas_spec/piezo_an/piezofilm_faq_enus_metrolog.pdf)
47. Accelent Technologies, <https://www.acellent.com>
48. Piezotech, Arkema Global Website, <https://www.piezotech.eu/en/Applications/Sensors>
49. *Mironov A., Doronkin P., and Prikloonsky A.* Experimental technology of operational pipeline condition monitoring // *MATEC Web Conf.* — 2015, Vol. 24. — P. 0200.
50. *Mironov A., Doronkin P., Prikloonsky A., and Kabashkin I.* Structural Health Monitoring of rotating blades on helicopters // *Aviation*. — 2016. — Vol. 20. — P. 110—122.
51. *Reynders E. and Roeck G. D.* Damage identification on the Tilff bridge by vibration monitoring using finite element model updating // *Proc. Experimental Vibration Analysis for Civil Eng. Structures*. — Bordeaux, France, 2005.
52. *Reynders E., Teughels A., and Roeck G. D.* Finite element model updating and structural damage identification using OMAX data // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2010. — Vol. 24. — P. 1306—1323.
53. *Fritzen C. P., Jennewein D., and Kiefer T.* Damage detection based on model updating methods // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 1998. — Vol. 12. — P. 163—186.
54. *Helbing G. and Ritter M.* Deep learning for fault detection in wind turbines // *Renew. Sust. Energ. Rev.* — 2018. — Vol. 98. — P. 189—198.
55. *Deraemaeker A., Reynders E., De Roeck G., and Kullaa J.* Vibration-based structural health monitoring using output-only measurements under changing environment // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2008. — Vol. 22. — P. 34—56.
56. *Rao P. S. and Ratnam C.* Health monitoring of welded structures using statistical process control // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2012. — Vol. 27. — P. 683—695.
57. *Colone L., Hovgaard M. K., Glavind L., and Brincker R.* Mass detection, localization and estimation for wind turbine blades based on statistical pattern recognition // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2018. — Vol. 107. — P. 266—277.
58. *Martinez-Luengo M., Kolios A., and Wang L.* Structural health monitoring of offshore wind turbines: A review through the statistical pattern recognition paradigm // *Renew. Sust. Energ. Rev.* — 2016. — Vol. 64. — P. 91—105.
59. *García D. and Tcherniak D.* An experimental study on the data-driven structural health monitoring of large wind turbine blades using a single accelerometer and actuator // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2019. — Vol. 127. — P. 102—119.
60. *Neu E., Janser F., Khatibi A. A. and Orifici A. C.* Fully automated operational modal analysis using multi-stage clustering // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2017. — Vol. 84. — P. 308—323.
61. *Ewins D. J.* Model validation: Correlation for updating // *Sadhana*. — 2000. — Vol. 25. — P. 221—234.
62. *Janeliukstis R., Riva R., Di Lorenzo E., Luczak M., et al.* Comparison of wind turbine blade models through correlation with experimental modal data // *Proc. ISMA and USD, Int. Conf. on Noise and Vibration Engineering and Int. Conf. on Uncertainty in Structural Dynamics*. — Belgium, Leuven, 2020.

63. *Devriendt C., Presezniak F., De Sitter G., Vanbrabant K., et al.* Structural health monitoring in changing operational conditions using transmissibility measurements // *Shock Vib.* — 2010. — Vol. 17. — P. 651—675.
64. *Zhou Y., Perera R., and Sevillano E.* Damage identification from power spectrum density transmissibility // *Proc. 6th Eur. Workshop on Structural Health Monitoring, Th.3.D.3, 2012.*
65. *Zhou Y.-L., Maia N. M. M., Sampaio R. P. C., and Abdel Wahab M.* Structural damage detection using transmissibility together with hierarchical clustering analysis and similarity measure // *Struct. Health Monit.* — 2017. — Vol. 16, No. 6. — P. 711—731.
66. *Sohn H.* Effect of environmental and operational variability on structural health monitoring // *Philos. T. R. Soc. A.* — 2006. — Vol. 365. — P. 539—560.
67. *Peeters B., Maeck J., and De Roeck G.* Vibration-based damage detection in civil engineering: excitation sources and temperature effects // *Smart Mater. Struct.* — 2001. — Vol. 10. — P. 518—527.
68. *Hu W.-H.* Operational modal analysis and continuous dynamic monitoring of footbridges. — PhD Thesis, University of Porto, 2011.
69. *Manson G.* Identifying damage sensitive, environment insensitive features for damage detection // *Proc. Third Int. Conf. on Identification in Engineering Systems, 2002.*
70. *Yan A., Kerschen G., Boe P. D., and Golinval J.* Structural damaged diagnosis under varying environmental conditions. Part I: a linear analysis // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2005. — Vol. 19, No. 4. — P. 847—864.
71. *Manson G., Lee B., and Staszewski W.* Eliminating environmental effects from Lamb wave-based structural health monitoring // *Proc. ISMA, Int. Conf. on Noise and Vibration Eng., Belgium, Leuven, 2004.*
72. *Vanlanduit S., Parloo E., Cauberghe B., Guillaume P., et al.* A robust singular value decomposition for damage detection under changing operating conditions and structural uncertainties // *J. Sound Vib.* — 2005. — Vol. 284. — P. 1033—1050.
73. *Kullaa J.* Structural health monitoring of a crane in variable configurations // *Proc. ISMA, Int. Conf. on Noise and Vibration Engineering, Belgium, Leuven, 2004.*
74. *Tarantola A.* *Inverse Problem Theory.* — Amsterdam: Elsevier, 1987.
75. *Verboven P., Parloo E., Guillaume P., and Van Overmeire M.* Autonomous structural health monitoring. Part I: Modal parameter estimation and tracking // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2002. — Vol. 16, No. 4. — P. 637—657.
76. *He M., Liang P., Li J., Zhang Y., et al.* Fully automated precise operational modal identification // *Eng. Struct.* — 2021. — Vol. 234. — P. 111988.
77. *Guillaume P., Verboven P., Vanlanduit S., et al.* A polyreference implementation of the least-squares complex frequency domain-estimator // *Proc. IMAC XXI, Int. Modal Analysis Conf., USA, Florida, Kissimmee, 3—6 February, 2003.*
78. *Goethals I., Vanluyten B., and De Moor B.* Reliable spurious mode rejection using self-learning algorithms // *Proc. ISMA, Int. Conf. on Noise and Vibration Engineering, Belgium, Leuven, 20—22 September, 2004.*
79. *Carden E. P. and Brownjohn J. M. W.* Fuzzy clustering of stability diagrams for vibration-based structural health monitoring // *Computer-Aided Civ. Inf.* — 2008. — Vol.23, No. 5. — P. 360—372.

80. *Magalhães F., Cunha A., and Caetano E.* On line automatic identification of the modal parameters of a long span arch bridge // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2009. — Vol. 23, No. 2. — P. 316—329.

81. *Downey A., Ubertini F., and Laflamme S.* Algorithm for damage detection in wind turbine blades using a hybrid dense sensor network with feature level data fusion // *J. Wind Eng. Ind. Aerod.* — 2017. — Vol. 168. — P. 288—296.

82. *Reynders E., Houbrechts J., and De Roeck G.* Fully automated (operational) modal analysis // *Mech. Syst. Signal Pr.* — 2012. — Vol. 29. — P. 228—250.

83. *Reynders E. and De Roeck G.* Reference-based combined deterministic–stochastic subspace identification for experimental and operational modal analysis // *Mech. Syst. Signal Process.* — 2008. — Vol. 22, No. 3. — P. 617—637.

84. *El-Kafafy M., Devriendt C., De Sitter G., et al.* Damping estimation of offshore wind turbines using state-of-the art operational modal analysis techniques // *Proc. ISMA, Int. Conf. on Noise and Vibration Engineering, Belgium, Leuven, 17—19 September, 2012.*

85. *Devriendt C., Jan Jordaens P., De Sitter G. et al.* Damping estimation of an offshore wind turbine on a monopole foundation // *EWEA 2012, Copenhagen, 16—19 April 2012.*

86. *Bangalore P. and Patriksson M.* Analysis of SCADA data for early fault detection, with application to the maintenance management of wind turbines // *Renew. Energ.* — 2018. — Vol. 115. — P. 521—532.

87. *Garcia D., Tcherniak D., and Trendafilova I.* Damage assessment for wind turbine blades based on a multivariate statistical approach // *J. Phys. Conf. Ser.* — 2015. — Vol. 628. — P. 012086.

88. *Sohn H., Farrar C. R., Hunter N. F., and Worden K.* Structural health monitoring using statistical pattern recognition techniques // *J. Dyn. Syst.-T. ASME.* — 2001. — Vol. 123. — P. 706—711.

89. *Montgomery D. C.* *Statistical Quality Control: A Modern Introduction.* — N. Y.: John Wiley and Sons, 2009.

90. *Ryan T. P.* *Statistical Methods for Quality Improvement.* — N. Y.: John Wiley and Sons, 2000.

91. *Basseville M., Mevel L., and Goursat M.* Statistical model based damage detection and localization: subspace-based residuals and damage-to-noise sensitivity ratios // *J. Sound Vib.* — 2004. — Vol. 275. — P. 769—794.

92. *Montgomery D. C.* *Introduction to Statistical Quality Control.* — 4th ed. — Singapore: John Wiley and Sons (ASIA) Pte Ltd., 2004.

93. *Chandrasekhar K., Stevanovic N., Cross E. J., Dervilis N., et al.* Damage detection in operational wind turbine blades using a new approach based on machine learning // *Renew. Energ.* — 2021. — Vol. 168. — P. 1249—1264.

94. *Vommi V. B., Seetala M. S. N.* A simple approach for robust economic design of control charts // *Comput. Oper. Res.* — 2007. — Vol. 34. — P. 2001—2009.

95. *Janeliukstis R. and McGugan M.* Control of damage-sensitive features for early failure prediction of wind turbine blades // *Struct. Control Health.* — 2021. — P. 2852.

96. *Sokolova M., Japkowicz N., and Szpakowicz S.* Beyond accuracy, f-score and roc: a family of discriminant measures for performance evaluation // *Proc. Australasian Joint Conf. on Artificial Intelligence, Springer, 2006.* — P. 1015—1021.

97. *Robert S. W.* Control chart tests based on geometric moving average // *Technometrics.* — 1959. — No. 1. — P. 239—250.

98. *Bakdi A., Kouadri A., and Mekhilef S.* A data-driven algorithm for online detection of component and system faults in modern wind turbines at different operating zones // *Renew. Sust. Energ. Rev.* — 2019. — Vol. 103. — P. 546—555.

99. *Rytter A.* Vibration based inspection of civil structures. —Ph.D. Thesis, Dept. of Building Technology and Structural Engineering, Aalborg University, Aalborg, Denmark, 1993.

100. *Janeliukstis R., Rucevskis S., and Chate A.* Condition monitoring with defect localisation in a two-dimensional structure based on linear discriminant and nearest neighbour classification of strain features // *Nondestruct. Test. Eva.* — 2020. — Vol. 35, No. 1. — P. 48—72.

101. *Janeliukstis R.* Continuous wavelet transform-based method for enhancing estimation of wind turbine blade natural frequencies and damping for machine learning purposes // *Measurement.* — 2021. — Vol. 172. — P. 108897.

Поступила в редакцию 23.12.2021

Окончательный вариант поступил 25.02.2022

Received Dec. 23, 2021 (Feb. 25, 2022)

---

*М. Багери Тофиги<sup>а</sup>, Х. Биглари<sup>а\*</sup>, М. М. Шокри<sup>б</sup>*

*<sup>а</sup>Department of Mechanical Engineering, University of Tabriz, Iran*

*<sup>б</sup>Composites Research Laboratory, Center of Excellence in Experimental Solid Mechanics and Dynamics, School of Mechanical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran*

## **ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ И ЧИСЛЕННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОТКЛИКА НА НИЗКОСКОРОСТНОЙ УДАР САНВИЧ-КОНСТРУКЦИЙ С СЕРДЦЕВИНОЙ ИЗ ПОЛИПРОПИЛЕНА, АРМИРОВАННОЙ ГРАФЕНОМ<sup>1</sup>**

*M. Bagheri Tofighi, H. Biglari\*, and M. M. Shokrieh*

### **AN EXPERIMENTAL AND NUMERICAL INVESTIGATION ON LOW-VELOCITY IMPACT RESPONSE OF NANO-REINFORCED POLYPROPYLENE CORE SANDWICH STRUCTURES**

**Keywords:** low-velocity impact, Johnson–Cook material model, sandwich structure, polypropylene, finite-element model

The impact behavior of sandwich structures was studied using experimental and numerical methods. Polypropylene with 0.5 wt% of graphene (PP/0.5% G) or pure polypropylene (PP) was sandwiched between aluminum face sheets for experimental tests. Impact tests revealed that the nanoreinforced structures had a higher contact force and a shorter contact duration than pure core structures. Both the damage area and the dent depth were lower for nano-reinforced structures. More energy absorbed the pure structures. The higher absorbed energy can be explained by the higher amount of damage that occurred in the structure. To further investigate the impact response of the sandwich structures, a three-dimensional quarter model was developed and implemented in the ABAQUS software. The strain-rate-dependent behavior of the core and face sheets was investigated using the Johnson–Cook material model to simulate the impact behavior of aluminum, PP, and G/PP layers.

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [hbiglari@tabrizu.ac.ir](mailto:hbiglari@tabrizu.ac.ir)  
Corresponding author: [hbiglari@tabrizu.ac.ir](mailto:hbiglari@tabrizu.ac.ir)

<sup>1</sup>Перевод с англ.

Simulation results were compared with experimental data, and a good agreement between them was found to exist. The validated finite-element model was used for studying the effects of geometrical and material parameters, including the thickness of aluminum and PP layers, different weight ratios of nanoparticles, and different mechanical properties of the aluminum layers, on the impact response of sandwich structures. By introducing graphene up to 0.5 wt% into the PP material, all of the impact outputs reached their extremum amounts, which were considerably affected by the yield strength and elastic modulus of aluminum layers.

**Ключевые слова:** удар низкоскоростной, модель материала Джонсона—Кука, сэндвич-конструкция, полипропилен, модель конечно-элементная

Ударное поведение сэндвич-конструкций изучали экспериментальными и численными методами. Испытали сэндвич-конструкции с алюминиевыми лицевыми слоями и сердцевинной из чистого полипропилена (ПП) и наполненного 0,5% по массе графена (ПП/0,5% Г). Испытания на удар показали, что nanoармированные конструкции выдерживают большее контактное усилие и имеют меньшую продолжительность контакта, чем конструкции с неармированной сердцевинной. Nanoармированные конструкции имели меньшую площадь повреждения и глубину вмятины. Неармированные сэндвич-конструкции поглощали больше энергии удара в силу большего количества произошедших в них повреждений. Для дальнейшего исследования ударного отклика сэндвич-конструкций разработали и реализовали в программном обеспечении ABAQUS трехмерную конечно-элементную модель. Ударное поведение сердцевинной и лицевых слоев алюминия, ПП и ПП/Г в зависимости от скорости деформации исследовали с помощью модели материала Джонсона—Кука. Результаты моделирования сравнили с экспериментальными и установили хорошее согласование между ними. Апробированную конечно-элементную модель использовали при оценке влияния геометрических и материальных параметров, в том числе толщины слоев алюминия и полипропилена, массового содержания наночастиц и механических свойств слоев алюминия, на ударную прочность сэндвич-конструкций. Введение в ПП 0,5% по массе графена обеспечило максимальные характеристики при ударе, на которые существенно влияли предел текучести и модуль упругости алюминиевых слоев.

## Введение

Использование гибридных материалов позволило выявить их особенности в сэндвич-конструкциях. Многослойные конструкции обладают большей устойчивостью к усталостным и ударным воздействиям за счет большей диссипации пластической энергии, чем монолитные. Слоистые композиты, в том числе металл—металл и полимер—металл, широко применяют в аэрокосмической и автомобильной промышленности. Эти конструкции часто подвержены ударным воздействиям. Поэтому необходимо тщательно исследовать их поведение при ударе [1—3].

В [4] в полипропиленовую сердцевину сэндвич-конструкций добавляли разные микро- и наночастицы и изучали их влияние на поведение сэндвич-конфигураций при низкоскоростном ударе. В [5] исследовали характеристики сэндвич-композитов с полипропиленовой сердцевиной при низкоскоростном ударе в зависимости от толщины лицевого слоя. В [6] впервые экспериментально изучили отклик сэндвич-композитов с полиуретановой сердцевиной, наполненной частицами наноглины, на низкоскоростной удар. В [7] частицы наноглины вводили как в лицевые слои, так и в сердцевину сэндвич-панелей и оценили их ударопрочность. В [8] провели несколько ударных испытаний сэндвич-панелей при изучении влияния наноглины на ударные характеристики, включая контактную силу, продолжительность контакта, перемещение и рассеиваемую энергию. В [9] в качестве армирующего наполнителя сэндвич-панели с полиуретановой сердцевиной использовали разное по массе количество углеродных нановолокон. Наибольшую энергию удара рассеивали сэндвич-панели с содержанием 0,2% углеродных нановолокон. В [10] изготовили сэндвич-панели с сердцевиной из полистирола и лицевыми слоями из стекловолокон и наномодифицированной эпоксидной смолы. Ударные повреждения панелей в работе классифицировали по шести категориям: (i) едва заметные повреждения; (ii) докритические повреждения, т. е. треснутый лицевой слой и сердцевина; (iii) разрыв верхнего лицевого слоя и смятие сердцевины; (iv) потеря сцепления нижнего лицевого слоя с сердцевиной; (v) растрескивание нижнего лицевого слоя; (vi) разрыв и перфорация нижнего лицевого слоя. В [11] изготовили образцы сэндвич-композита с лицевыми слоями на основе стекловолокон и эпоксидной смолы и с сердцевиной из пробкового дерева. Лицевые слои изготовили с наполнением наноарматурой и без неё. Сэндвич-панели с наноармированием продемонстрировали большие максимальные ударные нагрузки, меньшие перемещения, наилучшие характеристики с точки зрения упругой рекуперации и максимальную остаточную прочность при изгибе. В [12] провели испытания на низкоскоростной удар для оценки влияния многостенных углеродных нанотрубок (МУНТ) на внутреннее и внешнее повреждение сэндвич-панелей с пенопластовой сердцевиной и лицевыми слоями из кевларовых волокон и эпоксидной смолы.



В [13] исследовали влияние добавления триблоков сополимера Nano-strength M52N на низкоскоростной удар сэндвич-панелей с лицевыми слоями из органопластика и сердцевины из пенопластика Rohacell. Путем программного обеспечения LS-Dyna FE разработали численную модель и закон состояния, основанный на механике повреждения сплошной среды, использованные для моделирования композитных лицевых слоев с наноармированием и без него. Входные параметры, относящиеся к жесткости и прочности композита, определили в ходе механических испытаний. В [14] представили трехмерное решение, основанное на рядах Фурье и обобщенном методе дифференциальных квадратур для моделирования удара по сэндвич-панели с лицевыми слоями с наноармированием и проверили теоретическую модель посредством ударных экспериментов. В [15] для изучения ударного поведения сэндвич-конструкций с наноармированием представлен теоретический анализ, основанный на модифицированной теории сэндвич-панелей высокого порядка. Рассмотрели три распределения углеродных нанотрубок в лицевых слоях: равномерное распределение и два функционально-градиентных ФГ-V и ФГ-Л. Сэндвич-балка с лицевыми листами ФГ-V продемонстрировала наибольшее контактное усилие и наименьший прогиб.

В настоящее время для уменьшения массы механических деталей все чаще используют легкие материалы, такие как полимеры [16]. Полипропилен, как разновидность термопластичных полимеров, широко используют в упаковочной, автомобильной и аэрокосмической отраслях промышленности. Полипропилен представляет собой полимер низкой плотности с превосходными электрическими и механическими характеристиками. Его используют во внутренних панелях автомобилей в силу возможности вторичной переработки. В [17] изучали обработку поверхности образцов полипропилена для улучшения прочности сцепления полипропилена с алюминиевыми пластинами. Авторам настоящей работы не известны исследования по конечно-элементному моделированию сэндвич-пластин из алюминия/полипропилена/алюминия (AL/ПП/AL) при низкоскоростном ударе. Большинство предыдущих исследований сэндвич-пластин с наноармированием выполнены экспериментально или аналитически. В настоящем исследовании наночастицы графена использовали в качестве армирующего материала сердцевины сэндвич-пластин AL/ПП/AL. Материал сердцевины смоделировали с использованием модели материала Джонсона—Кука, параметры для которой получили инновационным методом [18]. В настоящей работе исследовали, подходят ли постоянные материала Джонсона—Кука для моделирования поведения наноармированного полипропилена, зависящее от скорости деформации.

## 1. Эксперимент

Для оценки влияния наночастиц и разных условий нагружения на ударные характеристики сэндвич-конструкций AL/ПП/AL с чисто поли-

пропиленовой и nanoармированной сердцевиной провели испытания на низкоскоростной удар.

**1.1. Исходные материалы.** Полипропилен в виде порошка поставлен компанией Shazand Petrochemical Corporation (Arak), а nanoграфеновые пластинки — компанией API Technology Pioneers. Nanoпластинки максимальным размером 10 и 45 мкм имели максимальное количество чешуек по толщине. Алюминий 1050-H14 поставлен в виде пластин размером 1×2 м и толщиной 1 мм. В настоящем экспериментальном исследовании использовали двухкомпонентный эпоксидный клей Megarox™.

**1.2. Изготовление пластин из чистого и армированного графеном полипропилена.** Основные операции при изготовлении nanoармированного полипропилена: обработка ультразвуком и механическое перемешивание. Частицы графена погрузили в спирт и выполняли основные операции в течение 30 мин. На следующем этапе добавили частицы полипропилена и снова выполняли основные операции в течение 30 мин. Полученную смесь вылили в квадратную форму необходимого размера и поместили в печь при температуре 250 °С для расплавления частиц ПП. Изготовили пластины nanoкомпозита ПП/Г с разным содержанием графена по массе. На рис. 1 показаны пластины из чистого полипропилена и армированного 0,5% по массе графена. Малое массовое содержание графена использовали для снижения его агломерации. В [18] показано, что наилучшее повышение ударной прочности реализовали при введении 0,5% по массе графена. Большее количество графена не улучшало ударный отклик nanoармированного полипропилена.

**1.3. Поверхностная обработка слоев алюминия и полипропиленовых пластин.** При изготовлении сэндвич-конструкций использовали клеяые соединения. Для достижения прочного соединения лицевых слоев алюминия и полипропиленовой сердцевины провели их поверхностную обработ-

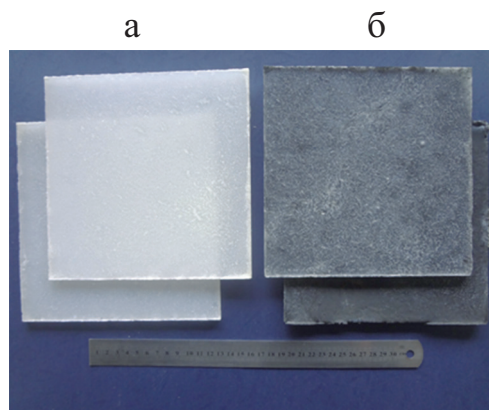


Рис. 1. Пластины из чистого (а) и армированного 0,5% по массе графеном (б) полипропилена.



Рис. 2. Изготовление сэндвич-конструкций AL/ПП/AL: нанесение клея на внутренние поверхности слоев (а) и каркас с преформой в печи (б).

ку. На поверхности ПП и ПП/Г нанесли царапины для проникновения клея в полипропилен. Химическое соединение Aston использовали для очистки алюминиевых поверхностей. Для удаления примесей с алюминиевых поверхностей использовали метод травления смесью дихромата натрия и серной кислоты [19]. Сразу после поверхностной обработки алюминиевых слоев их склеили с сердцевиной во избежание загрязнения.

**1.4. Изготовление сэндвич-конструкций AL/ПП/AL.** В качестве прокладок между слоями алюминия и полипропилена использовали тонкую проволоку диаметром 0,4 мм, равным толщине клеевого слоя в опытных образцах. Для фиксации скользящего движения слоев алюминия и полипропилена в ходе отверждения клея изготовили деревянный каркас. Для предотвращения прилипания сэндвич-конструкции к каркасу в ходе отверждения клея его обработали силиконовым гелем. Алюминий и полипропиленовую сердцевину склеивали адгезивом Мегарох™/отвердитель 10:8. Форму с помещенной в неё преформой сэндвич-конструкции помещали в печь при температуре 120 °С на 2 ч для быстрого отверждения клея.

Табл. 1

Схема испытаний сэндвич-конструкций AL/ПП/AL на низкоскоростной удар

Испытание	Сердцевина	Высота, см	Масса, кг	Энергия, Дж	Скорость, м/с	Импульс, кг·м/с
1	ПП	25	2,7	6,6	2,2	5,94
2	ПП/Г	25	2,7	6,6	2,2	5,94
3	ПП	57,4	2,7	15,2	3,35	9,04
4	ПП/Г	57,4	2,7	15,2	3,35	9,04
5	ПП	25	6,2	15,2	2,2	13,64
6	ПП/Г	25	6,2	15,2	2,2	13,64

Разные этапы изготовления сэндвич-конструкции AL/ПП/AL показаны на рис. 2.

**1.5. Испытания на низкоскоростной удар** для изучения поведения сэндвич-конструкций AL/ПП/AL с чисто полипропиленовой и nanoармированной сердцевиной провели на установке с падающим грузом. В качестве мишени для удара рассматривали квадрат со стороной 15 см в

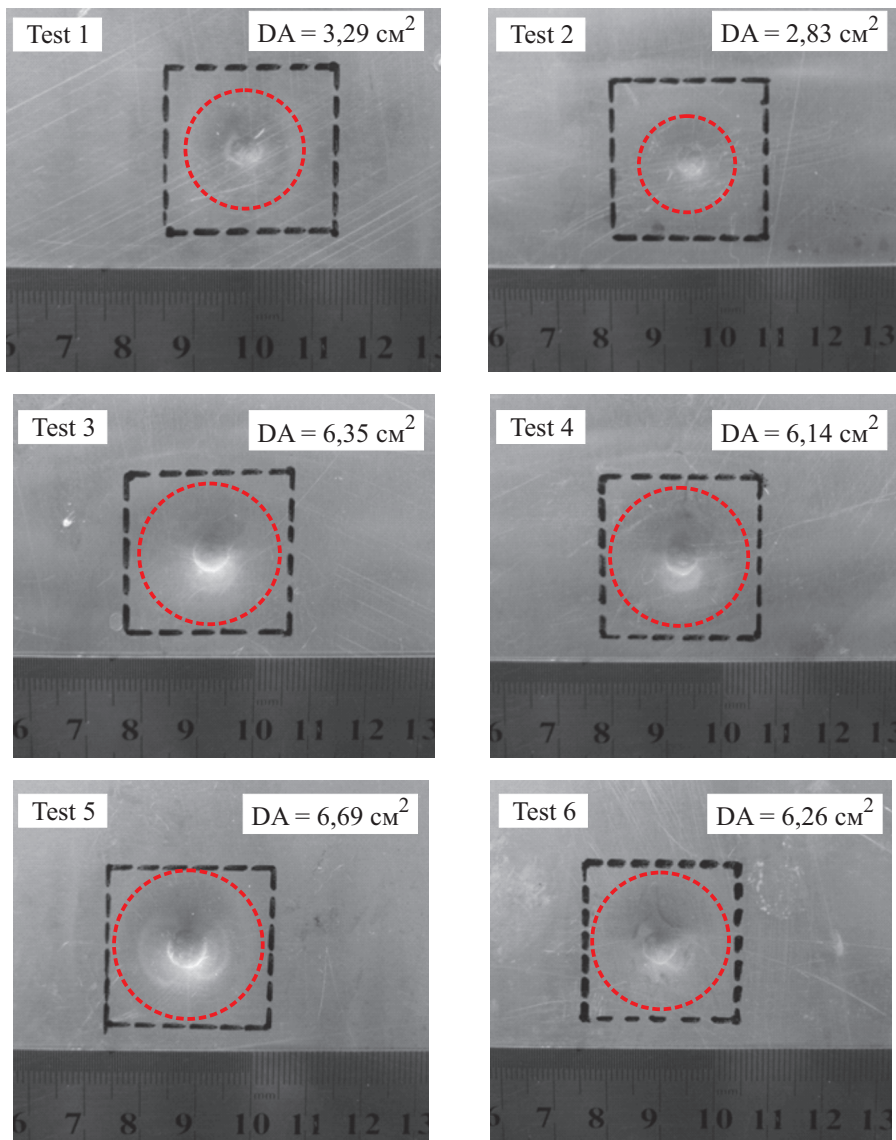


Рис. 3. Площадь повреждения  $DA$  лицевой поверхности сэндвич-пластин с сердцевиной из чистого (испытания 1, 3, 5) и nanoармированного (испытания 2, 4, 6) полипропилена.

центре наружной поверхности сэндвич-конструкций, края которых закрепляли в захватах.

Схема испытаний на низкоскоростной удар представлена в табл. 1. Использовали полусферические жесткие ударники радиусом 8,1 мм с разной массой и энергией удара (см. табл. 1). Испытания (1, 2), (3, 4) и (5, 6) выполнили при одинаковых характеристиках ударника, но разной сердцевине (чисто полипропиленовой или наноармированной).

**1.6. Результаты ударных испытаний.** Диаграммы ускорение—время строили с помощью акселерометра, расположенного сразу за ударником. Контактную силу вычисляли как произведение ускорения ударника на его массу. Длительность контакта рассматривали как полное время диаграммы ускорение—время. Для измерения площади повреждения на передней поверхности и максимального постоянного поперечного перемещения наружной и задней поверхностей сэндвич-конструкции использовали программное обеспечение ImageJ для обработки изображений [20]. Глубину вмятины в области мишени принимали за максимальное остаточное поперечное перемещение наружной поверхности. Площадь повреждения  $DA$  рассматривали как круглую деформированную область точно в центре наружной поверхности. Радиус зоны повреждения принимали равным постоянному пластическому радиусу  $PR$ , связанному с площадью повреждения соотношением  $DA = \pi (PR)^2$ . Определить пластический радиус было трудно, поскольку область повреждения расширялась в центре, а радиус области вмятины в программе определяли визуально. Поэтому сначала визуально определяли радиус вмятины, а пластический радиус для всех испытаний принимали в четыре раза большим радиуса вмятины. Остаточную скорость ударника рассчитывали, вычитая площадь под кривой ускорения из начальной скорости ударника. Затем остаточную кине-

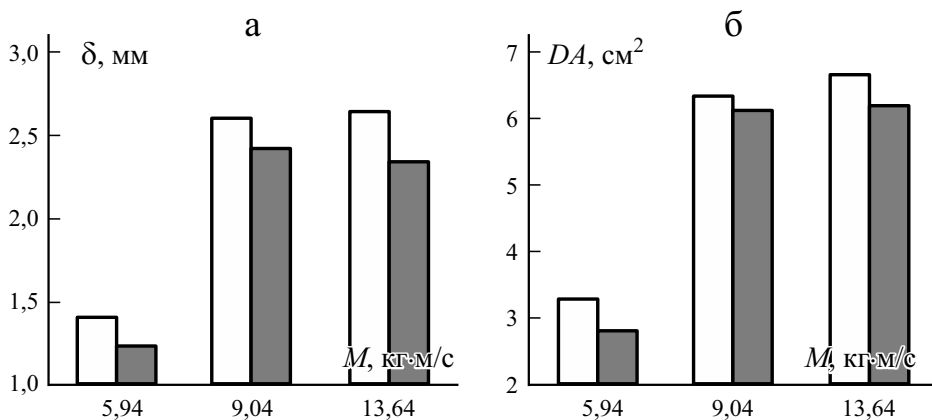


Рис. 4. Глубина вмятины  $\delta$  и площадь повреждения  $DA$  сэндвич-пластин с сердцевиной из чистого (□) и наноармированного (■) полипропилена при разном импульсе удара  $M$  (см. табл. 1).

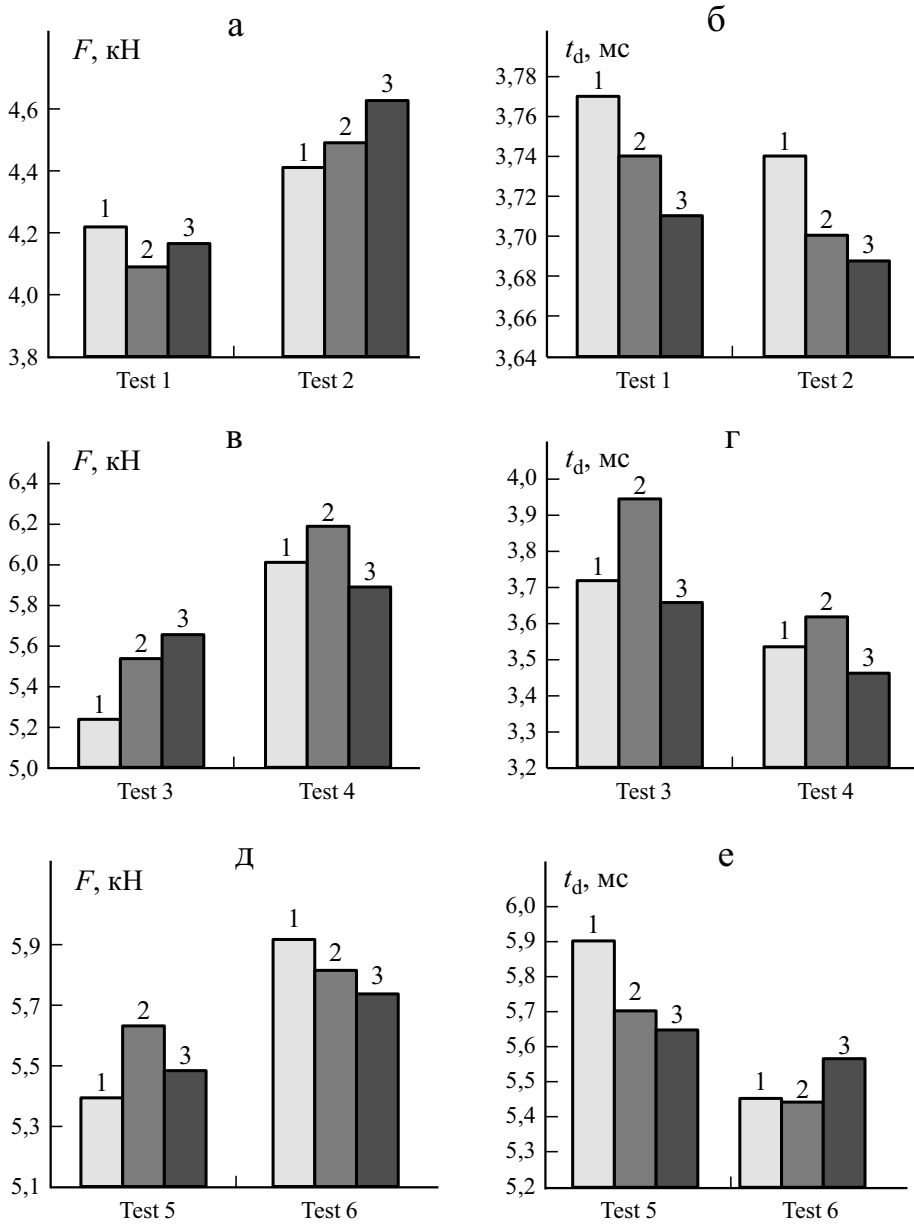


Рис. 5. Разброс экспериментальных результатов контактной силы  $F$  (а, в, д) и продолжительности контакта  $t_d$  (б, г, е) в испытаниях 1 и 2 (а, б), 3 и 4, (в, г), 5 и 6 (д, е).

тическую энергию ударника вычисляли с помощью его остаточной скорости.

Фотографии рис. 3 иллюстрируют область повреждения на лицевой поверхности сэндвич-конструкций (показана штриховыми окружностями) с чисто полипропиленовой и наноармированной сердцевиной при разной массе и скорости ударника. Согласно данным рис. 3 площадь поврежде-

ния сэндвич-конструкций с наноармированной сердцевиной меньше, но возрастает с увеличением энергии удара.

Глубина вмятины и площадь повреждения сэндвич-конструкций с сердцевиной из чистого ПП больше, чем с армированной 0,5% по массе графена (рис. 4).

Каждое испытание выполняли на трех образцах (1—3). Среднее значение трех измерений принимали за конечный экспериментальный результат. Разброс экспериментальных данных для контактной силы и продолжительности контакта представлен на рис. 5. Ту же процедуру использовали для других ударных характеристик. Из сравнения результатов повторных испытаний сэндвич-пластин с чисто полипропиленовой и наноармированной сердцевиной (см. рис. 5) видно, что ни одна из ударных характеристик образцов с наноармированной сердцевиной не находится в диапазоне таковых образцов с чисто полипропиленовой сердцевиной. Например, максимальное значение контактного усилия 4,22 кН при чисто полипропиленовой сердцевине наблюдали в испытании 1 образца 1, тогда как в случае наноармированной сердцевины минимальное значение контактного усилия 4,41 кН зарегистрировали в испытании 2 образца 1. Таким образом, даже в худшем случае контактное усилие образцов с наноармированной сердцевиной больше, чем с чисто полипропиленовой. Такой результат наблюдали во всех ударных испытаниях, за исключением некоторых редких случаев. Например, продолжительность контакта в испытании 2 (образец 1) больше, чем в испытании 1 (образец 3) (см. рис. 5—б). Однако средняя продолжительность контакта в испытании 1 больше, чем в испытании 2.

## 2. Конечно-элементное моделирование

Для моделирования ударного поведения сэндвич-композитов выполнили анализ методом конечных элементов (МКЭ). Исследовали влияние скорости деформации и введения наночастиц графена в полипропиленовую сердцевину. Параметры модели Джонсона—Кука для наноармированного полипропилена определили в [18] с помощью микромеханической модели, зависящей от скорости деформации (ММЗСД). В настоящей работе постоянные материала Джонсона—Кука использовали при моделировании низкоскоростного ударного поведения слоев ПП/Г, зависящего от скорости деформации ударного поведения. Хотя применяемую конечно-элементную модель уже использовали в предыдущих исследованиях, в настоящей работе даны некоторые пояснения к ее уравнениям, позволяющие опытному практику или эксперту воспроизвести результаты. Уравнение состояния полимеров Голдберга, модель микромеханики Халпина—Цая, уравнение состояния полимеров, наполненных наночастицами (ММЗСД) и способ определения параметров модели материала Джонсона—Кука для ПП и ПП/Г кратко представлены в последующих разделах. Затем дано пояснение для модели материала клеевого слоя и детали трехмерной конечно-эле-

ментной модели. После этого представлены численные результаты, сопоставленные с экспериментальными. Наконец, влияние разных параметров, включая толщину алюминиевых и полипропиленового слоев, разное массовое содержание наночастиц и разные механические свойства алюминиевых слоев оценили на основе апробированной конечно-элементной модели.

**2.1. Уравнение состояния полимеров.** Модель Голдберга разработана в [21] для предсказания механического поведения чистых полимеров; поле напряжений полимеров можно рассчитать по полям деформаций. Неупругую деформацию определили как

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^I = 2D_0 \exp \left[ -\frac{1}{2} \left( \frac{Z}{\sigma_e} \right)^{2n} \right] \left( \frac{S_{ij}}{2\sqrt{J_2}} + \alpha \delta_{ij} \right), \quad (1)$$

где  $\dot{\varepsilon}_{ij}^I$  — тензор неупругих скоростей деформации, определяемый как функция девиаторного напряжения  $S_{ij}$ ;  $J_2$  — второй инвариант тензора девиаторных напряжений;  $Z$  и  $\alpha$  — переменные состояния;  $D_0$  — максимальная скорость неупругой деформации;  $n$  — чувствительность материала к скорости деформирования. Эффективное напряжение  $\sigma_e$  определено как

$$\sigma_e = \sqrt{3J_2} + \sqrt{3}\alpha\sigma_{kk}, \quad (2)$$

где  $\sigma_{kk}$  — сумма нормальных напряжений, равная трем главным напряжениям. Переменные состояния  $Z$  и  $\alpha$  представлены как

$$\dot{Z} = q(Z_1 - Z)\dot{e}_e^I, \quad (3)$$

$$\dot{\alpha} = q(\alpha_1 - \alpha)\dot{e}_e^I, \quad (4)$$

$$\dot{e}_e^I = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_{ij}^I \dot{\varepsilon}_{ij}^I}, \quad (5)$$

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^I = \dot{\varepsilon}_{ij} - \frac{\dot{\varepsilon}_{kk}^I}{3} \delta_{ij}, \quad (6)$$

где  $q$  характеризует влияние скорости упрочнения;  $Z_1$ ,  $\alpha_1$ ,  $Z_0$ ,  $\alpha_0$  — максимальные и начальные значения  $Z$  и  $\alpha$  соответственно;  $\dot{e}_e^I$  — эффективная девиаторная скорость неупругой деформации. Процедура определения параметров материала, включая  $D_0$ ,  $n$ ,  $Z_1$ ,  $Z_0$ ,  $\alpha_1$ ,  $\alpha_0$ ,  $q$ , описана в [21]. Используя модель Голдберга, в [18] получили кривые деформирования чистого полипропилена.

**2.2. Микромеханическая модель Халпина—Цая.** Механические свойства композитов прогнозировали в разных исследованиях с помощью разных микромеханических методов, в том числе Халпина—Цая, Мори—Танака, Нильсена и др. Модуль упругости нанофазного полимера



предсказали путем комбинирования механических свойств полимера и наночастиц. Уравнения модели Халпина—Цая [22] имеют вид

$$\frac{E}{E_m} = \frac{3}{8} \frac{1 + 2(l/d)\eta\nu_f}{1 - \eta\nu_f} + \frac{5}{8} \frac{1 + 2\eta\nu_f}{1 - \eta\nu_f}, \quad (7)$$

$$\eta = \frac{(E_f / E_m) - (d / 4t)}{(E_f / E_m) + (d / 2t)}, \quad (8)$$

где  $E$ ,  $E_m$ ,  $E_f$  — касательный модуль упругости композита, полимерной матрицы и арматуры соответственно;  $\nu_f$  — объемное содержание арматуры;  $l$  и  $d$  — средняя длина и диаметр армирующих частиц соответственно.

**2.3. Микромеханическая модель, зависящая от скорости деформации (ММЗСД),** представлена в [22] в качестве уравнения состояния наноармированных полимеров для предсказания их деформационного поведения при разных скоростях деформации.

Модель ММЗСД представляет собой комбинацию моделей Голдберга и Халпина—Цая. В [18] построили кривые деформирования чистого полипропилена, используя модель Гольдберга, и нанокompозита ПП/Г при разных скоростях деформации.

**2.4. Описание характеристик модели материала Джонсона—Кука как входных данных для МКЭ.** Кривые деформирования ПП и ПП/Г при разных скоростях деформации послужили предпосылкой для определения параметров Джонсона—Кука. Поведение ПП и ПП/Г в зависимости от скорости деформации смоделировали с помощью модели материала Джонсона—Кука [18]. В уравнении использовали параметры модели Джонсона—Кука

$$\sigma = \left[ A + B\varepsilon_p^n \right] \left[ 1 + C \ln(\dot{\varepsilon}^*) \right], \quad (9)$$

где  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $n$  — постоянные материала:  $A$  — предел текучести при эталонной скорости деформации;  $B$  и  $n$  — коэффициенты деформационного упрочнения;  $C$  — коэффициент чувствительности к скорости деформации. Параметры  $\dot{\varepsilon}^*$ ,  $\sigma$ ,  $\varepsilon_p$  — безразмерная скорость пластической деформации, напряжения течения, эквивалентная пластическая деформация соответственно. Безразмерная скорость пластической деформации  $\dot{\varepsilon}^*$  связана с эталонной скоростью деформации  $\dot{\varepsilon}_0$  посредством уравнения

$$\dot{\varepsilon}^* = \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}, \quad (10)$$

где  $\dot{\varepsilon}_0$  может иметь безразмерное выражение в натуральных логарифмах.

Табл. 2

Параметры материала слоев AL, ПП, ПП/Г [18]

Материал	$\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	$E$ , ГПа	$\nu$	$A$	$B$	$n$	$C$
				МПа			
ПП	900	1,071	0,4	23	33,86	0,544	0,0643
ПП/0,5% по массе Г	900	1,305	0,4	23,065	49,74	0,6309	0,0719
ПП/1% по массе Г	900	1,061	0,4	23,03	46,25	0,5867	0,0668
ПП/2% по массе Г	900	0,92	0,4	23,01	30,83	0,3911	0,0445
AL 1050-H14	2710	71	0,33	102	97	0,18	0,01

Для получения кривых деформирования ПП и ПП/Г использовали четыре скорости деформирования: 0,0000667, 0,00667, 1,67 и 30 с<sup>-1</sup>.

Величину  $A$  рассчитывали по пределу текучести экспериментальных кривых условные напряжение—деформация для ПП и ПП/Г. Постоянные  $B$  и  $n$  определяли из зависимости между логарифмом пластического напряжения и логарифмом пластической деформации. Постоянная  $C$  представляет собой наклон отношений динамического напряжения к статическому при пластической деформации 2% в зависимости от натурального логарифма скорости деформации в данном испытании. Значения постоянных модели Джонсона—Кука для ПП и ПП/Г, а также алюминия 1050—H14 приведены в табл. 2, а для nanoармированного полипропилена определены ранее в [18]. В настоящей работе постоянные материалов по модели Джонсона—Кука использовали для моделирования ударного поведения слоев AL, ПП и ПП/Г.

Согласно [2] параметры материала, в том числе предел текучести и модуль упругости, оказывают сильное влияние на поведение многослойных

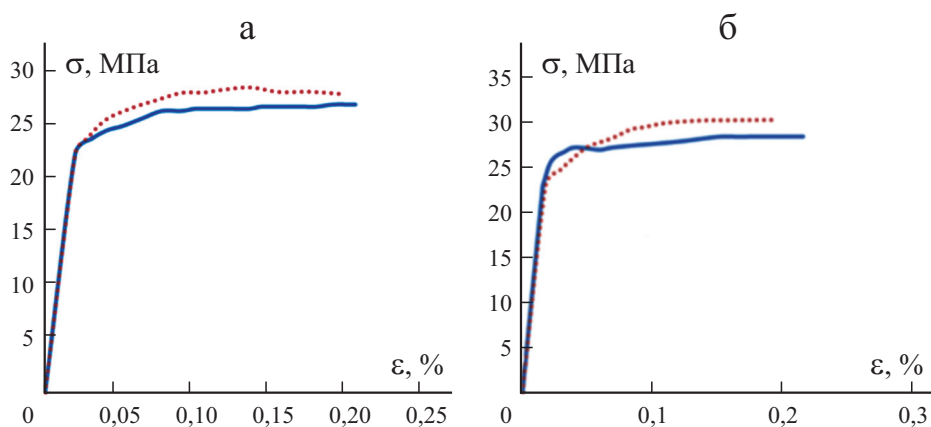


Рис. 6. Сравнение кривых напряжение—деформация  $\sigma$  —  $\epsilon$  при растяжении, полученных в настоящей работе (—) и [18] (···) для ПП (а) и ПП/Г (б).

конструкций при низкоскоростном ударе. В разделе 2.4 экспериментальные кривые деформирования для ПП и ПП/Г сравнили с эталонными результатами [18] для характеристики идентичного статического поведение материалов в обоих исследованиях. Для выявления сходства динамического поведения материалов в обоих исследованиях провели несколько новых экспериментов, но путем сравнения параметров модели Джонсона—Кука.

Экспериментальные испытания на растяжение по стандарту ASTM D638 провели на материалах ПП и ПП/Г и сравнивали с эталонными результатами [18]. Образцы для испытаний изготовили из пластин ПП и ПП/Г.

На рис. 6 представлены кривые напряжение—деформация материалов, использованных в настоящем исследовании и в [18].

**2.5. Модель материала для клеевого слоя Мегарох™.** Для клеевого слоя рассматривали модель упругопластического материала. Испытания на растяжение в соответствии со стандартом ASTM D638 провели на образцах клея Мегарох™. Техническая (номинальная) кривая напряжение—деформация показана на рис. 7 и подтверждена результатами [23].

Кривую истинные напряжение—деформация клеевого материала вычислили в некоторых выбранных точках с использованием уравнений

$$\sigma_{\text{True}} = \sigma_{\text{eng}} (1 + \varepsilon_{\text{eng}}), \quad (11)$$

$$\varepsilon_{\text{True}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{eng}}), \quad (12)$$

где  $\sigma_{\text{True}}$ ,  $\varepsilon_{\text{True}}$ ,  $\sigma_{\text{eng}}$ ,  $\varepsilon_{\text{eng}}$  — истинные напряжение и деформация, условные напряжение и деформация соответственно [18]. Значения напряжения и деформации для эпоксидного клея представлены в табл. 3. Характеристики эластичного материала клея: плотность 1100 кг/м<sup>3</sup>, модуль упругости 0,36 ГПа, коэффициент Пуассона 0,4. Упругопластическое

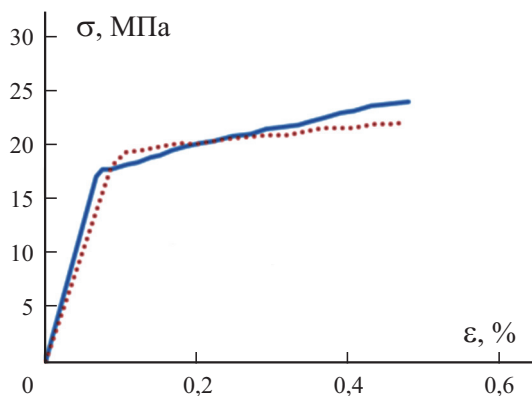


Рис. 7. Кривые условные напряжение—деформация  $\sigma - \varepsilon$  адгезива Мегарох, полученные в настоящей работе (—) и [23] (···).

Табл. 3

Напряжения и деформации эпоксидного адгезива Мегарох

Номинальное напряжение, МПа	Номинальная деформация	Истинное напряжение, МПа	Истинная деформация	Пластическая деформация
18	0,05	18,9	0,0488	0
20	0,1	22,0	0,0953	0,0465
21	0,2	25,2	0,1823	0,01335
22	0,3	28,6	0,2624	0,02136
24	0,4	33,6	0,3365	0,2877

поведение клеевого слоя определили с помощью полилинейной модели пластичности по данным, приведенным в табл. 3.

**2.6. Конечно-элементная модель четверти конструкции и условия нагружения.** Размеры, используемые в данном разделе, выбрали по результатам экспериментальных испытаний. Для моделирования низкоскоростного удара выбрали сэндвич-пластину 18×18×0,68 см. Для четверти этой пластины создали трехмерную конечно-элементную модель (рис. 8), по которой ударял жесткий ударник (масса и скорость указаны в табл. 1). Толщина клеевого слоя 0,4 мм, слоя ПП 4 мм, слоя AL 1 мм. Сцепление поверхностей слоев клея, ПП и AL считали идеальным и описывали, используя опции, имеющиеся в программном обеспечении. В модели пренебрегли распространением трещины и отрывом клеевого слоя. Трение между ударником и лицевым слоем пластины-мишени задали в параметрах свойств контакта: коэффициент трения 0,3 в тангенциальном направлении и вариант жесткого контакта — в нормальном направлении.

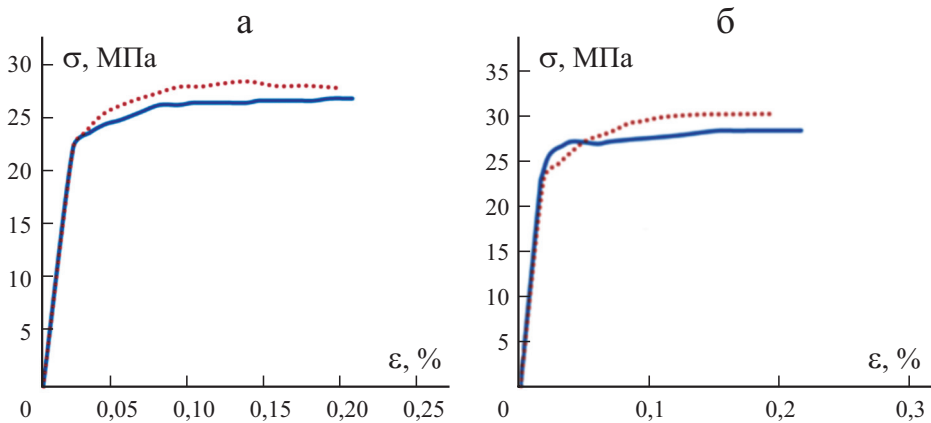


Рис. 8. Конечно-элементная модель ударника и сэндвич-пластины: вид спереди (а), в изометрии (б) и плотность конечно-элементной сетки по толщине (в).

Конечно-элементные модели для сандвич-мишени разработали в программном обеспечении ABAQUS Explicit, используя линейные шестигранные конечные элементы C3D8R. Как видно из данных рис. 8, более плотную конечно-элементную сетку использовали в центральной области сандвич-пластин для повышения точности результатов и лучшего описания нелинейного поведения контакта. Кроме того, изучили сходимость конечно-элементного решения с учетом влияния плотности сетки на силу и продолжительность контакта с целью выбора достаточного количества конечных элементов. Каждый слой AL, клея и ПП разделили по толщине на 2, 6 и 8 секций соответственно. Таким образом, каждый миллиметр по толщине слоев AL и ПП разделили на два элемента. По результатам изучения сходимости выбрали конечно-элементную сетку из 34 560 элементов.

**2.7. Подтверждение достоверности.** Результаты расчета МКЭ сравнивали с экспериментальными, описанными в разделе 1.6. Испытания (1 и 2), (3 и 4), (5 и 6) рассматривали, как парные с одинаковыми характеристиками ударника, но с разным материалом сердцевины (чисто полипропиленовой или наноармированной). Численные и экспериментальные значения ударных характеристик, приведенные в табл. 4, демонстрируют их согласование в допустимых пределах. Как видно из данных табл. 4, сандвич-пластины с наноармированной сердцевиной продемонстрировали большую остаточную кинетическую энергию ударника, чем с чисто полипропиленовой, а постоянный пластический радиус у них был меньше. Большую поглощенную энергию (меньшую остаточную кинетическую энергию ударника) можно интерпретировать как большее количество повреждений (большой пластический радиус), произошедших в конструкции.

Из экспериментальных результатов парных испытаний (1, 2) (см. табл. 4) можно сделать вывод о том, что введение наночастиц в сердцевину сандвич-конструкций без изменения характеристик ударника увеличило контактное усилие и остаточную кинетическую энергию ударника на 8,41 и 2,85% соответственно и уменьшило длительность контакта на 0,8%, максимальные остаточные поперечные перемещения наружной и задней поверхностей сандвич-конструкций — на 12,06 и 6,02% соответственно, постоянный пластический радиус — на 7,23%. Сравнение экспериментальных результатов парных испытаний (3, 4) (см. табл. 4) показало увеличение контактной силы и остаточной кинетической энергии ударника — на 10,22 и 0,6% соответственно и уменьшение продолжительности контакта — на 6,35%, максимальных остаточных поперечных перемещений наружной и задней поверхностей — на 7,25, 17,07% соответственно, постоянного пластического радиуса — на 1,69%. Увеличение контактной силы и остаточной кинетической энергии ударника в парных испытаниях (5, 6) (см. табл. 4) — на 5,82 и 2,19% соответственно, уменьшение продолжительности контакта — на 4,52%, максимальных остаточных

Табл. 4

Различие (%) экспериментальных (ЭР) и численных (ЧР) результатов

Ударная характеристика		Номер испытания (ударный импульс, кг·м/с)					
		1 (5,94)	2 (5,94)	3 (9,04)	4 (9,04)	5 (13,64)	6 (13,64)
Максимум поперечного перемещения наружной поверхности, мм	ЭР	1,41	1,24	2,62	2,43	2,64	2,34
	ЧР (%)	1,475 (4,61)	1,362 (9,84)	2,753 (5,08)	2,615 (7,61)	2,741 (3,82)	2,602 (11,19)
Максимум поперечного перемещения задней поверхности, мм	ЭР	0,83	0,78	2,05	1,7	2,14	1,92
	ЧР (%)	0,7777 (-6,30)	0,7212 (-7,54)	1,863 (-9,12)	1,758 (3,41)	1,875 (-12,38)	1,779 (-7,34)
Постоянный пластический радиус, мм	ЭР	10,23	9,49	14,22	13,98	14,60	14,12
	ЧР (%)	10,491 (2,55)	10,235 (7,85)	15,464 (8,75)	15,152 (8,38)	15,205 (4,14)	15,120 (7,08)
Остаточная кинетическая энергия ударника, Дж	ЭР	2,81	2,89	5,16	5,19	5,03	5,14
	ЧР (%)	2,757 (-1,89)	2,803 (-3,01)	4,868 (-5,66)	4,899 (-5,61)	4,836 (-3,86)	4,890 (-4,86)
Максимум контактной силы, кН	ЭР	4,16	4,51	5,48	6,04	5,50	5,82
	ЧР (%)	4,339 (4,30)	4,709 (4,41)	5,836 (6,50)	6,138 (1,62)	5,832 (6,04)	6,017 (3,38)
Время контакта, мс	ЭР	3,74	3,71	3,78	3,54	5,75	5,49
	ЧР (%)	3,509 (-6,18)	3,413 (-8,00)	3,533 (-6,53)	3,443 (-2,74)	5,352 (-6,92)	5,193 (-5,41)

поперечных перемещений наружной и задней поверхностей — на 11,36 и 10,28%, постоянного пластического радиуса — на 3,29%.

На рис. 9 показаны зависимости контактной силы от времени для сэндвич-конструкций с чисто полипропиленовой и наноармированной сердцевиной. Как экспериментальные, так и численные зависимости сила—время имели повышенный уровень шума, что характерно для динамических испытаний с откликом в виде колебаний относительно средней кривой. Для получения сглаженных кривых сила—время применили схему усреднения. Линию тренда для численных кривых подгоняли под экспериментальные с помощью фильтра ButterworthFilter, имеющегося в программном обеспечении ABAQUS. Испытания 1, 3 и 5 соответствуют сэндвич-конструкциям с сердцевиной из чистого полипропилена, а испытания 2, 4 и 6 — с наноармированной сердцевиной. Испытания (1, 2), (3, 4) и (5, 6) рассматривали как парные эксперименты с одинаковыми характеристиками ударника, но с разной сердцевиной (чисто полипропиленовой или наноармированной). Как численные, так и экспериментальные диаграммы демонстрируют, что добавление наночастиц графена в сердцевину ПП увеличивало усилие контакта, но уменьшало его длительность. Сравнение результатов испытаний (1, 2) и (3, 4) показало, что увеличение скорости ударника увеличило силу контакта, а его продолжи-

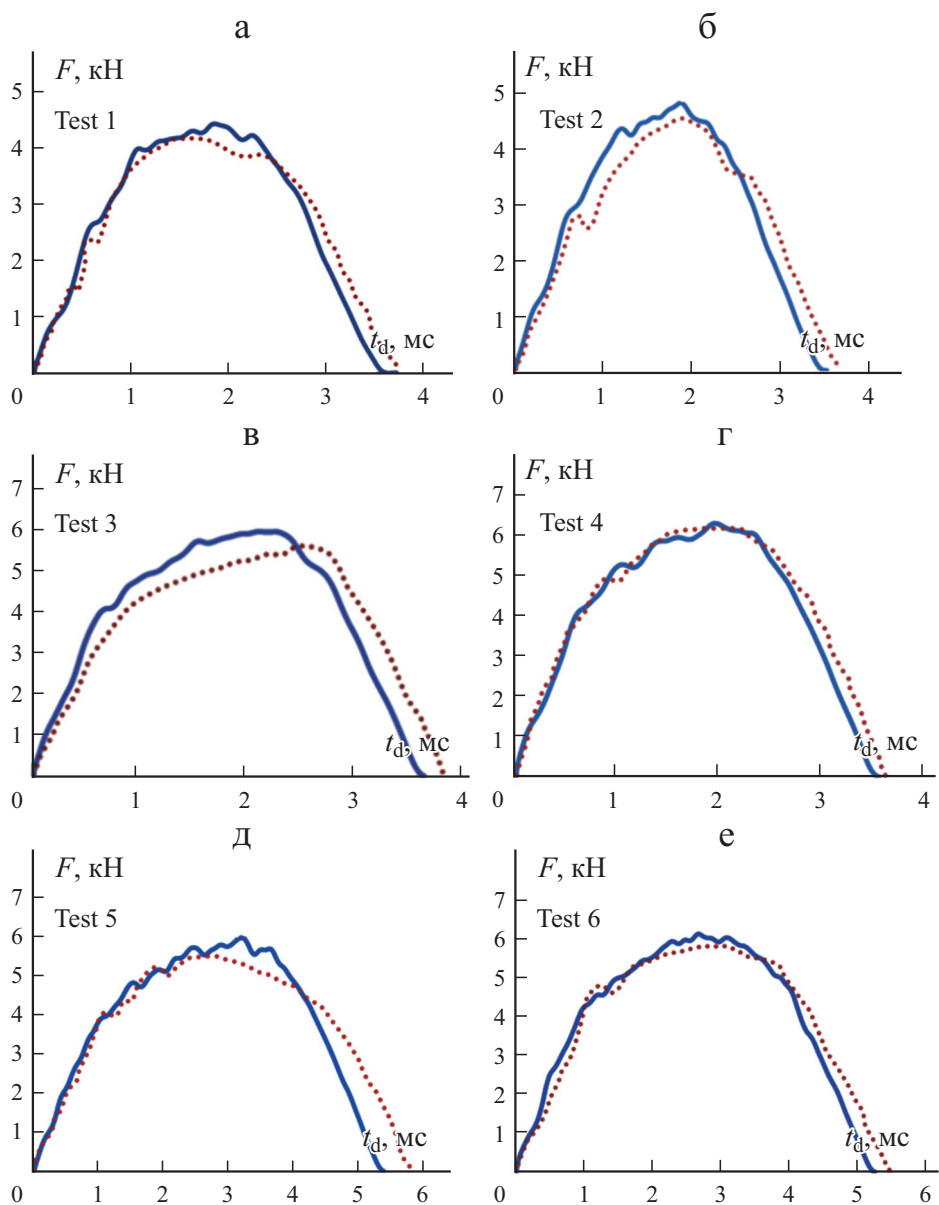


Рис. 9. Сравнение численных (—) и экспериментальных (···) зависимостей контактной силы  $F$  от продолжительности контакта  $t_d$  в испытаниях 1—6 с разными условиями удара (см. табл. 1).

тельность практически не изменяло. Сравнение результатов испытаний (1, 2) и (5, 6) показало, что с увеличением массы ударника возросла сила и продолжительность контакта.

Диаграммы численных значений максимальных остаточных поперечных перемещений наружной и задней поверхностей приведены на рис. 10. Сравнение результатов, полученных для парных испытаний (1, 2), с испы-

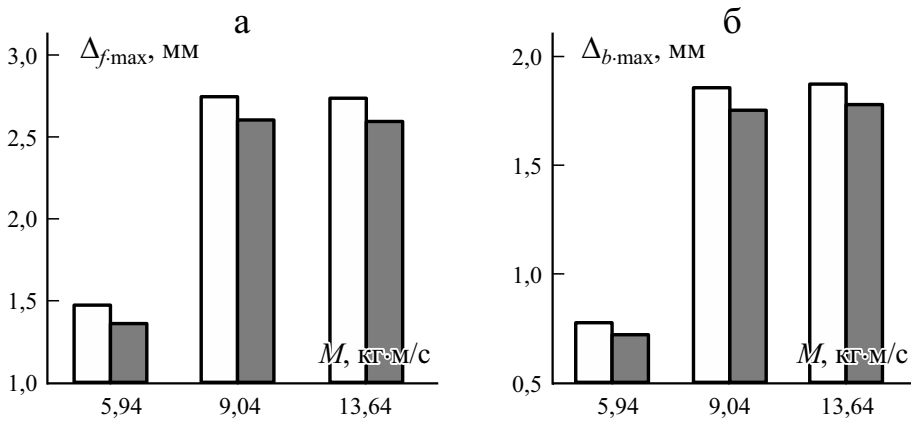


Рис. 10. Диаграммы постоянного поперечного перемещения наружной (а) и задней (б) поверхностей сэндвич-пластин с сердцевиной из чистого (□) и наноармированного (■) полипропилена при разном ударном импульсе  $M$ .

таниями (3, 4) и (5, 6) показало, что поперечное перемещение возрастало с увеличением скорости или массы ударника. Значения максимальных поперечных перемещений в испытании 2 меньше, чем в испытании 1. Это означает, что поперечное перемещение уменьшилось за счет введения частиц графена в сердцевину сэндвич-конструкции.

Введение графена в ПП изменяло его механические свойства, в том числе предел текучести и модуль упругости. Поэтому мощность удара варьировали путем изменения свойств материала, в том числе предела текучести и модуля упругости. Увеличение предела текучести или модуля упругости полипропиленовой сердцевины уменьшало поперечное перемещение сэндвич-конструкции, продолжительность контакта и пластический радиус, что увеличивало остаточную кинетическую энергию ударника. Зависимость контактной силы от поперечного перемещения обратная. Чем меньше деформация в поперечном направлении, тем меньше площадь контакта с ударником и тем больше контактное усилие.

**2.8. Влияние разных механических и геометрических свойств на ударное поведение сэндвич-конструкций.** После проверки достоверности конечно-элементной модели изучили влияние разных параметров, включая толщину слоев АЛ и ПП, разное массовое содержание наночастиц графена и разные механические свойства слоев АЛ.

Рассмотрены три типа мишени-конструкции с разной толщиной слоев АЛ и ПП. В мишени-конструкции типа 1 толщина обоих лицевых слоев АЛ и слоя сердечника из ПП равна 1 мм; в мишени типа 2 толщина сердечника 2 мм, а слоев АЛ — 1 мм; в мишени типа 3 толщина слоев АЛ равна 2 мм, а сердцевины — 1 мм. Масса и скорость жесткого ударника равны таковым в испытаниях 5 и 6 (см. табл. 1).



Табл. 5

Влияние параметров материала слоев AL на максимальное постоянное поперечное перемещение передней (ППП) и задней (ПЗП) поверхностей, пластического радиуса (ПР), остаточной кинетической энергии ударника (ОКЭ), контактной силы (КС) и продолжительности контакта (ПК) сэндвич-конструкций типа 1

Свойства AL	ППП	ПЗП	ПР	ОКЭ, Дж	КС, кН	ПК, мс
	мм					
$(E, \sigma_y, \rho)$	4,528	3,936	13,81	3,622	4,19	7,313
$(1,3E, \sigma_y, \rho)$	4,218	3,622	12,62	4,157	4,25	6,955
$(1,6E, \sigma_y, \rho)$	4,102	3,503	8,86	4,439	4,33	6,795
$(1,9E, \sigma_y, \rho)$	3,968	3,337	6,74	4,720	4,54	6,595
$(E, 1,3\sigma_y, \rho)$	3,909	3,327	11,11	4,664	4,60	7,073
$(E, 1,6\sigma_y, \rho)$	3,448	2,893	7,38	5,447	4,90	6,954
$(E, 1,9\sigma_y, \rho)$	3,079	2,593	4,41	6,073	5,14	6,834
$(E, \sigma_y, 1,3\rho)$	4,529	3,881	13,83	3,614	4,19	7,253
$(E, \sigma_y, 1,6\rho)$	4,548	3,924	13,85	3,593	4,19	7,253
$(E, \sigma_y, 1,9\rho)$	4,528	3,849	13,84	3,583	4,17	7,311

Для изучения влияния характеристик материала, включая модуль упругости, предел текучести и плотность на ударный отклик мишеней-кон-

Табл. 6

Влияние массового содержания наночастиц и толщины слоев AL и ПП на ППП, ПЗП, ОКЭ, КС и ПК (см. табл. 5) сэндвич-конструкций с сердцевиной из чистого и nanoармированного полипропилена

Мишень	ППП	ПЗП	ПР	ОКЭ, Дж	КС, кН	ПК, мс
	мм					
Тип 1 — ПП	4,528	3,936	13,81	3,622	4,19	7,313
Тип 1 — ПП/0,5% Г	4,511	3,901	13,25	3,654	4,29	7,270
Тип 1 — ПП/1% Г	4,529	3,934	13,65	3,632	4,19	7,302
Тип 1 — ПП/2% Г	4,549	3,945	13,75	3,645	4,15	7,314
Тип 2 — ПП	3,653	2,959	12,31	4,254	4,73	6,595
Тип 2 — ПП/0,5% Г	3,574	2,893	11,42	4,286	4,79	6,465
Тип 2 — ПП/1% Г	3,622	2,926	12,15	4,248	4,69	6,534
Тип 2 — ПП/2% Г	3,632	2,944	12,25	4,221	4,65	6,604
Тип 3 — ПП	2,445	1,643	16,30	4,830	7,15	4,916
Тип 3 — ПП/0,5% Г	2,434	1,625	16,01	4,893	7,22	4,856
Тип 3 — ПП/1% Г	2,442	1,635	16,15	4,836	7,14	4,916
Тип 3 — ПП/2% Г	2,445	1,639	16,25	4,831	7,09	4,917

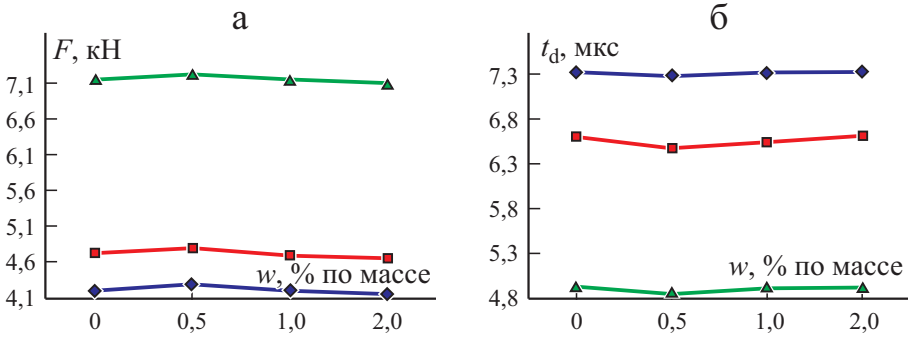


Рис. 11. Влияние массового содержания  $w$  графена на контактную силу  $F$  (а) и продолжительность контакта  $t_d$  (б) сэндвич-пластин типа 1 ( $\diamond$ ), 2 ( $\blacksquare$ ), 3 ( $\blacktriangle$ ).

струкций провели численное исследование. Характеристики материала изменяли одновременно. На каждом этапе изменяли одну характеристику с целью определения степени её влияния. Результаты влияния характеристик материала для мишени-конструкции типа 1 представлены в табл. 5. Видно, что увеличение модуля упругости и предела текучести уменьшало поперечные перемещения наружной и задней поверхностей, сделав поведение сэндвич-мишени более жестким и уменьшив остаточную кинетическую энергию. Влияние плотности на отклик при ударе было незначительным.

Влияние толщины слоев AL и ПП и разного массового содержания наночастиц иллюстрируют результаты, приведенные в табл. 6. Видно, что увеличение толщины слоев AL или ПП увеличивает силу контакта, но уменьшает его продолжительность и поперечное перемещение. Влияние разного массового содержания наночастиц иллюстрируют данные табл. 6 и рис. 11. Анализ результатов свидетельствует о том, что оптимальным является введение в сердцевину ПП 0,5% по массе графеновых пластинок, обеспечивающее экстремальные значения (минимальные или максимальные) всех ударных характеристик сэндвич-мишени. Введение большего количества нанопластинок (1 или 2% по массе) не улучшило ударные характеристики (см. данные табл. 6. и рис. 11).

### Заключение

Для экспериментальных испытаний изготовили сэндвич-конструкции с алюминиевыми лицевыми слоями и сердцевиной из чистого полипропилена и армированного 0,5% по массе пластинками графена. Исследовали влияние материала сердцевины, массы и скорости ударника на отклик сэндвич-пластин при низкоскоростном ударе. При одинаковой величине импульса ударника добавление наночастиц в сердцевину ПП продемонстрировало увеличение контактной силы и остаточной кинетической

энергии ударника, но уменьшило другие характеристики, в том числе продолжительность контакта, глубину вмятины, максимальное остаточное поперечное перемещение задней поверхности, площадь повреждения. Увеличение массы ударника увеличило все ударные характеристики, также как и увеличение скорости ударника, которая не оказывала существенного влияния только на продолжительность контакта.

Для дальнейшего исследования ударного отклика сэндвич-конструкций разработали и реализовали в программном обеспечении ABAQUS трехмерную конечно-элементную модель четверти сэндвич-конструкции. Для моделирования низкоскоростного ударного поведения слоев ПП/Г использовали модель материала Джонсона—Кука и микромеханическую модель, зависящую от скорости деформации. Установили, что результаты МКЭ очень хорошо согласуются с экспериментальными. Принимая во внимание результаты настоящего исследования, можно констатировать, что предложенная модель с параметрами Джонсона—Кука достаточно надежна для моделирования низкоскоростного ударного поведения нанокompозитов полипропилен/графен.

После проверки достоверности конечно-элементной модели оценили влияние разных параметров, включая толщину слоев AL и ПП, массовое содержание наночастиц и механических свойств слоев AL. Разных значений предела текучести и модуля упругости материала сердцевины достигли за счет введения в него разного количества графена: 0,5, 1 и 2% по массе. Предел текучести и модуль упругости слоев AL и ПП значительно повлияли на ударные характеристики сэндвич-конструкции, включая контактную силу, продолжительность контакта, остаточную кинетическую энергию ударника, пластический радиус и поперечные перемещения. Все ударные характеристики сэндвич-конструкции достигали экстремальных (минимальных или максимальных) значений, включая минимальную площадь повреждения, при оптимальном содержании нанопластинок графена 0,5% по массе. Добавление большего количества графена не улучшило их отклик при ударе. Минимальное количество площади повреждения и поперечного перемещения имело место в сэндвич-конструкциях с сердцевиной ПП/0,5% Г.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Altan M., Bayraktar M., and Yavuz B. Manufacturing polymer/metal macro-composite structure for vibration damping // Int. J. Adv. Manuf. Tech. — 2016. — Vol. 86. — P. 2119—2126.
2. Khoramishad H. and Bagheri Tofighi M. Effects of mechanical and geometrical properties of adhesive and metal layers on low-velocity impact behavior of metal laminate structures // J. Adhes. Sci. Technol. — 2015. — Vol. 29. — P. 592—608.
3. Khoramishad H., Bagheri Tofighi M., and Khodaei M. Effect of stacking sequence on low-velocity impact behavior of metal laminates // Phys. Mesomech. — 2018. — Vol. 21. — P. 140—149.

4. *Riccio A., Raimondo A., Sellitto A., Acanfora V., and Zarrelli M.* Multifunctional polypropylene core for aerospace sandwich composite panels // *Procedia Eng.* — 2016. — Vol. 167. — P. 64—70.
5. *Bulut M.* Low-velocity impact tests on basalt fiber/polypropylene core honeycomb sandwich composites // *Mech. Compos. Mater.* — 2020. — Vol. 56. — P. 121—130.
6. *Hosur M. V., Mohammed A. A., and Jeelani S.* Impact response of nanophased polyurethane foam core sandwich composites // *Proc. 16th Int. Conf. Compos. Mater. (ICCM—16)*, Kyoto, 8—13 July, 1—7, 2007.
7. *Hosur M. V., Mohammed A. A., Zainuddin S., and Jeelani S.* Processing of nanoclay filled sandwich composites and their response to low-velocity impact loading // *Compos. Struct.* — 2008. — Vol. 82. — P. 101—116.
8. *Hosur M. V., Mohammed A. A., Zainuddin S., and Jeelani S.* Impact performance of nanophased foam core sandwich composites // *Mater. Sci. Eng.* — 2008. — Vol. 498. — P. 100—109.
9. *Bhuiyan M. A., Hosur M. V., and Jeelani S.* Low-velocity impact response of sandwich composites with nanophased foam core and biaxial ( $\pm 45^\circ$ ) braided face sheets // *Composites: Part B.* — 2009. — Vol. 40. — P. 561—571.
10. *Avila A. F., Carvalho M. G. R., Dias E. C., and Cruz D. T. L.* Nano-structured sandwich composites response to low-velocity impact // *Compos. Struct.* — 2010. — Vol. 92. — P. 745—751.
11. *Reis P. N. B., Santos P., Ferreira J. A. M., and Richardson M. O. W.* Impact response of sandwich composites with nano-enhanced epoxy resin // *J. Reinf. Plast. Compos.* — 2013. — Vol. 32. — P. 898—906.
12. *Taraghi I. and Fereidoon A.* Non-destructive evaluation of damage modes in nanocomposite foam-core sandwich panel subjected to low-velocity impact // *Composites: Part B.* — 2016. — Vol. 103. — P. 51—59.
13. *Ramakrishnan K. R., Guerard S., Zhang Z., Shankar K., and Viot P.* Numerical modeling of foam-core sandwich panels with nano-reinforced composite facesheets // *J. Sandw. Struct. Mater.* — 2019. — Vol. 1. — P. 1—26.
14. *Feli S. and Jalilian M. M.* Three dimensional solution of low velocity impact on sandwich panels with hybrid nanocomposite face sheets // *Mech. Adv. Mater. Struct.* — 2018. — Vol. 25. — P. 579—591.
15. *Salami S. Jedari.* Low velocity impact response of sandwich beams with soft cores and carbon nanotube reinforced face sheets based on extended high order sandwich panel theory // *Aerosp. Sci. Technol.* — 2017. — Vol. 66. — P. 165—176.
16. *Vakili-Tahami F., Adibeig M. R., and Hassanifard S.* Optimizing creep lifetime of friction stir welded PMMA pipes subjected to combined loadings using rheological model // *Polym. Test.* — 2019. — Vol. 79. — P. 106049.
17. *Ku J. H., Jung I. H., Rhee K. Y., and Park S. J.* Atmospheric pressure plasma treatment of polypropylene to improve the bonding strength of polypropylene/aluminum composites // *Composites: Part B.* — 2013. — Vol. 45. — P. 1282—1287.
18. *Shokrieh M. M. and Joneidi V. Ahmadi* Characterization and simulation of impact behavior of graphene/polypropylene nanocomposites using a novel strain rate-dependent micromechanics model // *J. Compos. Mater.* — 2014. — Vol. 49. — P. 2317—2328.
19. *Pocius A. V.* The electrochemistry of the FPL (Forest Products Laboratory) process and its relationship to the durability of structural adhesive bonds // *J. Adhes.* — 1992. — Vol. 39. — P. 101—121.
20. URL: <https://imagej.nih.gov/ij/index.html> (reference date: 06.12.2021)

21. *Goldberg R. K., Roberts G. D., and Gilat A.* Implementation of an associative flow rule including hydrostatic stress effects into the high strain rate deformation analysis of polymer matrix composites // *J. Aerospace Eng.* — 2005. — Vol. 18. — P. 18—27.

22. *Shokrieh M. M., Mosalmani R., and Omid M. J.* Strain rate dependent micro-mechanical modeling of reinforced polymers with carbon nanotubes // *J. Compos. Mater.* — 2013. — Vol. 48. — P. 3381—3393.

23. *Geiglou Z. Emami and Chakherlou T. N.* Numerical and experimental investigation of the effect of the cold expansion process on the fatigue behavior of hybrid (bonded-bolted) double shear lap aluminum joints // *Int. J. Fatigue.* — 2019. — Vol. 126. — P. 30—43.

Поступила в редакцию 14.04.2021

Окончательный вариант поступил 08.11.2021

Received Apr. 14, 2021 (Nov. 8, 2021)

---

*С. В. Сайтарлы<sup>а\*</sup>, Л. С. Дзюбенко<sup>б</sup>, В. П. Плаван<sup>б</sup>, Ю .Н. Пушкарёв<sup>а</sup>,  
А. А. Сапьяненко<sup>б</sup>, П. П. Горбик<sup>б</sup>*

<sup>а</sup>Национальный университет “Одесская политехника”, Одесса, 65044 Украина  
<sup>б</sup>Институт химии поверхности Национальной академии наук Украины им. А. А. Чуйко,  
Киев, 03164 Украина

<sup>б</sup>Киевский национальный университет технологий и дизайна, 01011 Украина

## **ВЛИЯНИЕ НАПОЛНИТЕЛЯ НА СТРУКТУРУ, ТЕРМОСТОЙКОСТЬ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИЙ НА ОСНОВЕ МОДИФИЦИРОВАННОГО ПОЛИПРОПИЛЕНА**

*S. Saitarly\*, L. Dzubenko, V. Plavan, Yu. Pushkarev, A. Sapyanenko, P. Gorbyk*

### **INFLUENCE OF A FILLER ON THE STRUCTURE, THERMAL STABILITY, AND MECHANICAL PROPERTIES OF COMPOSITIONS BASED ON A MODIFIED POLYPROPYLENE**

**Keywords:** polypropylene, calcite concentrate, polyolefin elastomer, thermal stability, mechanical properties

The effect of a filler on the structure, thermal stability, strength, elongation, and impact strength before and after freezing in compositions based on polypropylene modified with a polyolefin elastomer is considered. It is found that the presence of filler reduces the effective activation energy of the thermooxidative destruction of composites and the technological characteristics of thermal stability, which indicated a decrease in the structuredness of the system. The study showed a tendency to increase the melting and crystallization temperatures of polypropylene with a filler content of up to 20 wt%, as well as to a certain narrowing of the temperature range of melting and crystallization with increasing calcite concentration. This was probably associated with the formation of polymer crystallites more uniform in size. It is found that, at a filler content up to 5 wt%, modified calcite particles can serve as additional nucleators. This was reflected in the increasing strength and impact strength by 5 and 6%, respectively, compared with those of the unfilled one.

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [svetlanasaitarly@gmail.com](mailto:svetlanasaitarly@gmail.com)  
Corresponding author: [svetlanasaitarly@gmail.com](mailto:svetlanasaitarly@gmail.com)

**Ключевые слова:** полипропилен, концентрат кальцита, эластомер полиолефиновый, термостойкость, свойства механические

Исследовали влияние наполнителя на структуру, термостойкость, прочность, относительное удлинение, ударную вязкость до и после замораживания композиций на основе полипропилена, модифицированного полиолефиновым эластомером. Определено, что введение наполнителя снижает эффективную энергию активации термоокислительной деструкции композитов и технологические характеристики термостойкости, что свидетельствует о снижении структурированности в системе. Установлена тенденция к повышению температур плавления и кристаллизации полипропилена при содержании наполнителя до 20% по массе, а также к некоторому сужению температурного интервала плавления и кристаллизации с увеличением концентрата кальцита, что, вероятно, связано с формированием более однородных по размерам кристаллитов полимера. Выявлено, что при содержании наполнителя до 5% по массе модифицированные частицы кальцита могут служить дополнительными нуклеаторами, что отражается на повышении показателей прочности и ударной вязкости на 5 и 6% соответственно по сравнению с ненаполненной композицией.

## Введение

Одним из важных направлений создания полимерных композитных материалов с заданным комплексом свойств является сочетание термопластов с эластомерами, в результате чего получают термоэластопласты. Такие композиции среди прочих преимуществ обладают повышенной ударной прочностью и морозостойкостью, могут перерабатываться на стандартном оборудовании для пластмасс. Полипропилен разных модификаций занимает ведущие позиции в изготовлении функциональных изделий различного назначения. При совместном введении наполнителя и эластомера в полипропилен при определенных соотношениях между компонентами и использовании подходящего способа компаундирования можно получить композиты с заданным комплексом физико-механических характеристик.

В последние годы в промышленном масштабе выпускают разнообразные металлоценовые полиолефиновые эластомеры с улучшенными структурными характеристиками по сравнению с традиционными каучуками. Исследование влияния новых эластомеров на физико-механические, эксплуатационные и технологические свойства с целью выяснения возможности замены традиционных эластомеров металлоценовыми является актуальной задачей. В [1, 2] показано, что введение в полипропилен металлоценового этиленпропиленового эластомера при содержании 10, 15, 20, 30% по массе приводит к значительному увеличению его ударной прочности и удлинения при разрыве. Однако при этом снижаются модуль упругости и предел текучести при растяжении.

Значительный интерес представляет модификация полипропилена добавлением таких эластомеров как отдельно, так и совместно с наполнителями различной природы. Для разработки наполненных полимерных композиций необходимо определить влияние каждого из компонентов на технологические и эксплуатационные свойства, выбрать рациональный состав и определить технологические параметры получения полимерного материала.

Физико-механические свойства полимерных материалов определяются структурой на молекулярном и надмолекулярном уровнях [3]. Изменения в молекулярной структуре полимеров приводят к мультифазности системы, усложнению кристаллизационного поведения и существенному изменению свойств. Совместное введение наполнителя и эластомера за счет изменения типа фазового разделения позволяет регулировать надмолекулярную структуру и, как следствие, физико-механические свойства полученных композитов.

Влияние модификатора на свойства полимерного материала проявляется не только в твердом состоянии, но и в расплаве [4], так как полимеры способны сохранять надмолекулярные образования при температурах, превышающих их температуру плавления. Поэтому исследование влияния содержания наполнителя на надмолекулярную структуру композитов актуально, в том числе для высоконаполненных композиций на основе модифицированного полипропилена (PP) различного применения. Методом дифференциального термического анализа можно определить влияние содержания добавок на температурные характеристики фазовых переходов, а именно на температуры плавления и кристаллизации, связанные с размерами кристаллитов, на температурный интервал этих переходов, характеризующий разброс кристаллитов по размерам.

### **Анализ исследований и публикаций**

Сочетание полимеров с наполнителями позволяет получать материалы с совершенно новыми эксплуатационными свойствами [5]. Из большого количества минеральных наполнителей карбонат кальция является наиболее используемым благодаря его доступности и низкой стоимости [6, 7]. Однако несовместимость его высокоэнергетической гидрофильной поверхности с низкоэнергетической поверхностью гидрофобных полимеров, таких как полиэтилен и полипропилен, является проблемой. Для того чтобы повысить эффективность наполнителей, производится специальная обработка их поверхности [8, 9].

Известно, что эластомеры, кроме придания определенных эксплуатационных свойств, действуют как компатибилизаторы, усиливающие специфическое межмолекулярное взаимодействие полимерной матрицы и наполнителя, т.е. улучшают их совместимость [10, 11]. В [12] показано, что введение 30% по массе модифицированного каолина повышает термическую стабильность композиций примерно на 20 °С по сравнению с чистым полимером. Реологические исследования таких композиций показали, что поверхност-



ная обработка каолина полиэдральным олигомерным силсесквиоксаном приводит к снижению вязкости, что может облегчить их переработку.

В работе [13] показано, что для улучшения механических и термических свойств композитов полипропилена с привитым малеиновым ангидридом в качестве наполнителя добавляют каолин, модифицированный 3-аминопропилтриэтоксисиланом. Добавление наполнителя в количестве 2% по массе способствовало повышению термостабильности композитов, при этом ударная вязкость повышается на 30%, прочность и относительное удлинение при разрыве — на 12 и 14% соответственно по сравнению с ненаполненным композитом.

Количество наполнителя напрямую влияет на физико-механические свойства композита. В [14] исследовали влияние разной степени наполнения наноглиной, тальком и карбонатом кальция на вторичный полипропилен, наполненный древесной мукой. В качестве связующего агента в композициях использовали полипропилен с привитым малеиновым ангидридом, как смягчающий агент использовали парафиновый воск. Образцы, содержащие 7% по массе карбоната кальция, показали наивысшие значения прочности. Добавление 3% по массе талька обеспечивает повышение температуры охлаждения и кристаллизации. В результате термического анализа определили, что каждый из наполнителей повышает температуры плавления, энтальпии и кристаллизации по сравнению с ненаполненными образцами. Это свидетельствует об улучшении взаимодействия на границе раздела фаз между ингредиентами композита, что повышает совместимость наполнителей и полимерной матрицы.

По результатам исследований [15] обнаружено, что образцы РР, содержащие более 8% по массе высокомолекулярного полиоктена, обладают более высокой ударной вязкостью по Изоду, чем исходный РР. Модификация РР полиоктеном вызывает существенное повышение показателя текучести расплава, которое объясняется хорошей совместимостью с РР и сильным пластифицирующим действием модификатора. С увеличением содержания полиоктена температуры плавления и кристаллизации модифицированного РР не изменяются, из чего можно сделать вывод, что модифицирующая добавка не влияет на структуру РР. Введение модификатора позволяет также снизить температуру переработки РР и повысить производительность экструзионного оборудования на стадии получения изделий.

Пероксидная обработка РР [16] при низких концентрациях добавок позволяет в широком диапазоне регулировать показатель текучести расплава и получать РР для литья тонкостенных изделий. Исследование теплофизических свойств образцов РР, модифицированного пероксидами, показало, что их введение приводит к снижению температуры плавления (со 176 до 168 °С) и повышению температуры кристаллизации (со 105 до 111—112 °С). Кристалличность полимера при этом существенных изменений не претерпевает.

**Постановка проблемы.** Исследование взаимосвязи молекулярной структуры композита на основе РР, модифицированного металлоценовым пропиленэтиленовым эластомером и наполненного меловым концентратом, с физико-механическими характеристиками является актуальным для разра-

ботки материалов с заданными технологическими и эксплуатационными свойствами.

По результатам предыдущих исследований авторами [17] установлено, что при увеличении количества наполнителя от 5 до 50% по массе вязкость композиции во всем диапазоне концентраций и напряжений сдвига снижается, что противоречит традиционным закономерностям течения расплавов, наполненных твердыми добавками, для которых типично повышение вязкости. Неординарное реологическое поведение связано с наличием на поверхности частиц наполнителя длинных углеводородных цепей стеарата кальция и обусловлено тем, что эмульгирующее действие стеарата кальция преобладает над загущающим эффектом твердого наполнителя. Но не исследованным остается влияние наполнения концентратом кальцита в широком диапазоне концентраций на процесс термоокислительной деструкции и структуру РР, модифицированного полиолефиновым эластомером, а также их взаимосвязь с физико-механическими свойствами композитов.

Новизна работы обусловлена синергетическим эффектом от использования пропиленэтиленового эластомера, синтезированного по современной технологии на металлоценовых катализаторах [18], и специальным образом обработанного минерального наполнителя, который оказывает дополнительное пластифицирующее влияние на РР. Такой эффект позволяет получить высоконаполненные полимерные материалы с возможностью регулирования их физико-механических, реологических свойств и термической стабильности.

Цель работы — установить влияние концентрата кальцита на структуру и термостойкость композитов на основе РР, модифицированного пропиленэтиленовым эластомером, методом дифференциального термического анализа (ДТА) и дифференциальной термогравиметрии (ДТГ); определение взаимосвязи термических характеристик композитов с их физико-механическими свойствами.

## 2. Методология исследований

В качестве объекта исследования использовали модифицированные наполненные смеси на основе изотактического полипропилена (РР) марки 21030 (плотность 921 кг/м<sup>3</sup>, ПТР = 2,5—4 г/10 мин). Как модификатор использовали полиолефиновый эластомер (ЕР) марки “Vistamaxx 6202” (“ExxonMobil”, США), который представляет собой блок-сополимер, состоящий из повторяющихся блоков изотактического пропилен с нерегулярным распределением этилена (15%). Полиолефиновый эластомер характеризуется эластичными свойствами, легкостью в переработке и совместимостью с широким спектром материалов. Данный эластомер подходит для компаундирования с полиолефинами для создания материалов с балансом эксплуатационных свойств, а также для термопластичного компаундирования, требующего хорошего распределения и диспергирования наполнителя [19]. Как наполнитель исполь-

зовали концентрат кальцита (СС) марки 1ТК (ООО “Техноком”, Украина) со средним размером частиц 2,5 мкм (содержание частиц с максимальным размером 20 мкм — 1,5%). В состав СС входит обработанный стеариновой кислотой карбонат кальция и полиолефин (органическая часть 24% по массе). В результате обработки карбоната кальция образуется стеарат кальция, в молекуле которого есть неполярный “хвостик” в виде цепи стеариновой кислоты на поверхности молекулы. Такая обработка способствует повышению совместимости наполнителя с гидрофобным полимером, что положительно влияет на физико-механические характеристики [20, 21].

Смешивание компонентов с последующим гранулированием стренговым способом осуществляли с помощью экструдера ЧП 27х30 при температурах по зонам 155—210—200—200 °С и частоте вращения шнека 45 об/мин. Содержание СС в полученных композитах 5—50% по массе.

Определение прочности при растяжении и относительного удлинения проводили по ISO 527-2:2012, определение ударной вязкости — по ISO 179-1:2010. Морозостойкость композиций определяли как показатель ударной вязкости после замораживания образцов на протяжении 30 сут при температуре –18 °С. Точность методов определения механических характеристик  $\pm 5\%$ .

С целью оценки влияния СС на фазовые переходы РР в композитах на его основе, на их термостабильность применяли метод ДТА и ДТГ. Термограммы записывали с помощью дериватографа Q-1500 D (“МОМ”, Будапешт). Для исследования использовали платиновые тигли, в качестве эталона использовали порошок  $Al_2O_3$ . Термограммы процесса плавления экструдатов регистрировали при скорости нагрева 5 °С/мин от комнатной температуры до 225 °С (в пределах температурной шкалы 250 °С), после чего записывали кривые кристаллизации расплава при скорости охлаждения 1,5 °С/мин. Вес навески около 350 мг. По термограммам определяли температуры начала плавления полимера  $T_{m0}$ , плавления  $T_m$ , окончания плавления  $T_{mf}$ , а также температуры начала кристаллизации  $T_{c0}$ , кристаллизации  $T_c$ , температуры окончания кристаллизации РР  $T_{cf}$ .

Энтальпию плавления  $\Delta H$  определяли по методике, описанной в [22]. Для ее расчета проводили калибрование площади пиков по *n*-аминобензойной кислоте, энтальпия плавления которой 36,3 кал/г. Степень кристалличности  $X_c$  (%) рассчитывали, исходя из энтальпии плавления полностью кристаллического полимера, по формуле

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_{ref}} \cdot 100, \quad (1)$$

где  $\Delta H_{ref}$  — теплота плавления полностью кристаллического полимера, для РР равна 62 кал/г;  $\Delta H_m$  — теплота плавления данного образца.

Устойчивость композитов к термоокислительной деструкции оценивают по величине энергии термоокислительной деструкции  $E_a$ . Энергию активации термоокислительной деструкции определяли по методике, описанной в [23]. Для расчета величины  $E_a$  и определения температурных

характеристик термостойкости регистрировали дериватограммы в пределах температурной шкалы 500 °С со скоростью нагрева 5 град/мин. Расчет величины  $E_a$ , основанный на математической обработке кривой термограммы с использованием метода двойного логарифмирования Бройдо [24], выполняли по формуле

$$\ln\left(\ln \frac{100}{100 - \Delta m}\right) = -\frac{E_a}{RT} + \text{const}, \quad (2)$$

с температурами внутри интервала разложения вещества, где  $R$  — универсальная газовая постоянная, равная  $8,31 \cdot 10^3$  кДж/(моль · К).

### 3. Результаты и их обсуждение

Рассчитанные значения энергии активации экструдатов и исходных компонентов представлены в табл. 1.

Как видно из данных таблицы, эффективная энергия активации термоокислительной деструкции EP несколько ниже, чем PP (80,8 и 87,3 кДж/моль соответственно), что может быть связано с нарушением микротактичности цепи PP и аморфным состоянием EP. С увеличением количества наполнителя в композициях PP+EP+CC эффективная энергия активации незначительно снижается. Это свидетельствует о том, что в присутствии модификатора и наполнителя связанность в системе снижается.

Для более полной характеристики термостойкости композиций определены температурные показатели термостойкости (см. табл. 1). Из приведенных данных видно, что введение EP, а также одновременно CC и EP несколько понижает показатели термостойкости композитов.

Для исследования влияния содержания наполнителя и модификатора на температурные характеристики фазовых переходов на основе PP

Табл. 1

Энергия активации термоокислительной деструкции и температурные характеристики термостойкости композиций и отдельных компонентов

Состав композиции, % по массе			Энергия активации $E_a$ , кДж/моль	Температура начала потери массы, °С	Температура поте- ри 5% массы, °С
PP	EP	CC			
100	-	-	87,3	255	295
-	100	-	80,8	230	290
-	-	100	62,2	240	295
95	5	-	77,9	235	285
90	5	5	76,4	237	280
65	5	30	76,2	237	280
45	5	50	75,8	240	285

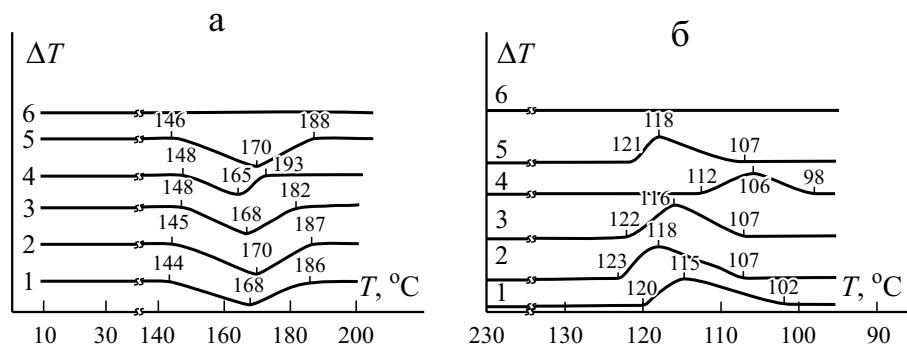


Рис. 1. Термограммы плавления (а) и кристаллизации (б) для композитов на основе РР: 1 — РР; 2 — РР +5% по массе СС; 3 — РР +50% по массе СС; 4 — СС; 5 — РР +5% по массе ЕР; 6 — ЕР.

регистривали термограммы плавления и кристаллизации в пределах температурной шкалы 250 °С (рис. 1).

На кривой ДТА нагревания ЕР (кривая б рис. 1—а) отсутствует тепловой эффект плавления, а на кривой ДТА охлаждения (кривая б рис. 1—б) отсутствует тепловой эффект кристаллизации, что свидетельствует о том, что исходный ЕР при данных условиях нагрева и охлаждения является аморфным. Отсутствие тепловых эффектов плавления и кристаллизации указывает на то, что они не могут прямо влиять на величину  $\Delta H$  фазового перехода РР.

Введение модификатора может оказывать влияние опосредованно через изменения в структуре на молекулярном и надмолекулярном уровнях. Степень кристалличности  $X_c$  рассчитывали при допущении, что содержание РР как полимера-основы в СС составляет 20% по массе. Поэтому рассчитанные значения  $X_c$  являются относительными и могут указывать лишь на тенденцию изменения в сторону увеличения или уменьшения данного показателя от введения СС (табл. 2).

Из данных таблицы видно, что СС в зависимости от содержания влияет на процессы плавления и кристаллизации РР в композитах на его основе. При одновременном присутствии СС и ЕР тенденция к повышению значений  $T_m$  и  $T_c$  полипропилена при невысоком (5% по массе) и среднем (10—20% по массе) содержании СС, а также к некоторому сужению температурного интервала плавления и кристаллизации с увеличением содержания сохраняется. Сужение температурного интервала фазовых переходов связывают с формированием кристаллитов полимера, более однородных по размерам [25]. Также с увеличением содержания СС в композиции увеличивается и содержание привитых цепей стеарата кальция [17], следовательно, усиливается также их пластифицирующее влияние. При низком содержании СС модифицированные частицы кальцита, вероятно, могут служить дополнительными нуклеаторами — веществами, способными изменять надмолекулярную структуру.

Табл. 2

Влияние концентрата кальцита на температурные характеристики фазовых переходов и степень кристалличности РР для композитов на его основе

Состав полимерного материала, % по массе			Температурные характеристики фазовых переходов									
			Плавление ( $T$ , °C)				$X_c, \%$	Кристаллизация ( $T$ , °C)				$X_c, \%$
РР	ЕР	СС	$T_{mo}$	$T_m$	$T_{mf}$	$\Delta T_m$		$T_{co}$	$T_c$	$T_{cf}$	$\Delta T_m$	
100	-	-	144	168	186	42	12,3	120	115	102	18	31,9
-	-	100	148	165	173	25	-	110	106	98	12	-
95	5	-	146	170	188	42	12,0	121	117	105	16	28,8
90	5	5	146	170	190	44	13,1	122	117	106	16	31,3
85	5	10	146	171	187	41	12,9	122	117	106	16	31,3
75	5	20	145	170	187	42	12,2	121	116	105	16	32,5
65	5	30	143	168	183	40	12,5	122	117	106	16	28,9
55	5	40	142	168	181	39	12,5	121	116	106	15	31,7
45	5	50	141	168	180	39	14,3	121	116	106	15	37,2

В работе [26] исследовано влияние нуклеатора (соли органической кислоты) на термофизические и физико-механические свойства РР. Авторы полагают, что микроструктура РР не меняется, так как не изменяется температура плавления. Изменения надмолекулярной структуры образцов РР под действием искусственных зародышей структурообразования проявляется в изменении прочности, твердости, жесткости и других свойств полимера. Упорядочение надмолекулярных структур РР проявляется на кривых ДСК в повышенном тепловом эффекте плавления. В данной работе, вероятно, молекулы стеарата кальция осуществляют пластифицирующее влияние на границе раздела, которое частично нивелирует действие нуклеатора, благодаря чему влияние на кристаллическую структуру оказывается минимальным.

Мягкое влияние СС и ЕР на формирование кристаллической структуры РР в композитах обусловлено, по-видимому, пластифицирующим влиянием компонентов СС и эластомера на кристаллизацию РР с образованием структур ядро—оболочка в матрице РР.

В интервале средних и высоких концентраций СС в композиции, когда может формироваться пространственная сетка из модифицированных стеариновой кислотой частиц наполнителя, преобладающим может быть пластифицирующее влияние стеарата кальция и РР как основы СС.

На процесс структурообразования влияет повышение способности модифицированного кальцита к диспергированию, т.е. к равномерному распределению частиц в полимерной среде даже при высоком содержании СС. Равномерность распределения частиц обеспечивалась тщательным перемешиванием в двухшнековом экструдере.

Введение наполнителя может оказывать влияние опосредованно через изменения в структуре на молекулярном и надмолекулярном уровнях полипропилена [27]. Из данных рис. 1 и табл. 2 видно, что модификатор и

наполнитель в целом оказывают незначительное влияние на степень кристалличности, вероятно, из-за влияния факторов, которые в разных интервалах концентраций могут действовать в противоположных направлениях.

В данной работе в качестве наполнителя применяли обработанный стеариновой кислотой концентрат кальцита. Это, очевидно, приводит к  $\beta$ -нуклеации РР, что согласуется с мнением авторов работы [28]. О закреплении на поверхности частиц  $\text{CaCO}_3$  остатков стеариновой кислоты свидетельствует понижение поверхностной энергии частиц кальцита с 70—100 до 20—30 мДж/м<sup>2</sup> [8], что соизмеримо с поверхностной энергией РР 31 мДж/м<sup>2</sup> [29]. Вследствие снижения поверхностной энергии частиц кальцита ослабляется взаимодействие между ними, а значит, улучшается диспергирование и уменьшается агрегация частиц в композиции [13]. В граничных слоях полимера, которые образуются вокруг частиц наполнителя, возможно появление свободного объема, что увеличивает подвижность участков макромолекул. При этом частицы концентрата кальцита могут лучше заполнять трещины и пустоты за счет круглой формы в отличие от глинистых наполнителей и талька [14], что приводит к улучшению физико-механических свойств композитов.

В исследовании [30] при введении эластомеров разной полярности в смесь РР/необработанный  $\text{CaCO}_3$  доказано, что использование неполярного этиленоктенового сополимера обуславливает образование структуры с раздельным диспергированием частиц эластомера и наполнителя в полипропиленовой матрице. В то же время использование полярного сэвилена вместо этиленоктенового сополимера приводит к инкапсуляции частиц  $\text{CaCO}_3$  эластомером. Следует отметить, что температура стеклования композитов с неполярным сополимером повышалась с увеличением количества наполнителя, что свидетельствует о взаимодействии наполнителя и полипропиленовой матрицы. В тройной гетерогенной системе РР/эластомер/наполнитель может одновременно существовать три поверхности раздела: РР/эластомер, РР/наполнитель, эластомер/наполнитель.

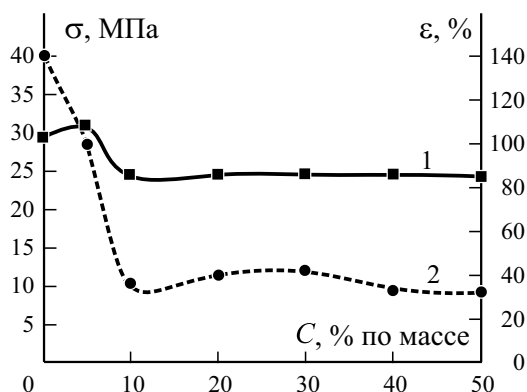


Рис. 2. Зависимость прочности при растяжении  $\sigma$  (1) и относительного удлинения  $\epsilon$  (2) от содержания концентрата кальцита  $C$  в композициях на основе РР, модифицированного 5% по массе ЕР.

В связи с изложенным можно предположить, что в исследуемых композитах РР/ЕР/СС образуется смешанная структура, в которой одновременно присутствуют структуры ядро—оболочка и отдельно диспергированные частицы модификатора и наполнителя в полипропиленовой матрице. Морфология композита может представлять собой матрицу РР с включенными частицами наполнителя, частицами ЕР и граничными слоями РР на поверхности раздела СС/РР и на поверхности раздела СС/ЕР. Соотношение между этими структурами может быть разным в зависимости от содержания СС и условий смешивания.

Результаты исследований прочности и относительного удлинения приведены на рис. 2. При наполнении композиции 5% по массе СС показатель прочности находится на исходном уровне. При этом показатель относительного удлинения незначительно снижается, вероятно, вследствие нуклеации частиц наполнителя. С увеличением содержания наполнителя до 10% по массе прочность и относительное удлинение несколько снижаются, но при этом остаются постоянными при дальнейшем наполнении до 50% по массе. Такое поведение связано с наличием стеарата кальция на поверхности частиц наполнителя и обусловлено аморфной природой ЕР, что подтверждается результатами ДТА.

Аналогичное поведение композиций наблюдали при определении ударной вязкости до и после замораживания (рис. 3). При содержании наполнителя 5—10% по массе в композициях показатель ударной вязкости повышается. Это также может быть связано с эффектом нуклеативной активности частиц СС при кристаллизации РР, что подтверждается результатами термического анализа.

Результаты исследований показали, что ударная вязкость композиций, наполненных СС, практически не снижается после замораживания. Этот эффект усиливается благодаря пластифицирующему действию ЕР и образованию эластомерной фазы, вероятно, вследствие изменения размера

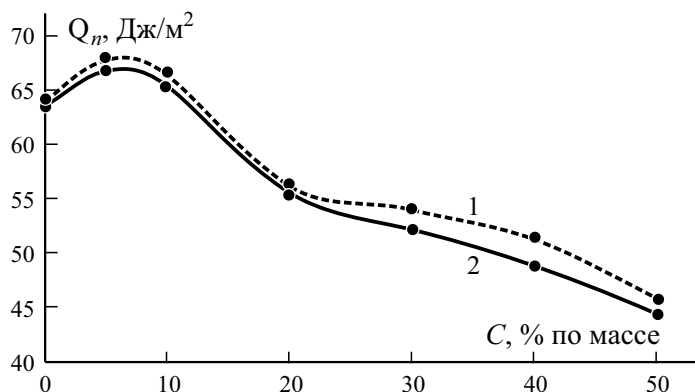


Рис. 3. Зависимость ударной вязкости  $Q_n$  до (1) и после замораживания (2) от величины  $C$  в композициях на основе РР, модифицированного 5% по массе ЕР.



частиц эластомерного модификатора [1]. Тем самым повышается способность рассеивать энергию удара, что снижает хрупкость исходного полимера. Дальнейшее увеличение содержания СС от 20 до 50% по массе приводит к повышению хрупкости материала. Таким образом, оптимальное количество наполнителя 5—20% по массе.

## Выводы

В результате проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

— присутствие концентрата кальцита не оказывает значительного влияния на кристаллическую структуру полипропилена, модифицированного полиолефиновым эластомером, синтезированным по новой технологии на металлоценовых катализаторах;

— показано, что присутствие полиолефинового эластомера и концентрата кальцита снижает на 12% эффективную энергию активации окислительной термодеструкции композитов и технологические характеристики термостойкости. Это свидетельствует о том, что в присутствии добавок снижается структурированность в системе, которая проявляется в снижении вязкости композиций;

— определено, что концентрат кальцита при невысоком (5% по массе) и среднем (10—20% по массе) содержании повышает температуры плавления и кристаллизации на 2 °С. При содержании концентрата кальцита 20—50% по массе интервалы фазовых переходов плавления и кристаллизации сужаются на 3 и 1 °С соответственно;

— при низком содержании наполнителя концентрата кальцита до 5% по массе модифицированные частицы кальцита могут служить дополнительными нуклеаторами, что отражается на повышении показателей прочности и ударной вязкости на 5 и 6% соответственно по сравнению с ненаполненной композицией. При этом молекулы стеарата кальция осуществляют пластифицирующее влияние на границе раздела, которое частично нивелирует действие нуклеатора, благодаря чему влияние на кристаллическую структуру оказывается минимальным.

Таким образом, неординарное снижение вязкости расплавов наполненных модифицированных полипропиленовых композиций в широком интервале концентраций, “мягкое” влияние на кристаллическую структуру композитов даже при высоком содержании наполнителя, вероятно, связаны с хорошим смачиванием поверхности модифицированных частиц концентрата кальцита расплавом РР, равномерным распределением наполнителя в смеси полимеров, пластифицирующим влиянием молекул полиолефинового эластомера и стеарата кальция на поверхности наполнителя.

Использование новейшего полиолефинового эластомера как модификатора и концентрата кальцита в качестве наполнителя позволяет регулировать технологические и физико-механические свойства полимерных композиций на основе РР, предназначенных для изготовления деталей автомобилей различного назначения.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Нуеун М. Т., Чалая Н. М., Осипчик В. С.* Модификация полипропилена металлоценовым этиленпропиленовым эластомером // Успехи в химии и хим. технологии. — 2017. — Т. XXXI, № 11. — С. 79—81.
2. *Нуеун М. Т., Чалая Н. М., Осипчик В. С.* Структура и физико-механические свойства смесей полипропилена и металлоценового этиленпропиленового эластомера // Пласт. массы. — 2017. — № 9. — С. 12—16.
3. *Gargallo L., Radic D.* Physicochemical Behavior and Supramolecular Organization of Polymers // Springer. — 2009. — 254 p.
4. *Sitticharoen W., Chainawakul A., Sangkas T., Kuntham Y.* Rheological and Mechanical Properties of Silica-Based Bagasse-Fiber-Ash-Reinforced Recycled HDPE Composites // Mech. Compos. Mater. — 2016. — Vol. 52, No. 3. — P. 421—432.
5. *Xanthos M.* Functional Fillers for Plastic. — Weinheim: Wiley-VCH, 2010. — 462 p.
6. *Мамбуну С. Е.* Карбонаты кальция в полиолефинах // Пласт. массы. — 2008. — № 5. — С. 3—6.
7. Toxic and Dangerous Properties // Handbook of Pollution Prevention and Cleaner Production: Best Practices in the Agrochemical Industry / Eds. N. Cheremisinoff, P. E. Rosenfeld. — William Andrew, 2010. — P. 81—213.
8. *Yang Y.-C., Jeong S.-B., Yang S.-Y., Chae Y.-B., Kim H.-S.* The changes in surface properties of the calcite powder with stearic acid treatment // Mater. Trans. — 2009. — Vol. 50, No. 3. — P. 695—701.
9. *Cao Z., Daly M., Clémence L., Geever L. M., Major I., Higginbotham C. I., Devine D. M.* Chemical surface modification of calcium carbonate particles with stearic acid using different treating methods // Appl. Surface Sci. — 2016. — Vol. 378. — P. 320—329.
10. *Ермаков С.Н., Кравченко Т.П.* Молекулярные полимер-полимерные композиции. Некоторые аспекты получения // Пласт. массы. — 2003. — № 12. — С. 21—26.
11. *Куриптя Я. А., Слепцов О. О., Шостак Т. С., Савченко Б. М.* Електропровідні гібридні композити на основі поліолефінів // Вісник Київськ. нац. ун-ту технологій та дизайну. — 2014. — № 6(80). — С. 89—97 (на укр. яз.)
12. *Battistella M., Otazaghine B., Sonnier R., Petter C., Lopez-Cuesta J.-M.* Fire retardancy of polypropylene/kaolinite composites // Polym. Degrad. Stab. — 2016. — No. 129. — P. 260—267.
13. *Yang N., Zhang Z.-C., Ma N., Liu H.-L., Zhan X.-Q., Li B., Gao W., Tsai F.-C., Jiang T., Chang C.-J., Chiang T.-C., Shi D.* Effect of surface modified kaolin on properties of polypropylene grafted maleic anhydride // Results in Phys. — 2017. — Vol. 7. — P. 969—974.
14. *Srivabut C., Ratanawilai T., Hiziroglu S.* Effect of nanoclay, talcum, and calcium carbonate as filler on properties of composites manufactured from recycled polypropylene and rubberwood fiber // Construction Building Mater. Vol. — 2018. — Vol. 162. — P. 450—458.
15. *Шушляева Е. Г., Минхайдарова Г. В., Несын Г. В., Черезова Е. Н., Лиакумович А. Г.* Модификация полипропилена высокомолекулярным полиоктенонм // Вестн. Казан. техн. ун-та. — 2008. — № 3. — С. 39—44.
16. *Салахов И. И., Борейко Н. П., Фатыхов М. Г., Федосова С. А.* Модификация полипропилена циклическим пероксидом // Пласт. массы. — 2012. — № 2. — С. 22—25.
17. *Saitarly S., Plavan V., Rezanova N., Sova N.* Regulation of rheological and mechanical properties of polypropylene compositions for automotive parts // Technol. Audit Production Reserves. — 2018. — Vol. 6/3, No. 44. — P. 9—14.
18. Impact modifiers: how to make your compound tougher // Plastics, Additives and Compounding. — 2004. — Vol. 6, No. 3. — P. 46—49.

19. ExxonMobil Chemical's new speciality elastomers provide polymer modification // Additives for Polymers. — 2009. — No. 9. — P. 2—3.
20. *Deshmukh G. S., Pathak S. U., Peshwe D. R., Ekhe J. D.* Effect of uncoated calcium carbonate and stearic acid coated calcium carbonate on mechanical, thermal and structural properties of poly(butylene terephthalate) (PBT)/calcium carbonate composites // Bull. Mater. Sci. — 2010. — Vol. 33. — P. 277—284.
21. *Коваленко А. Н., Гурова А. В.* Вся правда о меловых добавках // Полимер. материалы: изделия, оборудование, технологии. — 2015. — № 8. — С. 6—12.
22. *Шипина О. Т., Мингазова В. К., Петров В. А., Косточко А. В.* Термический анализ в изучении полимеров: учеб. пособие // Казань: Изд-во КНИТУ, 2014. — 99 с.
23. *Прокопчук Н. П.* Определение энергии активации деструкции полимеров по данным термогравиметрии / Пласт. массы. — 1983. — №10. — С. 24—25.
24. *Бернштейн В. А., Егоров В. М.* Дифференциальная сканирующая калориметрия в физикохимии полимеров. — Л.: Химия, 1990. — 256 с.
25. *Кочнев А. М., Заикин А. Е., Галибеев С. С., Архипьев В. П.* Физикохимия полимеров // Казань: Изд-во “ФЭН”, 2003. — 512 с.
26. *Salakhov I. I., Boreiko N. P., Bатыршин А. Z., Shuiskii M. V., Temnikova E. V., and Fatykhov M. G.* The effect of a nucleator based on potassium salt of 1,2-cyclohexanedicarboxylic acid on the thermophysical and physicomechanical properties of polypropylene // Plasticheskie Massy. — 2012. — No. 12 — P. 9—12.
27. *Papageorgiou D. G., Chrissafis K., Bikiaris D. N.*  $\beta$ -Nucleated polypropylene: processing, properties and nanocomposites // Polym. Rev. — 2015. — Vol. 55, No. 4 — P. 596—629.
28. *Shirvanimoghaddam K., Balaji K. V., Yadav R., Zabihi O., Ahmadi M., Adetunji P., Naebe M.* Balancing the toughness and strength in polypropylene composites // Composites: Part B. — 2021. — Vol. 223. — P. 1—33.
29. Particulate-filled Polymer Composites / Ed. R. N. Rotheron. — 2nd ed. — Shawbury: Rapra Technol. Ltd, 2003. — 545 p.
30. *Premphet K., Horanont P.* Phase structure of ternary polypropylene/elastomer/filler composites: effect of elastomer polarity // Polym. — 2000. — Vol. 41. — P. 9283—9290.

Поступила в редакцию 01.07.2020

Окончательный вариант поступил 19.01.2022

Received July 1, 2020 (Jan. 19, 2022)

---

Ф. М. Монтичелли<sup>a\*</sup>, Х. Л. Орнаги-мл.<sup>b</sup>, М. О. Х. Чиоффи<sup>a</sup>, Х. Дж. К. Ворвальд<sup>a</sup>

<sup>a</sup>*Department of Materials and Technology, São Paulo State University (Unesp), School of Engineering, Guaratinguetá. 12516-410. São Paulo, Brazil*

<sup>b</sup>*Federal University for Latin American Integration (UNILA), Foz do Iguaçu, Paraná, Brazil*

## ВЛИЯНИЕ МЕЖПОВЕРХНОСТНОЙ АДГЕЗИИ В ГИБРИДНОМ ЭПОКСИДНОМ КОМПОЗИТЕ УГЛЕПЛАСТИК/СТЕКЛОПЛАСТИК НА ВЯЗКОСТЬ РАЗРУШЕНИЯ ПО МОДЕ II<sup>1</sup>

*F. M. Monticeli\*, H. L. Ornaghi Jr., M. O. H. Cioffi, and H. J. C. Voorwald*

### THE INFLUENCE OF CARBON/GLASS/EPOXY HYBRID INTERFACIAL ADHESION ON THE MODE II DELAMINATION FRACTURE TOUGHNESS

**Keywords:** hybrid composite, interfacial strength, delamination, dynamic mechanical thermal analysis

The incorporation of two different reinforcements in the same matrix introduces distinct physical, mechanical, and chemical characteristics into it, which need to be evaluated. In addition, the interfacial adhesion also plays a significant role in the mechanical delamination performance. This study aims to analyze the carbon/glass/epoxy hybrid interfacial adhesion behavior through a DMA analysis and the mode II delamination toughness regarding the application possibilities of hybrid composites. Hybrid composites feature a strong interface adhesion and a high hindrance of the motion molecular chain, which is caused by the chemical adhesion of glass/carbon/epoxy through the organosilane promoters of glass fibers. The inhomogeneous load distribution, combined with the restricted molecular motion and synergetic combination of reinforcement stiffness, induces a change in crack propagation (a tortuous path) which is characteristic of a high interfacial adhesion. Hybrid interfaces also improve the mechanical behavior of laminates in shear, tending to increase the strain energy

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [f.monticeli@unesp.br](mailto:f.monticeli@unesp.br)  
Corresponding author: [f.monticeli@unesp.br](mailto:f.monticeli@unesp.br)

<sup>1</sup>Перевод с англ.

release ratio for mode II delamination, compared with that of non-hybrid laminates.

**Ключевые слова:** композит гибридный, прочность межповерхностная, расслоение, анализ динамический механический термический

Исследовали межповерхностную адгезию гибридного эпоксидного композита с помощью динамического механического анализа и вязкости разрушения по моде II.

## Введение

Применение гибридных композитов может стать альтернативой дорогостоящим углепластикам [1—3]. Использование дешевых стекловолокон в гибридных композитах незначительно уменьшает их механические, термические и физические характеристики [4, 5]. Введение второго типа армирующих волокон должно гарантировать те же механические и термические характеристики для основных конструктивных применений, что и введение углеродных волокон [6—8]. Принимая это во внимание, многие исследователи гибридных композитов уделяют большое внимание их характеристикам при растяжении и изгибе [3, 9, 10], прочности при межслойном сдвиге [11], усталостным характеристикам [12] и пропиточным свойствам [4, 5].

Стойкость к повреждениям играет фундаментальную роль; необходимо учитывать тот факт, что микроскопические разрушения ухудшают механическое поведение слоистых композитов [13, 14]. В силу низкой межповерхностной вязкости разрушения слоистых композитов, обусловленной низкой адгезией волокон к матрице, для оценки их стойкости к повреждению необходимо проведение механического испытания на расслоение [15, 16]. Введение двух типов армирующих волокон в матрицу (изготовление гибридного слоистого композита) создает материал с улучшенными физическими, механическими и химическими характеристиками, подлежащими оценке.

Для анализа механического поведения гибридных композитов недавно выполнили исследования распространения трещин с описанием механизмов разрушения [17—19]. По данным [20], для лучшего понимания макроструктурного механического поведения гибридных композитов с реалистичной концепцией механизмов разрушения и определением коэффициента высвобождения энергии деформации (SERR) необходимо знание их микромасштабного поведения.

Динамический механический анализ (ДМА) — эффективный метод исследования микроструктурного поведения композитов (коротко- и дальнедействующего сегментообразного движения молекулярных цепочек),

предоставляющего физическую концепцию их деформирования [21]. ДМА позволяет выявить корреляцию макроскопических механических свойств, обусловленных молекулярными релаксациями (молекулярными перестройками), ответственными за начальное деформирование и инициирование разрушения [22]. Температура стеклования ( $T_g$ ) коррелирует с динамической хрупкостью композитов [23].

Что касается полимеров, армированных волокнами, сильное ограничение молекулярных движений — результат высокой прочности межповерхностной адгезии, напрямую влияющей на динамическую хрупкость и стеклование, поскольку материал накапливает больше энергии (повышение  $T_g$ ) и способствует более резкому рассеянию энергии (динамическая хрупкость). Характер высвобождения энергии существенно влияет на механические характеристики материала, учитывая его ответственность за основные механизмы разрушения [22—24].

Поведение углепластиков и стеклопластиков при расслоении изучали в основном по отдельности, учитывая ориентацию волокон, последовательность укладки слоев [25—28], толщину композитов и содержание волокон [29, 30]. Изменение этих параметров существенно влияло на распространение повреждений. В частности, ориентация волокон влияет на устойчивость распространения трещин, поскольку переплетенные жгуты волокон препятствуют высвобождению энергии [25—28]. Напротив, доля волокон в слоистом композите и его толщина изменяют механизмы разрушения — уменьшение содержания волокон способствует хрупкому разрушению в области матрицы и уменьшает высвобождение энергии [29—31].

Насколько известно авторам, в литературе не опубликованы результаты о расслоении гибридных поверхностей раздела и его влиянии на распространение трещин. Цель настоящего исследования — анализ влияния гибридных поверхностей раздела в эпоксидном композите углепластик/стеклопластик на распространение квазистатических трещин с учетом сегментной релаксации в молекулярных сетях и прочности межповерхностной адгезии. Для достижения этой цели провели испытания на расслоение по моде II и ДМА, в которых ограниченное молекулярное движение коррелировало с поведением межслойного сопротивления расслоению по моде II.

## 1. Методы исследования

**1.1. Материалы и параметры обработки.** Сведения о слоистых композитах с укладками типа  $[0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ]_s$  приведены в табл. 1. Предварительную трещину создавали путем вставления в середину толщины слоистого композита пленки из фторполимера (ПТФЭ) толщиной 15 мкм (рис. 1). В качестве матрицы использовали эпоксидную систему PRISM EP 2400 компании Solvay (Cytac), (Великобритания). Гибридные композиты изго-

Структура композитов

Композит	Последовательность укладки	Объемное содержание волокон*, %
Углепластик (С)**	$[(0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ)_2]_s$	61
Стеклопластик (G)**	$[(0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ)_3]_s$	62
Гибридный (H)	$[(0^\circ/90^\circ)_{3C} (90^\circ/0^\circ)_G (0^\circ/90^\circ)_{4C}]_s$	60

\*Рассчитанное согласно [31].

\*\*Маты ткани имеют сшивающие пряди из полистирола.

товили с трещиной на поверхности раздела слоев, содержащих углеродные и стеклянные волокна, чтобы гарантировать расслоение по гибридной поверхности раздела.

Композиты изготовили методом литья под давлением с использованием инжектора Radius 2100сс при давлении 0,40 МПа и температуре впрыска 125 °С для обеспечения вязкости до 100 мПа·с. В течение всей процедуры впрыска осуществляли вакуумирование. Эпоксидную систему отверждали при 180 °С в течение 240 мин. Параметры переработки выбрали по результатам исследования с той же эпоксидной смолой [5].

**1.2. Динамический механический анализ** выполнили с помощью модели DMA 6100 (SI Nanotechnology, INC) на образцах размером 10×3×50 мм при скорости нагревания 2 °С·мин<sup>-1</sup> в инертной атмосфере (N<sub>2</sub>) в диапазоне температур от 25 до 250 °С по стандарту ASTM D4065 на частотах 0,01, 1, 10 и 100 Гц. Испытания проводили с использованием крепления для трехточечного изгиба. Динамическую хрупкость  $m$ , зависящую от температуры стеклования, определяли при частоте 1 Гц, используя одина-

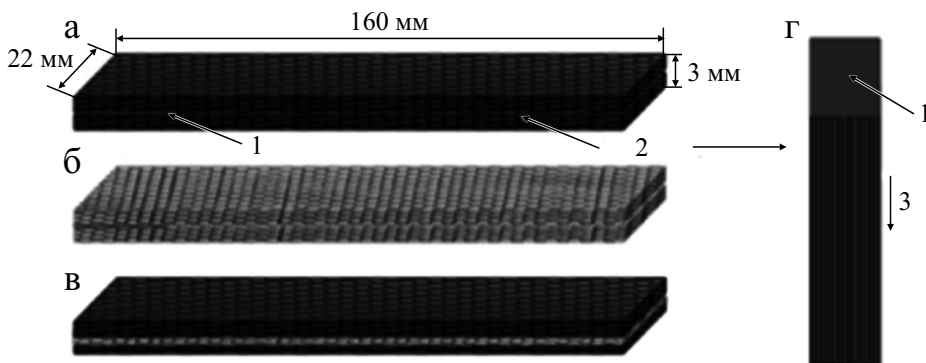


Рис. 1. Образцы углепластика (а), стеклопластика (б), гибридного композита (в) и плоскость расслоения (z): 1 — пленка из ПТФЭ; 2 — плоскость расслоения; 3 — направление волокон и распространения трещины.

ковый частотный диапазон для всех материалов. Для измерения динамической хрупкости использовали параметры Фогеля—Фулчера—Таммана VFT (Vogel—Fulcher—Tamman). Динамическая хрупкость зависит от движения молекул и температуры стеклования и характеризует влияние температуры на кинетику или термодинамические свойства материала. Приращение температуры от  $T_g$  составило 2 °С.

Время  $\tau$  для локальной релаксации при температуре  $T$  равно

$$\tau = \tau_0 e^{\left[ \frac{B}{T - T_\infty} \right]}. \quad (1)$$

Динамическую хрупкость определяем как

$$m = \frac{B/T_g}{\ln 10} \left( 1 - \frac{T_\infty}{T_g} \right)^{-2}, \quad (2)$$

где  $B$  — параметр материала, характеризующий энергию активации релаксации;  $T_\infty$  — температура Фогеля, представляющая релаксацию, стремящуюся к бесконечности ( $T_g$  при равновесии);  $T_g$  — температура стеклования [32]. Параметры VFT для каждого материала определяли согласно [32], используя программное обеспечение DataFit для создания динамической хрупкости с помощью уравнения (2).

**1.3. Квазистатическое испытание по моде II.** Испытания на трехточечный изгиб образца с надрезом на конце (ENF) провели по стандарту ASTM D7905/D7905M-14. Испытания на межслойный сдвиг по моде II выполнили на образцах размером 160×22×3 мм с пролетом между опорами  $2L = 100$  мм и концевой трещиной длиной 45 мм (см. рис. 1). Эксперименты выполнили на испытательной машине Shimadzu AG-X с максимальной нагрузкой 5 кН со скоростью перемещений 1 мм/мин. Испытали по пять образцов каждого композита (С — углепластик, G — стеклопластик, Н — гибридный композит). В силу трудностей измерения зарождения трещины использовали метод нелинейности.

В испытаниях по моде II эволюцию трещины отслеживали видеокамерой Nikon d3200 с использованием программного обеспечения для управления камерой, обеспечивавшего изображение за 5 с. Изображения обработали с помощью программного обеспечения ImageJ для измерения длины трещины. Величину SERR также измерили методом, основанным на податливости балки (compliance-based beam method) [16], с использованием соотношений [16]

$$G_{IIc} = \frac{9P^2 a_e^2}{16B^2 E_f h^3}, \quad (3)$$



$$a_e = \left[ \frac{C_c}{C_{0c}} a_0^3 + \left( \frac{C_c}{C_{0c}} - 1 \right) \frac{2L^3}{3} \right]^{1/3}. \quad (4)$$

Здесь  $G_{IIc}$  — критическая скорость высвобождения энергии деформирования;  $P$  — приложенная нагрузка;  $L$  — половина длины пролета образца ENF (50 мм);  $C$  — податливость;  $C_0$  — начальная податливость;  $B$  — ширина образца;  $a_0$  — начальная трещина;  $a_e$  — эквивалентная трещина.

**1.4. Микроскопический анализ.** Для фиксации механизмов разрушения с увеличением  $200\times$  и  $500\times$  применяли оптический микроскоп Axio Imager 72m, Zeiss. Метод конфокальной микроскопии использовали для увеличения контрастности изображения и построения трехмерных изображений с помощью программного обеспечения ImageJ. Получили изображения разрушенной поверхности каждого слоистого композита.

## 2. Результаты и обсуждение

**2.1. Динамический механический анализ.** Результаты нескольких исследований продемонстрировали корреляцию молекулярного поведения с механическими свойствами полимерных материалов [33—35]. Исследования выполнили при температуре стеклования и сделали аналогичные предсказания для поведения в стеклообразной области при механических испытаниях с большими нагрузками [33—35]. Использование двух типов армирующих волокон с разными химическими и физическими характеристиками обусловило разное поведение энергии диссоциации, связанной с ограничением движения молекул в композите.

На рис. 2 представлены результаты ДМА для углепластика, стеклопластика и гибридного композита. На рис. 2—*a* показано изменение модуля накопления с температурой. Наибольшим модулем накопления обладает углепластик, а наименьшим — стеклопластик. Гибридный композит имеет промежуточный модуль накопления. Высокому модулю накопления в стекловидном состоянии соответствует высокий модуль потерь в области стеклования (см. рис. 2). Такой результат был ожидаем, поскольку углепластик обладает более высокими механическими характеристиками, чем стеклопластик [36].

Данные рис. 2—*a* демонстрируют наибольший наклон зависимости в области стеклования углепластика, близкий к таковому гибридного слоистого композита, свидетельствующий о большем рассеивании энергии этими композитами (более крутая кривая) по сравнению со стеклопластиком. Согласно [37] аморфные и неорганизованные межмолекулярные структуры обуславливают внезапное убывание модуля накопления. Не-

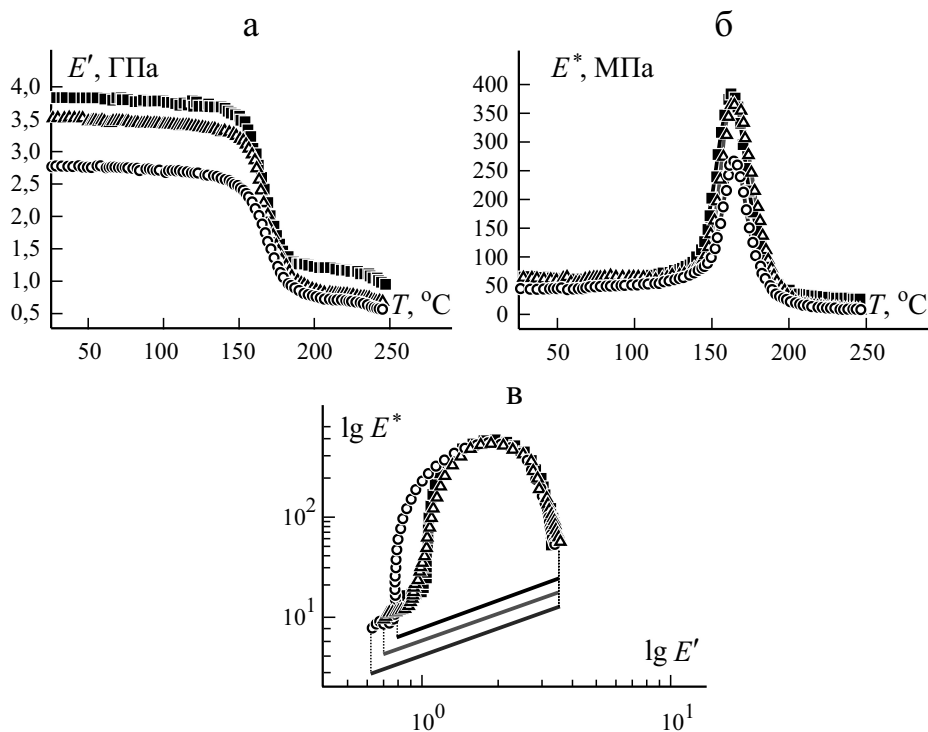


Рис. 2. Зависимости модулей накопления  $E'$  (а) и потерь  $E^*$  (б) от отношения температур  $T_g / T$  и диаграмма Коула—Коула (в) для углепластика (■), стеклопластика (○) и гибридного композита (Δ).

большие различия зависимостей для модуля накопления углепластика, гибридного композита и стеклопластика можно объяснить параметрами VFT.

Диаграммы Коула—Коула (рис. 2—в), рассчитанные по данным рис. 2—а в сопоставлении с данными рис. 2—б в логарифмической шкале, демонстрируют природу системы и являются индикатором структурной однородности, характеризуемой полукруглой диаграммой [24, 38]. Все слоистые композиты продемонстрировали полукруг и сравнимые характеристики однородности, характеризующие соответствующую адгезию волокно/матрица. Степень однородности композитов убывает в следующей последовательности: углепластик, стеклопластик, гибридный композит. Наличие двух типов армирующих волокон создало в гибридном композите гибридные поверхности раздела [39], изменившие межповерхностную адгезию и увеличившие вязкость разрушения.

В [40] ввели параметр  $K_p$ , описывающий степень адгезии между арматурой и матрицей:

$$K_p = \frac{1}{1 - v_f} \frac{\operatorname{tg} \delta_c}{\operatorname{tg} \delta_m} - 1, \quad (5)$$

где  $v_f$  — объемное содержание волокон;  $\operatorname{tg} \delta_c$  и  $\operatorname{tg} \delta_m$  — максимальное демпфирование матрицы и композита соответственно.

Малое значение параметра  $K_p$  означает сильное взаимодействие между составляющими в композите, приводящее к снижению подвижности макромолекул вблизи поверхности раздела, что подтверждено в [38]. Установлено, что параметр  $K_p$  углепластика равен 0,0723, стеклопластика — 0,0959, гибридного композита — 0,0488. Это свидетельствует о наибольшей межповерхностной адгезии в гибридном композите, служащей барьером для подвижности макромолекул. Сильная межповерхностная адгезия способна накапливать большую энергию и способствует большей динамической хрупкости, которую можно лучше понять с помощью анализа VFT.

На рис. 3 представлены зависимости динамической хрупкости композитов от отношения  $T_g / T$ . Все композиты продемонстрировали схожую динамическую хрупкость, обусловленную поведением эпоксидной матрицы. Тем не менее динамическая хрупкость углепластика и гибридного композита больше, чем стеклопластика, поскольку они обладают большей межповерхностной адгезией. Динамическая хрупкость гибридного композита связана с ограниченными молекулярными движениями на гибридных поверхностях раздела. Гибридный композит обладает большей способностью накапливать энергию и после критического предела резко рассеивать ее (в основном на поверхности раздела).

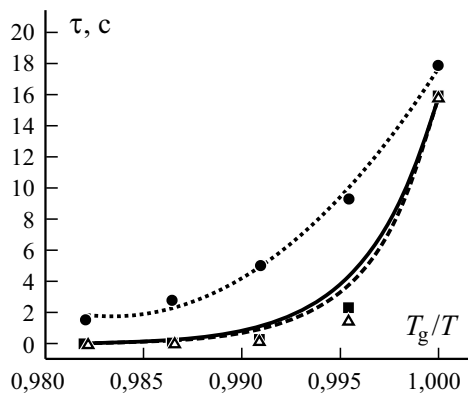


Рис. 3. Зависимость динамической хрупкости углепластика (■), стеклопластика (●) и гибридного композита (Δ) от отношения  $T_g / T$ .

Табл. 2

Параметры подгонки для уравнения VFT

Композит	$\tau_0$ , с	$T_g$ , К	$T_\infty$ , К	$T_g - T_\infty$ , К	$B$ , К	$m$
Углепластик	$1,0 \cdot 10^{-14}$	435	403,23	31,77	1100,10	205,91
Гибридный	$1,0 \cdot 10^{-14}$	438	406,56	31,44	1100,29	211,74
Стеклопластик	$1,0 \cdot 10^{-14}$	437	330,03	106,97	3756,65	62,31

В табл. 2 приведены значения параметров для вычисления динамической хрупкости по формуле (2). Параметр  $\tau_0$  соответствует времени релаксации, стремящейся к бесконечности, для которого согласно [32] использовали постоянное значение  $10^{-14}$  с (фононоподобное время). Все параметры продемонстрировали одинаковую тенденцию. Расчет показал, что гибридный композит обладает наибольшей динамической хрупкостью  $m = 211,74$ , свидетельствующей о наибольшей способности накапливать энергию (наибольшем межповерхностном взаимодействии). Динамическая хрупкость углепластика немного меньше —  $m = 205,91$ , что доказывает большую межповерхностную адгезию в гибридном композите с двумя типами армирующих волокон в эпоксидной матрице.

Стеклопластик обладал наименьшей межповерхностной прочностью, обусловившей наименьшее рассеяние энергии (динамическую хрупкость). По сравнению с большинством полимеров, рассмотренных в литературе, большие значения, характерные для углепластика и гибридного композита, можно связать со значительно большим накоплением энергии в стекловидной области.

Меньшие значения  $T_\infty$  ожидали в силу соответствующих значений  $T_g$ . Основная причина заключается в том, что переход в стеклообразное состояние измеряют в неравновесном термодинамическом состоянии, а температуру Фогеля или Каузмана оценивают в равновесном состоянии, не учитывая кинетические эффекты. Наименьшие значения  $T_\infty$  продемонстрировал стеклопластик в силу меньших молекулярных ограничений в стеклообразной области. Низкие значения  $T_g - T_\infty$  характерны для более хрупких систем [с учетом прямого влияния уравнения (2)].

**2.2. Результаты квазистатических испытаний.** Межповерхностные характеристики, связанные с межповерхностной адгезией, используем в данном разделе для лучшего понимания критического сопротивления нагрузка/ перемещение и высвобождения энергии деформирования.

На рис. 4 представлены диаграммы деформирования нагрузка—перемещение для всех исследованных композитов, имеющие одинаковую форму. Углепластик продемонстрировал большую разрушающую

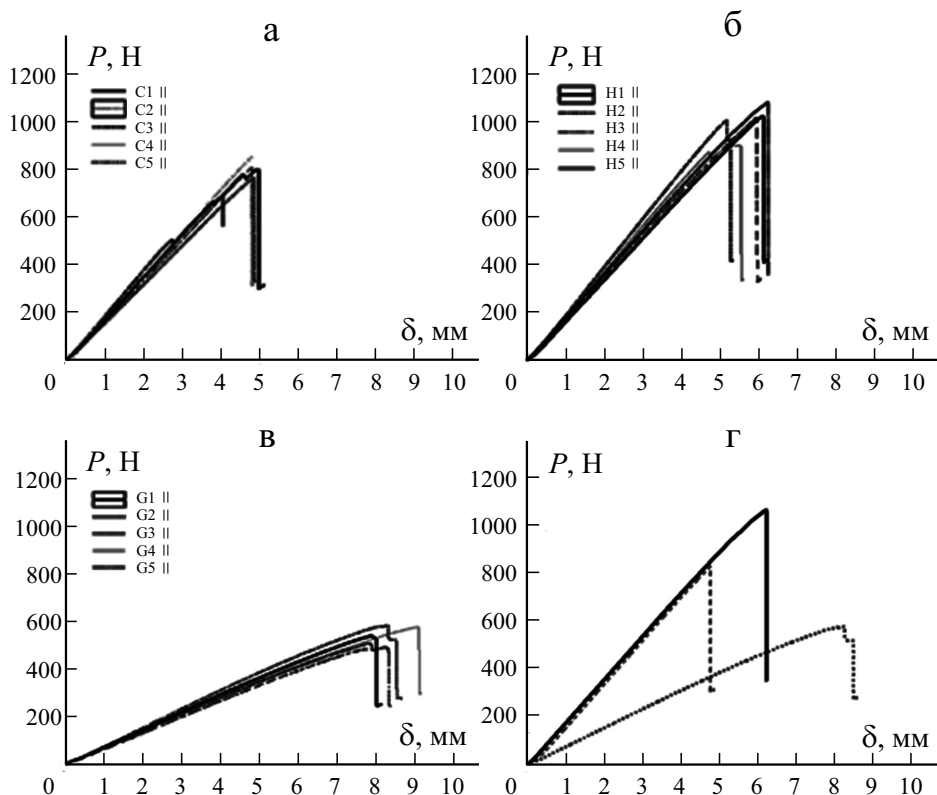


Рис. 4. Диаграммы нагрузка—перемещение  $F—\Delta$  при расслоении по моде II угле-пластика (а), гибридного композита (б), стеклопластика (в) и их сравнение (г). На рис. г — (---) — углепластик; (···) — стеклопластик; (—) — гибрид.

нагрузку, чем стеклопластик, обладающий большей деформационной способностью.

Гибридный композит продемонстрировал наибольшее сопротивление изгибающей нагрузке и промежуточную деформативность по сравнению с углепластиком и стеклопластиком. Адгезионная прочность и динамическая хрупкость могут быть связаны с сопротивлением расслоению гибридного композита, поскольку оба испытания выявили в нем большую силу сцепления поверхности арматуры с матрицей и большее ограничение молекулярного движения.

Для обеспечения большей химической и механической межповерхностной адгезии с матрицей углеродные волокна подвергают поверхностной обработке [41]. Для повышения прочности сцепления полимерной матрицы со стекловолокнами их обрабатывают органосилановыми промоторами со структурой  $Y-(CH_2)-Si-(X)_3$ , где  $X$  и  $Y$  — группы с неорганическим и органическим средством соответственно [42]. Введение

Табл. 3

## Вязкость разрушения при расслоении по моде II

Композит	$P_{IIС}$ , Н	$\delta_{IIС}$ , мм	$G_{IIС}$ , Дж·м <sup>-2</sup>
C1 II	650,40	3,78	467,21
C2 II	787,57	4,76	689,05
C3 II	483,61	2,66	438,55
C4 II	830,85	4,74	779,91
C5 II	737,35	4,73	700,84
<b>Среднее</b>	<b>697,95</b>	<b>4,14</b>	<b>615,11</b>
<b>SD</b>	<b>137,34</b>	<b>0,93</b>	<b>152,50</b>
<b>CV</b>	<b>19,68%</b>	<b>22,38%</b>	<b>24,79%</b>
G1 II	537,75	7,86	841,75
G2 II	577,74	8,06	881,70
G3 II	482,05	7,71	707,52
G4 II	574,85	9,06	1039,81
G5 II	504,92	7,79	770,07
<b>Среднее</b>	<b>535,46</b>	<b>8,10</b>	<b>848,17</b>
<b>SD</b>	<b>42,22</b>	<b>0,55</b>	<b>126,27</b>
<b>CV</b>	<b>7,88%</b>	<b>6,85%</b>	<b>14,88%</b>
H1 II	1013,28	6,07	1235,01
H2 II	998,08	5,17	982,07
H3 II	1009,17	5,95	1185,81
H4 II	891,83	5,51	865,18
H5 II	1072,49	6,23	1274,69
<b>Среднее</b>	<b>996,97</b>	<b>5,79</b>	<b>1084,55</b>
<b>SD</b>	<b>65,52</b>	<b>0,44</b>	<b>176,63</b>
<b>CV</b>	<b>6,57%</b>	<b>7,54%</b>	<b>16,28%</b>

Примечание. SD — стандартное отклонение; CV — коэффициент вариации. С разрешения издательства John Wiley & Sons.

стекловолокон в волокнисто-армированный углепластик способствует большей вязкости разрушения, обусловленной эффектом органосилановой связи. Гибридный слоистый композит с двумя типами волокон (углеродных и стеклянных) продемонстрировал синергетическое поведение на поверхности раздела с большим модулем упругости и межповерхностной прочностью (между углеродными волокнами и эпоксидной смолой) в сочетании с хорошими изгибными характеристиками и высокой межповерхностной вязкостью разрушения (природный силановый промотор), обусловившей большую межповерхностную прочность.

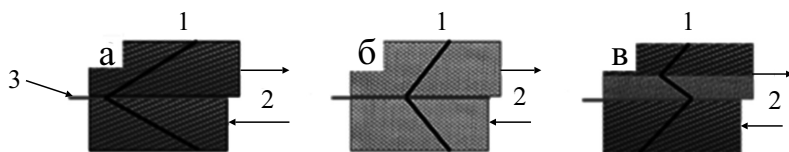


Рис. 5. Схема распределения нагрузки (1) при сдвиге по моде II (2) в углепластике (а), стеклопластике (б) и гибридном композите (в). 3 — плоскость расслоения.

Результаты по вязкости разрушения обобщены в табл. 3, в которой представили разрушающую нагрузку  $P_{IIIC}$ , перемещение  $\delta_{IIIC}$  и вязкость разрушения  $G_{IIIC}$  для эквивалентной трещины. Межповерхностная адгезия и молекулярное движение в гибридных слоистых композитах обуславливают большую прочность, чем в негибридных композитах. Вязкость разрушения  $G_{IIIC}$  гибридного композита на 75% больше, чем углепластика, и на 39% — чем стеклопластика. Введение в углепластик недорогих стекловолокон увеличивало критическое значение SERR. Высокий коэффициент вариации (CV) образцов углепластика (24,79%) свидетельствует о большом стандартном отклонении (SD) и неустойчивом распространении трещин. Коэффициент вариации CV образцов стеклопластика был значительно меньше (14,88%), т.е. распределение нагрузки в них было более однородным, что обусловило меньшее стандартное отклонение SD и стабильный рост трещин. Коэффициент вариации CV образцов гибридного композита (16,28%), меньший, чем углепластика, свидетельствует о большей однородности критической вязкости разрушения.

Другой фактор, влияющий на межслойный сдвиг при трехточечном изгибе, — распределение сдвиговой нагрузки (рис. 5). Согласно [43] нагрузка, приложенная по толщине слоистого композита, распределяется в каждом слое по-разному, и напряжение концентрируется в плоскости расслоения (в середине толщины композита), где происходит разрушение. В негибридном композите (углепластик и стеклопластик) нагрузка распределяется симметрично и однородно (см. рис. 5—а, б) в отличие от гибридного композита (см. рис. 5—в). Такое распределение нагрузки, которое также наблюдали в [43, 44], — один из параметров, ответственных за повышение межслойного сопротивления в гибридных композитах.

Поверхность образцов в начале прорастания трещины была гладкой, без пластического деформирования в хрупкой моде. Этот результат согласно [45] обусловлен быстрым начальным ростом трещины (рис. б). На фотографиях видна полосатая/ребристая структура с преобладающим напряжением сдвига в матрице. Шероховатая поверхность демонстрирует морфологию рисунка неровностей, связанную с микротрещинами в хрупкой матрице, образовавшимися перпендикулярно действующему напряжению (в основном в гибридном слоистом композите). В силу на-

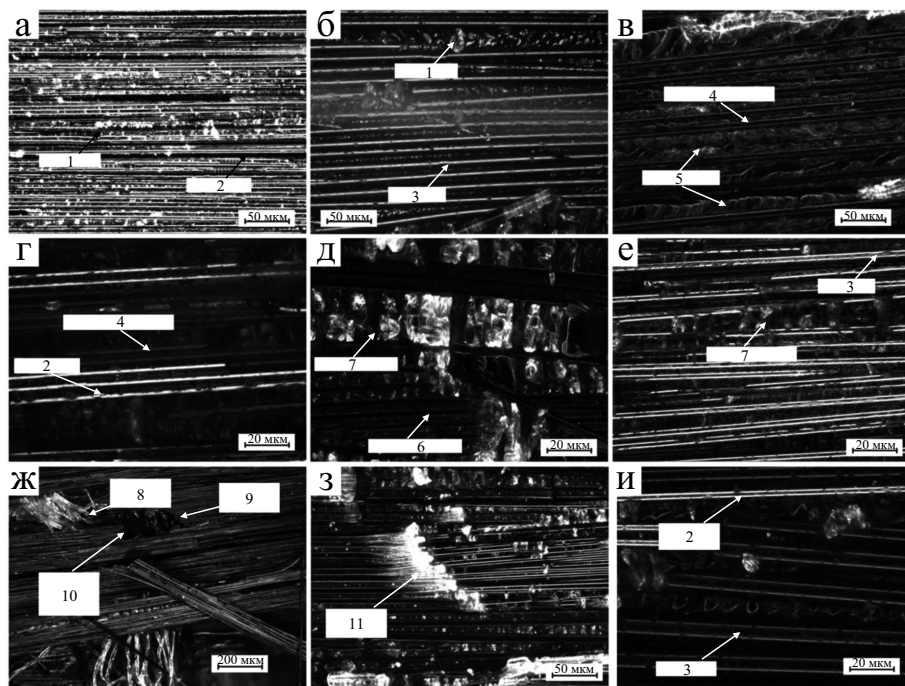


Рис. 6. Фрактография поверхности разрушения по моде II углепластика при увеличении  $200\times$  (а) и  $500\times$  (з) и образца С1 II (ж); стеклопластика при увеличении  $200\times$  (б, з) и  $500\times$  (д); гибридного композита при увеличении  $200\times$  (е) и  $500\times$  (и): 1 — эпоксидная смола; 2 и 3 — углеродное и стеклянное волокно соответственно; 4 и 5 — отпечатки углеродных и стеклянных волокон соответственно; 6 — рисунок гребней; 7 — область, богатая смолой; 8 — сшивающие пряди из полистирола; 9 — отпечатки сшивающих прядей; 10 и 11 — разорванные углеродные и стеклянные волокна соответственно.

личия областей, обогащенных смолой, трещины в основном наблюдали в стеклопластике и гибридном композите (на поверхности стеклоткани) (см. рис. 6—д, е). Углеродные волокна малого диаметра собраны в более толстые жгуты, чем стекловолокна, что способствует меньшему наличию областей, богатых смолой. Картина гребней указывает направление распространения трещины [45]. Трещина в основном распространялась по поверхности раздела углеродное волокно/матрица (см. рис. 6—а, в, з).

Высокое стандартное отклонение (см. табл. 3) для образцов углепластика С1 II и С3 II — результат разрушения углеродных волокон (см. рис. 6—ж). Сшивающие пряди из полистирола продемонстрировали отсутствие химического сродства с полимерной матрицей [5, 46], что обусловило высокую пористость и, как следствие, слабый участок поверхности раздела, уменьшивший вязкость разрушения. Сшивающие пряди



способствовали меньшей диссоциированной энергии, концентрации напряжения, приведшей к разрушению углеродных волокон, и уменьшению критического значения SERR для обоих образцов углепластика.

Фотография на рис. 6—з демонстрирует разрыв стекловолокон в ходе сдвигового расслоения. В гибридном слоистом композите количество разорванных стекловолокон уменьшилось, поскольку вершина трещины имела тенденцию к прорастанию на поверхности раздела углеродное волокно/матрица. На фотографии рис. 6—и показана поверхность гибридного композита с углеродными и стеклянными волокнами, свидетельствующая о более грубом разрушении на гибридной поверхности раздела, что связано с высокой вязкостью разрушения.

### Заключение

В настоящем исследовании оценили вязкость разрушения гибридных эпоксидных композитов (углепластик/стеклопластик) при расслоении по моде II. Для выявления корреляции молекулярного движения с диссипацией энергии при расслоении по моде II использовали динамический механический анализ. Гибридные композиты продемонстрировали сильную межповерхностную адгезию и большое ограничение движению молекулярных цепей, увеличивающие межповерхностное сопротивление гибридных эпоксидных композитов (углепластик/стеклопластик). Такое поведение также связано с высокой динамической хрупкостью, свидетельствующей о накоплении большого количества энергии (за счет ограничения молекулярного движения).

Аналогичное поведение вязкости разрушения при расслоении по моде II наблюдали при испытании ДМА: гибридный слоистый композит продемонстрировал высокое межповерхностное сопротивление расслоению и движению молекул. Гибридная поверхность раздела имела высокую критическую нагрузку, которая в сочетании с промежуточным критическим перемещением продемонстрировала большее значение SERR по сравнению с негибридными слоистыми композитами. Распространение трещин в гибридных композитах улучшено путем обработки стекловолокон натуральным силановым промотором, что оказало положительное влияние на расслоение по моде II.

*Благодарность.* Авторы признательны за предоставление эпоксидной смолы группе Solvay, Рексхэм (Великобритания) и финансовую поддержку со стороны Координационного совета de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior — Бразилия (CAPES) — финансовый код 001, CNPq (номер процесса 153335/2018-1) и FAPESP (номера процессов 2017/10606-4 и 2006/02121-6).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Swolfs Y., Gorbatikh L., and Verpoest I.* Fibre hybridisation in polymer composites: A review // *Composites: Part A*. — 2014. — Vol. 67, No. 1. — P. 181—2004.
2. *Zhang J., Chaisombat K., He S., and Wang C. H.* Hybrid composite laminates reinforced with glass/carbon woven fabrics for lightweight load bearing structures // *Mater. Des.* — 2012. — Vol. 36, No. 1. — P. 75—80.
3. *Vasudevan A., Senthil Kumaran S., Naresh K., Velmurugan R.* Layer-wise damage prediction in carbon/Kevlar/S-glass/E-glass fibre reinforced epoxy hybrid composites under low-velocity impact loading using advanced 3D computed tomography // *Int. J. Crashworthiness*. — 2019. — Vol. 1, No. 1. — P. 1—15.
4. *Pandya K. S., Veeraju C., and Naik N. K.* Hybrid composites made of carbon and glass woven fabrics under quasi-static loading // *Mater. Des.* — 2011. — Vol. 32, No. 1. — P. 4094—4099.
5. *Monticeli F. M., Ornaghi H. L., Voorwald H. J. C., and Cioffi M. O. H.* Three-dimensional porosity characterization in carbon/glass fiber epoxy hybrid composites // *Composites: Part A*. — 2019. — Vol. 125, No. 1. — P. 105555.
6. *Brocks T., Shiino M. Y., Odila M., Cioffi H., Jacobus H., Voorwald C., and Filho A. C.* Experimental RTM manufacturing analysis of carbon / epoxy composites for aerospace application: non-crimp and woven fabric differences // *Mater. Res.* — 2013. — Vol. 16, No. 1. — P. 1175—1182.
7. *Montoro S. R., Shiino M. Y., Da Cruz T. G., Cioffi M. O. H., and Voorwald H. J. C.* Influence of voids on the flexural resistance of the NCF/RTM6 composites // *Procedia Eng.* — 2011. — Vol. 10, No. 1. — P. 3220—3225.
8. *Monticeli F. M., Daou D., Pekovic P., Simovic A., Voorwald H. J. C., and Cioffi M. O. H.* FEA simulation and experimental validation of mode I and II delamination at the carbon/glass/epoxy hybrid interface: Physical-based interpretation // *Compos. Commun.* — 2020. — Vol. 22, No. 1. — P. 100532.
9. *Ikkal M. H., Ahmed A., Qingtao W., Shuai Z., and Wei L.* Hybrid composites made of unidirectional T600S carbon and E-glass fabrics under quasi-static loading // *J. Ind. Text.* — 2017. — Vol. 46, No. 1. — P. 1511—1535.
10. *Wu W., Wang Q., Ichenihi A., Shen Y., and Li W.* The effects of hybridization on the flexural performances of carbon/glass interlayer and intralayer composites // *Polymers (Basel)*. — 2018. — Vol. 10, No. 1. — P. 549.
11. *El-Menshawey O. F., El-Sissy A. R., El-Wazery M. S., and Elsad R. A.* Electrical and mechanical performance of hybrid and non-hybrid composites // *Int. J. Eng.* — 2019. — Vol. 32, No. 1. — P. 580—586.
12. *Belingardi G. and Cavatorta M. P.* Bending fatigue stiffness and strength degradation in carbon-glass/epoxy hybrid laminates: cross-ply vs. angle-ply specimens // *Int. J. Fatigue*. — 2006. — Vol. 28, No. 1. — P. 815—825.
13. *Cândido G. M., Rezende M. C., Donadon M. V., and De Almeida S. F. M.* Fractografia de compósito estrutural aeronáutico submetido à caracterização de tenacidade à fratura interlaminar em modo I // *Polímeros*. — 2012. — Vol. 22, No. 1. — P. 41—53.
14. *Zhang Z., Xu H., Liao Y., Su Z., and Xiao Y.* Vibro-acoustic modulation (VAM)-inspired structural integrity monitoring and its applications to bolted composite joints // *Compos. Struct.* — 2017. — Vol. 176, No. 1. — P. 505—515.

15. *Shiino M. Y., Alderliesten R. C., Donadon M. V., and Cioffi M. O. H.* A brief discussion on (pure mode I) fatigue crack growth rate data in 5HS weave fabric composites: Evaluation of empirical relations // *Int. J. Fatigue*. — 2016. — Vol. 84, No. 1. — P. 97—103.
16. *Shiino M. Y., Alderliesten R. C., Donadon M. V., Voorwald H. J. C., and Cioffi M. O. H.* Applicability of standard delamination tests (double cantilever beam and end notch flexure) for 5HS fabric-reinforced composites in weft-dominated surface // *J. Compos. Mater.* — 2015. — Vol. 49, No. 1. — P. 2557—2565.
17. *Puck A. and Schu H.* Failure analysis of FRP laminates by means of physically based phenomenological models // *Compos. Sci. Technol.* — 2002. — Vol. 62, No. 1. — P. 1633—1662.
18. *Khan R., Alderliesten R., Badshah S., and Benedictus R.* Effect of stress ratio or mean stress on fatigue delamination growth in composites: Critical review // *Compos. Struct.* — 2015. — Vol. 124, No. 1. — P. 214—227.
19. *Alderliesten R. C.* How proper similitude can improve our understanding of crack closure and plasticity in fatigue // *Int. J. Fatigue*. — 2016. — Vol. 82, No. 1. — P. 263—273.
20. *Pascoe J. A., Alderliesten R. C., and Benedictus R.* Methods for the prediction of fatigue delamination growth in composites and adhesive bonds - A critical review // *Eng. Fract. Mech.* — 2013. — Vols. 112—113, No. 1. — P. 72—96.
21. *José Humberto S. A. J., Heitor O. J. L., Natália P. L., Bernardo P. B., and Sandro A. C.* Creep and interfacial behavior of carbon fiber reinforced epoxy filament wound laminates // *Polym. Compos.* — 2018. — Vol. 39, No. 1. — P. E2199—E2206 (2018).
22. *Ornaghi H. L., Zattera A. J., and Sandro C. A.* Dynamic mechanical properties and correlation with dynamic fragility of sisal reinforced composites // *Polym. Compos.* — 2015. — Vol. 36, No. 1. — P. 161—166.
23. *Ornaghi H. L., Poletto M., and Ornaghi F. G.* Correlations between dynamic fragility, activation energy and glass-transition temperature in polymeric composite materials: An overview from literature // *Mater. Sci. Adv. Compos. Mater.* — 2018. — Vol. 2, No. 1. — P. 1—16.
24. *Fink D., Seidel C., Hausmann J., and Rief T.* Creep-induced screw preload loss of carbon-fiber sheet molding compound at elevated temperature // *Materials*. — 2019. — Vol. 12, No. 21. — P. 1—14.
25. *Daneshjoo Z., Shokrieh M. M., and Fakoor M.* A micromechanical model for prediction of mixed mode I/II delamination of laminated composites considering fiber bridging effects // *Theor. Appl. Fract. Mech.* — 2018. — Vol. 94, No. 1. — P. 46—56.
26. *Daneshjoo Z., Shokrieh M. M., Fakoor M., Alderliesten R., and Zarouchas D.* Physics of delamination onset in unidirectional composite laminates under mixed-mode I/II loading // *Eng. Fract. Mech.* — 2019. — Vol. 211, No. 1. — P. 82—98.
27. *Alif N., Carlsson L. A., and Boogh L.* The effect of weave pattern and crack propagation direction on mode I delamination resistance of woven glass and carbon composites // *Composites: Part B*. — 1998. — Vol. 29, No. 1. — P. 603—611.
28. *Gong Y., Zhang B., and Hallett S. R.* Delamination migration in multidirectional composite laminates under mode I quasi-static and fatigue loading // *Compos. Struct.* — 2018. — Vol. 189, No. 1. — P. 160—176.
29. *Yoon S. H. and Hong C. S.* Modified end notched flexure specimen for mixed mode interlaminar fracture in laminated composites // *Int. J. Fract.* — 1990. — Vol. 43, No. 1. — P. 3—9.

30. Gerlach R., Siviour C. R., Wiegand J., and Petrinic N. In-plane and through-thickness properties, failure modes, damage and delamination in 3D woven carbon fibre composites subjected to impact loading // *Compos. Sci. Technol.* — 2012. — Vol. 72, No. 1. — P. 397—411.

31. Brocks T., Cioffi M. O. H., and Voorwald H. J. C. Effect of fiber surface on flexural strength in carbon fabric reinforced epoxy composites // *Appl. Surf. Sci.* — 2013. — Vol. 274, No. 1. — P. 210—216.

32. Qazvini N. T. and Mohammadi N. Dynamic mechanical analysis of segmental relaxation in unsaturated polyester resin networks: Effect of styrene content // *Polymer (Guildf)*. — 2005. — Vol. 46, No. 1. — P. 9088—9096.

33. McKenna G. B. and Simon S. L. 50th anniversary perspective: Challenges in the dynamics and kinetics of glass-forming polymers // *Macromolecules*. — 2017. — Vol. 50, No. 1. — P. 6333—6361.

34. Angell C. A., Ngai K. L., McKenna G. B., McMillan P. F., and Martin S. W. Relaxation in glassforming liquids and amorphous solids // *J. Appl. Phys.* — 2000. — Vol. 88, No. 1. — P. 3113—3157.

35. Kunal K., Robertson C. G., Pawlus S., Hahn S. F., and Sokolov A. P. Role of chemical structure in fragility of polymers: A qualitative picture // *Macromolecules*. — 2008. — Vol. 41, No. 1. — P. 7232—7238.

36. Monticeli F. M., Shiino M. Y., Voorwald H. J. C., and Cioffi M. O. H. The synergy effect of carbon/glass/epoxy hybrid laminate in Mode I delamination: a physical microfracture analysis // *Eng. Fract. Mech.* — 2020. — Vol. 239, No. 1. — P. 107295.

37. Singh Y., Kumar D., and Kumar S. Thermo-mechanical correlations to erosion performance of chopped e-glass fibre reinforced epoxy resin composites with filler SiC // *J. Mater. Sci. Mater. Eng.* — 2016. — Vol. 3, No. 1. — P. 438—442.

38. Mandal S. and Alam S. Dynamic mechanical analysis and morphological studies of glass/bamboo fiber reinforced unsaturated polyester resin-based hybrid composites // *J. Appl. Polym. Sci.* — 2012. — Vol. 125, No. 1. — P. E382—E387.

39. Amaral L., Yao L., Alderliesten R., and Benedictus R. The relation between the strain energy release in fatigue and quasi-static crack growth // *Eng. Fract. Mech.* — 2015. — Vol. 145, No. 1. — P. 86—97.

40. Kubát J., Rigdahl M., and Welander M. Characterization of interfacial interactions in high density polyethylene filled with glass spheres using dynamic-mechanical analysis // *J. Appl. Polym. Sci.* — 1990. — Vol. 39, No. 1. — P. 1527—1539.

41. Valadez-Gonzalez A., Cervantes-Uc J. M., Olayo R., and Herrera-Franco P. J. Effect of fiber surface treatment on the fiber-matrix bond strength of natural fiber reinforced composites // *Composites: Part B*. — 1999. — Vol. 30, No. 1. — P. 309—320.

42. Bennett K. W. and Koh J. Dual coated optical fibers and methods for forming the same. — US9063268B2 United States patent 1-10, 2011.

43. Tabrizi I. E., Kefal A., Zanjani J. S. M., Akalin C., and Yildiz M. Experimental and numerical investigation on fracture behavior of glass/carbon fiber hybrid composites using acoustic emission method and refined zigzag theory // *Compos. Struct.* — 2019. — Vol. 223, No. 1. — P. 110971.

44. Wang T., Song B., Qiao K., Ding C., and Wang L. Influence of the hybrid ratio and stacking sequence on mechanical and damping properties of hybrid composites // *Polym. Compos.* — 2019. — Vol. 40, No. 1. — P. 2368—2380.

45. *Bonhomme J., Argüelles A., Viña J., and Viña I.* Fractography and failure mechanisms in static mode I and mode II delamination testing of unidirectional carbon reinforced composites // *Polym. Test.* — 2009. — Vol. 28, No. 1. — P. 612—617.

46. *Shiino M., Pelosi T., Cioffi M., and Donadon M.* The role of stitch yarn on the delamination resistance in non-crimp fabric: chemical and physical interpretation // *J. Mater. Eng. Perform.* — 2017. — Vol. 26, No. 1. — P. 978—986.

Поступила в редакцию 21.10.2020

Окончательный вариант поступил 13.07.2021

Received Oct. 21, 2020 (July 13, 2021)

---

*Л. Яануска\*, Х. Хейн*

*University of Tartu, Institute of Computer Science, Tartu, Estonia*

## **КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА РАССЛОЕНИЯ С ПОМОЩЬЮ ВЕЙВЛЕТОВ ХААРА И МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ<sup>1</sup>**

*L. Jaanuska\* and H. Hein*

### **DELAMINATION QUANTIFICATION BY HAAR WAVELETS AND MACHINE LEARNING**

**Keywords:** delamination, Haar wavelets, machine learning

The inverse problem on determining the location of a delamination and its severity in composite uniform beams is considered. It is shown that the problem can be solved in terms of delamination-induced changes in the natural frequencies or mode shapes. Delaminations are quantified by the artificial neural networks or random forests. The machine learning methods can predict the delamination status based on parameters of the natural frequency or the Haar wavelet transform coefficients derived from the first mode shape. Simulation studies showed that the combined approach of natural frequencies, Haar wavelets, and random forests produced accurate predictions. The results presented in this article can help one to understand the behavior of more complex structures under similar conditions.

**Ключевые слова:** расслоение, вейвлеты Хаара, обучение машинное

Рассмотрена обратная задача определения местоположения расслоения и его протяженности в композитных однородных балках. Показано, что задача может быть решена с точки зрения изменения собственных частот или формы колебаний, обусловленных расслоением. Расслоения количественно оценено с помощью искусственных нейронных сетей или алгоритма случайных лесов. Методы машинного обучения способны предска-

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [ljubov.jaanuska@ut.ee](mailto:ljubov.jaanuska@ut.ee)  
Corresponding author: [ljubov.jaanuska@ut.ee](mailto:ljubov.jaanuska@ut.ee)

<sup>1</sup>Перевод с англ.

зять состояние расслоения на основе параметров собственной частоты или коэффициентов вейвлет-преобразования Хаара, полученных из первой моды. Имитационные исследования показали, что комбинированный подход, использующий собственные частоты, вейвлеты Хаара и алгоритм случайных лесов, обеспечивает точные предсказания. Представленные результаты могут помочь понять поведение более сложных структур при аналогичных условиях.

## Введение

Слоистый композит — это материал, состоящий из двух или более слоев, соединенных адгезивом. В силу многослойности и взаимодействия слоев в композите внутренние усилия в слоях могут быть одно- или разнонаправленными, аксиальными или изменяющимися по толщине. Кроме того, слои могут быть изготовлены из одинакового материала, например, многослойного стекла или фанеры; на практике слои изготавливают из разных материалов, таких как листы стекла, помещенные между слоями пластика. По сравнению с однородными балками комбинирование разных материалов позволяет создать конструкционный элемент с большей жесткостью, усталостным сопротивлением, функциональными свойствами и износостойкостью. Благодаря своим превосходным свойствам слоистые композиты часто используют в механических, гражданских, морских, автомобильных и других конструкциях с высокими эксплуатационными характеристиками.

Несмотря на многие преимущества слоистых композитов, некоторые материалы, используемые для их изготовления, могут быть чувствительны к нагрузкам, деформациям, напряжениям, химической коррозии, старению, резке и сверлению. Внешние условия могут обусловить расслоение слоев, являющееся, вероятно, наиболее опасным дефектом в композитных материалах, поскольку может проявиться внезапно без какого-либо предварительного предупреждения и продолжать развиваться, разрушая конструкционный элемент. Конструкционный элемент с расслоениями может потерять до 60% своей жесткости, не демонстрируя видимых изменений [1].

Согласно [2] обычные неразрушающие методы, такие как ультразвуковой контроль и рентгенография, слишком дороги для широкого использования на практике. Поэтому промышленность фокусирует внимание на методах мониторинга состояния конструкции (МСК), достоинство которых — контроль целостности конструкций в режиме онлайн без их демонтажа. Некоторые приложения методов МСК описаны в [3, 4]. Настоящая работа посвящена методу МСК, основанному на колебаниях конструкции.

Одна из самых первых моделей вибрационного анализа композитных балок с расслоениями предложена в [5]: четыре балки Тимошенко соединили по кромкам расслоения для моделирования композитной балки

с одним расслоением по ширине. Расчетные значения частот каждый раз были меньше измеренных экспериментально. В [6] улучшили аналитическое решение, учтя взаимосвязь между изгибными и осевыми колебаниями расслоившихся субламинатов. Используя изотропную балку с расщеплениями и классическую модель балки, вычислили значения собственных частот, близкие к экспериментальным. Позже в [7] установили, что некоторые моды колебаний, вычисленные в [6], физически недопустимы в силу возможного перекрытия отслоившихся субламинатов. Во избежание этого несоответствия предположили, что балки, расположенные в области расслоения, остаются близкими во время колебательного движения. Эту модель назвали “моделью ограниченной моды” в отличие от “модели свободной моды”, предложенной в [6].

Расслоения и их влияние на вибрационное поведение композитных балок подробно исследовали методом конечных элементов (МКЭ) в [8—12]. Результаты показали, что собственные частоты уменьшаются с увеличением размера расслоения. Кроме того, собственные частоты композитных свободно опертых балок больше, чем консольных, в силу большей изгибной жесткости. Собственные частоты симметричных слоистых композитов больше, чем ортогонально армированных [10].

Обратную задачу идентификации состояния расслоения на основе конструкционного отклика нельзя решить напрямую: два расслоения одинаковой протяженности, но расположенные в двух разных местах конструкции, могут обусловить идентичные изменения в частотном диапазоне. В таком случае необходимы улучшенные методы подбора функций. Многие исследователи использовали искусственные нейронные сети (ИНС) или генетические алгоритмы (ГА) и сдвиг частот для обнаружения разных типов повреждения в балках. В [13] на первых четырех собственных частотах обучили нейронную сеть с прямым и обратным распространением (НСПОР), имевшую 4—10—1 нейрон в слоях. Обученная ИНС довольно точно (с ошибкой, близкой к нулю) предсказала размер безразмерного расслоения от 0,22 до 0,82, но недооценила расслоение размером менее 0,08. В [14] на первых 10 собственных частотах обучили НСПОР, имевшую 10—9—3 нейрона в слоях. Обученная ИНС смогла почти точно с небольшой ошибкой предсказать размер и форму расслоения в пластине, но не смогла точно локализовать его в продольном направлении. В [15] НСПОР обучили, используя первые пять мод колебаний, полученных в ходе модального испытания. Предсказанные значения осевого местоположения и размера расслоения имели максимальную ошибку 27 и 10% соответственно по сравнению с измеренными экспериментально. В [16] количественно оценили расслоения в композитных балках с помощью ГА, минимизировав функцию ошибок, выражающую расхождение между измеренными и теоретическими частотами. Продемонстрировали, что ГА способен предсказать местоположение и величину расслоения с высокой точностью. Однако по сравнению с ИНС обнаружение структурных повреждений посредством ГА требовало многократного поиска по многочис-



ленным параметрам повреждения для нахождения оптимального решения целевой функции (данные измерений) [17].

В большом количестве работ исследовано одиночное относительно большое расслоение в срединной плоскости конструктивных элементов. Решение обычно отыскивается в виде сдвига мод колебаний или собственных частот. Между тем, расчет или измерение множества собственных частот или мод колебаний — сложная и трудоемкая задача; изменения динамических характеристик конструкции, обусловленные конструкционным дефектом меньше одного процента от общего размера конструкционного элемента, незаметны [2, 3]. Недавно в [18] предложили модель прогрессирующего межслойного повреждения, разработанную в Северо-Западном университете, основанную на трапециевидном трехлинейном законе силы сцепления—отрыва. Предложенный подход позволяет более точно предсказать возникновение и распространение расслоений в слоистых композитах при нагружении по модам I и II, чем модель когезионной поверхности, встроенная в программное обеспечение ABAQUS.

Еще одна тенденция обнаружения и количественной оценки повреждений — метод на основе вейвлет-преобразования [3, 19, 20]. В [21] показали, что локальная сингулярность в сигнале временной последовательности может быть более четко выявлена, если сигнал разложен с помощью вейвлет-преобразования. Когда сигнал конструкционного вибрационного отклика во временной области разлагают на несколько подсигналов, изменения, соответствующие конструкционному повреждению в каждом подсигнале, могут заметно различаться, а некоторые из подсигналов могут обладать высокой чувствительностью к небольшим дефектам в конструкциях [3].

Среди множества дискретных, действительных и комплексных вейвлетов дискретные вейвлеты Хаара — простейшие с математической точки зрения. Они напоминают ступенчатую функцию. Вейвлеты Хаара имеют аналитическое решение и могут успешно аппроксимировать производные функций при решении дифференциальных уравнений [22—24], таких как уравнение движения для поперечных колебаний балок из слоистых композитов. В [25, 26] показали, что с помощью метода вейвлет Хаара высокого порядка можно вычислить с высокой точностью собственные частоты. Другие практические применения вейвлетов Хаара для локализации и оценки повреждений описаны в [27, 28].

В настоящей работе предложена новая технология для определения состояния расслоения. Расслоение произвольной длины, индуцированное в случайной точке однородной композитной балки, идентифицируется с использованием её модальных свойств (собственных частот и мод колебаний), вейвлетов Хаара и методов машинного обучения (нейронная сеть и алгоритм случайного леса). Новизна подхода заключается в вычислении собственных частот с использованием вейвлетов Хаара и разложения мод колебаний на коэффициенты вейвлет-преобразования Хаара. Подобно вектору признаков на основе коэффициентов вейвлетов Хаара методы

машинного обучения были и на первых восьми собственных частотах. Результаты разных методов машинного обучения сравнили друг с другом с целью выявления наиболее эффективного подхода. Подобных исследований в литературе не найдено.

## 1. Количественная оценка расслоений

Верификация предложенного метода для оценки состояния расслоения с помощью вейвлетов Хаара и методов машинного обучения была осуществлена на примере однородной консольной балки, изготовленной из эпоксидного углепластика Т300/934 с укладкой  $[0^\circ/90^\circ]_{2s}$ . Размеры балки  $127 \times 12,7 \times 1,016$  мм. Свойства материала для пластины следующие:  $E_{11} = 134$  ГПа,  $E_{22} = 10,3$  ГПа,  $G_{12} = 5$  ГПа,  $\nu_{12} = 0,33$ ,  $\rho = 1480$  кг/м<sup>3</sup>. В балке моделировали одиночное расслоение произвольной длины  $L_2$ , происходящее в произвольном местоположении  $L_1$  вдоль оси балки в произвольном слое  $H$  балки.

**1.1. Наборы данных.** Ключевая идея настоящего исследования заключается в том, чтобы установить взаимосвязь ввод—вывод между модальным откликом и состоянием расслоения с использованием машинного обучения с учителем. Искусственные нейронные сети (ИНС) и алгоритм случайного леса (АСЛ) требуют некоторого количества данных для обучения, проверки и тестирования. В настоящем исследовании случайным образом выбрали 1000 состояний расслоения (рис. 1). Местоположения расслоения  $L_1$  от левого торца балки варьировали от 0,001 до 0,111 м; значения протяженности расслоения  $L_2$  случайным образом задавали в диапазоне от 0,001 до 0,125 м. Поскольку консольная балка обладает вертикальной симметрией, анализировали только половину ее слоев.

Модальный отклик (первые восемь параметров собственной частоты) для каждого состояния расслоения вычислили численно с использованием

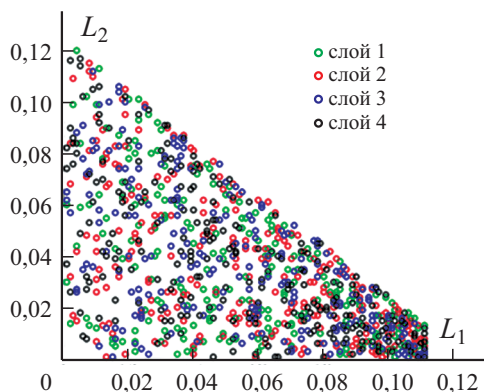


Рис. 1. Свойства случайно генерируемого расслоения:  $L_1$  — местоположение расслоения от левого торца балки;  $L_2$  — длина расслоения.

Значения основной частоты (Гц) композитной консольной балки

Длина расслоения, мм	Настоящая работа	[30]	[31]	[32]
0,0	82,02	81,88	82,04	81,86
25,42	79,93	80,47	80,13	81,84
50,8	74,36	75,36	75,29	76,81
76,2	65,07	66,14	66,94	67,64
101,6	54,75	55,67	57,24	56,95

процедуры, описанной в [29]. Расчетные значения первой собственной частоты (СЧ) сравнили с имеющимися в литературе (табл. 1). Рассчитанные значения СЧ хорошо согласуются с экспериментальными [30] и рассчитанными с помощью МКЭ [31, 32].

Коэффициенты вейвлет-преобразования Хаара (КВПХ) для каждого состояния расслоения рассчитали согласно процедуре, описанной в [33]. КВПХ были рассчитаны для наиболее информативной первой моды колебаний [34]. Расчет набора данных на основе КВПХ более 12 раз быстрее расчета набора данных на основе СЧ.

Кроме того, с учетом результатов, опубликованных в [33], получили дополнительный набор данных. Вектор признаков третьего набора данных содержал первую СЧ и 16 КВПХ.

Затем выполнили корреляционный анализ (рис. 2) и установили, что значения СЧ тесно коррелировали ( $R > |0,7|$ ) с протяженностью расслоения. Значения СЧ и КВПХ имели умеренную корреляцию ( $R > |0,4|$ ) с осевым местоположением расслоения. Наблюдали слабую корреляцию между значениями СЧ или КВПХ и слоем расслоения.

Прежде чем перейти к методам машинного обучения, все значения в наборах данных масштабировали от нуля до единицы. Сравнение разных предсказывающих регрессионных моделей (протяженность расслоения и его осевое местоположение) основано на величинах среднеквадратической ошибки (MSE) и коэффициенте детерминации  $R^2$ . Первый фактор характеризует величину ошибки (в идеале равную 0,0), а второй — способность модели предсказать состояние расслоения на основе выбранных признаков (в идеале равную 1,0). Сравнение предсказывающей классификации моделей (слой балки) основано на отношении между правильными классификациями (RCC) (в идеале равном 1,0) и  $F$ -оценкой (в идеале равной 1,0).

**1.2. Нейронная сеть с прямой связью и обратным распространением.** Исследования архитектуры ИНС и обучающих функций показали, что наиболее точные предсказания количественной оценки повреждений можно получить, используя ИНС с 10 скрытыми нейронами и байесовский метод машинного обучения [34, 35]. Постепенное увеличение количества скрытых нейронов от 10 до 150 с шагом 10 нейронов снижало точность

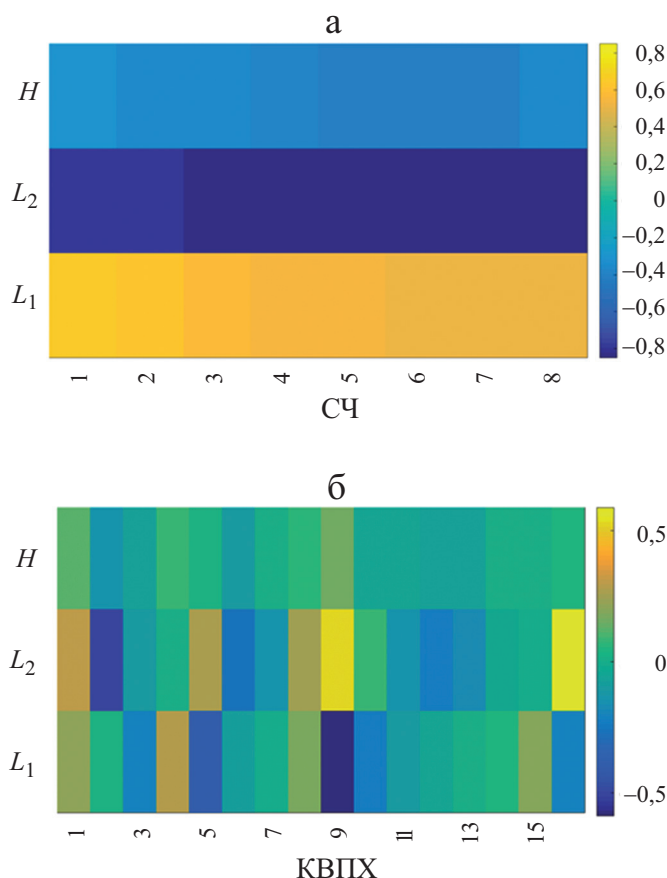


Рис. 2. Корреляция между состоянием расслоения и СЧ (а) и КВПХ (б).

предсказаний (это наблюдение согласуется с данными [13, 14, 35, 36]). Ни один из градиентных алгоритмов обучения (таких как градиентный спуск с адаптивной скоростью или импульсом обучения, сопряженный градиент с модификациями Флетчера—Ривза, или Пауэлла—Била, или Полака—Рибьера) не продемонстрировал точного предсказания количественной оценки повреждения.

В настоящем исследовании консольной балки с расслоением, изготовленной из эпоксидного углепластика, задачу сформулировали несколько иначе. В частности, построили цепочку из трех независимых ИНС. Каждая ИНС предсказывала в данный момент времени только один параметр: протяженность расслоения, осевое местоположение или слой с расслоением. Нейронная сеть прямого распространения с одним скрытым слоем и обратным распространением имела 10 нейронов в скрытом слое. Дифференцируемая передаточная функция в скрытом слое представляла собой симметричный сигмоид Эллиота (elliotsig). В выходном слое использовали линейную передаточную функцию (purelin); положительная линейная передаточная функция (poslin) в выходном слое не обеспечила ожидаемых

Табл. 2

5-кратная перекрестная проверка для предсказания осевого местоположения расслоения  $L_1$ , его протяженности  $L_2$  и слоя с расслоением  $H$  с использованием разных наборов данных и ИНС

Параметр	Набор данных		
	1	2	3
$L_1$	MSE = <b>0,0023</b> R <sup>2</sup> = <b>0,9733</b>	MSE = 0,0051 R <sup>2</sup> = 0,9387	MSE = 0,0027 R <sup>2</sup> = 0,9676
$L_2$	MSE = <b>0,0025</b> R <sup>2</sup> = <b>0,9514</b>	MSE = 0,0056 R <sup>2</sup> = 0,8928	MSE = 0,0040 R <sup>2</sup> = 0,9245
$H$	RCC = <b>0,4890</b> F-оценка = <b>0,4948</b>	RCC = 0,3530 F-оценка = 0,3521	RCC = 0,4060 F-оценка = 0,4055

результатов. Обучение ИНС останавливали, достигнув приемлемого уровня ошибки (MSE =  $10^{-4}$ ), превысив 5000 итераций или выполнив шесть проверок валидации. Все расчеты провели с использованием MATLAB 2020a и MacBook Pro Dual-Core Intel i5 2,5 ГГц с 8 ГБ памяти.

Прежде всего выполнили 5-кратную перекрестную проверку с использованием 850 записей (150 записей отложили для независимого тестирования). Согласно полученным результатам (табл. 2) наиболее чувствителен к состоянию повреждения набор данных на основе СЧ; набор данных на основе КВПХ продемонстрировал наихудшие результаты. Третий вычислительно эффективный набор данных (содержавший первую СЧ и 16 КВПХ) продемонстрировал компромиссные результаты вычислений.

Важно отметить, что протяженность расслоения и его местоположение от левого торца консольной балки было легче предсказать, чем слоя с расслоением (см. табл. 2). Это можно объяснить тем фактом, что один вектор признаков на основе СЧ или КВПХ может соответствовать разным слоям. Для повышения точности предсказания слоя с расслоением  $H$  сделали следующее предположение: после предсказания протяженности расслоения ( $H_{L2}$ ) или его осевого местоположения ( $H_{L1}$ ) эту информацию также можно использовать в векторе признаков. После нескольких манипуляций с данными обнаружили (табл. 3), что добавление информации о

Табл. 3

MSE 5-кратной перекрестной проверки для предсказания слоя с расслоением  $H$  с использованием разных наборов данных и ИНС

Параметр	Набор данных		
	1	2	3
$H_{L1}$	RCC = 0,5120 F-оценка = 0,5118	RCC = 0,4110 F-оценка = 0,4151	RCC = 0,4520 F-оценка = 0,4559
$H_{L2}$	RCC = <b>0,8150</b> F-оценка = <b>0,8151</b>	RCC = 0,3760 F-оценка = 0,3778	RCC = 0,4590 F-оценка = 0,4570

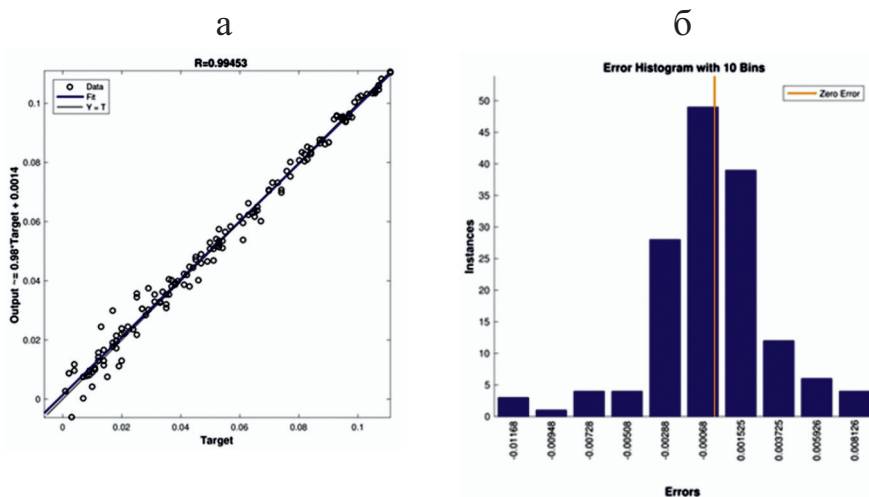


Рис. 3. Предсказываемые и фактические значения осевого местоположения расслоения (ИНС): корреляция (а) и распределение ошибок (б).

протяженности расслоения к информации о первых восьми СЧ значительно повысило точность предсказания слоя с расслоением. Предположение о повышении точности предсказания слоя с расслоением за счет добавления информации об осевом местоположении расслоения оказалось ошибочным.

По результатам вычислений (см. табл. 2 и 3) построили цепочку из трех ИНС, которую исследовали на независимом тестовом наборе из 150 записей:

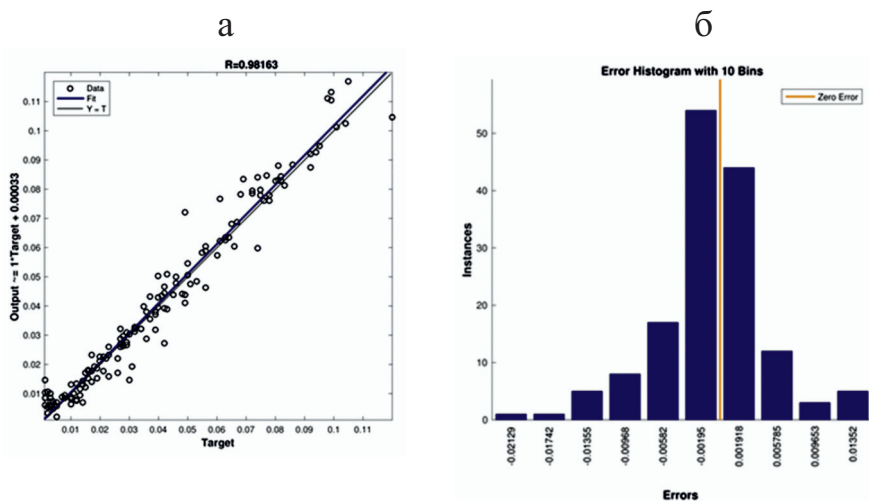


Рис. 4. Предсказываемые и фактические значения протяженности расслоения (ИНС): корреляция (а) и распределение ошибок (б).

**Confusion Matrix**

Output Class	1	40 26.7%	5 3.3%	0 0.0%	0 0.0%	88.9% 11.1%
	2	3 2.0%	30 20.0%	0 0.0%	1 0.7%	88.2% 11.8%
	3	1 0.7%	2 1.3%	26 17.3%	7 4.7%	72.2% 27.8%
	4	0 0.0%	0 0.0%	4 2.7%	31 20.7%	88.6% 11.4%
		90.9% 9.1%	81.1% 18.9%	86.7% 13.3%	79.5% 20.5%	84.7% 15.3%
		Target Class				

Рис. 5. Матрица несоответствий предсказываемых и фактических слоев с расслоением (ИНС).

- осевое местоположение и протяженность расслоения спрогнозировали с помощью двух ИНС, снабженных записями из набора данных 3 (выбор мотивирован меньшим временем вычисления: несмотря на немного лучшие результаты при использовании набора данных 1, расчет на основе КВПХ был значительно быстрее, чем на основе первых восьми СЧ);
- слой с расслоением предсказала ИНС, обученная на наборе данных 1, дополненная информацией о протяженности расслоения.

Гистограммы ошибок и корреляция фактических и предсказываемых значений расслоения представлены на рис. 3 и 4; матрица несоответствий задачи классификации приведена на рис. 5. Для ясности и наглядности характеристики расслоения показаны в немасштабированном формате. Значения коэффициента корреляции  $R$  равны 0,09945 (предсказание осевого местоположения расслоения) и 0,9816 (предсказание протяженности расслоения). Абсолютная ошибка осевой локализации расслоения меньше 0,012 во всех 150 случаях тестирования, а абсолютная ошибка количественной оценки протяженности расслоения меньше 0,014 в 148 случаях. В 127 случаях (84,7%) слой с расслоением предсказан правильно, а 23 случая (15,3%) — неправильно (при этом предсказано наличие расслоения в соседнем слое).

**1.3. Алгоритм случайного леса.** По сравнению с ИНС алгоритм случайного леса (АСЛ) легче настроить в силу меньшего количества гиперпараметров. Кроме того, АСЛ устойчив к выбросам данных и шуму, поскольку сильно коррелированные переменные играют почти эквивалентные роли. Эти свойства особенно привлекательны для рассматриваемой задачи количественной оценки повреждения.

Табл. 4

MSE 5-кратной перекрестной проверки для предсказания осевого местоположения расслоения  $L_1$ , его протяженности  $L_2$  и слоя с расслоением  $H$  с использованием разных наборов данных и АСЛ

Параметр	Набор данных		
	1	2	3
$L_1$	MSE = 0,0011 R <sup>2</sup> = 0,9862 $p = 5, n = 25$	MSE = 0,0008 R <sup>2</sup> = 0,9900 $p = 8, n = 25$	MSE = <b>0,0006</b> R <sup>2</sup> = <b>0,9920</b> $p = 9, n = 75$
$L_2$	MSE = 0,0029 R <sup>2</sup> = 0,9429 $p = 5, n = 25$	MSE = 0,0028 R <sup>2</sup> = 0,9480 $p = 16, n = 25$	MSE = <b>0,0015</b> R <sup>2</sup> = <b>0,9708</b> $p = 17, n = 50$
$H$	RCC = <b>0,5080</b> F-оценка = <b>0,5094</b> $p = 8, n = 150$	RCC = 0,4420 F-оценка = 0,4459 $p = 8, n = 500$	RCC = 0,4530 F-оценка = 0,4574 $p = 9, n = 300$

Моделирование, описанное в подразделе 1.2, исследовали с использованием следующих конфигураций АСЛ:

- количество  $p$  предикторов без замены установили равным 1/6, 1/2 и 2/3 от предикторов в шаблоне или общего количества;
- количество  $n$  деревьев выбирали равным 25, 50, 75, 100, 150, 300, 500, 750 и 1000.

Наиболее многообещающие результаты приведены в табл. 4. В целом, точность предсказания АСЛ выше, чем ИНС. Набор данных, основанный на первой СЧ и 16 КВПХ, дал наиболее точные предсказания протяженности расслоения и его осевого местоположения. При идентификации слоев с расслоением наиболее информативным был набор данных, основанный на СЧ.

Подтверждена справедливость предположения о повышении точности предсказания слоев с расслоением за счет добавления информации о протяженности расслоения или его осевого местоположении (табл. 5).

Используя результаты табл. 4 и 5, построили цепочку из трех АСЛ, которую исследовали на независимом тестовом наборе из 150 записей:

Табл. 5

MSE 5-кратной перекрестной проверки для предсказания слоя с расслоением с использованием разных наборов данных и ИНС

Параметр	Набор данных		
	1	2	3
$H_{L1}$	RCC = 0,4750 F-оценка = 0,4779	RCC = 0,4200 F-оценка = 0,4209	RCC = 0,4350 F-оценка = 0,4359
$H_{L2}$	RCC = <b>0,5780</b> F-оценка = <b>0,5861</b>	RCC = 0,4340 F-оценка = 0,4325	RCC = 0,4580 F-оценка = 0,4593



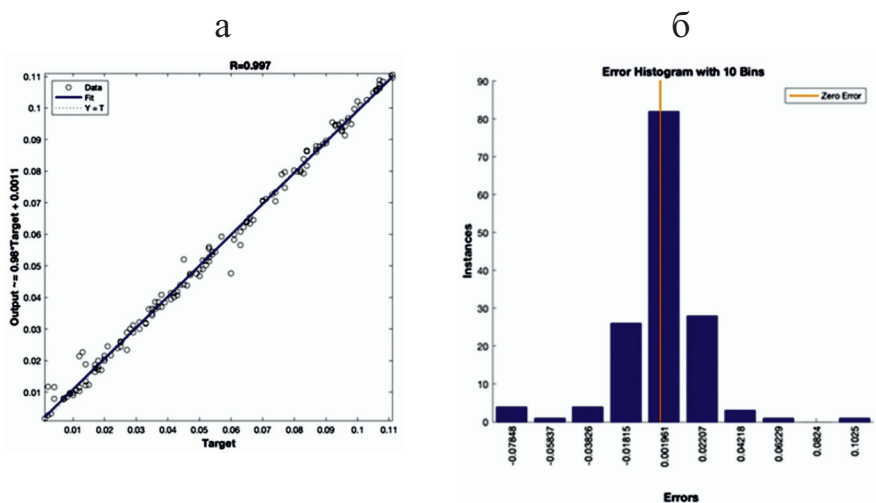


Рис. 6. Предсказываемые и фактические значения осевого местоположения расслоения (АСЛ): корреляция (а) и распределение ошибок (б).

- осевое местоположение и протяженность расслоения предсказаны АСЛ с помощью записей из набора данных 3;
- слой с расслоением предсказан АСЛ, обученным на наборе данных 1, дополненным информацией о протяженности расслоения.

Гистограммы ошибок и корреляции между фактическими и предсказываемыми значениями состояния расслоения представлены на рис. 6 и 7, а матрица несоответствия классификации слоев с расслоением — на рис. 8. Значения коэффициента корреляции  $R$  равны 0,9970 (для предсказания

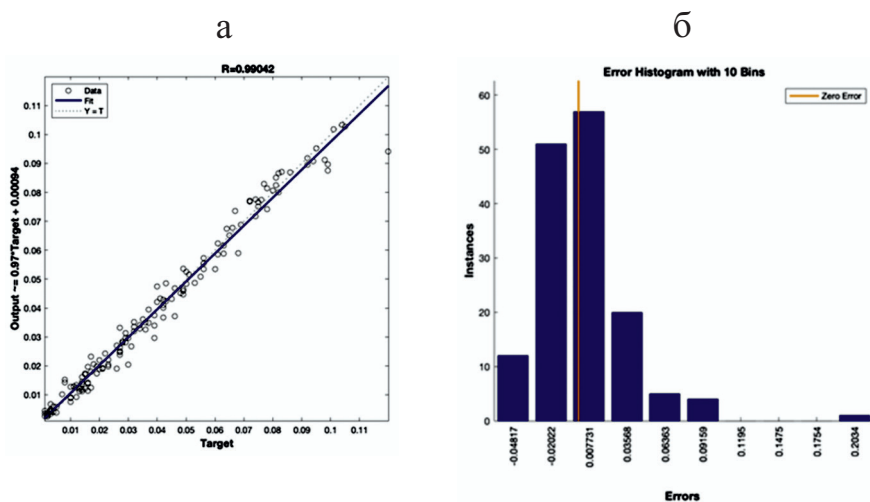


Рис. 7. Предсказываемые и фактические значения протяженности расслоения (АСЛ): корреляция (а) и распределение ошибок (б).

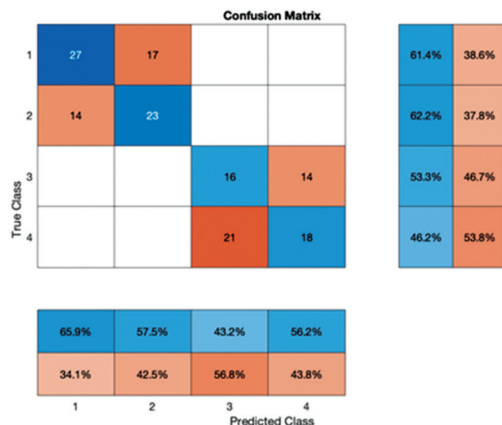


Рис. 8. Матрица несоответствий предсказанных и фактических слоев с расслоением (АСЛ).

осевого местоположения расслоения; см. рис. 6—*a*) и 0,9904 (для предсказания протяженности расслоения; см. рис. 7—*a*). Абсолютная ошибка осевой локализации местоположения расслоения была менее 0,07 в 149 случаях тестирования, а абсолютная ошибка количественной оценки протяженности расслоения — менее 0,09 в 149 случаях. В 84 случаях (56%) слои с расслоением предсказаны правильно, а 66 случаев (44%) — неправильно (аналогично результатам ИНС предсказано наличие расслоения в соседнем слое).

## 2. Обсуждение и заключение

Расслоение — это внутренний дефект, не видимый снаружи. Тем не менее, наличие расслоения в слоистых композитах уменьшает их жесткость, прочность и собственные частоты. Поэтому разработка эффективных методов своевременного выявления расслоений — актуальная задача.

В настоящей работе композитную консольную балку Эйлера—Бернулли рассматривали на предмет состояния её расслоения. По сравнению с предыдущими исследованиями, методы вейвлет-преобразования Хаара и машинного обучения распространили на более сложную обратную задачу — оценку местоположения расслоения (осевое и послойное) и его протяженности. Результаты 5-кратной перекрестной проверки показали, что локализация осевого местоположения расслоения и его протяженность предсказаны более точно, когда вектор признаков содержал как первую СЧ, так и 16 КВПХ. Слой с расслоением идентифицировали более точно, когда вектор признаков содержал информацию о первых восьми СЧ. Идентификацию слоя с расслоением можно было улучшить, когда вектор признаков содержал значение протяженности расслоения.

Сравнение характеристик, предсказанных ИНС и АСЛ, показало, что АСЛ может быть более предпочтительным для задач регрессии, а ИНС — более полезной для задачи классификации.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Patil R. A. and Kavade M. V.* Delamination detection in composite sandwich beam: experimental study // *J. Adv. Sci. Technol.* — 2017. — Vol. 13, No. 1. — P. 199—204.
2. *Yang Z., Wang L., Wang H., et al.* Damage detection in composite structures using vibration response under stochastic excitation // *J. Sound Vibration.* — 2009. — Vol. 325, No. 45. — P. 755—768.
3. *Yam L. H., Yan Y. J., and Jiang J. S.* Vibration-based damage detection for composite structures using wavelet transform and neural network identification // *Compos. Struct.* — 2003. — Vol. 60, No. 4. — P. 403—412.
4. *Tuck A. and Kekoc V.* KC—30A structural health monitoring system verification and validation; MRH 90 HUMS // *AIAC14 Fourteenth Australian Int. Aerospace Congress*, 2011. — P. 3—18.
5. *Ramkumar R. L., Kulkarni S. V., and Pipes B.* Free vibration frequencies of a delaminated beam // *34th Annual Tech. Conf. Proc.*, 1979. — P. 1—5.
6. *Wang J. T. S., Liu Y., and Gibby J. A.* Vibration of split beams // *J. Sound Vibration.* — 1982. — Vol. 84. — P. 491—502.
7. *Mujumdar P. and Suryanarayan S.* Flexural vibration of beams with delaminations // *J. Sound Vibration.* — 1988. — Vol. 125. — P. 441—461.
8. *Nagashima T. and Suemasu H.* X-FEM analyses of a thin-walled composite shell structure with a delamination // *Comput. Struct.* — 2010. — Vol. 88. — P. 549—557.
9. *Kumar S. K., Ganguli R., and Harursampath D.* Partial delamination modeling in composite beams using a finite element method // *Finite Elements in Analysis and Design.* — 2013. — Vol. 76. — P. 1—12.
10. *Gowda C., Rajanna N., and Udupa N. G. S.* Investigating the effects of delamination location and size on the vibration behaviour of laminated composite beams // *Mater. Today.* — 2017. — Vol. 4. — P. 10944—10951.
11. *Yin D. Y., Zhu C. F., Chen X. C., et al.* Finite-element analysis and an experimental study into the water jet reaming process of carbon—carbon composites // *Mech. Compos. Mater.* — 2021. — Vol. 57, No. 2. — P. 257—268.
12. *Pupurs A., Loukil M., and Varna J.* Bending stiffness of damaged cross-ply laminates // *Mech. Compos. Mater.* — 2021. — Vol. 57, No. 1. — P. 31—46.
13. *Okafor A., Chandrashekhara K., and Jiang Y. P.* Delamination prediction in composite beams with built-in piezo-electric devices using modal analysis and neural network // *Smart Mater. Struct.* — 1999. — Vol. 5. — P. 338.
14. *Chakraborty D.* Artificial neural network based delamination prediction in laminated composites // *Mater. Des.* — 2005. — Vol. 26. — P. 1—7.
15. *Adams P.* Damage detection in composite structures using piezoelectric materials (and neural net) // *Smart Mater. Struct.* — 1994. — Vol. 3. — P. 318—328.
16. *Krawczuk M. and Ostachowicz W.* Identification of delamination in composite beams by genetic algorithm // *Sci. Eng. Compos. Mater.* — 2002. — Vol. 10. — P. 147—155.
17. *Nag A., Mahapatra D., and Gopalakrishnan S.* Identification of delamination in composite beams using spectral estimation and a genetic algorithm // *Smart Mater. Struct.* — 2002. — Vol. 11. — P. 899.

18. Wang Z. Z., Zhao J., Ma X., et al. Numerical simulation of progressive delamination in composite laminates under mode I and mode II loadings // *Mech. Compos. Mater.* — 2021. — Vol. 56, No. 6. — P. 735—746.
19. Rucka M. and Wilde K. Application of continuous wavelet transform in vibration based damage detection method for beams and plates // *J. Sound Vibration.* — 2006. — Vol. 297, No. 35. — P. 536—550.
20. Zheng S., Li Z., and Wang H. Research on delamination monitoring for composite structures based on HHGAWNN // *Appl. Soft Computing.* — 2009. — Vol. 9, No. 3. — P. 918—923.
21. Chui C. *Wavelets: a Mathematical Tool for Signal Analysis.* — Society for Industrial and Applied Mathematics, USA, 1997.
22. Chen C. K. and Hsiao C. H. Haar wavelet method for solving lumped and distributed-parameter systems // *Control Theory and Applications.* — 1997. — Vol. 144, No. 1. — P. 87—94.
23. Hsiao C. H. and Wang W. J. State analysis of time-varying singular nonlinear systems via Haar wavelets // *Math. Comput. Simulation.* — 1999. — Vol. 51, No. 12. — P. 91—100.
24. Lepik Ü. Numerical solution of differential equations using Haar wavelets // *Math. Comput. Simulation.* — 2005. — Vol. 68, No. 2. — P. 127—143.
25. Ratas M., Salupere A., and Majak J. Solving nonlinear PDEs using the higher order Haar wavelet method on nonuniform and adaptive grids // *Math. Modelling Analysis.* — 2021. — Vol. 1, No. 26. — P. 147—169.
26. Sorrenti M., Di Sciuva M., Majak J., and Auriemma F. Static response and buckling loads of multilayered composite beams using the refined Zigzag theory and higher-order Haar wavelet method // *Mech. Compos. Mater.* — 2021. — Vol. 57, No. 1. — P. 1—18.
27. Chun Z. and Zheng Z. Three-dimensional analysis of functionally graded plate based on the Haar wavelet method // *Acta Mechanica Solida Sinica.* — 2007. — Vol. 20, No. 2. — P. 95—102.
28. Shvartsman B. and Majak J. Numerical method for stability analysis of functionally graded beams on elastic foundation // *Appl. Math. Modelling.* — 2016. — Vol. 40, No. 5. — P. 3713—3719.
29. Cao M., Ye L., Zhou L., et al. Sensitivity of fundamental mode shape and static deflection for damage identification in cantilever beams // *Mech. Systems Signal Processing.* — 2011. — Vol. 25. — P. 630—643.
30. Shu D. and Della C. N. Free vibration analysis of composite beams with two non-overlapping delaminations // *Int. J. Mech. Sci.* — 2004. — Vol. 46, No. 4. — P. 509—526.
31. Shen M.-H. H. and Pierre C. Natural modes of Bernoulli—Euler beams with symmetric cracks // *J. Sound and Vibration.* — 1990. — Vol. 138, No. 1. — P. 115—134.
32. Luo H. and Hanagud S. Dynamics of delaminated beams // *Int. J. Solids Struct.* — 2000. — Vol. 37. — P. 1501—1519.
33. Hein H. and Feklistova L. Free vibrations of non-uniform and axially functionally graded beams using Haar wavelets // *Eng. Struct.* — 2011. — Vol. 33, No. 12. — P. 3696—3701.
34. Hein H. and Feklistova L. Computationally efficient delamination detection in composite beams using Haar wavelets // *Mech. Systems Signal Processing.* — 2011. — Vol. 25, No. 6. — P. 2257—2270.

35. *Feklistova L. and Hein H.* Delamination identification using machine learning methods and Haar wavelets // *Comput. Assisted Methods Eng. Sci.* — 2012. — Vol. 19, No. 4. — P. 351—360.

36. *Mustafidah H., Hartati S., and Harjoko A.* Selection of most appropriate backpropagation training algorithm in data pattern recognition // *Int. J. Computer Trends Technol.* — 2014. — Vol. 14. — P. 92— 95.

Поступила в редакцию 07.05.2021

Окончательный вариант поступил 15.06.2021

Received May 7, 2021 (June 15, 2021)

---

*Е. А. М. Хассан<sup>а,б,в</sup>, А. Е. А. Эль-Абид<sup>а</sup>, Е. О. Башир<sup>а</sup>, Т. Х. Х. Элагиб<sup>а</sup>*

*<sup>а</sup>Faculty of Engineering and Technology, University of Gezira, Sudan*

*<sup>б</sup>State Key Laboratory for Modification of Chemical Fibers and Polymer Materials, Donghua University, Shanghai, China*

*<sup>в</sup>Key Laboratory of Shanghai City for Lightweight Composites, Center for Civil Aviation Composites, Donghua University, Shanghai, China*

## **ВЛИЯНИЕ МОДИФИКАЦИИ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛИАМИДНЫХ КОМПОЗИТОВ ДЛЯ АВТОМОБИЛЬНЫХ ПРИМЕНЕНИЙ<sup>1</sup>**

*E. A. M. Hassan, A. E. A. Elabid, E. O. Bashier, and T. H. H. Elagib*

### **THE EFFECT OF CARBON FIBERS MODIFICATION ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF POLYAMIDE COMPOSITES FOR AUTOMOBILE APPLICATIONS**

**Keywords:** carbon fibers, polyamide, interfacial layer, fiber-matrix adhesion

Carbon fiber (CF)/ polyamide (PA6) composites are one of the most promising thermoplastic materials for automobile applications. However, the interfacial adhesions between the CFs and the PA6 matrix are relatively weak, and therefore the mechanical performance of these composites, if prepared without a surface modification of CFs, are rather poor. In this study, an efficient method to improve the fiber-matrix interfacial of CF/PA6 composites based on modifications of CFs by introducing interfacial layers of PA6 is developed. In this method, the CFs are activated at 400°C in nitrogen for 4h to remove the sizing agents coated on their surface, and then they are immersed in the formic acid solution of PA6. Changes in the chemical composition, surface morphology, and mechanical properties of modified CF and its composite were investigated. Because of strong hydrogen bond between activated CFs and PA6, the tensile strength, flexural strength, impact strength, and interlaminar shear strength (ILSS) of modified CF/PA6 increased by 24.75, 33.25, 38, and 72%, respectively.

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [elwathig2009@yahoo.com](mailto:elwathig2009@yahoo.com)  
Corresponding author: [elwathig2009@yahoo.com](mailto:elwathig2009@yahoo.com)

<sup>1</sup>Перевод с англ. яз.

**Ключевые слова:** волокна углеродные, полиамид, слой межфазный, адгезия волокно—матрица

Разработан эффективный метод улучшения межповерхностного сцепления углеродных волокон (CF) с полиамидной матрицей (РА6) на основе модификации волокон путем введения межфазных слоев из РА6. Углеродные волокна в течение 4 ч активировали в атмосфере азота при 400 °С для удаления аппрета, покрывающего их поверхность, а затем погружали в раствор муравьиной кислоты РА6. Исследовали изменения химического состава, морфологии поверхности и механических свойств модифицированных углеродных волокон и композитов на их основе. В силу сильной водородной связи между активированными углеродными волокнами и матрицей РА6 значения прочности при растяжении, изгибе, ударе и межслойном сдвиге модифицированного композита увеличились на 24,75, 33,25, 38 и 72% соответственно.

## Введение

Композитные материалы из полиамида (РА6), армированного углеродными волокнами (CF), широко используют в качестве конструкционных материалов в автомобильной и авиакосмической промышленности в силу их превосходной химической стойкости, исключительных механических свойств, отличной термостойкости и коррозионной стойкости [1—4]. Полиамид РА6, как один из наиболее перспективных полимерных пластиков, широко известен благодаря высокой прочности, износостойкости, вязкости разрушения, отличной коррозионной стойкости, гибкости и хорошим самосмазывающимся свойствам [5—7]. Однако недостаток полиамидных углепластиков связан с плохой адгезией углеродных волокон с матрицей РА6, обусловленной инертной природой углеродных волокон [8, 9]. Кроме того, в настоящее время при изготовлении термореактивных углепластиков, не предназначенных для высокотемпературной обработки, используют углеродные волокна с аппретом в качестве модификатора поверхности, обладающим плохой термостойкостью и легко разлагающимся при высокотемпературной обработке [10, 11]. Предложены разные методы модификации поверхности углеродных волокон для достижения лучшей межповерхностной адгезии. Среди них — использование аппретов, состоящих из связующих агентов разного типа [12]. После поверхностной обработки углеродных волокон на них наносят тонкий слой полимера, не только защищающий их поверхность, но и улучшающий смачиваемость смолы матрицы [13]. Обработка волокон разными силановыми связующими агентами способна повысить межповерхностную прочность волокнисто-армированных пластиков, но содержание функциональных групп на поверхности углеродных волокон остается недостаточным и приводит

к недостаточному улучшению механических свойств [14, 15]. Поэтому необходимо разработать новые аппреты, обладающие хорошей совместимостью с матрицей и выдерживающие высокие температуры. Настоящее исследование направлено на улучшение поверхности раздела углеродное волокно—полиамидная матрица и механических свойств полиамидных углепластиков путем нанесения полиамида РА6 с низкой вязкостью на поверхность углеродных волокон. Низкая вязкость полиамида РА6 способствует его проникновению в микроканавки на поверхности углеродного волокна. Установлено, что на поверхности углеродных волокон имеется определенное количество активных групп, таких как фенольные гидроксильные группы, обладающие высокой степенью реакционной способности. Амидные группы в молекуле РА6 могут создавать эффекты водородной связи с гидроксильными и карбоксильными группами на поверхности углеродных волокон, тем самым улучшая прочность при межповерхностном сдвиге полиамидных углепластиков.

## 1. Материалы и методы

**1.1. Материалы.** Ткани из углеродных волокон 3К-Т300 с полотняным переплетением (плотность  $1,76 \text{ г/см}^3$ , 93% углерода) поставлены компанией Jiangsu Yixing Carbon Fiber Fabric Weaving Co., Ltd; полиамид РА6 (пленочного класса) поставлен компанией Huayi Plastic Products Shenzhen Co., Ltd (плотность  $1,18 \text{ г/см}^3$ , молекулярный вес  $124\,000 \text{ г/моль}$ ); ацетон ( $\geq 99,5\%$ ) поставлен компанией Shanghai Yunli Economic and Trading Co., Ltd; муравьиная кислота ( $\geq 98\%$ ) предоставлена компанией Sinopharm Chemical Reagent Co., Ltd; азот высокой чистоты получен от компании Shanghai Chenggong Gas Industry Co., Ltd.

**1.2. Модифицирование углеродных волокон.** Сначала коммерческие углеродные волокна обрабатывали в течение 1 ч в атмосфере воздуха при  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  и 4 ч в атмосфере азота ( $\text{N}_2$ ) при температуре  $T = 400 \text{ }^\circ\text{C}$  для удаления поверхностного аппрета и загрязняющих веществ. После высокотемпературной обработки материал поместили в эксикатор (безводный хлорид кальция) для дальнейшего использования. Необработанные и обработанные (в воздухе и азоте) углеродные волокна обозначили как un-CF, air-CF и  $\text{N}_2$ -CF соответственно. Обработанные углеродные волокна погрузили на 24 ч в раствор РА6 (98%-й раствор муравьиной кислоты, 2,0% по массе), а затем очистили методом экстракции для удаления непрореагировавшего РА6 и сушили в вакуумной печи при  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 24 ч (рис. 1). Образцы обозначили как РА6-un-CF, РА6-air-CF и РА6- $\text{N}_2$ -CF. Ожидали, что амидные группы молекулы РА6 будут образовывать водородную связь с гидроксильными и карбоксильными группами на поверхности углеродных волокон, тем самым улучшая межповерхностную адгезию углеродных волокон и полиамида РА6.



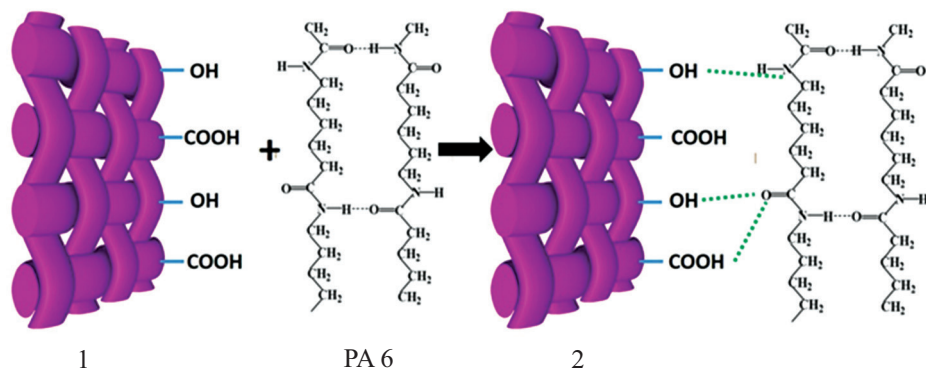


Рис. 1. Схема процедур модификации углеродных волокон с помощью ПА6: 1 и 2 — ткань из углеродных волокон с удаленным аппретом и нанесенным покрытием ПА6.

**1.3. Изготовление композитов CF/ПА6.** Перед изготовлением композитов пленку ПА6 обрабатывали этанолом для удаления масла и пятен и сушили в течение 12 ч в печи при температуре 70 °С. Слоистые углепластики изготовили, уложив между слоями ткани из углеродных волокон слой пленки ПА6 (схема укладки показана на рис. 2—а), методом горячего прессования при  $T = 240\text{—}260$  °С и давлении 1—4 МПа в течение 30 мин. После изготовления слоистые углепластики постепенно охладили ниже температуры стеклования  $T_g$  смолы ПА6 и извлекли из пресс-формы. Таким образом, изготовили композитный материал CF/ПА6 с объемным содержанием углеродных волокон  $V_f \approx 40\%$ .

## 2. Определение характеристик

Химический состав модифицированной поверхности углеродных волокон анализировали с помощью установки ESCALAB 250 (США) для рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (XPS). Для определения прочности при растяжении по стандарту ASTM D3039 использовали универсальную испытательную машину Instron (TA Instruments, США). Размеры образца для испытания на растяжение 180×10×2 мм; скорость нагружения 2 мм/мин (схема испытания на растяжение показана на рис. 2—б). Испытания на изгиб провели по стандарту ASTM D7264. Отношение длины пролета к высоте образца  $l/h = 32:1$ ; размер образца для испытания на изгиб 78×13×2 мм (см. рис. 2—в). Прочность композитов при межслойном сдвиге  $\sigma_{ILSS}$  определяли на универсальной испытательной машине Instron (TA Instruments, США) по стандарту ASTM D2344 методом испытания короткой балки на трехточечный изгиб (см. рис. 2—з). Отношение длины пролета к толщине образца  $l/h = 4:1$ ; размеры образца 18×6×2 мм;

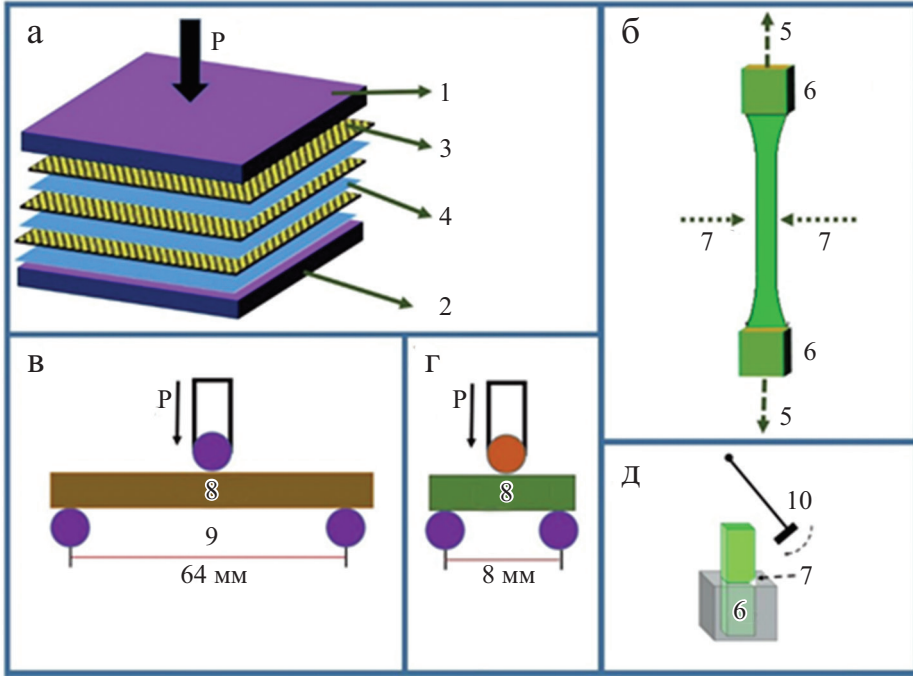


Рис. 2. Схемы укладки преформы для формирования под давлением (а) и испытаний на растяжение (б), изгиб (в), межслойный сдвиг (г), удар (д): 1, 2 — верхняя и нижняя плита соответственно; 3 — слой ткани из углеродных волокон; 4 — слой пленки PA6; 5 — растяжение; 6 — захват; 7 — разрушение; 8 — образец; 9 — пролет; 10 — маятник.

скорость нагружения 1,0 мм/мин. Для испытаний на удар по образцу в виде консольной балки с надрезом использовали маятниковую установку CEAST RESIL IMPACTOR (Италия). Удар с энергией 5 Дж наносили перпендикулярно продольному направлению образца (см. рис. 2—д). Прочность при ударе вычисляли по формуле

$$E = \frac{W}{S} \cdot 10^{-3},$$

где  $W$  — энергия, потребляемая при разрушении образца (Дж);  $S$  — площадь поперечного сечения образца. Результаты измерений усреднили по пяти образцам и вычислили стандартное отклонение.

Морфологию разрушения углепластиков CF/PA6 с модифицированными и немодифицированными волокнами оценивали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Hitachi SU8010 с ускоряющим напряжением 15 кВ.

### 3. Результаты и обсуждение

**3.1. Анализ поверхностных элементов модифицированных углеродных волокон.** Результаты, полученные при анализе XPS-спектров немодифицированного и модифицированного углеродных волокон, приведены на рис. 3 и в таблице. В спектре немодифицированного волокна (см. рис. 3—*а*) содержание азота не обнаружили, поскольку толщина эмульсионного аппарата на поверхности коммерческих углеродных волокон не позволила прибору его обнаружить. После нанесения полиамида РА6 на немодифицированное волокно (см. рис. 3—*з*) содержание азота и кислорода составляло 2,31 и 17,83% соответственно, что свидетельствует о покрытии его поверхности тонким слоем РА6 (образец РА6-un-CF). XPS-спектры углеродного волокна, обработанного в воздухе (air-CF) и покрытого РА6 (РА6-air-CF), приведены на рис. 3—*б* и 3—*д* соответственно. В XPS-спектре образца air-CF содержание азота снова не обнаружили, но обработка волокна воздухом при высокой температуре улучшала ориентационную структуру гибридного слоя углерода на его поверхности, что увеличило содержание углерода и образовало кислородсодержащие функциональные группы. После того как образец air-CF модифицировали покрытием полиамида РА6, поверхностно-активные функциональные группы образовали водородные связи с амидной группой РА6. Таким образом, установили, что в образце РА6-air-CF содержание азота 2,09%, свидетельствующее об успешной модификации покрытием РА6. На рис. 3—*в*, *е* приведены

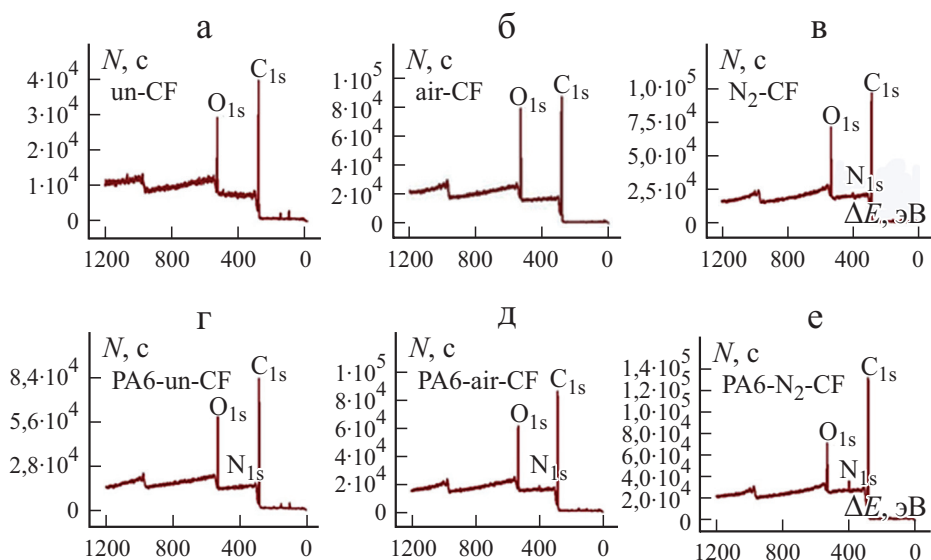


Рис. 3. XPS-спектры (число отсчетов  $N$  — энергия связи  $\Delta E$ ) композитов CF/РА6 с немодифицированными (*а*, *з*) и модифицированными (*б*, *в*, *д*, *е*) углеродными волокнами.

Элементный состав (%) композитов CF/РА6 с немодифицированными (un-CF) и РА6-модифицированными углеродными волокнами

Образец	С	N	О
un-CF	78,35	0	21,65
air-CF	78,76	0	21,24
N <sub>2</sub> -CF	90,1	0,98	8,92
РА6-un-CF	79,86	2,31	17,83
РА6-air-CF	80,24	2,09	17,67
РА6-N <sub>2</sub> -CF	83,82	2,86	13,32

XPS-спектры углеродного волокна, обработанного в азоте (N<sub>2</sub>-CF) и покрытого РА6 (РА6-N<sub>2</sub>-CF). Содержание азота на поверхности образца N<sub>2</sub>-CF составляло 0,98%, поскольку аппретирующий агент был полностью удален после высокотемпературной обработки, а само углеродное волокно было очень стабильным в атмосфере азота при 400 °С. После модификации поверхности образца N<sub>2</sub>-CF покрытием РА6 содержание азота в нем составляло 2,86%. Это свидетельствует о том, что функциональные группы, активные на поверхности волокна, образовали водородные связи с амидной группой в РА6, что значительно увеличило смачиваемость волокон и связь между волокнами и матрицей.

**3.2. Механические свойства композитов CF/РА6. 3.2.1. Оптимизация параметров горячего прессования композитов.** В промышленности для изготовления хороших материалов необходимо учитывать разные параметры. При изготовлении реальных композитных конструктивных элементов условия обработки — один из важнейших факторов, влияющих на свойства их полимерной матрицы [16]. Изготовление композитов методом формования под давлением включает сочетание температуры, времени и давления, которые необходимо строго контролировать при формовании композитов CF/РА6. Поэтому исследовали влияние температуры горячего прессования на механические свойства термопластичных композитов CF/РА6. Данные рис. 4 свидетельствуют о том, что с повышением температуры до 250 °С прочность при изгибе (*a*) и растяжении (*b*) слоистого композита возрастала, а затем немного уменьшилась. Причина такого поведения обусловлена тем, что при повышении температуры горячего прессования до 250 °С кинетическая способность молекул РА6 также возрастала, и имело место значительное снижение осмотического давления смолы, пропитывавшей углеродные волокна. Однако с дальнейшим повышением температуры полимерные цепи матрицы претерпели некоторую деградацию [17], обусловившую снижение значений прочности композита при изгибе и растяжении. На рис. 4—*в* показаны фотографии поверхности композитов CF/РА6 при  $T = 240, 250$  и  $260$  °С. Высокая вязкость расплава матрицы РА6 при  $T = 240$  °С (см. рис. 4—*в*, (I)) затрудняла ее

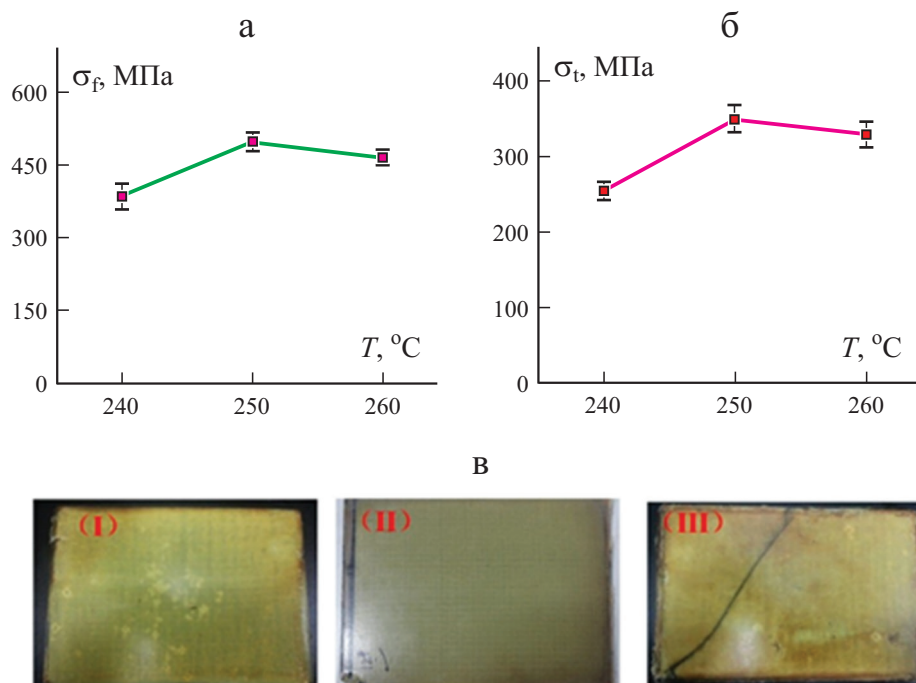


Рис. 4. Зависимость прочности при изгибе  $\sigma_f$  (а) и растяжении  $\sigma_t$  (б) композитов CF/PA6 от температуры  $T$  и внешний вид их поверхности (в) при  $T = 240$  (I),  $250$  (II)  $260$  °C (III).

проникновение в углеродные волокна и обусловила образование на поверхности композита области, обогащенной смолой. При  $T = 260$  °C произошло окисление и деградация матрицы (см. рис. 4—в, (III)). Установили, что оптимальная температура формования —  $250$  °C, обеспечившая наилучшие прочностные свойства композита CF/PA6 (см. рис. 4—в, (II)).

После определения оптимальной температуры горячего прессования композитов  $250$  °C исследовали влияние давления горячего прессования  $p$  на механические свойства композитов CF/PA6. Данные рис. 5 иллюстрируют влияние давления на прочность при растяжении (а), изгибе (б), межслойном сдвиге (в) и ударе (г) композитов CF/PA6. С увеличением давления механические свойства быстро возрастают и достигают максимальных значений при  $p = 2,5$  МПа. Дальнейшее увеличение давления снижает механические свойства композита. Повышение давления в определенном диапазоне в ходе формования способствует удалению воздуха между жгутами углеродных волокон и пустот из композита. Однако чрезмерное давление деформирует и разрушает структуру ткани углеродных волокон, выдавливает смолу в зазор пресс-формы, обуславливает появление в композите мест, недостаточно пропитанных смолой. Таким образом, установили, что оптимальные температура формования  $250$  °C и давление

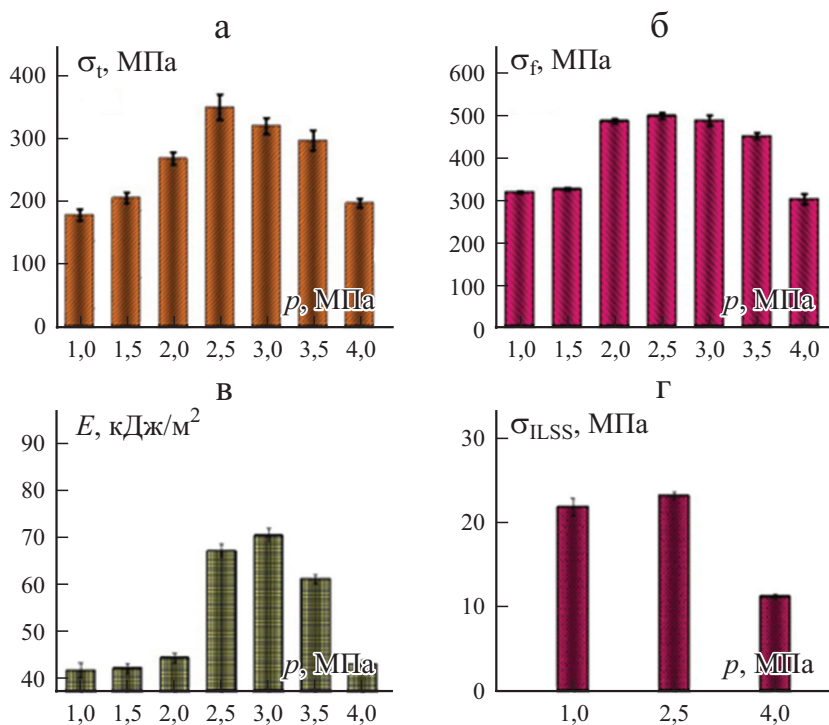


Рис. 5. Зависимость прочности композитов CF/PA6 при растяжении  $\sigma_t$  (а), изгибе  $\sigma_f$  (б), ударе  $E$  (в) и межслойном сдвиге  $\sigma_{ILSS}$  (г) от давления формования  $p$ .

2,5 МПа обеспечивают наибольшие значения прочности при растяжении, изгибе, межслойном сдвиге и ударе композитов CF/PA6.

**3.2.2. Механические свойства модифицированных композитов CF/PA6.** Зная оптимальное давление формования, исследовали влияние модификации поверхности углеродных волокон на механические свойства композитов (рис. 6). Нанесение полиамида PA6 на поверхность немодифицированных волокон увеличило прочность композитов при растяжении, изгибе, ударе и межслойном сдвиге на 22,2 27,5, 30,3 и 37,1% соответственно. Дополнительная обработка волокон в атмосфере азота (образцы PA6-N<sub>2</sub>-CF) позволила достичь значений прочности при растяжении 464,48 МПа, изгибе — 698,51 МПа, ударе — 82,79 кДж/м<sup>2</sup> и межслойном сдвиге — 82,79 МПа, т.е. увеличить их на 24,5, 33,3, 38,1 и 71,9% соответственно. Улучшение механических свойств может быть связано с интенсивным взаимодействием углеродных волокон с матрицей PA6, обусловленным водородной связью между гидроксильными и карбоксильными группами на поверхности волокон и амидными группами молекулы PA 6.

**3.3. Микрофотографии разрушенных поверхностей.** Микрофотографии СЭМ разрушенной поверхности композитов CF/PA6 — прямое дока-

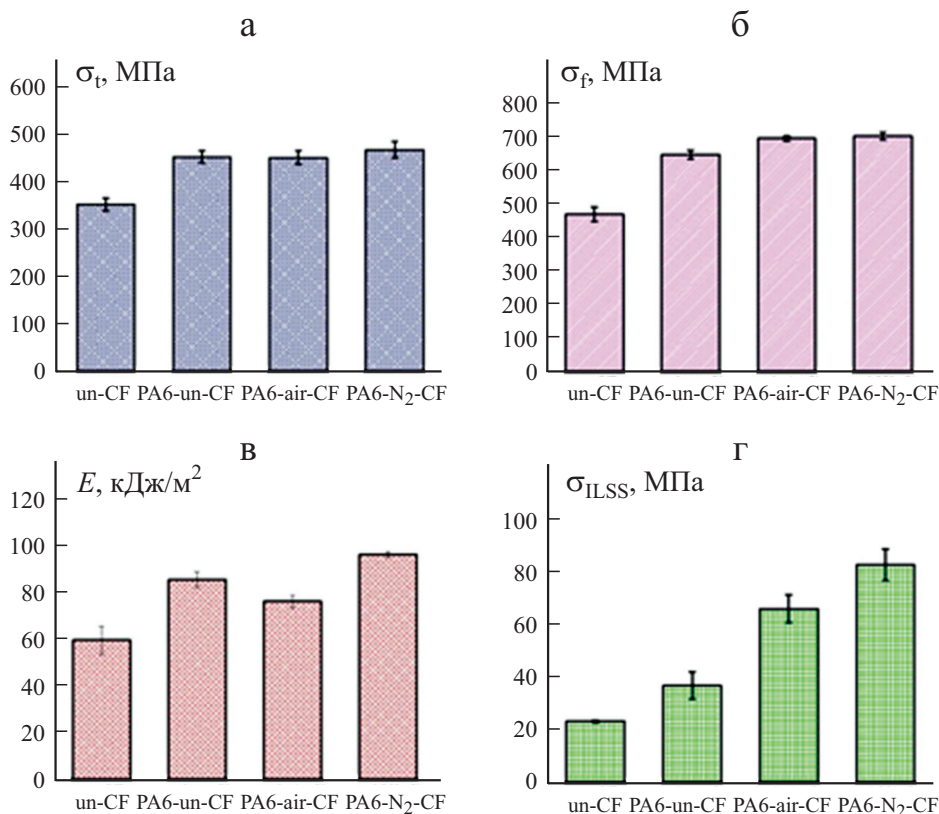


Рис. 6. Диаграммы прочности образцов композитов CF/PA6 при растяжении  $\sigma_t$  (а), изгибе  $\sigma_f$  (б), ударе  $E$  (в) и межслойном сдвиге  $\sigma_{ILSS}$  (г).

зательство улучшенной адгезии углеродных волокон с матрицей [18]. Морфология поверхности разрушения композита, изготовленного при  $p = 1,0$  МПа (рис. 7—а), отчетливо свидетельствует о плохой смачиваемости волокон смолой PA6 и полной потере сцепления с ними. Напротив, морфология композита, изготовленного при  $p = 2,5$  МПа (рис. 7—б), демонстрирует хорошую смачиваемость углеродных волокон смолой PA6, окруженных толстым слоем PA6, и улучшение их межповерхностного сцепления с матрицей PA6. Морфология разрушения композита, изготовленного при избыточном давлении формования 4 МПа (см. рис. 7—в), демонстрирует большое количество пустот, свидетельствующих о выдавливании смолы из пресс-формы вместо ее просачивания в жгуты волокон.

Микрофотографии СЭМ поверхностей разрушения композитов CF/PA6, изготовленных с использованием разных методов модификации углеродных волокон и испытанных при изгибе, показаны на рис. 8. В образце

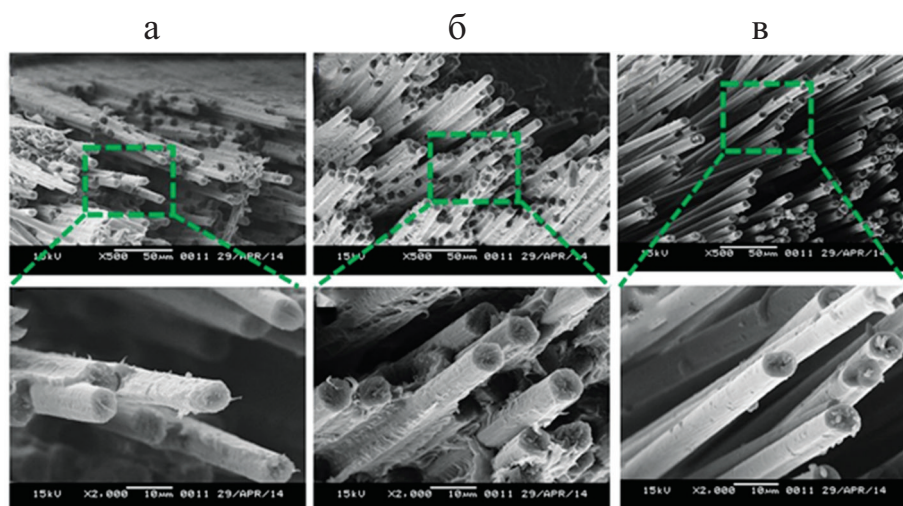


Рис. 7. Микрофотографии СЭМ композитов CF/PA6, изготовленных при давлении формования 1 (а), 2,5 (б), 4 МПа (в).

PA6-un-CF (см. рис. 8—а) видны углеродные волокна, полностью выдернутые из матрицы, а разрушение произошло практически на поверхности раздела; гладкая поверхность выдернутых волокон свидетельствует об их плохом сцеплении с матрицей PA6. На микрофотографии композита PA6-air-CF (см. рис. 8—б), обладавшего значительно улучшенной смачиваемостью углеродных волокон смолой PA6 и лучшим межповерхностным сцеплением с ними, видно больше фрагментов разорванных волокон. Морфология поверхности разрушения образца композита PA6-N<sub>2</sub>-CF (см. рис. 8—в) отлична от таковой немодифицированного композита: большая часть волокон разорвана; трещины образовались в матрице и редко видны на поверхности раздела с волокнами; поверхность выдернутых волокон

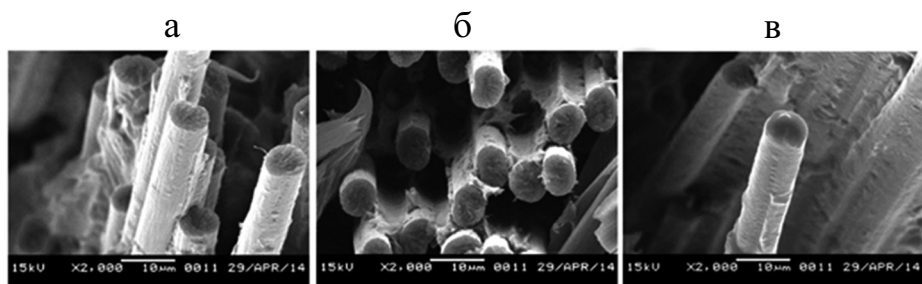


Рис. 8. Микрофотографии СЭМ образцов PA6-un-CF (а), PA6-air-CF (б), PA6-N<sub>2</sub>-CF (в) композитов CF/PA6.



шероховатая и покрыта толстым слоем матрицы РА6. Таким образом, модификация углеродных волокон значительно улучшила смачиваемость и прочность межповерхностного сцепления с термопластичной матрицей РА6. Такое поведение можно объяснить реакциями между карбонильными группами углеродного волокна и аминогруппами РА6, улучшившими межповерхностное сцепление. Результаты исследований доказали, что высокотемпературная обработка в атмосфере азота в сочетании с обработкой раствором муравьиной кислоты и РА6 (РА6-N<sub>2</sub>-CF) — наиболее эффективная модификация для улучшения адгезии между углеродными волокнами и полиамидной матрицей РА6.

### **Заключение**

С целью улучшения межповерхностного сцепления в композитах с углеродными волокнами и полиамидной матрицей на поверхность активированных волокон нанесли покрытие из РА6. Результаты рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии показали, что химическая активность углеродных волокон и их сцепление с матрицей РА6 обусловлены образованием водородных связей, приводящим к заметному увеличению прочности при межслойном сдвиге модифицированных композитов CF/РА6 по сравнению с таковой композита без обработки. Прочности при изгибе, растяжении и ударе также возросли в силу лучшего межповерхностного сцепления углеродных волокон с матрицей. Микрофотографии СЭМ показали, что посредством модификации может быть реализовано сильное межповерхностное сцепление углеродных волокон с матрицей РА6. Используемые методы довольно просты в реализации и демонстрируют большой потенциал своего применения. Однако муравьиная кислота, обладающая сильной кислотностью и коррозионной активностью, не является экологически чистой. Необходимы дальнейшие исследования для замены вредных органических растворителей на менее вредные.

*Благодарность.* Авторы благодарны за финансовую поддержку Фонда фундаментальных исследований для центральных университетов (№№ 2232018D3-16 и 2232017D-05), Национального фонда естественных наук Китая (№№ 11604045 и 11774049), проекта Шанхайского комитета по науке и технологиям (№№ 17JC400700 и 17ZR1440000) и Базового проекта Ключевой лаборатории высокоэффективных волокон и продуктов Министерства образования (№ 2232019G-02).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Dike A. S.* Improvement of mechanical and physical properties of carbon fiber-reinforced polyamide composites by applying different surface coatings for short carbon fiber // *J. Thermoplast. Compos. Mater.* — 2020. — Vol. 33, No 4. — P. 541—553.
2. *Zhou S., Zhang Q., Wu C., and Huang J.* Effect of carbon fiber reinforcement on the mechanical and tribological properties of polyamide6/polyphenylene sulfide composites // *Mater. Des.* — 2013. — Vol. 44. — P. 493—499.
3. *Karsli N. G. and Aytac A.* Tensile and thermomechanical properties of short carbon fiber reinforced polyamide 6 composites // *Composites: Part B.* — 2013. — Vol. 51. — P. 270—275.
4. *Baali B., Benmounah A., and Rokbi M.* Mechanical characterization and optimum design of wound glass-fiber-reinforced polymer pipes based on the winding angle and the number of plies // *Mech. Compos. Mater.* — 2020. — Vol. 56. — P. 673—684.
5. *Li D., Xie Y., Li W., You Y., and Deng X.* Tribological and mechanical behaviors of polyamide 6/glass fiber composite filled with various solid lubricants // *Sci. World. J.* — 2013. — Vol. 2013. — P. 320837.
6. *Wenzhong N.* The effect of coupling agents on the mechanical properties of carbon fiber-reinforced polyimide composites // *J. Thermoplast. Compos. Mater.* — 2015. — Vol. 28, No 11. — P. 1572—1582.
7. *Kausar A.* Advances in carbon fiber reinforced polyamide-based composite materials // *Adv. Mater. Sci.* — 2019. — Vol. 19, No 4. — P. 67—82.
8. *Ma Y., Yan C., Xu H., Dong L., Pengcheng S., Yingdan Z., and Junlong L.* Enhanced interfacial properties of carbon fiber reinforced polyamide 6 composites by grafting graphene oxide onto fiber surface // *Appl. Surf. Sci.* — 2018. — Vol. 452. — P. 286—298.
9. *Chen J., Xu H., Liu C., Mi L., and Shen C.* The effect of double grafted interface layer on the properties of carbon fiber reinforced polyamide 66 composites // *Compos. Sci. Technol.* — 2018. — Vol. 168. — P. 20—27.
10. *Giraud I., Franceschi-Messant S., Perez E., Lacabanne C., and Dantras E.* Preparation of aqueous dispersion of thermoplastic sizing agent for carbon fiber by emulsion/solvent evaporation // *Appl. Surf. Sci.* — 2013. — Vol. 266. — P. 94—99.
11. *Khatkar V., Vijayalakshmi A. G. S., Manjunath R. N., Olhan S., and Behera B. K.* Experimental investigation into the mechanical behavior of textile composites with various fiber reinforcement architectures // *Mech. Compos. Mater.* — 2020. — Vol. 56. — P. 367—378.
12. *Karsli N. G., Ozkan C., Aytac A., and Deniz V.* Effects of sizing materials on the properties of carbon fiber-reinforced polyamide 6,6 composites // *Polym. Compos.* — 2013. — Vol. 34. — P. 1583—1590.
13. *Hassan E. A. M., Yang G. D., Zhou L., Liu J., Muhuo Y., and Shu Z.* Highly boosting the interlaminar shear strength of CF/PEEK composites via introduction of PEKK onto activated CF // *Composites: Part A.* — 2018. — Vol. 112. — P. 155—160.
14. *Li J.* Effect of silane coupling agent on the tensile properties of carbon fiber-reinforced thermoplastic polyimide composites // *Polym. Plast. Technol. Eng.* — 2010. — Vol. 49. — P. 337—340.
15. *Fiore V., Orlando V., Sanfilippo C., Badagliacco D., and Valenza A.* Effect of silane coupling treatment on the adhesion between polyamide and epoxy based composites reinforced with carbon fibers // *Fiber.* — 2020. — Vol. 8. — P. 48.

16. *Rajak D. K., Pagar D. D., Menezes P. L., and Linul E.* Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications // *Polym.* — 2019. — Vol. 11. — P. 1667.

17. *Troni E., Donnadio A., Pica M., Carbone A., Gatto I., and Casciola M.* Crystallite formation effect on the physicochemical properties of SPEEK membranes for fuel cell application // *Int. J. Hydrog. Energy.* — 2018. — Vol. 43. — P. 5175—5183.

18. *Hassan E. A. M., Yang L., Elagib T. H., Dengteng G., Xiaowei L., Jianfeng Z., Muhuo Y., and Shu Z.* Synergistic effect of hydrogen bonding and  $\pi$ - $\pi$  stacking in interface of CF/PEEK composites // *Composites: Part B.* — 2019. — Vol. 171. — P. 70—77.

Поступила в редакцию 23.02.2021

Окончательный вариант поступил 07.09.2021

Received Feb. 23, 2021 (Sept. 7, 2021)

---

*М. Чандрасекар<sup>a\*</sup>, Р. М. Шахрозе<sup>b</sup>, Т. Сентмутукумар<sup>c</sup>, К. Сенткумар<sup>d\*</sup>,  
М. Р. Ишак<sup>d</sup>, Н. Раджини<sup>e</sup>, С. Сенгчин<sup>e\*</sup>*

*<sup>a</sup>School of Aeronautical Sciences, Hindustan Institute of Technology & Science, Padur,  
Kelambakkam, Chennai - 603103, Tamil Nadu, India*

*<sup>b</sup>Department of Aerospace Engineering, Faculty of Engineering, University Putra Malaysia,  
43400 UPM Serdang, Selangor, Malaysia*

*<sup>c</sup>Department of Mechanical Engineering, Kalasalingam Academy of Research and Education,  
Krishnankoil-626126, Tamil Nadu, India*

*<sup>d</sup>Department of Mechanical Engineering, Francis Xavier Engineering College, Tirunelveli  
627003, Tamilnadu, India*

*<sup>e</sup>Aerospace Malaysia Research Centre (AMRC), Tower block, Level 7, Faculty of Engineering,  
University Putra Malaysia, Serdang 43400, Selangor, Malaysia*

*<sup>e</sup>Department of Materials and Production Engineering, The Sirindhorn International Thai-  
German Graduate School of Engineering (TGGS), King Mongkut's University of Technology  
North Bangkok, 1518 Wongsawang Road, Bangsue, Bangkok 10800, Thailand*

## **ВЛИЯНИЕ НАПОЛНИТЕЛЯ СИЛИКАГЕЛЬ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ, ТЕРМИЧЕСКИЕ И ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ ЛЬНЯНЫХ ВОЛОКОН И ЭПОКСИДНОЙ СМОЛЫ<sup>1</sup>**

*M. Chandrasekar\*, R. M. Shahroze, T. Senthilmuthukumar, K. Senthilkumar\*,  
M. R. Ishak, N. Rajini, S. Siengchin\**

### **INFLUENCE OF A SILICA AEROGEL FILLER ON THE MECHANICAL, THERMAL, AND PHYSICAL PROPERTIES OF FLAX/EPOXY COMPOSITE**

**Keywords:** flax/epoxy composite, silica aerogel, tension, flexure,  
water absorption, water contact angle measurements

The influence of Maerogel (MA) on the material properties of the flax fiber reinforced epoxy composites has been investigated. The composites were fabricated using the hot press molding method with incorporation of MA, a kind of silica aerogel derived from the rice husk ash. The effect of different MA concentrations on the thermal, mechanical, and physical properties of flax/epoxy composites was investigated.

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [kmsenthilkumar@klu.ac.in](mailto:kmsenthilkumar@klu.ac.in),  
[suchart.s.pe@tggs-bangkok.org](mailto:suchart.s.pe@tggs-bangkok.org), [chandrasekar.25j@gmail.com](mailto:chandrasekar.25j@gmail.com)

Corresponding author: [kmsenthilkumar@klu.ac.in](mailto:kmsenthilkumar@klu.ac.in), [suchart.s.pe@tggs-bangkok.org](mailto:suchart.s.pe@tggs-bangkok.org),  
[chandrasekar.25j@gmail.com](mailto:chandrasekar.25j@gmail.com)

<sup>1</sup>Перевод с англ.

**Ключевые слова:** композит эпоксидный с волокнами льняными, силикагель, растяжение, изгиб, водопоглощение, измерения угла смачивания краевого

Исследовано влияние разного содержания силикагеля Maerogel (МА) на термические, механические и физические свойства эпоксидных композитов, армированных льняными волокнами. Композиты изготовили методом горячего прессования с добавлением МА, разновидности силикагеля, полученного из золы рисовой шелухи.

## Введение

Композиты, армированные натуральными волокнами (КАНВ), состоят из натуральных волокон и гидрофобной матрицы. Согласно данным ранее проведенных исследований введение наполнителей в матрицу КАНВ способствовало значительному увеличению ее механических характеристик и влагостойкости [1—5]. Изменения связаны с присущими наполнителям качествами, в силу которых они служат связующим агентом волокон с матрицей, улучшающим характеристики межповерхностного сцепления. Обычно используемые наполнители — углеродные нанотрубки (УНТ), графен, наноглина, целлюлоза, экстрагированная из натуральных волокон/древесной муки, и силикагель. Предмет исследования настоящей работы — влияние силикагеля марки Maerogel (МА), извлекаемого из рисовой шелухи силикатно-натриевым методом [6]. МА имеет мезопористую структуру, аналогичную структуре коммерческого силикагеля (тетраэтилортосиликат), и обладает лучшими характеристиками. Это можно объяснить низкой плотностью, большими теплопроводностью и удельной площадью МА, чем коммерческого силикагеля [7].

Результаты недавних исследований показали, что введение МА в полимерную матрицу улучшает механические свойства получаемого композита. В [8] наблюдали, что добавление 2% по массе МА в эпоксидную матрицу композита с волокнами кенафа наибольшим образом увеличило его прочность и модуль упругости при изгибе. Предел текучести и прочность при сжатии эпоксидных нанокомпозитов возросли на 28 и 90% при введении гибридного наполнителя (микросфер и силикагеля) в соотношении 1:1 и 5:1 соответственно [9]. В [10] установили, что введение МА до 2,5% по массе в эпоксидную матрицу увеличивает ее прочность и модуль упругости при изгибе. Также наблюдали, что добавление УНТ—МА в количестве 2% по массе увеличивает прочность и модуль упругости при изгибе на 8 и 11% соответственно.

Обзор литературы позволяет сделать вывод о том, что исследования по использованию МА в качестве наполнителя ограничены. Механические, термические и физические свойства гибридного композита, армированного натуральными волокнами и МА, также не изучены. В настоящей работе для изготовления гибридных композитов в эпоксидную смолу в

разном количестве диспергировали МА; затем смолу выливали в формы с уложенными в них льняными волокнами и исследовали механические, термические, водопоглощающие свойства композитов, а также определяли краевой угол смачивания.

## 1. Эксперимент

**1.1. Материалы.** В качестве арматуры использовали льняные волокна Biotex, поставляемые компанией Easy Composites (Великобритания), в виде однонаправленных лент. В качестве связующего для композитов использовали эпоксидную смолу DER 331 и отвердитель 903-3S, закупленные у компании MZI Supplies (Малайзия). Наполнитель из силикагеля (размер частиц 20—50 нм) с коммерческим названием «Maerogel» (МА) закупили у компании Maerotech Sdn Bhd (Малайзия).

**1.2. Методы.** Композиты изготавливали горячим прессованием под давлением. Предварительно пресс-форму обрабатывали путем распыления антиадгезива для облегчения извлечения из нее образцов композита. Жгуты льняных волокон разрезали на куски длиной 150 мм. Наполнитель МА диспергировали в эпоксидную смолу с помощью механической мешалки со скоростью 500 об/мин в течение 30 мин. В табл. 1 приведены данные о составе и массовом содержании составляющих композита. Отвердитель добавляли в смесь смолы с МА в соотношении 2:1 и перемешивали деревянной палочкой. Волокна, пропитанные связующим, помещали в пресс-форму для горячего прессования с постоянной температурой 105 °С и давлением 20 МПа. По завершении прессования композит извлекали из пресс-формы, охлаждали до комнатной температуры и разрезали на куски разных размеров для испытаний.

**1.3. Определение характеристик.** *1.3.1. Термогравиметрический анализ (ТГА).* Термическую стабильность композитов предсказали с использованием термогравиметрического анализатора (Mettler Toledo) в диапазоне температур 30—700 °С со скоростью нагревания 10 °С/мин при продувке азотом 60 мл/мин. Перед анализом образцы композитов хранили в вакуумном эксикаторе.

*1.3.2. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК).* Примерно 15 мг образца нагревали от комнатной температуры до 120 °С со скоростью

Табл. 1

Композиты и содержание составляющих

Композит	Содержание волокон	Смола	Силикагель
	% по массе		
F1	30	70	—
F2	30	69,5	0,5
F3	30	69	1
F4	30	68	2

5 °С/мин и рассчитывали удельную теплоемкость композитов с помощью экзотермических кривых термограмм ДСК.

1.3.3. *Испытания на растяжение* по стандарту ASTM D3039 проводили на универсальной испытательной машине INSTRON 3382 [11]. Испытали по пять образцов каждой конфигурации размером 120×20×3 мм с измерительной длиной 50 мм при скорости перемещения траверсы 1,27 мм/мин.

1.3.4. *Испытание на изгиб* выполнили по стандарту ASTM D790 [12] для определения прочности и модуля упругости. Испытания на трехточечный изгиб проводили на той же испытательной машине со скоростью перемещения траверсы 2 мм/мин. По результатам испытаний пяти образцов размером 127×12,7×3 мм определили средние значения изгибных характеристик композита.

1.3.5. *Водопоглощение*. Характеристики водопоглощения композита с эпоксидной матрицей, армированной льняными волокнами, с наполнителем МА и без него исследовали по стандарту ASTM D570 [13]. Перед погружением в дистиллированную воду измерили сухую массу композитных образцов. Затем в разные моменты времени  $t$  вплоть до насыщения измеряли влажную массу образцов. Массу поглощенной влаги вычислили по формуле

$$\text{Прирост массы (\%)} = \frac{W_w - W_D}{W_D} \cdot 100,$$

где  $W_D$  и  $W_w$  — сухой и влажный вес (в момент времени  $t$ ) соответственно погруженного образца.

1.3.6. *Краевой угол смачивания*  $\alpha$  измеряли на образцах размером 20×200×3 мм с помощью прибора DataPhysics Instrument GmbH (Германия). На каждый образец с помощью микрошприца помещали каплю воды комнатной температуры объемом ~ 6 мкл. Измерения краевого угла смачивания выполняли от 5 до 10 раз для каждого образца и определяли средние значения.

## 2. Результаты и обсуждение

**2.1. Термогравиметрический анализ.** Термическую стабильность композитов на основе эпоксидной смолы, армированной льняными волокнами, с разным массовым содержанием силикагеля исследовали с помощью термогравиметрического анализа. На рис. 1 показаны исходная (а) и продифференцированная (б) термограммы композитов, свидетельствующие о том, что все композиты следовали схожей тенденции деградации. Деградация композитов монотонно возрастала вплоть до ~ 310 °С, после чего заметно ускорялась и продолжалась вплоть до окончательной деградации композитов при ~ 465 °С. Значения температуры точки перегиба термограмм, соответствующей максимальной скорости деградации композитов, приведены в табл. 2, а в табл. 3 — значения потери массы композитов при разной температуре.

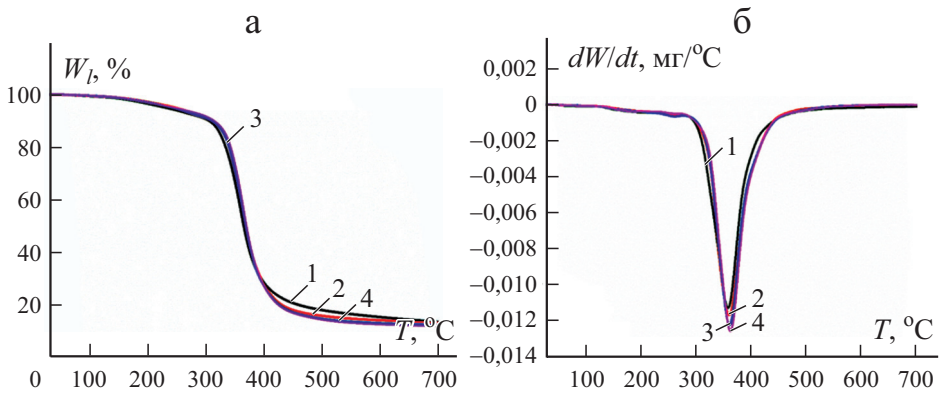


Рис. 1. Исходная (а) и продифференцированная (б) термограммы эпоксидных композитов с льняными волокнами F1 (1), F2 (2), F3 (3), F4 (4) и разным содержанием силикагеля.

Значительную потерю массы можно объяснить разложением ароматических групп эпоксидной смолы и целлюлозных групп льняных волокон [14]. Все композиты продемонстрировали двухступенчатую потерю массы: начальная потеря массы композитов происходила в диапазоне температур от 90 до 250 °С, что можно связать с испарением адсорбированной влаги, удалением гемицеллюлозы и деградацией углеводов; вторая стадия — при температурах от 200 до 450 °С, на которой происходило разложение компонентов льняных волокон (целлюлозы при температуре выше 350 °С и лигнина — выше 380 °С) и эпоксидной смолы [15]. Влага с поверхности волокон в композитах испарялась при температуре от 35 до 100 °С. Хорошо известно, что гемицеллюлоза легко разлагается и в диапазоне температур от 200 до 300 °С. Деградация в интервале температур от 300 до 450 °С связана с разложением целлюлозы, лигниновых компонентов льна и эпоксидных цепей, причем на этой стадии имела место максимальная потеря массы [16, 17]. Данные табл. 2 и 3 свидетельствуют о том, что введение силикагеля повысило температуру разложения, т.е. улучшило термическую стабильность ком-

Табл. 2

Значения температуры деградации  $T_d$  и остаток композитов с наполнителем МА и без него

Композит	$T_d, ^\circ\text{C}$			Остаток, %
	Начало	Точка перегиба	Окончание	
F1	330,63	359,00	386,61	13,99
F2	331,87	358,17	394,05	13,83
F3	332,02	361,33	394,58	12,81
F4	335,26	364,50	395,03	12,51



Табл. 3

Потеря массы льняных композитов с силикагелем при разной температуре

Композит	$T$ (°C) при потере массы								
	5%	10%	20%	30%	40%	50%	60%	70%	80%
F1	231,50	305,17	333,33	346,00	355,67	364,33	375,17	395,33	465,50
F2	246,67	311,33	339,17	350,00	359,00	367,50	377,83	394,83	432,83
F3	241,00	308,67	339,33	350,50	359,17	367,17	377,00	393,17	428,00
F4	243,00	312,67	341,33	352,33	360,67	368,50	378,00	393,50	426,67

позитов. При наибольшем процентном содержании силикагеля в композите температура точки перегиба термограмм, соответствующая максимальной скорости деградации, возросла с 359 до 364,5 °C. Повышенная термическая стабильность композитов может быть обусловлена лучшими изоляционными свойствами частиц силикагеля [18], “помогавших” эпоксидным цепям противостоять высокой температуре. Кроме того, остаточная масса уменьшалась с увеличением содержания силикагеля, что также свидетельствует о повышенной термической стабильности композитов с введением силикагеля.

**2.2. Дифференциальная сканирующая калориметрия.** Морфология и дисперсия наполнителя, расстояние между его частицами и относительная сила взаимодействия полимерной цепи с наполнителем оказывают сильное влияние на температуру стеклования  $T_g$ . Предположили, что композит, содержащий нанонаполнители и обладающий сильным взаимодействием полимерной цепи с наполнителем, имеет два значения  $T_g$  на кривой обратимого течения: первое соответствует полимерным цепям вдали от нанонаполнителей, а второе — цепям, расположенным вблизи нанонаполнителей [19]. Для нанокompозитов с наполнителем МА в настоящем исследовании наблюдали только одно значение  $T_g$  (рис. 2). Такая тенденция свидетельствует о слабом взаимодействии полимерных цепей с частицами

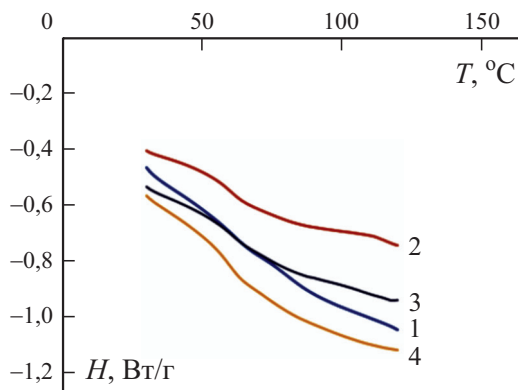


Рис. 2. ДСК термограммы. Обозначения те же, что на рис. 1.

Табл. 4

Значения температуры стеклования  $T_g$  и удельной теплоемкости  $c$  по данным кривых ДСК обратимого теплового потока

Композит	$T_g$ , °C	$c$ , Дж/(г·К)
F1	63,68	0,241
F2	60,38	0,268
F3	60,35	0,232
F4	61,62	0,277

МА. Кроме того, значение  $T_g$  для композитов, армированных разным количеством МА, меньше, чем контрольного образца без наполнителя (табл. 4).

Небольшое снижение значения  $T_g$  для композитов с льняными волокнами и эпоксидной матрицей, наполненной МА, означает согласно [20] слабую степень взаимодействия полимерных цепей с МА. На уменьшение величины  $T_g$  с увеличением содержания МА также указали в недавних исследованиях сополимера стирола и бутилакрилата [21] и оксида полиэтилена [22]. Удельная теплоемкость, определенная по кривой обратимого течения, оказалась наименьшей у композитов, содержащих 1% по массе МА, за которым следовали контрольный образец без наполнителя и композиты с 2 и 0,5% по массе МА. Как уменьшение  $T_g$ , так и увеличение удельной теплоемкости с увеличением содержания МА обусловлены изменением подвижности полимерных цепей в эпоксидной матрице. Полагают, что большее содержание МА может уменьшить плотность упаковки полимерных цепей в эпоксидной матрице, что приведет к их повышенной подвижности. Это явление несколько снижает температуру стеклования полимеров с большим содержанием МА [21].

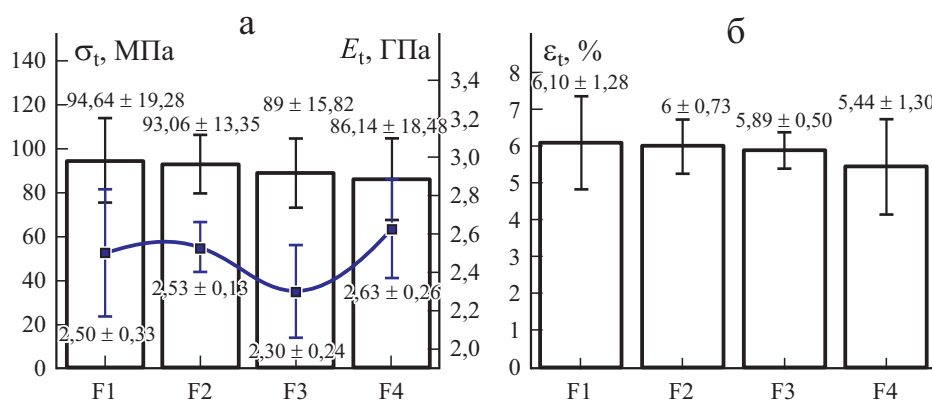


Рис. 3. Прочность  $\sigma_t$  ( $\square$ ) и модуль упругости  $E_t$  ( $\blacksquare$ ) (а) и предельная деформация  $\epsilon_t$  (б) при растяжении эпоксидных композитов с льняными волокнами и разным содержанием силикагеля МА.

**2.3. Свойства при растяжении.** Значения прочности  $\sigma_t$ , модуля упругости  $E_t$  и предельной деформации  $\varepsilon_t$  при растяжении композитов с МА и без него приведены на рис. 3. Видно, что содержание МА сильно влияет на эти характеристики. Так, прочность при растяжении композита на основе льняных волокон, армирующих эпоксидную матрицу, уменьшается по мере увеличения в ней частиц МА. Максимальное снижение прочности на 9% наблюдали у композита F4 с 2% по массе МА, тогда как у композита F2 с 0,5% по массе МА только на 1,7% по сравнению с прочностью композита F1 без МА. Такую же тенденцию наблюдали в [23] и установили, что агломерация этого наполнителя ухудшает прочность композита при растяжении.

Немонотонное изменение величины  $E_t$  при введении МА в эпоксидную матрицу иллюстрируют данные рис. 3—*a*. Модуль упругости композита F4 с 2% по массе МА на ~ 5% больше, чем композита F1 без МА, а у композита F3 с 1% по массе МА — на 8% меньше. Тенденцию снижения модуля упругости при добавлении наполнителя МА также наблюдали в [24] и объясняли неравномерным распределением наполнителя в композите, ухудшившим характеристики межповерхностного сцепления матрицы с арматурой.

Предельная деформация  $\varepsilon_t$  уменьшалась по мере увеличения содержания МА (см. рис. 3—*b*): от 1,6% у композита F2 с 0,5% по массе МА до 10,8% у композита F4 с 2% по массе МА по сравнению с композитом F1 без МА. Такое снижение значений  $\varepsilon_t$  может быть связано с увеличением потенциальных участков потери сцепления с матрицей, которой способствует агломерация частиц МА.

**2.4. Свойства при изгибе.** На рис. 4 представлены значения прочности  $\sigma_f$  и модуля упругости  $E_f$  при изгибе композитов с эпоксидной матрицей, армированной льняными волокнами и наночастицами МА. Видно, что изгибная прочность композита F2 с 0,5% по массе МА немного больше, чем контрольного композита F1 без МА, тогда как увеличение содержания МА до 1 и 2% по массе (композиты F3 и F4 соответственно) снизило зна-

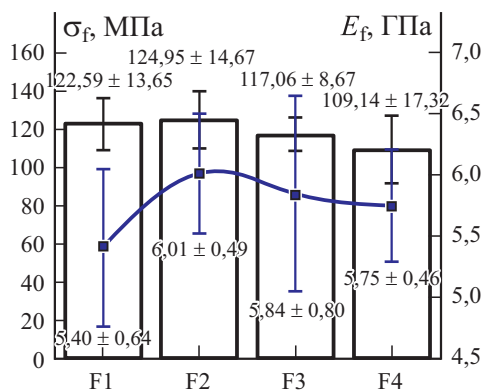


Рис. 4. Прочность  $\sigma_f$  (□) и модуль упругости  $E_f$  (—■—) при изгибе эпоксидных композитов с льняными волокнами и разным содержанием силикагеля МА.

чения  $\sigma_f$ . Такое поведение можно объяснить менее однородной дисперсией частиц МА в матрице при большем массовом содержании, обусловившей зоны концентрации напряжений и в конечном итоге снижение прочности при изгибе. Согласно предыдущим исследованиям отношение размеров и форма наполнителей также играют важную роль в фундаментальных свойствах нанокompозитов [25, 26]. В [27] также отметили, что добавление силикагеля в композит не всегда дает позитивный результат.

Данные рис. 4 свидетельствуют о немонотонном изменении модуля упругости композитов с увеличением массового содержания МА в эпоксидной матрице. Увеличение модуля упругости при изгибе композитов F2, F3 и F4 с 0,5, 1 и 2% по массе МА составляло ~ 11,30, 8,15 и 6,48% соответственно. Уменьшение прироста величины модуля упругости при массовом содержании 1 и 2% МА обусловлено, как было отмечено ранее, неоднородной дисперсией частиц МА в композитах, их агломерацией и неэффективной адгезией. В [8] также наблюдали снижение значений  $E_f$  с увеличением содержания силикагеля в композитах с эпоксидной матрицей, армированной волокнами кенафа.

Микрофотографии на рис. 5 иллюстрируют морфологию разрушения композитов, армированных льняными волокнами, с содержанием МА 0, 0,5, 1 и 2% по массе. Микрофотография рис. 5—б демонстрирует более

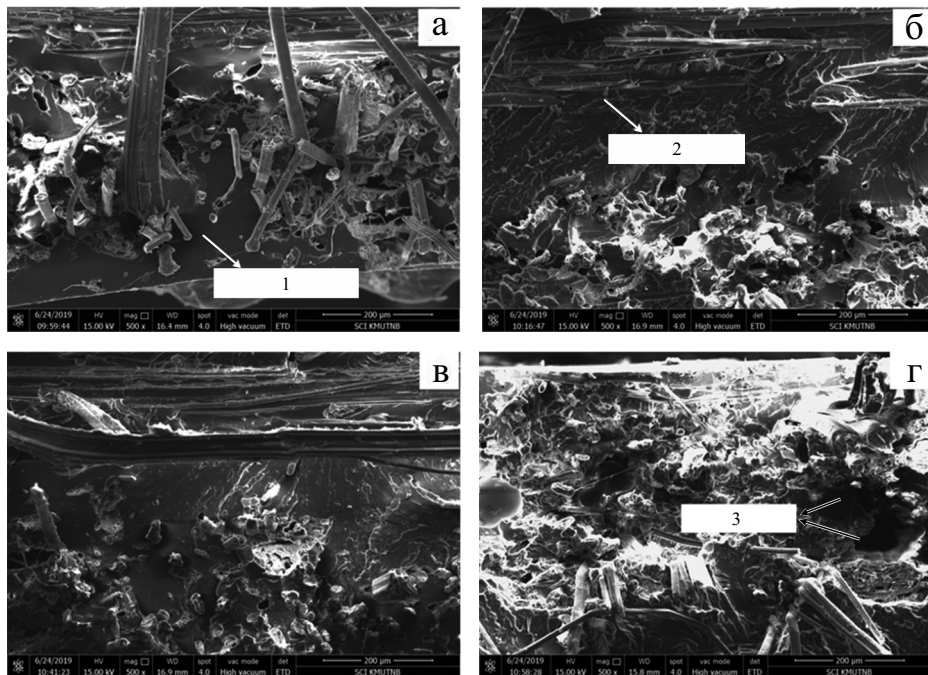


Рис. 5. Микрофотографии СЭМ разрушенных при изгибе образцов композитов с разным содержанием МА (% по массе): а — F1 (0); б — F2 (0,5); в — F3 (1,0); г — F4 (2,0). 1 и 2 — гладкая и шероховатая поверхности смолы соответственно; 3 — выдергивание волокон.

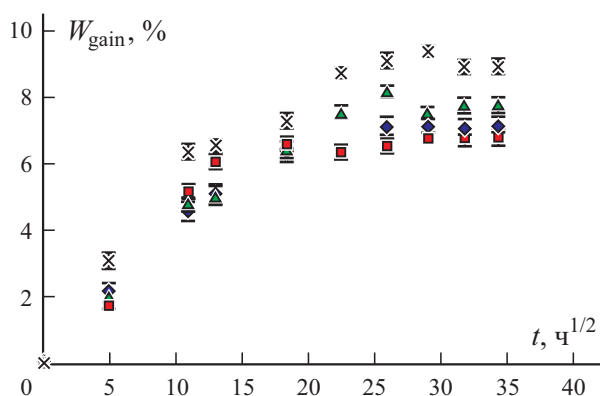


Рис. 6. Влагопоглощение  $W_{\text{gain}}$  эпоксидных композитов с льняными волокнами и разным содержанием силикагеля МА со временем  $t$ : F1 (♦); F2 (■); F3 (▲); F4 (×).

шероховатую поверхность смолы после введения 0,5% по массе МА по сравнению с гладкой поверхностью в композите без МА (см. рис. 5—*a*). Большая шероховатость поверхности матрицы обеспечивала лучшее межповерхностное сцепление волокон с матрицей и, как результат, лучшие изгибные характеристики композита. Микрофотография композита с 2% по массе МА (см. рис. 5—*z*) демонстрирует большее количество выдернутых волокон, свидетельствующее о худшем сцеплении эпоксидной смолы с волокнами и, как результат, меньшей изгибной прочности композита F4.

**2.5. Диффузия влаги.** Зависимости влагопоглощения от времени композитов F1—F4 приведены на рис. 6. Влагопоглощение композитов, армированных натуральными волокнами, как правило, больше, чем армированных синтетическими волокнами. Это обусловлено гидрофильностью натуральных волокон, быстрее впитывающих влагу, чем синтетические [28]. В настоящем исследовании образцы композитов показали максимальное увеличение массы на 6—9% при насыщении. На начальном этапе влагопоглощение всех композитов происходило линейно с последующей переходной стадией до достижения состояния насыщения. Независимо от содержания МА образцы композита демонстрировали нефиковскую диффузию влаги, аналогичную таковой в композите F1 без МА. Это означает, что введение в композит наполнителя МА не изменило механизм диффузии влаги. Однако данные рис. 6 свидетельствуют о том, что введение МА увеличило влагопоглощение композитов. Большой прирост массы композитов с увеличением содержания МА можно объяснить гидрофильной и мезопористой структурой МА [29, 30].

Как правило, наличие наночастиц или связующего агента в композите улучшает межповерхностное сцепление волокон с матрицей и, как следствие, механические свойства и влагостойкость [2, 31, 32]. Силикагель — это бионаполнитель с мезопористой структурой, естественным образом поглощающий влагу и, следовательно, увеличивающий ее диф-

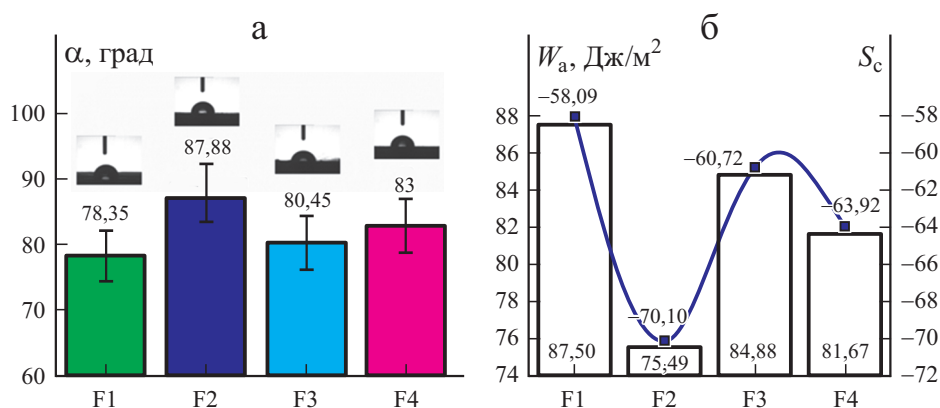


Рис. 7. Изменение краевого угла смачивания  $\alpha$  (а), работы адгезии  $W_a$  ( $\square$ ) и коэффициента растекания  $S_c$  ( $\bullet$ ) эпоксидных композитов с льняными волокнами и разным содержанием силикагеля МА.

фузию в композите с повышением содержания МА [6]. Эту тенденцию и наблюдали экспериментально: влагопоглощение композитов возросло в порядке F2 < F1 < F3 < F4.

**2.6. Измерения угла краевого смачивания композитов F1—F4 проводили при комнатной температуре.** Путем измерений определили разные параметры: краевой угол смачивания  $\alpha$  (рис. 7—а), работу адгезии  $W_a$  и коэффициент растекания  $S_c$  (рис. 7—б).

Краевой угол смачивания композита F1  $\alpha = 78,35^\circ$ . Видно, что добавление МА, имеющего гидрофильную природу, увеличило краевой угол смачивания нанокompозитов.

Данные рис. 7—б иллюстрируют значения работы адгезии  $W_a$ , необходимой для разделения жидкости и твердого тела и полностью зависящей от краевого угла смачивания  $\alpha$  и поверхностного натяжения жидкости  $\gamma$  [33], которую вычисляли по формуле [34]

$$W_a = (1 + \cos \alpha) \gamma .$$

Из данных рис. 7—б видно, что значения  $W_a$  снизились с введением МА в композиты.

Коэффициент растекания  $S_c$  для композитов F1—F4 рассчитали, как в [34] (результаты представлены на рис. 7—б). Если значение  $S_c$  положительное, то жидкость растекается по твердым поверхностям; отрицательные значения указывают на отсутствие смачивания и растекания жидкости. Измерением определены следующие значения  $S_c$ :  $-58,09$  (F1),  $-70,10$  (F2),  $-60,72$  (F3),  $-63,92$  (F4). Большие значения  $S_c$  композитов, содержащих МА, свидетельствуют об их большей гидрофильности и худшей смачиваемости.

## Заключение

В настоящей работе изучали влияние массового содержания силикагеля МА в нанокompозитах на основе эпоксидной смолы, армированной льняными волокнами, на термогравиметрические, растягивающие, изгибные и водопоглощающие свойства и краевой угол смачивания. На основании полученных данных сделаны следующие выводы.

При добавлении МА термическая стабильность и температура разложения нанокompозитов незначительно увеличились. Оптимальное улучшение термической стабильности наблюдали при добавлении 1% по массе МА.

При добавлении МА температура стеклования  $T_g$  снизилась, а удельная теплоемкость немного возросла, свидетельствуя об изменении характеристик сшивки эпоксидной матрицы.

Добавление МА уменьшает прочность и предельную деформацию при растяжении, а модуль упругости нанокompозитов может быть увеличен.

Небольшое увеличение модуля упругости при изгибе наблюдали при добавлении 0,5% по массе МА. Однако большее массовое содержание наполнителя МА (1 и 2%) уменьшило изгибный модуль. Добавление МА уменьшило изгибную прочность нанокompозитов.

Композит с 0,5% по массе МА продемонстрировал наименьшее водопоглощение. Увеличение массового содержания наполнителя привело к большему влагопоглощению.

Краевой угол смачивания незначительно увеличился при добавлении МА в нанокompозиты, а коэффициент растекания был отрицательным, что свидетельствует о гидрофильности наполнителя МА.

Работа финансировалась Таиландским Фондом научных исследований и инноваций и Технологическим университетом Короля Монгкута в Северном Бангкоке (KMUTNB), Таиланд, контракт № KMUTNB-FF-65-19.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Senthilkumar K., Rajini N., Saba N., Chandrasekar M., Jawaid M., and Siengchin S.* Effect of alkali treatment on mechanical and morphological properties of pineapple leaf fibre/polyester composites // *J. Polym. Environ.* — 2019. — Vol. 27, No. 6.
2. *Najafi A., Kord B., Abdi A., and Ranaee S.* The impact of the nature of nanoclay on physical and mechanical properties of polypropylene/reed flour nanocomposites // *J. Thermoplast. Compos. Mater.* — 2012. — Vol. 25, No. 6. — P. 717—727.
3. *Kumar T. S. M. et al.* Influence of fillers on the thermal and mechanical properties of biocomposites: An overview // *Biofibers and Biopolymers for Biocomposites*, Springer, 2020. — P. 111—133.
4. *Chandrasekar M. et al.* Flax and sugar palm reinforced epoxy composites: effect of hybridization on physical, mechanical, morphological and dynamic mechanical properties // *Mater. Res. Express.* — 2019. — Vol. 6, No. 10.
5. *Shahroze R. M., Chandrasekar M., Senthilkumar K., Senthilmuthukumar T., Ishak M. R., and Asyraf M. R. M.* A review on the various fibre treatment techniques

used for the fibre surface modification of the sugar palm fibres // Proc. Seminar Enau Kebangsaan. — 2019. — P. 48—52.

6. *Halim A., Alif Z., Yajid M., Azizi M., and Hamdan H.* Synthesis and characterization of rice husk ash derived-silica aerogel beads prepared by ambient pressure drying // Key Eng. Mater. — 2016. — No. 694. — P. 106—110.

7. *Zulkifli I. S. M., Yajid M. A. M., Hamdan H., and Muhid M. N. M.* Maerogel: alternative for thermal barrier coating topcoat // Adv. Mater. Res. — 2014. — Vol. 845. — P. 330—334.

8. *Bajuri F., Mazlan N., Ishak M. R., and Imatomi J.* Flexural and compressive properties of hybrid kenaf/silica nanoparticles in epoxy composite // Procedia Chem. — 2016. — Vol. 19. — P. 955—960.

9. *Mazlan N. and Khoon T. C.* Assessment on the compressive strength behavior of hybrid filled epoxy nanocomposite // J. Teknologi. — 2015. — Vol. 76, No. 10.

10. *Mazlan N., Termazi N., Abdul Rashid S., and Rahmanian S.* Investigations on composite flexural behaviour with inclusion of CNT enhanced silica aerogel in epoxy nanocomposites // Appl. Mech. Mater. — 2015. — Vol. 695. — P. 179—182.

11. ASTM D3039/D3039M-17, Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org

12. ASTM D790-17, Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2017), www.astm.org

13. ASTM D570-98(2018), Standard Test Method for Water Absorption of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018, www.astm.org

14. *Prasad V., Joseph M. A., and Sekar K.* Investigation of mechanical, thermal and water absorption properties of flax fibre reinforced epoxy composite with nano TiO<sub>2</sub> addition // Composites: Part A. — 2018. — Vol. 115.

15. *Rouibah H., Kenane M., and Daoud I.* Influence of fabric properties, hybridization, and thermal aging on properties of flax/jute fibres reinforced epoxy hybrid composites // Indian J. Fibre Textile Res. — 2021. — Vol. 45, No. 4.

16. *Kannan T. G., Wu C. M., Cheng K. B., and Wang C. Y.* Effect of reinforcement on the mechanical and thermal properties of flax/polypropylene interwoven fabric composites // J. Industrial Textiles. — 2013. — Vol. 42, No. 4.

17. *Yang H., Yan R., Chen H., Lee D. H., and Zheng C.* Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis // Fuel. — 2007. — Vol. 86. — P. 1781—1788.

18. *Linhares T., Pessoa De Amorim M. T., and Durães L.* Silica aerogel composites with embedded fibres: A review on their preparation, properties and applications // J. Mater. Chem. A. — 2019. — Vol. 7, No. 40. — P. 22768—22802.

19. *Pryamitsyn V. and Ganesan V.* Origins of Linear Viscoelastic Behavior of Polymer-Nanoparticle Composites // Macromolecules. — 2006. — Vol. 39, No. 2. — P. 844—856.

20. *Pagacz J. and Pieliowski K.* PVC/MMT nanocomposites // J. Therm. Anal. Calorim. — 2013. — Vol. 111, No. 2. — P. 1571—1575.

21. *Khezri K. and Fazli Y.* Synthesis and characterization of poly (styrene-co-butyl acrylate)/silica aerogel nanocomposites by in situ AGET ATRP: investigating thermal properties // High Temp. Mater. Processes. — 2017. — Vol. 36, No. 10. — P. 955—962.

22. *Chen-Yang Y. W., Wang Y. L., Chen Y. T., Li Y. K., Chen H. C., and Chiu H. Y.* Influence of silica aerogel on the properties of polyethylene oxide-based nanocomposite polymer electrolytes for lithium battery // J. Power Sources. — 2008. — Vol. 182, No. 1. — P. 340—348.



23. *Singh P., Kaushik A., and Kirandeep.* Mechanical and transport properties of colloidal silica-unsaturated polyester composites // *J. Reinf. Plast. Compos.* — 2006. — Vol. 25, No. 2. — P. 119—140.

24. *Abdul Halim Z. A., Mat Yajid M. A., Idris M. H., and Hamdan H.* Effects of silica aerogel particle sizes on the thermal-mechanical properties of silica aerogel-unsaturated polyester composites // *Plast. Rubber Compos.* — 2017. — Vol. 46, No. 4. — P. 184—192.

25. *Sapkota J., Martinez Garcia J. C., and Lattuada M.* Reinterpretation of the mechanical reinforcement of polymer nanocomposites reinforced with cellulose nanorods // *J. Appl. Polym. Sci.* — 2017. — Vol. 134, No. 35. — P. 45254.

26. *Ananthapadmanabha G. S. and Deshpande V.* Influence of aspect ratio of fillers on the properties of acrylonitrile butadiene styrene composites // *J. Appl. Polym. Sci.* — 2018. — Vol. 135, No. 11. — P. 46023.

27. *Shafi S., Navik R., Ding X., and Zhao Y.* Improved heat insulation and mechanical properties of silica aerogel/glass fiber composite by impregnating silica gel // *J. Non-Cryst. Solids.* — 2019. — Vols. 503—504. — P. 78—83.

28. *Chandrasekar M., Ishak M. R., Sapuan S. M., Leman Z., and Jawaid M.* A review on the characterisation of natural fibres and their composites after alkali treatment and water absorption // *Plast. Rubber Composites.* — 2017. — Vol. 46, No. 3. — P. 119—136.

29. *Basri M. S. M., Mazlan N., and Mustapha F.* Effects of stirring speed and time on water absorption performance of silica aerogel/epoxy nanocomposite // *ARPN J. Eng. Appl. Sci.* — 2015. — Vol. 10, No. 21. — P. 9982—9991.

30. *Srivabut C., Ratanawilai T., and Hiziroglu S.* Effect of nanoclay, talcum, and calcium carbonate as filler on properties of composites manufactured from recycled polypropylene and rubberwood fiber // *Construction Build. Mater.* — 2018. — Vol. 162. — P. 450—458.

31. *Ghasemi E. and Kord B.* Long-term water absorption behaviour of polypropylene/wood flour/organoclay hybrid nanocomposite // *Iranian Polym. J.* — 2009. — Vol. 18, No. 9.

32. *Zhao H. and Li R. K. Y.* Effect of water absorption on the mechanical and dielectric properties of nano-alumina filled epoxy nanocomposites // *Composites: Part A.* — 2008. — Vol. 39, No. 4. — P. 602—611.

33. *Pulikkalparambil H. et al.* Accelerated weathering studies of bioepoxy/ionic liquid blends: influence on physical, thermo-mechanical, morphology and surface properties // *Mater. Res. Express.* — 2020. — Vol. 7, No. 2. — P. 025302.

34. *Thomas S. P., Thomas S., Abraham R., and Bandyopadhyay S.* Polystyrene/calcium phosphate nanocomposites: Contact angle studies based on water and methylene iodide // *Express Polym. Lett.* — 2008. — Vol. 2, No. 7. — P. 528—538.

Поступила в редакцию 01.04.2021

Окончательный вариант поступил 13.09.2021

Received Apr. 1, 2021 (Sept.13, 2021)

---

З. Падовец<sup>а</sup>\*, Я. Кржена<sup>б</sup>, Р. Седлачек<sup>а</sup>, Т. Замечникова<sup>а</sup>

<sup>а</sup>*Department of Mechanics, Biomechanics and Mechatronics, Faculty of Mechanical Engineering,  
Czech Technical University in Prague, Prague, Czech Republic*

<sup>б</sup>*LATECOERE Czech Republic s.r.o., Prague, Czech Republic*

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ И ЧИСЛЕННЫЙ АНАЛИЗ ОПТИМИЗИРОВАННЫХ КОМПОЗИТНЫХ ПРОФИЛЕЙ ДЛЯ КОНСТРУКЦИИ САМОЛЕТА<sup>1</sup>

*Z. Padovec<sup>\*</sup>, J. Křena, R. Sedláček, and T. Zámečnicková*

### EXPERIMENTAL AND NUMERICAL ANALYSES OF OPTIMIZED COMPOSITE PROFILES FOR AIRCRAFT CONSTRUCTION

**Keywords:** thermoforming, thermoplastic composite, FEA, testing, aerospace applications

The paper provides a description of the design, finite-element analysis, and testing of two optimized composite profiles intended primarily for joining aircraft structures. Profiles with T and Y shapes were manufactured using the thermoforming technology by a one-shot process from a C/PPS (carbon fibers and a polyphenylene sulfide matrix) fabric. Such profiles are usually loaded in the pull direction. A finite-element analysis was performed to provide that these profiles are able to withstand the prescribed ultimate load without causing their damage. Static and fatigue tests were conducted on both profiles to determine their strength and construction limits, and result similar to those from FE simulations were found, i.e., both the profiles could withstand the prescribed load without degradation.

**Ключевые слова:** термоформование, композит термопластичный, анализ конечно-элементный, испытание, применения аэрокосмические

Представлены результаты анализа методом конечных элементов и испытаний двух оптимизированных композитных профилей,

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [Zdenek.Padovec@fs.cvut.cz](mailto:Zdenek.Padovec@fs.cvut.cz)  
Corresponding author: [Zdenek.Padovec@fs.cvut.cz](mailto:Zdenek.Padovec@fs.cvut.cz)

<sup>1</sup>Перевод с англ.

предназначенных для конструкций самолетов. Т- и Y-образные профили изготовлены одностадийной технологией термоформования из композита на основе ткани углеродных волокон и полифениленсульфидной матрицы. Такие профили обычно нагружают в направлении вытягивания. Анализ методом конечных элементов выполнен с целью подтверждения способности данных профилей выдерживать заданную предельную нагрузку без повреждений. Статические и усталостные испытания обоих профилей позволили определить пределы прочности конструкции и подтвердили результаты конечно-элементного моделирования.

## Введение

Использование композитов с полимерной матрицей (КПМ) (особенно с высокотехнологичными термопластичными матрицами), например, полиэфиркетонкетоновой, полиэфирэфиркетоновой или полифениленсульфидной (ПФС), все более расширяется, особенно в авиастроении. И терморезистивные, и термопластичные КПМ используют в конструктивных элементах аэрокосмической отрасли, включая элероны, закрылки, створки шасси, профили и т. д. [1]. Т-образный профиль, часто применяемый при конструкционной сборке самолетов в виде зажимов, кронштейнов и стрингеров [2], изготавливают разными способами из разных видов композитных материалов. Однако какой бы способ ни применяли, необходимо тщательно исследовать место сопряжения фланцев со стенкой [3—5]. Современное стандартное решение заключается в использовании при изготовлении непрерывных волокон между фланцами и стенкой, не заполняющих область центрального треугольника (иногда называемого “Бермудский треугольник”), который обычно заполняет композит, обладающий иными термомеханическими свойствами и способный создать слабое звено в силу меньшей прочности и большего термического расширения материала заполнителя [6]. Новизна настоящего исследования заключается в особой форме (рис. 1) модификации центральной области, устраняющей свободное пространство между слоями в сопряжении, тем самым снимая вопрос о необходимости ее заполнения. Проблема изготовления Т-образного профиля заключается в заполнении сердцевины в месте сопряжения фланцев и стенки. Армирующие слои нельзя уложить здесь, придав им острый угол; необходим минимальный радиус. Это создает стандартную форму Т-образного профиля (см. рис. 1 слева) с площадью сердцевины  $\sim 17 \text{ мм}^2$  (показана на рисунке черным треугольником). Столь большую площадь приходится заполнять каким-либо дополнительным материалом, что усложняет процесс изготовления. Инновационные решения авторов для Т- и Y-образных профилей создают сердцевину площадью 1,5 и 3  $\text{мм}^2$

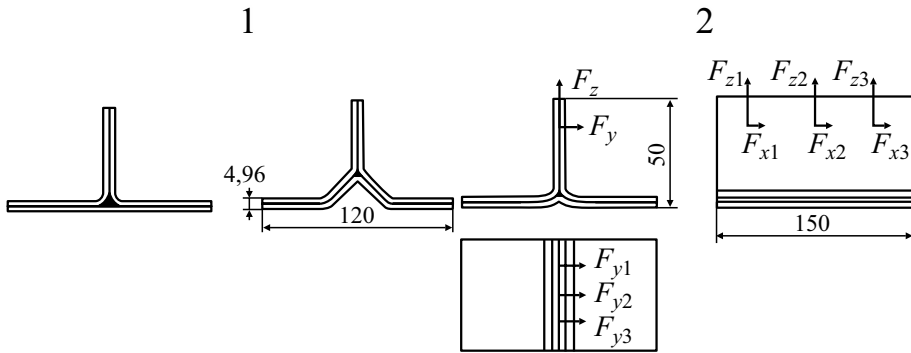


Рис. 1. Новые композитные профили с заданными нагрузками: 1 — стандартное решение для Т-образного профиля; 2 — оптимизированное решение для Т- и Y-образного профилей.

соответственно. Столь малые области можно заполнить только материалом основных слоев.

Еще одно новшество связано с быстрым одностадийным производственным процессом термоформования, обусловленным использованием композита с термопластичной матрицей. Применение термопластичных матриц в композитных конструкциях самолетов постоянно возрастает. Основные преимущества термопластов — быстрый процесс изготовления, повышенная вязкость разрушения, такие свойства матрицы, как огнестойкость, дымность и токсичность [7], длительный срок службы сырья. Этот процесс позволяет реализовать эффективную укладку армирующих слоев (см. рис. 1).

Предмет исследования — титановый профиль для конструкции фюзеляжа A350 XWB, который механически соединяют с окружающей конструкцией. Основная нагрузка на профиль перпендикулярна плоскости фланцев, а предлагаемый профиль разработан как альтернатива данной системе. Масса композитных Т- и Y-образных профилей и титанового Т-профиля равна 0,129, 0,127 и 0,308 кг соответственно.

Как уже было отмечено, использование Т-образных соединений распространено в нескольких отраслях композитной промышленности, поэтому статические испытания таких профилей уже хорошо документированы (см., например, [8] и [9—12]), как и испытания на усталость (см. [13—16]).

Композитные прототипы вариантов Т- и Y-образных профилей изготовили в одностадийном процессе термоформования из трех пластин с укладкой  $[[ (0^\circ, 90^\circ) / (\pm 45^\circ) ]_2 ]_s$  и проанализировали реальную геометрию их сердцевин. Полученные результаты затем использовали для создания модели критической области для расчетов методом конечных элементов (МКЭ).

## 1. Материалы и методы

**1.1. Конечно-элементный анализ** проведен с помощью программного обеспечения Abaqus. Оба профиля (Т- и Y-) смоделировали с использованием многослойных континуальных оболочечных элементов SC8R (один элемент по толщине содержит информацию об укладке, упомянутой ранее). Данные конечные элементы используют послойную теорию композита первого порядка и являются более точными при моделировании контактов, чем традиционные оболочечные элементы, поскольку рассматривают двухсторонние контакты с учетом изменения толщины независимо от других размеров элементов [17].

Механические свойства монослоя, армированного атласной тканью 5Н (массовая площадь углеродных волокон 285 г/м<sup>2</sup>, толщина 0,31 мм), пропитанной 43% ПФС смолы, использованные в расчетах, следующие [18]: модули Юнга  $E_{\text{warp}} = E_{\text{weft}} = 58$  ГПа в направлении основы и утка соответственно; модуль сдвига в плоскости  $G_{LT} = 4,1$  ГПа; коэффициент Пуассона  $\nu_{LT} = 0,046$ ; прочности при растяжении  $F_{\text{warp\_tension}} = F_{\text{weft\_tension}} = 750$  МПа и сжатии  $F_{\text{warp\_compression}} = F_{\text{weft\_compression}} = 590$  МПа вдоль основы и утка соответственно; прочность при сдвиге  $F_{\text{shear}} = 100$  МПа.

Профили нагружали в контрольных точках, используя отверстия в стенке, которые кинематически связали с внутренней поверхностью отверстий (рис. 2). Контрольные точки заданы как управляющие (master), а поверхности отверстий — как подчиненные (slave). Значения заданной предельной нагрузки (сумма сил в каждом направлении нагружения, которая в данном случае в 1,53 раза превышала допустимую нагрузку) в отверстиях стенки приведены в табл. 1. Посредством болтов во фланцах профиль связан со свободно опертой композитной пластиной, представляющей фюзеляж самолета (свойства самой плиты не анализировали).

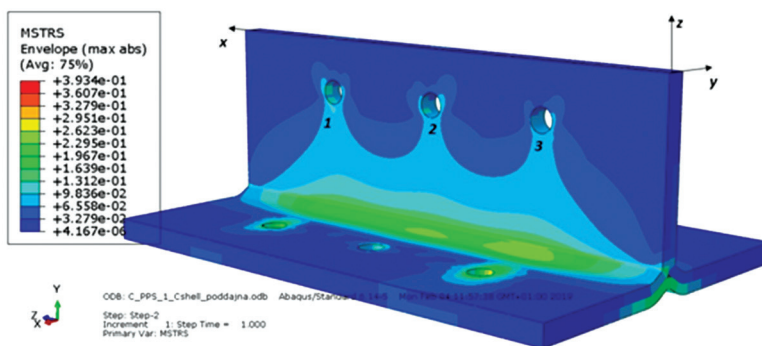


Рис. 2. Индекс разрушения  $FI$  в Т-образном профиле, рассчитанный по критерию максимального напряжения при заданной предельной нагрузке [19].

Табл. 1

Нагружение профилей

Местоположение	$F_x$ , Н	$F_y$ , Н	$F_z$ , Н
1	-276,1	-411,9	3 496,9
2	-345,6	-618,9	3 007,8
3	-168	-415,7	2 846,1

Прочность рассчитывали с помощью разных теорий прочности (критерии максимального напряжения, максимальной деформации, Цая—Хилла, Цая—Ву и Аззи—Цая—Хилла) и индекса разрушения ( $FI$ ), учитываемого в программном обеспечении Abaqus. Каждая из теорий разрушения, основанных на напряжениях, определяет поверхность разрушения в трехмерном пространстве напряжений  $\{\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{12}\}$ . Индекс разрушения  $K$ , используемый для измерения близости к поверхности разрушения, определили как коэффициент масштабирования:

$$\left\{ \frac{\sigma_{11}}{K}, \frac{\sigma_{22}}{K}, \frac{\sigma_{12}}{K} \right\} \Rightarrow \text{индекс разрушения } FI = 1,0. \quad (1)$$

В случае  $K < 1$  напряженное состояние находится в пределах поверхности разрушения (разрушения нет), а  $K \geq 1$  указывает на разрушение. В теории максимального напряжения  $K \equiv FI$ . Индекс разрушения  $K$  в теории разрушения при максимальной деформации определим аналогично:

$$\left\{ \frac{\varepsilon_{11}}{K}, \frac{\varepsilon_{22}}{K}, \frac{\varepsilon_{12}}{K} \right\} \Rightarrow \text{индекс разрушения } FI = 1,0. \quad (2)$$

В случае теории максимальной деформации  $K \equiv FI$  [17].

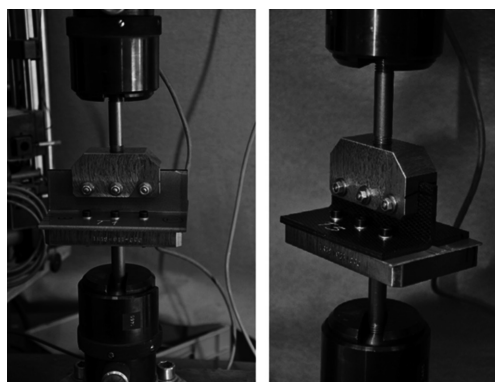


Рис. 3. Т-образные профили, закрепленные в испытательной машине.

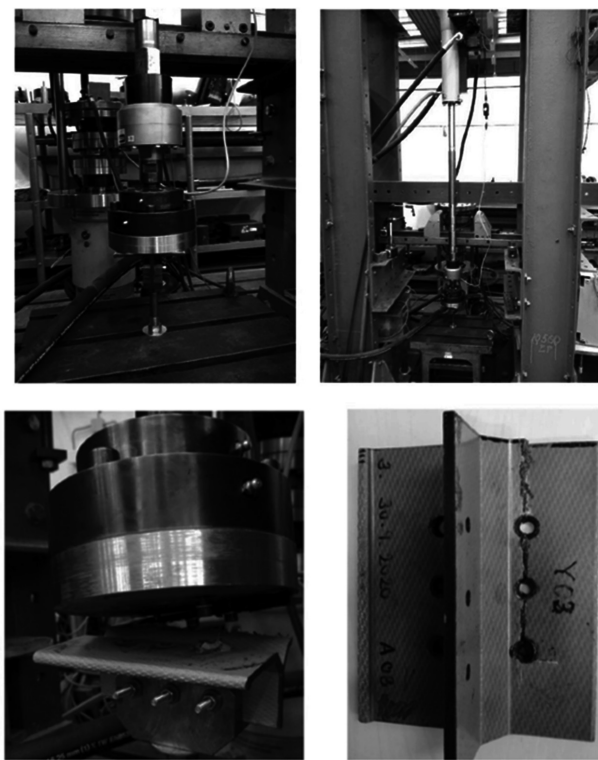


Рис. 4. Комплект для испытания на усталость и разрушенный образец Y\_03 после 122 396 циклов нагружения.

**1.2. Статические испытания** проводили на универсальной испытательной машине TIRA 2300 с датчиком нагрузки до 100 кН со скоростью траверсы 1 мм/мин (для образца T\_1) и 2 мм/мин (для остальных). Перемещение измеряли непосредственно по перемещению траверсы машины. Из данных табл. 1 видно, что нагрузка в направлении  $z$  значительно больше, чем в направлениях  $x$  и  $y$ , поэтому экспериментальную нагрузку прикладывали только в направлении  $z$ . Растягивающую нагрузку прикладывали через винты в стенке профиля, соединенного с захватами машины. Фотографии на рис. 3 иллюстрируют крепление образцов в машине. Испытание образца Y\_3 остановили, когда зафиксировали первое нарушение непрерывности диаграммы нагружения, и образец подвергли компьютерной томографии (Zeiss METROTOM 1500, напряжение 190 кВ, ток 1134 мкА, количество изображений 1500) для определения области и типа разрушения.

**1.3. Испытания на усталость и долговечность** провели в лаборатории на трех Т-образных и трех Y-образных профилях. Значение  $R$  (отношение минимального напряжения цикла к максимальному) равно 0,1 (как в [13, 14]), а частоты нагружения — 5 Гц, за исключением образца Y\_03 с частотой 4 Гц (оба значения меньше, чем в [13, 14]). В программе испытаний

использовали синусоидальный тип сигнала и управление нагрузкой. Эксперимент провели, применив гидравлическую испытательную систему Instron 40 кН (узел испытания на усталость показан в верхней части на рис. 4). Уровни нагружения задали исходя из допустимой нагрузки, равной 5910 Н в направлении  $z$ : 100% означает нагружение до допустимого уровня нагрузки, 153% — до предельного уровня нагрузки, 200% — до двукратного превышения допустимой нагрузки, 306% — до двукратного превышения предельной нагрузки. После того как образец выдержал 1 млн циклов без разрушения, эксперимент остановили, и образец подвергли ультразвуковому контролю, используя прибор Epoch 600 с дисплеем А, без записи данных. Для устранения ближнего поля использовали сильно ослабленный зонд Alpha DFR Transducer диаметром 5,0 МГц 0,25 дюйма с задержкой из плексигласа. Протестировали только плоские поверхности. Образец отложили для последующего статического испытания для проверки, произошло ли изменение прочности по сравнению с “исходными” образцами, испытанными ранее.

## 2. Результаты и обсуждение

**2.1. Конечно-элементный анализ при заданной нагрузке.** Значения индекса разрушения  $FI$  (по теории максимальных напряжений) для Т- и Y-образных профилей, нагруженных согласно данным табл. 1, иллюстрируют данные рис. 2 и 5 соответственно. Результаты показали, что  $FI < 1$  для обоих профилей, свидетельствуя об отсутствии разрушения при заданной предельной нагрузке. Оценки  $FI$  с помощью других теорий прочности дали аналогичные результаты.

**2.2. Конечно-элементное моделирование статических экспериментов.** Модель Т-образного профиля можно построить разными методами [6]. Моделирование Т-образного профиля выполнили, используя ко-

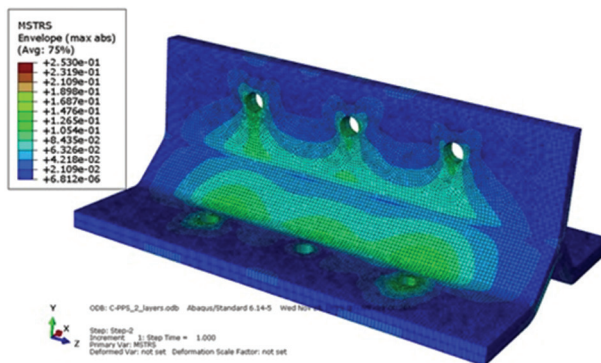


Рис. 5. Индекс разрушения  $FI$  в Y-образном профиле, рассчитанный по критерию максимального напряжения при заданной предельной нагрузке.



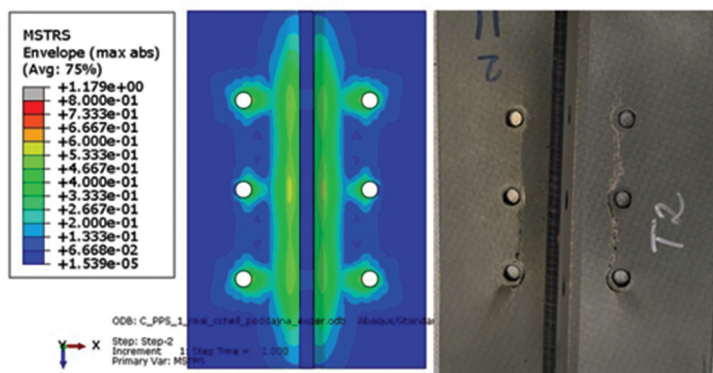


Рис. 6. Сравнение предсказываемого индекса разрушения  $FI$  с реальным разрушением для Т-образного профиля [19].

нечные элементы и условия, описанные в разделе 1.1, и максимальную силу нагружения 27 кН. Выбор максимальной силы обусловлен тем обстоятельством, что при использованных конечных элементах сплошной оболочки невозможно оценить напряжение по толщине (вызвавшее первое нарушение непрерывности диаграммы нагружения). Основная цель данного анализа — сравнение областей разрушения, наблюдаемых в эксперименте, с областями максимальных значений  $FI$  (по теории максимального напряжения), получаемых при моделировании с максимальной силой нагружения (рис. 6). Сравнение конечно-элементных и экспериментальных результатов свидетельствует о точности предсказания МКЭ области разрушения вокруг болтовых отверстий и вдоль радиуса сопряжения нижнего фланца со стенкой профиля [19].

Y-Образный профиль смоделировали, используя иной подход. Образец Y\_3 сразу после появления первой потери непрерывности диаграммы

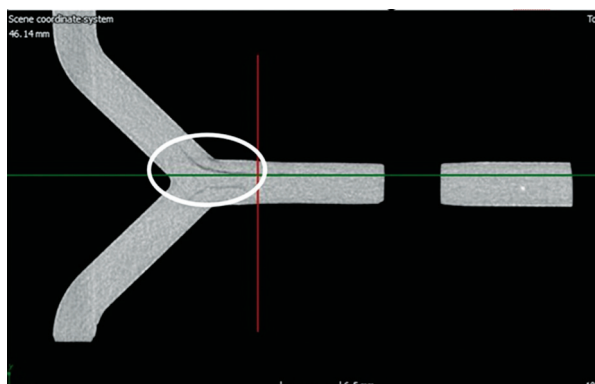


Рис. 7. Область разрушения Y-образного профиля, оцененная посредством компьютерной томографии.

Табл. 2

Максимальная сила нагружения  $F_{\max}$  и сила  $F_{\text{dis}}$ , соответствующая первому нарушению непрерывности диаграммы нагружения

Образец	$F_{\max}$ , кН	$F_{\text{dis}}$ , кН
T_1	30,67	15,81
T_2	28,42	23,90
T_3	27,74	17,93
Среднее значение и стандартное отклонение соответственно	28,94±1,25	19,21±3,43
Y_1	41,96	23,91
Y_2	36,53	33,16
Y_3	—	29,50
Среднее значение и стандартное отклонение соответственно	39,25±2,72	28,54±4,63

нагружения (при нагрузке 29,5 кН) подвергли компьютерному сканированию. На рис. 7 показана область разрушения, обусловленная напряжением по толщине, а на рис. 8 — поле распределения. “Треугольник” в середине, смоделированный из тетраэдральных конечных элементов, представляет собой область чистой матрицы, смоделированной как изотропный материал ( $E = 3,8$  ГПа,  $\nu = 0,33$ ). Проанализировали величину напряжений в области разрушения образца Y\_3, исследованной с помощью компьютерной томографии (см. рис. 7), и той же области в конечно-элементной модели, находящейся на границе между чистой матрицей и композитом (см. рис. 8), при нагрузке появления первого нарушения непрерывности. Напряжения в этой области — от 26 до 28 МПа.

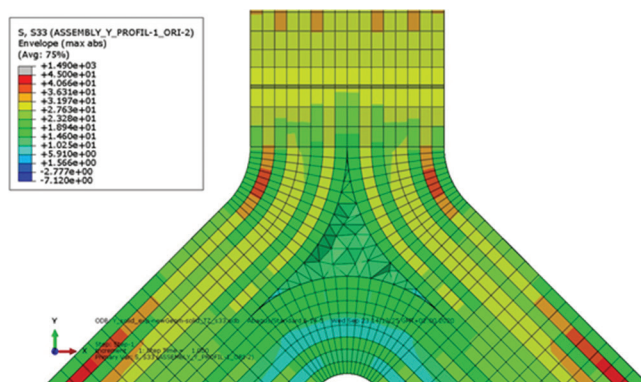


Рис. 8. Поле напряжения по толщине Y-образного профиля.

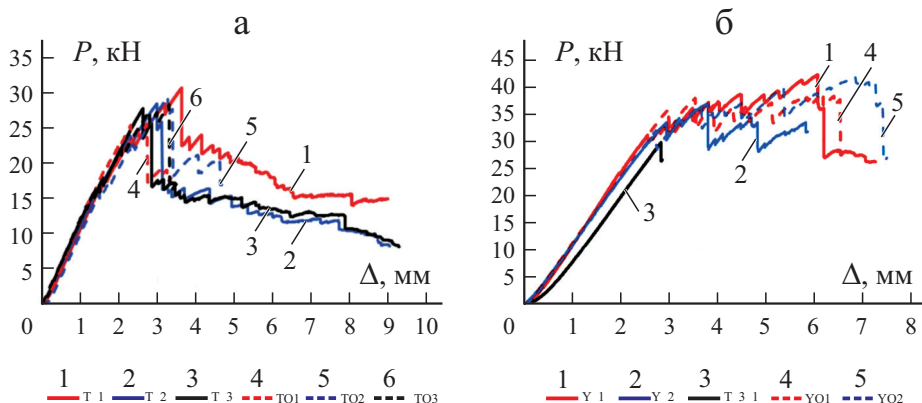


Рис. 9. Диаграмма сила нагружения—перемещение  $P—\Delta$  для Т- (а) и Y-образных (б) профилей (“исходного” и после 1 000 000 усталостных циклов).

Предполагаемая допустимая прочность листа материала (поперечная прочность при растяжении однонаправленного углепластика с ПФС матрицей) равна 39 МПа [20]. Сравнение продемонстрировало высокий уровень согласования моделирования МКЭ и эксперимента. Такую оценку для сравнения выбрали, поскольку прочность при растяжении по толщине используемой ткани неизвестна.

**2.3. Статическое испытание.** Зависимости между силой нагружения и перемещением  $P—\Delta$  для Т- и Y-образных профилей приведены на рис. 9. Значения максимальной силы нагружения и силы, соответствующей первому нарушению непрерывности на диаграмме нагружения (первое повреждение), приведены в табл. 2.

Сравнение результатов экспериментов с Т- и Y-образными профилями (см. табл. 2, рис. 9) показало, что первое нарушение непрерывности диаграммы нагружения (имеющее решающее значение с точки зрения усталости) в Т-образных профилях имело место между 16 и 24 кН, а Y-образных — 24 и 34 кН, что примерно на 71—112% больше. Указанные значения в 1,5 и 3 раза больше предписанной предельной нагрузки в направлении  $z$ .

### 3. Испытание на усталость и долговечность

Результаты испытаний на усталость и долговечность приведены в табл. 3. Образец Y\_03 разрушился после 122 396 циклов нагружения, претерпев разрушение винтов (после 83 407 и 108 876 циклов), которые заменили.

Табл. 3

Результаты испытания профилей на долговечность

Образец	Уровень нагрузки, %	$F$ , Н	Количество циклов $N$	Результат
T_01	100	5910	1 000 000	Без разрушения
T_02	100	5910	1 000 000	Без разрушения
T_03	153	9042	1 000 000	Без разрушения
Y_01	153	9042	1 000 000	Без разрушения
Y_02	200	11,820	1 000 000	Без разрушения
Y_03	306	18,085	122 396	Разрушение

Окончательное разрушение (см. фотографию внизу рис. 4) также сопровождалось разрушением некоторых винтов.

T-Образные образцы и образцы Y\_01 и Y\_02 прошли усталостные испытания без разрушения, что позволило также выполнить их статические испытания с целью выяснения, изменилось ли их поведение. В табл. 4 приведены значения максимальной силы нагружения и силы, соответствующей первому нарушению непрерывности диаграммы нагружения, для обоих образцов после 1 млн циклов. Сравнение этих значений с таковыми для “исходных” образцов (см. табл. 2, рис. 9) свидетельствует о том, что усталостное нагружение не оказало на них значительного влияния.

Табл. 4

Максимальная сила нагружения  $F_{max}$  и сила  $F_{dis}$ , соответствующая первому нарушению непрерывности диаграммы нагружения после 1 000 000 усталостных циклов

Образец	$F_{max}$ , кН	$F_{dis}$ , кН
T_01	25,61	15,37
T_02	29,40	15,64
T_03	28,33	13,84
Среднее значение и стандартное отклонение соответственно	27,78±1,60	14,95±0,79
Y_01	38,53	37,60
Y_02	41,42	31,69
Среднее значение и стандартное отклонение соответственно	39,98±1,45	34,65±2,96

## Заключение

В качестве замены титановому профилю с помощью одностадийной технологии термоформования изготовили Т- и Y-образные профили из углепластика на ПФС матрице, что привело к уменьшению массы на 58%. Свойства обоих профилей проанализировали с использованием конечно-элементного программного обеспечения Abaqus. Анализ показал, что оба профиля способны выдерживать заданную предельную нагрузку без разрушения ( $FI < 1$ ).

Профили статически испытали на универсальной испытательной машине. Испытания показали, что первое нарушение непрерывности диаграмм деформирования Т- и Y-образного профилей имело место при нагрузке в 1,5 и 3 раза соответственно большей предельной нагрузки в направлении  $z$ . Конечно-элементное моделирование статических испытаний профилей выполнили, используя оболочечные и твердотельные конечные элементы. Получено очень хорошее согласование результатов экспериментов и моделирования МКЭ.

Хотя испытания на усталость и долговечность с использованием небольшого количества образцов дают некоторые основания для сомнений, необходимо отметить, что их провели при высоком уровне нагрузки вплоть до 1 млн циклов нагружения. Все образцы Т-образного профиля без разрушения выдержали допустимые и предельные нагрузки. Образцы Y-образного профиля испытали вплоть до значений предельной, удвоенной допустимой и удвоенной предельной нагрузки, что нетипично для данного типа конструкций. Разрушение болтового соединения произошло при удвоенной предельной нагрузке. Эти результаты превышают требования, предъявляемые к конструкции такого типа. Информация о влиянии температуры и влажности на используемый материал свидетельствует о том, что не следует ожидать значительного снижения прочности и срока эксплуатации. Более того, статические испытания образцов, выдержавших 1 млн циклов, продемонстрировали отсутствие влияния усталости на максимальную силу нагружения и силу, соответствующую первому нарушению непрерывности диаграммы нагружения.

Исследование выполнено при поддержке проекта FV30033 Министерством промышленности и торговли Чешской Республики.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Zhang X., Chen Y., and Hu J.* Recent advances in the development of aerospace materials // *Progress in Aerospace Sci.* — 2018. — Vol. 97. — P. 22—34.
2. *Bühler V., Wöginger A., and Geh S.* Thermoplastic Profiles as Part of the Thermoplastic Composite Toolbox by SGL Carbon // *ITHEC 2018, 4th Int. Conf. & Exhibition on Thermoplastic Compos., Bremen, Germany, 2018.*
3. *Offringa A.* Thermoplastics in aerospace, new products through innovative technology // *SAMPE J.* — 2005. — Vol. 41, No. 6. — P. 19—27.
4. *Offringa A.* The TAPAS Project // *SAMPE Eur. Technical Conf., Leiden, Netherlands, 2011.*
5. *Kassapoglou Ch.* Design and Analysis of Composite Structures with Applications to Aerospace Structures, 2nd Ed. — Chichester: John Wiley & Sons, 2013.
6. *James P., Varughese B., and Sundaram R.* Analytical qualification of composite co-cured T-joint for the internal fuel pressure requirement using a novel FE analytical approach: bubbles in Bermuda triangle // *INCCOM-16: National Conf. on Composites, Kerala, India, 2019.*
7. *Biron M.* Thermoplastics and Thermoplastic Composites. — 3rd ed. — Oxford: Elsevier, 2019.
8. *Gaitzsch R. and Koerdt M.* Design for assessment of interface strength in overmoulded structures made from fibre reinforced high-performance thermoplastics // *ITHEC 2018, 4th Int. Conf. & Exhibition on Thermoplastic Composites, Bremen, Germany, 2018.*
9. *Toftegaard H. and Lystrup A.* Design and test of lightweight sandwich T-joint for naval ships // *Composites: Part A.* — 2005. — Vol. 36. — P. 1055—1065.
10. *Li X., Zhu Z., Li Y., and Hu Z.* Design and mechanical analysis of a composite T-type connection structure for marine structures // *Polish Maritime Res.* — 2020. — Vol. 27, No. 2. — P. 145—157.
11. *Burns L., Mouritz A. P., Pook D., and Feih S.* Strengthening of composite T-joint using novel ply design approaches // *Composites: Part B.* — 2016. — Vol. 88 — P. 73—84.
12. *Chuyang L. and Junjiang X.* Static pull and push bending properties of RTM-made TWF composite Tee-joints // *Chinese J. Aeronautics.* — 2012. — Vol. 25. — P. 198—207.
13. *Wang Y. and Soutis C.* Fatigue behaviour of fibre-reinforced composite T-joints // *MATEC Web of Conf.* 165, 07004, 2018.
14. *Wang Y. and Soutis C.* Fatigue behaviour of composite T-Joints in wind turbine blade application // *Appl. Compos. Mater.* — 2017. — Vol. 24. — P. 461—475.
15. *Thawre M. M., Pandley K. N., Dubney A., Verma K. K., Peshwe D. R., Paretkar R. K., Jagannathan N., and Manjunatha C. M.* Fatigue life of a carbon fiber composite T-joint under a standard fighter aircraft spectrum load sequence // *Compos. Struct.* — 2015. — Vol. 127. — P. 260—266.
16. *Chowdhury N., Chiu W. K., and Wang J.* Review on the fatigue of composite hybrid joints used in aircraft structures // *Adv. Mater. Res.* — 2014. — Vols. 891—892. — P. 1591—1596.
17. URL: <https://classes.engineering.wustl.edu/2009/spring/mase5513/abaqus/docs/v6.6/bo oks/usb/default.htm?startat=pt05ch17s02abm04.html>

18. AIMS05-09-002, Airbus material specification carbon fabric, 285 g/m<sup>2</sup> fibre area mass with 43% PPS resin or equivalent resin material specification.

19. *Padovec Z., Sedláček R., and Zámečnicková T.* Testing of C/PPS element for aircraft // Proc. EAN 2019 57th Conf. on Experimental Stress Analysis, Luhačovice, Czech Republic, 2019. — P. 361—364.

20. Toray Data Sheet for material Cetex<sup>®</sup> TC1100.

Поступила в редакцию 28.01.2021

Окончательный вариант поступил 17.06.2021

Received Jan. 28, 2021 (June 17, 2021)

---

*М. Дж. Чуррука, Дж. И. Моран, Э. С. Родригес\**

*Structural Composite Group (CET), Materials Science and Technology Research Institute (INTEMA) – Technical and Scientific National Research Council (CONICET) and National University of Mar del Plata (UNMdP), 7600 Mar del Plata, Argentina*

## **ВЛИЯНИЕ НАНОТРУБОК ГАЛЛУАЗИТА НА МИКРОРАСТРЕСКИВАНИЕ МАТРИЦЫ В ЭПОКСИДНЫХ УГЛЕПЛАСТИКАХ<sup>1</sup>**

*M. J. Churruca, J. I. Morán, and E. S. Rodríguez\**

### **EFFECT OF HALLOYSITE NANOTUBES ON MATRIX MICROCRACKING IN CARBON FIBER/EPOXY COMPOSITES**

**Keywords:** laminates, particle-reinforced composites, microcracks, transverse cracking, fracture toughness

Matrix microcracking is considered the main factor responsible for the gas permeation in linerless pressure vessels and storage tanks. The addition of halloysite nanotubes (HNTs) to them at different concentrations was studied in order to enhance their microcrack resistance. A 50% increase in the cracking onset stress was found at a 5% addition of HNTs to the epoxy matrix. Moreover, a 60% increase was observed at a similar level of microcrack density compared with that of neat epoxy. A reactive diluent was used as an alternative to keep the viscosity suitable for the filament winding process and to offset the rise in viscosity by HNT incorporation. Despite the fact that the matrix fracture toughness increased even to 10% of HNTs, no growth in the microcrack resistance was found at more than 5% of HNTs. As a result, it was concluded that the microcracking phenomenon can be affected not only by the matrix fracture toughness, but also by the residual thermal stress.

**Ключевые слова:** композиты слоистые, композиты, армированные частицами, микротрещины, растрескивание поперечное, вязкость разрушения

---

\*Автор, с которым следует вести переписку: [exerod@gmail.com](mailto:exerod@gmail.com)  
Corresponding author: [exerod@gmail.com](mailto:exerod@gmail.com)

<sup>1</sup>Перевод с англ.



Микрорастрескивание матрицы — основной фактор, ответственный за проницаемость газа в сосудах высокого давления без лейнеров и резервуарах для его хранения. Изучено введение разного массового содержания галлуазитных нанотрубок (ГНТ) с целью повышения сопротивления микрорастрескиванию. При введении в эпоксидную матрицу 5% по массе ГНТ наблюдали увеличение напряжения начала растрескивания на 50%. Более того, при аналогичном уровне плотности микротрещин наблюдали увеличение на 60% по сравнению с чистой эпоксидной смолой. Реактивный разбавитель использовали в качестве альтернативы для поддержания вязкости, подходящей для процесса намотки волокон, и компенсации повышения вязкости за счет введения ГНТ. Хотя вязкость разрушения матрицы возрастала при введении ГНТ до 10% по массе, увеличение стойкости к микрорастрескиванию наблюдали при введении не более 5% по массе ГНТ. В результате сделан вывод о том, что на микрорастрескивание может влиять не только вязкость разрушения матрицы, но и остаточные термические напряжения.

## Введение

Использование эпоксидных углепластиков возрастает в аэрокосмической и автомобильной промышленности, заинтересованных в применении композитов с полимерной матрицей в разных элементах конструкций вместо металлов с целью повышения энергоэффективности за счет уменьшения массы конструкций. Сосуды под давлением обычно используют в ракетах-носителях спутников и транспортных средствах, работающих на водороде или сжатом природном газе. В настоящее время на рынке доступны разные варианты: цельнометаллический, металлический с композитной внешней обмоткой в окружном направлении, полностью композитный с металлическим или полимерным лейнером.

Для удовлетворения требований промышленности по уменьшению массы и стоимости, а также гибкости конструкции сверхлегкие композитные изделия без лейнера стали привлекательным решением. Основная проблема для сверхлегких резервуаров и сосудов для хранения газа — проницаемость композитных материалов под нагрузкой в силу образования в них микротрещин при отсутствии лейнера, действующего как барьер для протекания газа.

Обычно микротрещины в матрице — первый заметный механизм повреждения слоистых композитов, способный создать пути для утечки при высоких уровнях деформации и понизить такие механические характеристики, как прочность, жесткость и размеростабильность [1]. Микротрещины возникают мгновенно в силу событий разрушения в экспериментальном масштабе времени при уровне нагрузки, намного

меньшей, чем требуется для разрушения волокон [2], и распространяются перпендикулярно направлению волокон.

Несмотря на то что микротрещины в композитах тщательно изучали в последние десятилетия, основные переменные, участвующие в их образовании, еще полностью не изучены. Исследования последовательности укладки показали, что в слоистых композитах с наружными слоями, ориентированными под углом  $90^\circ$ , микротрещины возникали при значительно меньших нагрузках, чем при других укладках [3]. В [3] показали, что напряжение, соответствующее началу микрорастрескивания, возрастает при уменьшении толщины слоев под углом  $90^\circ$ . Кроме того, установлена важная роль остаточных напряжений, обусловленных термической усадкой, в развитии микрорастрескивания. В [1] отметили, что пластичность матрицы в слоистом композите влияет на возникновение и развитие микрорастрескивания. В [4] изучали влияние типа волокон и состава матрицы на микрорастрескивание в ходе криогенного цикла и установили, что увеличение гибкости основной цепи полимерной матрицы и высокий модуль упругости волокон увеличивают плотность микротрещин за счет изменения термических напряжений в композите. В [5] экспериментально исследовали микрорастрескивание композитов с разными матрицами и показали, что несмотря на одинаковую разрушающую деформацию, матрицы демонстрировали разную склонность к микрорастрескиванию. Поэтому можно сделать вывод о том, что на образование микрорастрескивания влияет не только геометрия слоистого композита, но и свойства его матрицы.

Эпоксидные матрицы особенно подвержены микрорастрескиванию в силу присущей им хрупкости. Один из возможных способов повышения их вязкости разрушения — введение в них частиц, активирующих в зависимости от типа разные механизмы вязкости разрушения. Значительное упрочнение обычно достигают за счет добавления в матрицу резиноподобных частиц. Однако этот метод снижает модуль упругости, твердость и, в большинстве случаев, прочность [6—9].

Установлено, что нановолокна и наночастицы — лучшие добавки для увеличения вязкости разрушения эпоксидных смол без ущерба для их основных свойств [10, 11]. В частности, углеродные нанотрубки (УНТ) считают идеальными модификаторами в силу их высокой прочности, низкой плотности, наноразмеров и, что наиболее важно, большого отношения размеров. На протяжении многих лет прилагали обширные исследовательские усилия по разработке композитов с эпоксидной матрицей, армированной УНТ [12—15]. В [16] показали, что ударные свойства эпоксидных смол можно значительно улучшить, добавив к ним наночастицы оксида титана (до 6%).

Учитывая чрезвычайно высокую стоимость и трудности получения УНТ и других наночастиц на основе металлов, галлуазитные нанотрубки (ГНТ) оказались привлекательной альтернативной добавкой в полимеры [17—19]. Галлуазит — распространенный и дешевый трубчатый

глинистый материал со структурной формулой  $\text{Al}_2(\text{OH})_4\text{Si}_2\text{O}_5 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , внутренним диаметром 1—30 нм, внешним диаметром 30—50 нм и длиной 100—2000 нм [20]. ГНТ, обладающие трубчатой структурой, напоминающей структуру УНТ, имеют еще одно преимущество перед УНТ — их легко диспергировать в вязком полимере, поскольку они прямые и не запутываются [21]. По этой причине в литературе можно найти множество разных применений ГНТ как для термопластов, так и для терморезактивных полимеров. Например, в [22] добавление всего 1% ГНТ в полиуретановые смолы увеличило их прочность при растяжении, изгибе и ударе. В случае эпоксидных смол ГНТ добавляют в основном для повышения вязкости разрушения [23—25].

Когда непрерывные волокна введены в нанокompозиты, их механическое поведение анализировать труднее. В некоторых исследованиях получили разные результаты для трехфазных слоистых нанокompозитов. В [26] продемонстрировали, что диспергирование УНТ в традиционные волокнисто-армированные углепластики замедляет образование трещин в матрице в силу увеличения вязкости ее разрушения. С другой стороны, в [27] достигли значительного улучшения вязкости разрушения эпоксидной смолы, модифицированной органическим триблок-сополимером, без влияния на ее микрорастрескивание.

В исследовании [28] вязкость разрушения эпоксидного связующего удалось улучшить путем добавления ГНТ без значительного увеличения вязкости смолы. В настоящей работе исследовано влияние добавки ГНТ в материал подложки на поперечное микрорастрескивание матрицы, механические свойства и сопротивление разрушению. Идея заключалась в повышении сопротивления сосудов высокого давления, изготовленных намоткой волокном, микрорастрескиванию матрицы без увеличения вязкости смолы, поскольку это значительно затрудняет процесс их производства.

## 1. Эксперимент

**1.1. Материалы.** Использовали ГНТ диаметром 30—70 нм и длиной 1—3 мкм, поставленные компанией Sigma-Aldrich®, и эпоксидную смолу DGEBA DER 383 (диглицидиловый эфир бисфенола А) компании Dow Chemical® с эквивалентной массой 182,6 г экв<sup>-1</sup>, определенной титрованием по стандарту ASTM D1652, метод В. Для уменьшения вязкости эпоксидной смолы в качестве разбавителя использовали алкилглицидиловый эфир C12-C14 (Distaltec® DLR001). Его эквивалентную массу 284 г экв<sup>-1</sup> также определили титрованием. В качестве отвердителя использовали полиэфирамин Jeffamine® D230 с эквивалентной массой 60 г экв<sup>-1</sup>.

ГНТ сушили в печи при температуре 65 °С в течение 24 ч для удаления влаги, а смолу DGEBA предварительно нагревали при 60 °С для уменьшения ее вязкости путем осторожного перемешивания перед смешиванием с реактивным разбавителем. Затем в систему ввели нанотрубки и подвергли

Табл. 1

Химический состав (% по массе) смесей эпоксидной матрицы

Образец	Галлаузит	Реактивный разбавитель
Ер	0NT	0
ЕрR	0NT	5
ЕрR	5NT	5
ЕрR	10NT	5

смесь ультразвуковому перемешиванию с частотой 40 кГц в течение 10 мин (при мощности 160 Вт). Обработка ультразвуком — метод смешивания с большими сдвиговыми усилиями, более эффективный для диспергирования ГНТ в эпоксидной смоле, чем механический [23—29]. Затем в смесь добавляли отвердитель путем медленного перемешивания во избежание образования пузырьков воздуха и дегазировали смесь в вакуумной камере при 60 °С в течение 15 мин.

Изготовили четыре типа эпоксидных смесей, содержащих 0, 5 и 10% по массе ГНТ (табл. 1).

Ортогонально армированные композиты с укладкой  $[0^{\circ}_2/90^{\circ}_2]_s$  изготовили методом ручной выкладки с 50% объемным содержанием углеродных волокон TorayCA® T700SC 12K. Слоистые композиты отверждали на машине горячего прессования в течение 6 ч при температуре 65 °С и доотверждали в течение 3 ч при температурах 90 и 100 °С (для ЕрR и Ер соответственно) выше температуры стеклования  $T_g$  с целью обеспечения высокой степени отверждения. На рис. 1 приведена схема экспериментальной процедуры изготовления ортогонально армированных композитов.

### 1.2. Определение характеристик эпоксидного нанокompозита с ГНТ.

Для определения дисперсии ГНТ в изготовленных нанокompозитах использовали просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) TEM, JEOL 100 CX II. Образцы вырезали из отвержденных пластин с помощью микротомы.

Температуру стеклования  $T_g$  отвержденных систем определяли с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) с использованием прибора DSCQ2000 TA. Сканирование проводили в диапазоне температур от 25 до 220 °С при скорости нагрева 10 °С/мин. Для предотвращения термоокислительных реакций использовали поток  $N_2$  низкого давления (20 мм/мин).

Реологические свойства неотвержденной смеси галлаузит—эпоксидная смола являются важными факторами по двум причинам: во-первых, вязкость смеси влияет на ее переработку методом намотки волокна, во-вторых, она может быть хорошим индикатором степени дисперсности галлаузита в смеси с эпоксидной смолой [30]. Поэтому влияние введения ГНТ на вязкость неотвержденной эпоксидной смолы изучали с использованием вискозиметра Брукфилда DV2T в конфигурации конуса и пластины (шпindel SP52, 35 °С).



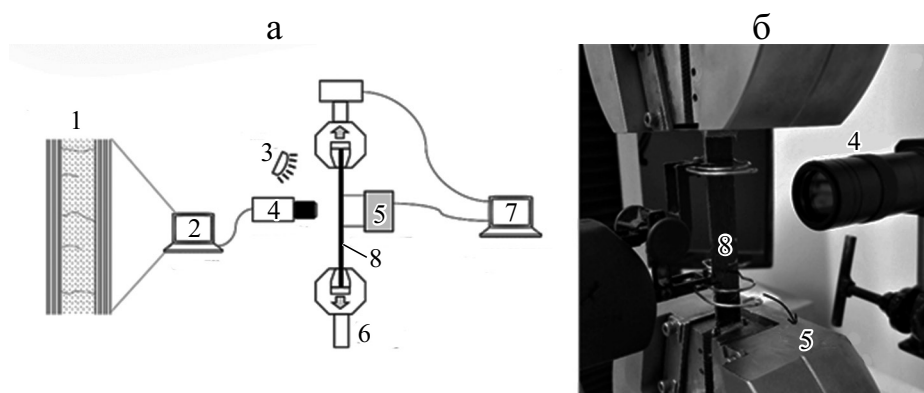


Рис. 2. Испытание на микрорастрескивание: схема эксперимента (а) и экспериментальное оборудование (б): 1 — микрорастрескивание слоистого композита  $[0^{\circ}_2/90^{\circ}_2]_s$ ; 2 — компьютер; 3 — источник света; 4 — камера с зарядной связью; 5 — экстензометр; 6 — универсальная испытательная машина; 7 — компьютер для сбора информации о нагрузке и деформации; 8 — образец.

**1.3. Поперечное растрескивание.** Микрорастрескивание в ортогонально армированных композитах оценивали в ходе испытаний на одноосное растяжение. Образцы размером  $120 \times 13 \times 2,1$  мм вырезали из композитных пластин  $[0^{\circ}_2/90^{\circ}_2]$ . Испытания проводили при скорости перемещения траверсы 0,2 мм/мин в направлении слоя  $0^{\circ}$ . Полированные кромки образцов исследовали с помощью камеры с зарядовой связью при разных приращениях деформации. Подсчитывали количество микротрещин в центральном слое  $90^{\circ}$ . Оптическое наблюдение трещин — простейший экспериментальный метод оценки волокнисто-армированных углепластиков, поскольку внутрислойные трещины открываются, а поперечные сечения полированных волокон яркие и блестящие [31, 32]. Плотность микротрещин (количество трещин на единицу длины) рассчитывали как отношение количества микротрещин к длине рабочей зоны. Испытали по пять образцов каждого композита. На рис. 2 показана схема испытания на микрорастрескивание.

Для определения вязкости разрушения при растяжении и поперечного микрорастрескивания использовали универсальную испытательную машину Instron 3369, МА, оснащенную датчиком нагрузки до  $\pm 50$  кН. Испытания проводили при температуре окружающей среды  $20^{\circ}\text{C}$ .

## 2. Результаты и обсуждение

**2.1. Морфология и дисперсия ГНТ в эпоксидной смоле.** На рис. 3 представлены микрофотографии ПЭМ нанокompозита галлуазит—эпоксид. ГНТ диспергированы в эпоксидной матрице в виде кластеров разного размера. Несмотря на то что кластеры галлуазита не находились в наноразмерном диапазоне, тщательный осмотр показал, что смола

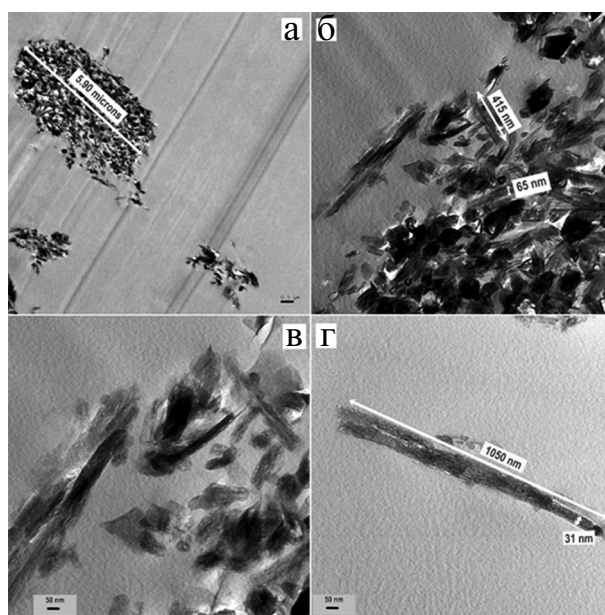


Рис. 3. Микрофотографии ПЭМ (с разной кратностью увеличения) распределения ГНТ в эпоксидной смоле образцов EpR 5NT 10 000× (а), EpR 5NT 50 000× (б), EpR 5NT 100 000× (в), EpR 10NT 100 000× (г). × — кратность увеличения.

определенно проникла в кластеры и образовала богатую галлуазитом область (см. рис. 3—в). Другие исследователи также идентифицировали это явление [21, 25, 33, 34] и предложили разные альтернативы для увеличения дисперсии частиц ГНТ. Согласно литературным данным основные стратегии, принятые для изготовления смеси, содержащей индивидуально диспергированные ГНТ, включают такие эффективные методы смешивания, как трехвалковый размол [35, 36] и модификация поверхности частиц [37—40], улучшающие механические свойства. Однако в последнем случае улучшения могут быть связаны как с лучшей дисперсией ГНТ в эпоксидной матрице, так и с большей адгезией между двумя фазами в силу модификации поверхности [41]. В [42] не обнаружили свидетельств улучшения механических свойств за счет улучшенной дисперсии.

На рис. 3—г показан типичный размер ГНТ, соответствующий техническим характеристикам поставщика (длина 1—3 мкм, диаметр 30—70 нм). Кроме того, наблюдали полую трубчатую форму у некоторых частиц галлуазита, демонстрирующую большое отношение размеров, напоминающее таковое у УНТ.

**2.2. Температура стеклования и вязкость.** В табл. 2 приведены измеренные значения температуры стеклования  $T_g$  и вязкости эпоксидных смол, модифицированных галлуазитом, при температуре 35 °С. Введение ГНТ в эпоксидную смолу не привело к значительному изменению величины  $T_g$ . Сходство значений  $T_g$  образцов EpR свидетельствует о том, что они были отверждены в одинаковой степени и любые видимые изменения

Табл. 2

## Термофизические свойства смесей эпоксидной смолы

Образец	$T_g$ , °C	Вязкость при 35°C, сПз
Ер 0NT	91,5	294
ЕрR 0NT	82,4	192
ЕрR 5NT	79,7	264
ЕрR 10NT	80,8	378

их механических свойств обусловлены наличием ГНТ, а не различиями сетевых структур эпоксидных смол.

Ранее было отмечено, что наличие ГНТ в эпоксидных нанокompозитах снижает температуру стеклования  $T_g$  смолы [35, 43]. Это объясняется в основном двумя факторами: увеличением свободного объема в силу уменьшения взаимодействия между эпоксидной смолой и ГНТ и уменьшением взаимодействий полимерных цепей, влияющих на сшивающую способность эпоксидной смолы. Однако некоторые авторы наблюдали небольшое увеличение значения  $T_g$  при небольшом количестве ГНТ благодаря наличию агломератов галлуазита и их взаимодействию [43]. Таким образом, существует два противодействующих фактора, влияющих на структуру эпоксидной сети: жесткофазное армирование и пониженная плотность сшивки [21].

Введение ГНТ в неотвержденную эпоксидную смолу лишь незначительно увеличивает ее вязкость, и эпоксидные углепластики можно изготавливать при тех же условиях, что и с чистой эпоксидной смолой. Увеличение вязкости можно объяснить ограниченным движением эпоксидной матрицы в силу наличия нанотрубок [23]. Поэтому образование кластеров ГНТ может препятствовать прямому взаимодействию между нанотрубками, что обуславливает пониженное увеличение вязкости [44]. Добавление

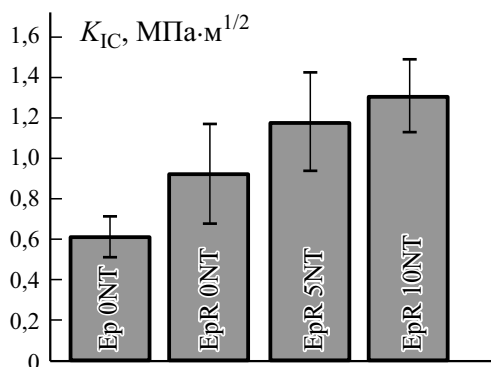


Рис. 4. Вязкость разрушения  $K_{IC}$  при разном массовом содержании ГНТ.



реактивного разбавителя — эффективный метод поддержания вязкости чистой эпоксидной смолы при неизменной технологичности.

**2.3. Механические свойства.** *2.3.1. Вязкость разрушения.* На рис. 4 приведены значения вязкости разрушения  $K_{IC}$ , рассчитанные для четырех составов матрицы. Видно, что добавление реактивного разбавителя повышает вязкость разрушения, что объясняют повышенной пластичностью, связанной с уменьшенной плотностью сшивки образцов эпоксидной смолы, содержащей разбавитель [45].

Как и ожидали, введение ГНТ в эпоксидную смолу дополнительно улучшило вязкость разрушения. Добавление 10% по массе ГНТ увеличивало вязкость разрушения матрицы в два раза.

Механизм ужесточения упрочняющими частицами, такими как галлузит с очень высоким отношением размеров, предложили в [21, 24, 37]. Поскольку ГНТ намного прочнее и жестче эпоксидной матрицы, фронт трещины, зацепление или образование мостиков представляют эффективный механизм, затрудняющий распространение трещины. Однако наличие кластеров наночастиц обуславливает другие механизмы ужесточения, которые считаются преобладающими: пластическое деформирование эпоксидной матрицы вокруг кластеров частиц и отклонение трещин в силу наличия кластеров [10]. ГНТ ограничивают распространение трещин, увеличивая вязкость разрушения [23—25, 33, 37, 42]. В [46] разработали новые нанокompозиты с областями, богатыми нанотрубками (иерархические композиты). В результате наблюдали увеличение вязкости разрушения в силу увеличенной извилистости траектории трещин.

*2.3.2. Растягивающие свойства.* Модуль упругости чистой эпоксидной смолы 2,73 ГПа, предел прочности при растяжении 60,77 МПа. На рис. 5 проиллюстрированы средние нормированные свойства при растяжении чистой эпоксидной смолы и нанокompозитов на ее основе.

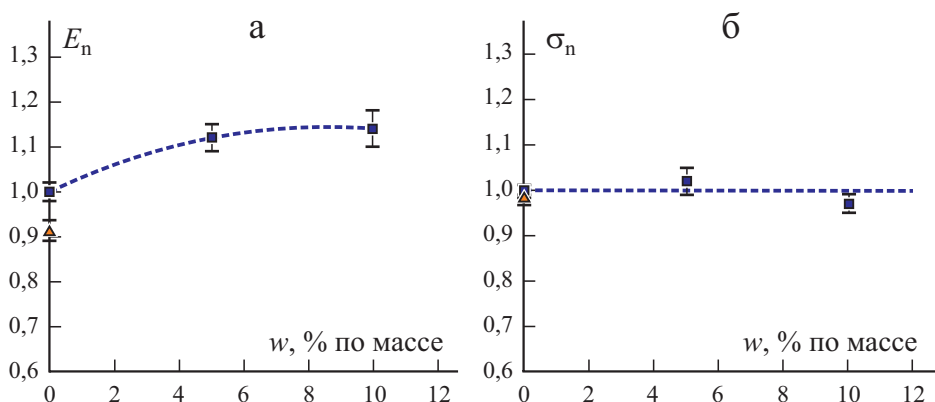


Рис. 5. Зависимость нормированного модуля упругости при растяжении  $E_n$  (а) и нормированной прочности при растяжении  $\sigma_n$  (б) от массового содержания ГНТ в образцах EpR (■) и EpONT (▲).

Из сравнения значений свойств смесей Ep 0NT и EpR 0NT видно, что модуль упругости значительно увеличился, в то время как прочность при растяжении не изменилась. Аналогичные тенденции влияния реактивных разбавителей на модуль упругости и прочность описаны в [45, 47—49]. Этот эффект может зависеть от разных химических характеристик реактивного разбавителя (функциональности, молекулярной массы и способности образовывать сополимеры).

Введение 5% по массе ГНТ увеличивало модуль упругости смеси, но дальнейшее увеличение их содержания повысило его незначительно. Подобное поведение нанокомпозитов галлуазит—эпоксид наблюдали в [50—52]. В [50] объясняли первоначальное увеличение модуля упругости ограниченной подвижностью и деформируемостью эпоксидной смолы. Дальнейшее увеличение содержания ГНТ привело к образованию агломератов, действующих как точки концентрации напряжений, а не арматура. Согласно [52] высокое содержание ГНТ теоретически может улучшить механические свойства эпоксидных композитов, а образование кластеров может их уменьшить.

В отличие от обнаруженного важного эффекта ужесточения значительного улучшения прочности не наблюдали. Об этом ограниченном усиливающем влиянии на свойства при растяжении уже сообщали в [53] и связали его с разными дефектами, внесенными в нанокомпозиты: пузырьками воздуха, захваченными в ходе изготовления образцов смеси, концентрацией напряжений на ГНТ и неоднородной плотностью сетки. Кроме того, улучшение механических свойств также объясняли эффективной передачей нагрузки от полимерной матрицы к наночастицам [14, 19]. Создание механизмов, улучшающих межповерхностную адгезию галлуазита и эпоксидной смолы, может быть способом достижения эффективного увеличения прочности и модуля упругости при растяжении [54].

**2.4. Микрорастрескивание матрицы в ортогонально армированных композитах.** Плотность микротрещин в матрице измеряли для четырех

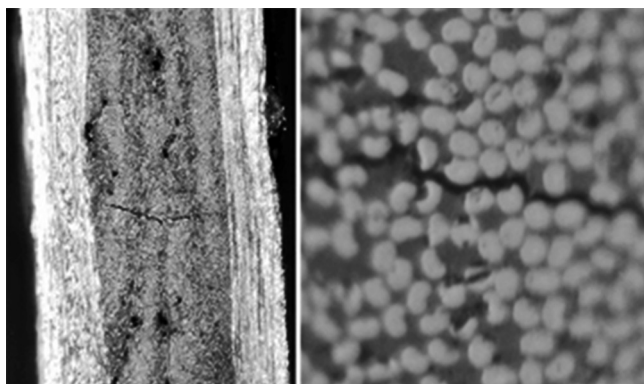


Рис. 6. Микрофотография трещины в эпоксидном углепластике с укладкой  $[0^\circ_2/90^\circ_2]_s$ .

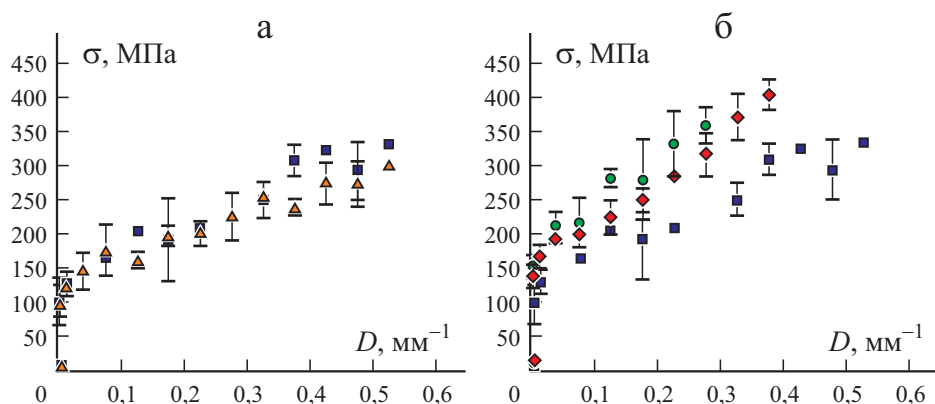


Рис. 7. Зависимость между приложенным напряжением  $\sigma$  и плотностью микротрещин  $D$  в эпоксидных углепластиках с укладкой  $[0^{\circ}_2/90^{\circ}_2]_s$ .

нанокомпозитов в зависимости от приложенного напряжения. Процедуру повторяли до тех пор, пока не произошло расслоение или разрушение образцов при растяжении. Подсчет микротрещин в образцах проводили по месту при каждом приращении напряжения. На рис. 6 показана микрофотография поперечного сечения типичной поперечной микротрещины в поврежденном слоистом композите.

На рис. 7 приведены зависимости между приложенным напряжением и плотностью микротрещин в ортогонально армированных композитах. Образцы Epr 0NT и EprR 0NT продемонстрировали одинаковое поведение микрорастрескивания (см. рис. 7—а). Введение ГНТ увеличило начальное напряжение, необходимое для инициирования микрорастрескивания в эпоксидных нанокомпозитах, со 100 до 154 МПа. Кроме того, потребовалось большее напряжение для образования такого же количества микротрещин в матрице. Например, напряжение, необходимое для плотности микротрещин 0,22%, возросло с 208 до 332 МПа для образцов EprR 0NT и EprR 5NT соответственно. При дальнейшем увеличении содержания ГНТ улучшение не наблюдали (см. рис. 7—б).

Такое поведение можно объяснить механизмом прогиба трещины, когда она отклонялась от своего первоначального направления распространения и обходила частицы наполнителя, не проникая в них [55]. В чистой эпоксидной смоле микротрещины распространяются в основном через межповерхностную зону между углеродными волокнами и матрицей в силу плохого межфазного взаимодействия между ними. Поэтому можно предположить, что для достижения значительного улучшения сопротивления микрорастрескиванию необходимо хорошее межфазное взаимодействие между наполнителями и эпоксидной матрицей.

Ударная вязкость матрицы выявлена как важный фактор, препятствующий образованию микрорастрескивания, однако и другие параметры также можно считать значимыми. В настоящей работе не установлена прямая корреляция между ударной вязкостью матрицы и стойкостью слоистых

композитов микрорастрескиванию. По-видимому, процесс микрорастрескивания не подчиняется традиционной механике разрушения, имеющей дело с распространением трещин [56]. Образование микротрещин происходит мгновенно в силу событий разрушения в экспериментальном масштабе времени. Учитывая этот факт, в [2] разработали модель конечного разрушения, основанную на выделении критической энергии, необходимой для образования новой конечной поверхности трещины.

Опубликованные экспериментальные результаты показывают, что другие переменные, такие как коэффициент термического расширения, температура отсутствия напряжений (связанная с величиной  $T_g$ ) и усадка при отверждении, [4, 57], влияющие остаточные термические напряжения, могут быть связаны с явлением микрорастрескивания. В [26] рассматривали остаточные термические напряжения в слое  $90^\circ$  и вязкость разрушения, связанную с матрицей, как основные причины замедленного образования трещин в матрице.

Необходимо тщательное изучение поведения материала на микромасштабе для ограничения и управления развитием микротрещин в матрице с учетом всех переменных.

### Заключение

Установлено, что ГНТ — хорошо диспергирующая фаза в эпоксидной матрице. Анализ в более мелком масштабе выявил наличие микрокластеров, уменьшающих общее взаимодействие между частицами галлуазита и обуславливающих меньшее, чем ожидали, увеличение вязкости, сохраняя при этом низкую вязкость, необходимую для процесса намотки волокном. Кроме того, установлено, что образование кластеров галлуазита ответственно за примерно двукратное увеличение вязкости разрушения при 10% по массе ГНТ, предотвращающее распространение микротрещин за счет механизмов прогиба трещин и пластического деформирования.

Механические свойства смеси EpR не претерпели значительных изменений после введения в нее ГНТ. Прочность при растяжении осталась прежней, а модуль упругости незначительно возрос при введении до 5% по массе ГНТ. Тщательный обзор литературы показал, что улучшенная межповерхностная адгезия между галлуазитом и эпоксидной смолой — многообещающий способ достижения эффективного улучшения механических свойств всех композиций. Модификация поверхности и прививка ГНТ аminosиланами, а также гибридные нанонаполнители (ГНТ и УНТ) предложены для создания эффективной передачи нагрузки между матрицей и арматурой [42, 54]. Дальнейшие исследования в этой области могут улучшить армирующую способность эпоксидной матрицы при малом содержании ГНТ. Дисперсию частиц ГНТ можно оценить с помощью электронной микроскопии на разрушенных образцах (используя СЭМ и ПЭМ).

Несмотря на низкий армирующий эффект, установленный при добавлении ГНТ к эпоксидной матрице, наблюдали значительное повышение сопротивления микрорастрескиванию исследованных эпоксидных углепластиков. Показано, что для инициирования микрорастрескивания необходимо большее приложенное напряжение. Также продемонстрировали, что явление микрорастрескивания зависит не только от вязкости разрушения матрицы, но и остаточных термических напряжений, возникающих при изготовлении слоистого композита. Термические напряжения возникают в результате разных коэффициентов термического расширения и усадки эпоксидной смолы при отверждении. На эти факторы можно повлиять либо путем добавления частиц с отрицательным тепловым расширением, таких как  $ZrW_2O_8$ , либо путем изучения новых составов эпоксидных смол с уменьшенной усадкой [58—60].

*Благодарность.* Авторы признательны за финансовую поддержку Университету Мар-дель-Плата, Национальному исследовательскому совету (CONICET) и Агентству по развитию науки и технологий [FONARSEC - ANPCyT; PICT-2016-4048].

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Talreja R., Yalvac S., Yats L. D., and Wetters D. G.* Transverse cracking and stiffness reduction in cross ply laminates of different matrix toughness // *J. Compos. Mater.* — 1992. — Vol. 26, No. 11. — P. 1644—1663.
2. *Nairn J. A.* Polymer Matrix Composites. Chap. 13 / Eds. R. Talreja and J.-A. Manson. — Elsevier Sci., 2001.
3. *Nairn J. A. and Hu S.* The formation and effect of outer-ply microcracks in cross-ply laminates: A variational approach // *Eng. Fract. Mech.* — 1992. — Vol. 41, No. 2. — P. 203—221.
4. *Timmerman J. F., Tillman M. S., Hayes B. S., and Seferis J. C.* Matrix and fiber influences on the cryogenic microcracking of carbon fiber/epoxy composites // *Composites: Part A.* — 2002. — Vol. 33. — P. 323—329.
5. *Mallick K., Cronin J., Ryan K., Arzberger S., and Munshi N.* An integrated systematic approach to linerless composite tank development // 46th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics & Materials Conf., Austin, Texas. United States, 2005.
6. *Kinloch A. J., Shaw S. J., and Hunston D. L.* Deformation and fracture behaviour of a rubber-toughened epoxy: 2. Failure criteria // *Polymer (Guildf).* — 1983. — Vol. 24, No. 10. — P. 1355—1363.
7. *Bagheri R., Marouf B. T., and Pearson R. A.* Rubber-toughened epoxies: A critical review // *Polym. Rev.* — 2009. — Vol. 49, No. 3. — P. — 201—225.
8. *Ricciardi M. R., Papa I., Langella A., Langella T., Lopresto V., and Antonucci V.* Mechanical properties of glass fibre composites based on nitrile rubber toughened modified epoxy resin // *Composites: Part B.* — 2018. — Vol. 139. — P. 259—267.
9. *Agarwal M., Arif M., Bisht A., Singh V. K., and Biswas S.* Investigation of toughening behavior of epoxy resin by reinforcement of depolymerized latex rubber // *Sci. Eng. Compos. Mater.* — 2015. — Vol. 22, No. 4. — P. 399—404.

10. *Ghadami F., Dadfar, M. R. and Kazazi M.* Hot-cured epoxy-nanoparticulate-filled nanocomposites: Fracture toughness behavior // *Eng. Fract. Mech.* — 2016. — Vol. 162. — P. 193—200.
11. *Kim B. C., Park S. W., and Lee D. G.* Fracture toughness of the nano-particle reinforced epoxy composite // *Compos. Struct.* — 2008. — Vol. 86. — Nos. 1—3. — P. 69—77.
12. *Cho J., Daniel I. M., and Dikin D. A.* Effects of block copolymer dispersant and nanotube length on reinforcement of carbon/epoxy composites // *Composites: Part A.* — 2008. — Vol. 39, No. 12. — P. 1844—1850.
13. *Gkikas G., Barkoula N. M., and Paipetis A. S.* Effect of dispersion conditions on the thermo-mechanical and toughness properties of multi walled carbon nanotubes-reinforced epoxy // *Composites: Part B.* — 2012. — Vol. 43, No. 16. — P. 2697—2705.
14. *Quan D., Urdániz J. L., and Ivanković A.* Enhancing mode-I and mode-II fracture toughness of epoxy and carbon fibre reinforced epoxy composites using multi-walled carbon nanotubes // *Mater. Des.* — 2018. — Vol. 143. — P. 81—92.
15. *Shin Y. C., Lee W. Il., and Kim H. S.* Mode II interlaminar fracture toughness of carbon nanotubes/epoxy film-interleaved carbon fiber composites // *Compos. Struct.* — 2020. — Vol. 236. — P. 111808.
16. *Gaaz T. S., Hussein E. K., Subhi K. A., and Al-Amiery A.* Mechanical and morphology properties of titanium oxide-epoxy nanocomposites // *Int. J. Low-Carbon Technol.* — 2020. — Vol. 16, No. 1. — P. 240—245.
17. *Du M., Guo B., and Jia D.* Newly emerging applications of halloysite nanotubes: a review // *Polym. Int.* — 2010. — Vol. 59. — P. 574—582.
18. *Liu M., Jia Z., Jia D., and Zhou C.* Recent advance in research on halloysite nanotubes-polymer nanocomposite // *Progress in Polymer Sci.* — 2014. — Vol. 39, No. 8. — P. 1498—1525.
19. *Idumah C. I., Hassan A., Ogbu J., Ndem J., and Nwuzor I. C.* Recently emerging advancements in halloysite nanotubes polymer nanocomposites // *Compos. Interfaces.* — 2019. — Vol. 26, No. 9. — P. 751—824.
20. *Li C., Liu J., Qu X., Guo B., and Yang Z.* Polymer-Modified Halloysite Composite Nanotubes // *Polym. Sci.* — 2008. — Vol. 110, No. 6. — P. 3638—3646.
21. *Ye Y., Chen H., Wu J., and Ye L.* High impact strength epoxy nanocomposites with natural nanotubes // *Polymer (Guildf).* — 2007. — Vol. 48, No. 21. — P. 6426—6433.
22. *Gaaz T. S., Sulong A. B., Ansari M. N. M., Kadhum A. A. H., Al-Amiery A. A., and Al-Furjan M. S. H.* Effect of halloysite nanotubes loading on thermo-mechanical and morphological properties of polyurethane nanocomposites // *Mater. Technol.* — 2016. — Vol. 32, No. 7. — P. 430—442.
23. *Vahedi V., Pasbakhsh P., and Chai S. P.* Toward high performance epoxy/halloysite nanocomposites: New insights based on rheological, curing, and impact properties // *Mater. Des.* — 2015. — Vol. 68. — P. 42—53.
24. *Tang Y., Ye L., Deng S., Yang C., and Yuan W.* Influences of processing methods and chemical treatments on fracture toughness of halloysite-epoxy composites // *Mater. Des.* — 2012. — Vol. 42. — P. 471—477.
25. *Deng S., Zhang J., Ye L., and Wu J.* Toughening epoxies with halloysite nanotubes // *Polymer (Guildf).* — 2008. — Vol. 49, No. 23. — P. 5119—5127.
26. *Yokozeki T., Iwahori Y., and Ishiwata S.* Matrix cracking behaviors in carbon fiber/epoxy laminates filled with cup-stacked carbon nanotubes (CSCNTs) // *Composites: Part A.* — 2007. — Vol. 38, No. 3. — P. 917—924.

27. *Bashar M., Sundararaj U., and Mertiny P.* Study of matrix micro-cracking in nano clay and acrylic tri-block-copolymer modified epoxy/basalt fiber-reinforced pressure-retaining structures // *Express Polym. Lett.* — 2011. — Vol. 5, No. 10. — P. 882—896.
28. *Rodríguez E. S., Falchi V. G., Asaro L., Zucchi I. A., and Williams R. J. J.* Toughening an epoxy network by the addition of an acrylic triblock copolymer and halloysite nanotubes // *Compos. Commun.* — 2019. — Vol. 12. — P. 86—90.
29. *Ceretti D. V. A., da Silva L. C. E., Goncalves do Carmo M., and Carastan D. J.* The role of dispersion technique and type of clay on the mechanical properties of clay/epoxy composites // *Macromol. Symp.* — 2019. — Vol. 383, No. 1800055. — P. 1—10.
30. *Rong R., Xu X., Zhu S., Li B., Wang X., and Tang K.* Facile preparation of homogeneous and length controllable halloysite nanotubes by ultrasonic scission and uniform viscosity centrifugation // *Chem. Eng. J.* — 2016. — Vol. 291. — P. 20—29.
31. *Mallick K.* Ultralight linerless composite tanks for in-space applications in Space // 2004 Conf. and Exhibit AIAA 2004-5801. San Diego, California, United State, 2004.
32. *Varna J. and Asp L.* Microdamage in composite laminates: Experiments and observation // *Appl. Mech. Mater.* — 2014. — Vol. 518. — P. 84—89.
33. *Ye Y., Chen H., Wu J., and Chan C. M.* Evaluation on the thermal and mechanical properties of HNT-toughened epoxy/carbon fibre composites // *Composites: Part B.* — 2011. — Vol. 42, No. 8. — P. 2145—2150.
34. *Ye Y., H. Chen, Wu J., and Chan C. M.* Interlaminar properties of carbon fiber composites with halloysite nanotube-toughened epoxy matrix // *Compos. Sci. Technol.* — 2011. — Vol. 71, No. 5. — P. 717—723.
35. *Kim M. Il., Kim S., Kim T., Lee D. K., Seo B., and Lim C. S.* Mechanical and thermal properties of epoxy composites containing zirconium oxide impregnated halloysite nanotubes // *Coatings.* — 2017. — Vol. 7, No. 12.
36. *Li Z., Liu L., Gonzalez A. J., and Wang D.-Y.* Bioinspired polydopamineinduced assembly of ultrafine Fe(OH)<sub>3</sub> nanoparticles on halloysite toward highly efficient fire retardancy of epoxy resin via an action of interfacial catalysis // *Polym. Chem.* — 2017. — Vol. 8, No. 26. — P. 3926—3936.
37. *Tang Y., Deng S., Ye L., Chang C., Yuan Q., Zhang J., and Zhao C.* Effects of unfolded and intercalated halloysites on mechanical properties of halloysite-epoxy nanocomposites // *Composites: Part A.* — 2011. — Vol. 42, No. 4. — P. 345—354.
38. *Zhang J., Zhang D., Zhang A., Jia Z., and Jia D.* Dendritic polyamidoaminegrafted halloysite nanotubes for fabricating toughened epoxy composites // *Iran. Polym. J.* — 2013. — Vol. 22, No. 7. — P. 501—510.
39. *Sun P., Liu G., Lv D., Dong X., Wu J., and Wang D.* Simultaneous improvement in strength, toughness, and thermal stability of epoxy/halloysite nanotubes composites by interfacial modification // *J. Appl. Polym. Sci.* — 2016. — Vol. 133, No. 13.
40. *Vijayan P., Tanvir A., Mrlik M., Urbanek M., and Al-Maadeed M.* TiO<sub>2</sub>/Halloysite hybrid filler reinforced epoxy nanocomposites // *Polym. Compos.* — 2018. — Vol. 39, S4.
41. *Zeng S., Reyes C., Rodgers P. A., Wentworth S. H., and Sun L.* Facile hydroxylation of halloysite nanotubes for epoxy nanocomposite applications // *Polym. (UK).* — 2014. — Vol. 55, No. 25. — P. 6519—6528.
42. *Sánchez M., Uicich J. F., Arenas G. F., Rodríguez E. S., Montemartini P. E., and Penoff M. E.* Chemical reactions affecting halloysite dispersion in epoxy nanocomposites // *J. Appl. Polym. Sci.* — 2019. — Vol. 136, No. 38. — P. 1—12.
43. *Hornak J., Kadlec P., and Polanský R.* Halloysite nanotubes as an additive to ensure enhanced characteristics of cold-curing epoxy resins under fire conditions // *Polymers (Basel).* — 2020. — Vol. 12, No. 9. — P. 1881.

44. *Brantseva T. V., Ilyin S. O., Gorbunova I. Y., Antonov S. V., Korolev Y. M., and Kerber M. L.* Epoxy reinforcement with silicate particles: Rheological and adhesive properties - Part II: Characterization of composites with halloysite // *Int. J. Adhes. Adhes.* — 2016. — Vol. 68. — P. 248—255.
45. *Khalina M., Beheshty M. H., and Salimi A.* The effect of reactive diluent on mechanical properties and microstructure of epoxy resins // *Polym. Bull.* — 2019. — Vol. 76, No. 8. — P. 3905—3927.
46. *Abidin M. S. Z., Herceg T., Greenhalgh E. S., Shaffer M., and Bismarck A.* Enhanced fracture toughness of hierarchical carbon nanotube reinforced carbon fibre epoxy composites with engineered matrix microstructure // *Compos. Sci. Technol.* — 2019. — P. 170, 85—92.
47. *Cai P., Zhang H., Zhao D.-L., and Shen Z.-M.* Effect of diluent on mechanical properties of DDM/E-51 epoxy resin system // *Polym. Mater. Sci. Eng.* — 2010. — Vol. 26. — P. 75—77.
48. *Kregl L., Wallner G. M., Lang R. W., and Mayrhofer G.* Effect of resin modifiers on the structural properties of epoxy resins // *J. Appl. Polym. Sci.* — 2017. — Vol. 134, No. 44. — P. 1—11.
49. *Sinha A., Khan N. I., Das S., Zhang J., and Halder S.* Effect of reactive and non-reactive diluents on thermal and mechanical properties of epoxy resin // *High Perform. Polym.* — 2018. — Vol. 30, No. 10. — P. 1159—1168.
50. *Ravichandran G., Rathnakar G., Santhosh N., Chennakeshava R., and Hashmi M. A.* Enhancement of mechanical properties of epoxy/halloysite nanotube (HNT) nanocomposites // *SN Appl. Sci.* — 2019. — Vol. 1, No. 4. — P. 296.
51. *Gaaz T. S., Sulong A. B., Kadhum A. A. H., Al-Amiery A. A., Nassir M. H., and Jaaz A. H.* The impact of halloysite on the thermo-mechanical properties of polymer composites // *Molecules.* — 2017. — Vol. 22, No. 5. — P. 13—15.
52. *Saif M. J., Asif M., Naveed M., Zia K., Zaman W., Khosa M. and Jamal M.* Halloysite reinforced epoxy composites with improved mechanical properties // *Polish J. Chem. Technol.* — 2016. — Vol. 18, No. 1. — P. 133—135.
53. *Vahedi V. and Pasbakhsh P.* Instrumented impact properties and fracture behaviour of epoxy/modified halloysite nanocomposites // *Polym. Test.* — 2014. — Vol. 39. — P. 101—114.
54. *Saharudin M. S., Atif R., Hasbi S., Nazri M. N. A., Saidin N. U., and Abdullah Y.* Synergistic effects of halloysite and carbon nanotubes (HNTs + CNTs) on the mechanical properties of epoxy nanocomposites // *AIMS Mater. Sci.* — 2019. — Vol. 6, No. 6. — P. 900—910.
55. *He Y., Chen Q., Yang S., Lu C., Feng M., Jiang Y., Cao G., Zhang J. and Liu C.* Micro-crack behavior of carbon fiber reinforced Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/graphene oxide modified epoxy composites for cryogenic application // *Composites: Part A.* — 2018. — Vol. 108. — P. 12—22.
56. *Hashin Z.* Finite thermoelastic fracture criterion with application to laminate cracking analysis // *J. Mech. Phys. Solids.* — 1996. — Vol. 44, No. 7. — P. 1129—1145.
57. *Joosten M. W., Agius S., Hilditch T., and Wang C.* Effect of residual stress on the matrix fatigue cracking of rapidly cured epoxy/anhydride composites // *Composites: Part A.* — 2017. — Vol. 101. — P. 521—528.
58. *Neely L. A., Kochergin V., See E. M., Robinson H. D.* Negative thermal expansion in a zirconium tungstate/epoxy composite at low temperatures // *J. Mater. Sci.* — 2014. — Vol. 49. — P. 392—396.



59. *Takenaka K.* Progress of research in negative thermal expansion materials: paradigm shift in the control of thermal expansion // *Front Chem.* — 2018. — Vol. 6. — P. 267.

60. *Parameswaranpillai J., George A., Pionteck J., and Thomas S.* Investigation of cure reaction, rheology, volume shrinkage and thermomechanical properties of nano-TiO<sub>2</sub> filled epoxy/DDS composites // *J. Polym.* — 2013. — Vol. 2013. — P. 183463.

Поступила в редакцию 25.01.2021

Окончательный вариант поступил 01.07.2021

Received Jan. 25, 2021 (July 1, 2021)

---

---

## СОДЕРЖАНИЕ

<i>Гусейнов К., Сапожников С. Б., Кудрявцев О. А.</i> Особенности испытаний на трехточечный изгиб для определения межслойного модуля сдвига слоистых композитов . . . . .	223
<i>Зиле Э., Зеленакене Д., Анискевич А.</i> Определение характеристик изделий из полимолочной кислоты, изготовленных методом моделирования наплавления . . . . .	241
<i>Янелюкстис Р., Миронов Д., Сафонов А.</i> Статистический контроль целостности композитных конструкций на основе автоматического операционного модального анализа. Обзор . . . . .	257
<i>Багери Тофики М., Биглари Х., Шокри М. М.</i> Экспериментальное и численное исследование отклика на низкоскоростной удар сэндвич-конструкций с сердцевиной из полипропилена, армированной графеном . . . . .	297
<i>Сайтарлы С. В., Дзюбенко Л. С., Плаван В. П., Пушкарёв Ю. Н., Сапьяненко А. А., Горбик П. П.</i> Влияние наполнителя на структуру, термостойкость и механические свойства композиций на основе модифицированного полипропилена . . . . .	321
<i>Монтичелли Ф. М., Орнаги-мл. Х. Л., Чиоффи М. О. Х., Ворвальд Х. Дж. К.</i> Влияние межповерхностной адгезии в гибридном эпоксидном композите углепластик/стеклопластик на вязкость разрушения по моде II . . . . .	335
<i>Януска Л., Хейн Х.</i> Количественная оценка расслоения с помощью вейвлетов Хаара и машинного обучения . . . . .	353
<i>Хассан Е. А. М., Эль-Абид А. Е. А., Башир Е. О., Элагиб Т. Х. Х.</i> Влияние модификации углеродных волокон на механические свойства полиамидных композитов для автомобильных применений . . . . .	369
<i>Чандрасекар М., Шахрозе Р. М., Сентмутукумар Т., Сенткумар К., Ишак М. Р., Раджини Н., Сенгчин С.</i> Влияние наполнителя силикагель на механические, термические и физические свойства композита на основе льняных волокон и эпоксидной смолы . . . . .	383
<i>Падовец З., Кржсена Я., Седлачек Р., Замечникова Т.</i> Экспериментальный и численный анализ оптимизированных композитных профилей для конструкции самолета . . . . .	397
<i>Чуррука М. Дж., Моран Дж. И., Родригес Э. С.</i> Влияние нанотрубок галлуазита на микрорастрескивание матрицы в эпоксидных углепластиках . . . . .	411

---

## CONTENTS

<i>Guseinov K., Sapozhnikov S. B., and Kudryavtsev O. A.</i> Features of three-point bending tests for determining out-of-plane shear modulus of layered composites . . . . .	223
<i>Zile E., Zeleniakiene D., and Aniskevich A.</i> Characterization of polylactic acid parts produced using the fused deposition modelling . . . . .	241
<i>Janeliukstis R., Mironovs D., Safonovs A.</i> Statistical structural integrity control of composite structures based on automatic operational modal analysis. Review . . . . .	257
<i>Bagheri Tofighi M., Biglari H., and Shokrieh M. M.</i> An experimental and numerical investigation on low-velocity impact response of nano-reinforced polypropylene core sandwich structures . . . . .	297
<i>Saitarly S., Dzubenko L., Plavan V., Pushkarev Yu., Sapyanenko A., Gorbyk P.</i> Influence of a filler on the structure, thermal stability, and mechanical properties of compositions based on a modified polypropylene . . . . .	321
<i>Monticeli F. M., Ornaghi Jr. H. L., Cioffi M. O. H., and Voorwald H. J. C.</i> The influence of carbon/glass/epoxy hybrid interfacial adhesion on the mode II delamination fracture toughness . . . . .	335
<i>Jaamuska L. and Hein H.</i> Delamination quantification by Haar wavelets and machine learning . . . . .	353
<i>Hassan E. A. M., Elabid A. E. A., Bashier E. O., and Elagib T. H. H.</i> The effect of carbon fibers modification on the mechanical properties of polyamide composites for automobile applications . . . . .	369
<i>Chandrasekar M., Shahroze R. M., Senthilmuthukumar T., Senthilkumar K., Ishak M. R., Rajini N., Siengchin S.</i> Influence of a silica aerogel filler on the mechanical, thermal, and physical properties of flax/epoxy composite . . . . .	383
<i>Padovec Z., Křena J., Sedláček R., and Zámečnicková T.</i> Experimental and numerical analyses of optimized composite profiles for aircraft construction . . . . .	397
<i>Churrucá M. J., Morán J. I., and Rodríguez E. S.</i> Effect of halloysite nanotubes on matrix microcracking in carbon fiber/epoxy composites . . . . .	411

---



# ВНИМАНИЮ ЧИТАТЕЛЕЙ!

## Список некоторых планируемых конференций (Композиты и перспективные материалы)

2022—2023

### **Composite-Sandwich Conference**

May 24-25, 2022, Halle (Saale), Germany  
<https://www.faserverbund-sandwich.de/en/home/>

### **IUTAM Symposium on Enhancing Material Performance by Exploiting Instabilities and Damage Evolution**

June 5-10, 2022, Warsaw, Poland  
<http://iutam2022warsaw.ippt.pan.pl/importantdates.html>

### **V International Conference**

#### **New Materials and Technologies in the Condition of the Arctic**

June 14-18, 2022, Yakutsk, Russia  
<https://www.s-vfu.ru/universitet/rukovodstvo-i-struktura/instituty/bgf/xo/techart/folder3/>

### **International Summer School-Conference “Advanced Problems in Mechanics”**

June 20-24, 2022, St. Petersburg, Russia  
<http://apm-conf.spb.ru/>

### **ECF23**

#### **23rd European Conference on Fracture – ECF23**

June 27 — July 1, 2022, Madeira Island, Portugal  
<https://www.ecf23.eu/>

### **MDA 2022**

#### **The 4th International Conference on Materials Design and Applications 2022**

July 07-08, 2022, FEUP, Porto, Portugal  
<https://web.fe.up.pt/~mda2022/>

### **EUCASS-3AF**

#### **9th European Conference for AeroSpace Sciences**

June 27 — July 01, 2022, Lille Grand Palais, France  
<https://eucass-3af-2022.eu/>

### **International Summer School on Fatigue and Damage Mechanics of Composite Materials**

July 4-8, 2022, University of Padova in Vicenza, Italy  
[www.gest.unipd.it/damageschool2022](http://www.gest.unipd.it/damageschool2022)

### **WMCAUS 2022**

#### **7th World Multidisciplinary Civil Engineering - Architecture - Urban Planning Symposium**

September 5-9, 2022, Prague, Czech Republic  
[www.wmcaus.org](http://www.wmcaus.org)

---

### **CMM-SolMech 2022**

#### **24th International Conference on Computer Methods in Mechanics (CMM) and the 42nd Solid Mechanics Conference (SolMech)**

September 5-8, 2022, Świnoujście, Poland

<http://cmm-solmech.ippt.pan.pl/index.html>

### **ICAS 2022**

#### **33rd Congress of the International Council of the Aeronautical Sciences**

September 4–9, 2022, Stockholm, Sweden

<https://icas2022.com/>

### **6th ITHEC 2020**

#### **The 6th International Conference and Exhibition on Thermoplastic Composites**

October 12-13, 2022, Congress Center, & Messe Bremen, Germany

<https://ithec.de/>

### **COMAT 2022**

#### **The 9th International Conference on Advanced Composite Materials Engineering**

October 17-18, 2022, Transilvania University of Brasov, Romania

<https://sites.google.com/view/comatcomec/home>

#### **International Science and Technology Conference for Youth “Advanced Materials for Engineering and Functional Purposes”**

October 17-21, 2022, Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

<https://portal.tpu.ru/science/konf/mt/eng>

### **DRMS2023**

#### **The first International Conference on Durability, Repair and Maintenance of Structures**

March 16-17, 2023, University of Porto (FEUP), Porto, Portugal

<https://web.fe.up.pt/~drms2023/>

### **Modern Materials and Manufacturing 2023**

April 25-27, Tallinn, Estonia

<https://taltech.ee/en/mmm2021>

### **CICE 2023**

#### **11th International Conference on Fiber-Reinforced Polymer (FRP) Composites in Civil Engineering**

July 23-26, 2023, Rio de Janeiro, Brazil

<https://cice2023.org/>

### **ICCM-23**

#### **International Conference on Composite Materials**

July 30 — August 4, 2023, Belfast, Ireland

<https://iccm23.org/about-the-conference/>

### **IUTAM Symposium Creep in Structures**

September 18-22, 2023, Magdeburg, Germany

<http://www.iutam-symposium.ovgu.de>

---



Адрес редакции:

ул. Айзкрауклес, 23, Рига, LV-1006 Латвия  
<https://www.apgads.lu.lv/journals/mkm/>  
e-mail: [mcm@pmi.lv](mailto:mcm@pmi.lv), [tatjana.gubina@pmi.lv](mailto:tatjana.gubina@pmi.lv)

Address:

23 Aizkraukles St., Riga, LV-1006 Latvia  
<https://www.apgads.lu.lv/en/journals/mkm/>  
e-mail: [mcm@pmi.lv](mailto:mcm@pmi.lv), [tatjana.gubina@pmi.lv](mailto:tatjana.gubina@pmi.lv)

Редактор *Т. В. Губина*

Редактор английского текста *А. Лагздиньш*

Перевод для издания журнала на английском языке *В. Кулакова, А. Лагздиньша*

Компьютерная верстка *А. В. Пумпурс*

Корректор *С. А. Видинеев*

Отпечатано в типографии SIA "Eiro Print", ул. Апес, 5А – 89, Рига, LV-1039 Латвия