Structure analysis of a wound composite pipe based on continuous filaments

PIOTR KRYSIAK*, ALEKSANDER BŁACHUT, BARTOSZ BABIARCZUK****

* Military Institute of Engineer Technology, ul. Obornicka 136, Wroclaw
** Wroclaw University of Science and Technology, ul. Smoluchowskiego 25, Wroclaw

Abstract: *In this paper, we have presented the problem of composites manufacture and microstructure analysis. The specimens were made of continuous glass and carbon fibers on a polymer matrix (epoxy resin). Eight special rings were designed for project needs. They were made of carbon (five of them) and glass (the rest) fibers. The same amount of material was used for the production of each sample. An analysed rings were made by circumferential fibres wound on a rigid core. Each sample was wound with a different tensile force of fibers to verify the distributions changes and the packing density of the fibers in the composite material. In the next stage, samples were cut to obtain small pieces, which were mounted in epoxy resin. Next, prepared elements were grind on sand papers and polished. After these procedures, prepared areas were analysis by microscope images. The volume fraction of voids, fibers and discontinuities holes in the matrix were analyzed. To verify obtained results method of the image analysis was used, the histogram of structure phase distribution was determined. In both composite materials: fiber volume friction is very high and there was no observable effect of fiber tension during the winding procedure on fiber packing density in the obtained structures.*

Keywords: *composite, carbon fiber, glass fiber, microstructure*

Analiza struktury nawijanej rury kompozytowej na bazie włókien ciągłych

Streszczenie: *prezentowana praca dotyczy zagadnień związanych w wytwarzaniem oraz analizą mikrostruktury kompozytów, wykonanych na bazie ciągłych włókien szklanych i węglowych na osnowie polimerowej. Na potrzeby pracy wykonano pięć pierścieni z włókna węglowego oraz trzy z włókna szklanego, przy czym każda próbka wykonana było z jednakowej ilości materiału. Pierścienie wytwarzano techniką nawijania obwodowego włókna na sztywny rdzeń. Podczas nawijania dla każdej próbki zmieniano siłę naciągu włókna, aby sprawdzić, czy ilość i rozkład włókien w kompozycie zależy od zastosowanej siły naciągu. W kolejnym etapie z wykonanych pierścieni wycięto fragmenty, które następnie zainkludowano w żywicy epoksydowej. Tak przygotowane zgłady poddano szlifowaniu oraz polerowaniu. Po tych zabiegach wykonano zdjęcia mikroskopowe powierzchni. Następnie zdjęcia analizowano pod względem zawartości w kompozycie: włókien, żywicy oraz pustek. Do weryfikacji wykorzystano metodę analizy obrazu, wyznaczając histogram rozkładu poszczególnych faz struktury. Wnioski z przeprowadzonych analiz pozwalają stwierdzić, że uzyskano kompozyty o wysokich zawartościach włókien oraz, że naciąg wiązek włókien podczas nawijania nie wpływa na gęstość upakowania włókien w strukturze.*

Słowa kluczowe: *kompozyt, włókno węglowe, włókno szklane, mikrostruktura*

1. Wstęp

Znaczną grupę wyrobów z tworzyw wzmocnionych stanowią rury i zbiorniki wysokociśnieniowe, wykonywane metodą nawijania. Zastępują one skutecznie wyroby z tradycyjnych materiałów konstrukcyjnych w wielu dziedzinach technicznych. Niezbędnym czynnikiem wzrostu stosowania tych tworzyw w wyrobach nawijanych jest znajomość wpływu technologii wytwarzania na właściwości użytkowe, ponieważ materiały te charakteryzują się dużą anizotropią właściwości mechanicznych. Anizotropia ta powstaje w procesie wytwarzania i może być dowolnie regulowana w zależności od przeznaczenia danej konstrukcji i rodzaju obciążeń.

W kompozytowych strukturach włóknistych

główne obciążenie przenoszą włókna, natomiast lepiszcze (żywica) spaja kompozyt oraz zapewnia utrwalenie nadanego kształtu wyrobu.

Kompozyty zbrojone jednokierunkowo stanowią podstawową, a zarazem najłatwiejszą do opisu grupę kompozytów. W wyniku zbrojenia powstaje kompozyt izotropowy makroskopowo w płaszczyźnie prostopadłej do kierunku zbrojenia, a więc kompozyt o symetrii transwersalno-izotropowej. Ponieważ te grupy kompozytów mają szerokie zastosowanie praktyczne, istotny staje się problem prognozowania właściwości sprężystych kompozytu zbrojonego jednokierunkowo na podstawie właściwości jego składników. Istnieje wiele modeli opisujących tego rodzaju materiały. Zwykle twórcy tych modeli przyjęli liniowo – sprężyste właściwości włókien i osnowy oraz powszechnie przyjmowaną w wytrzymałości materiałów hipotezę płaskich przekrojów [1].

2. Analiza mikroskopowa

W celu wyznaczenia rzeczywistych właściwości mechanicznych materiałów (kompozytów) wykorzystywanych do badań, wytworzono próbki o geometrii pierścieniowej metodą nawijania, przy czym każda próbka zbudowana została z jednakowej ilości włókien (masowo). Podczas procesu nawijania zmieniano siłę naciągu rowingu dla każdej próbki. Zwiększanie siły naciągu podczas nawijania miało na celu sprawdzenie, czy dla większych sił naciągu w kompozycie uzyskuje się większe „upakowanie" włókien.

W ten sposób wykonano pięć pierścieni z włókna węglowego UTS563112K na osnowie żywicy epoksydowej Epolam5015 (EW: epoksydowo–węglowy) z siłą naciągu włókien: 18,1N; 78,5N; 138,9N; 199,4N; 259,8N (rys. 1) oraz trzy próbki z włókna szklanego ER3005 na osnowie żywicy epoksydowej Epolam5015 (ES: epoksydowo–szklany) z siłą naciągu włókien odpowiednio: 18,1N; 78,5N; 138,9N.

Rys. 1. Wytworzone próbki z kompozytu EW

W kolejnym etapie zbadano strukturę mikroskopową wytworzonych kompozytów w celu określenia zawartości objętościowej włókna w osnowie. Jest to kluczowy parametr rzutujący na stałe materiałowe, ponieważ o wytrzymałości kompozytu decydują głównie zawarte w nim włókna.

Próbki do badań wycięto z wytworzonych pierścieni. Następnie poddano je starannemu przygotowaniu do obserwacji mikroskopowych (inkludacja w żywicy epoksydowej, szlifowanie, polerowanie, mycie i suszenie). Obserwacje wykonano mikroskopem typu NEOPHOT 32 ze zintegrowaną kamerą.

Uzyskane obrazy mikroskopowe struktur analizowano szczególnie pod kątem dwóch czynników:

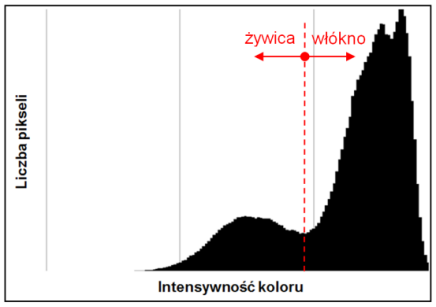
- ilości i rozmieszczenia defektów w postaci nieciągłości wypełnienia osnowy,
- rozkładu powierzchniowego i zawartości objętościowej włókien w kompozycie.

Określenie objętości włókien, matrycy oraz pustek w analizowanych strukturach wykonano metodą analizy obrazu.

Podstawowym założeniem tej metody jest to, że ocena rozkładu włókien w przekroju dwuwymiarowym jest reprezentatywna dla rozkładu objętościowego. Metoda ta jest stosowana głównie do analizy rozkładu włókien o stałym przekroju poprzecznym. Taki przypadek analizowany jest w niniejszej pracy. Metodę szerzej opisano w pracy [2].

Technika ta wymaga przygotowania zgładów powierzchni próbek. Następnie pod mikroskopem o powiększeniu, co najmniej 400 razy wykonuje się zdjęcia, które należy poddać analizie z użyciem specjalistycznego oprogramowania do analizy obrazu.

Celem metody jest rozróżnienie granicy barwy pomiędzy włóknami i matrycą, dlatego w pierwszym etapie obraz należy sprowadzić do skali szarości. Wartość progowa poszczególnych kolorów może być ustalona na podstawie analizy histogramu (rys. 2).



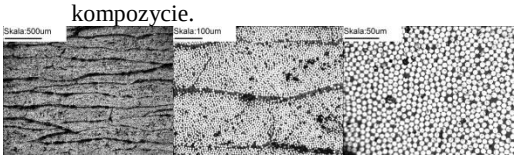
Rys. 2. Typowy histogram rozkładu włókna i żywicy w skali szarości

Na histogramie pokazany jest udział kolorów białego i czarnego (odpowiednio włókno i żywica lub odwrotnie). Następnie przy pomocy komputera zlicza się liczbę pikseli dla odpowiednich kolorów, a stosunek tych wartości do całkowitej liczby pikseli określa zawartość procentową poszczególnych składników kompozytu.

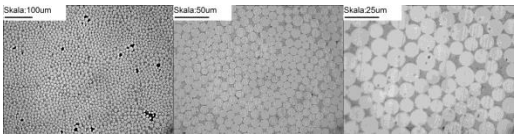
3. Analiza mikroskopowa kompozytu EW oraz ES

Przygotowane powierzchnie próbek analizowano pod mikroskopem przy powiększeniach:

- ×50, w celu określenia rozłożenia pasm rowingu oraz procentowego udziału pustek w kompozycie,
- ×200, w celu zobrazowania wielkości nieciągłości struktury,
- ×500 lub 1000, w celu określenia procentowego udziału włókien w kompozycie.

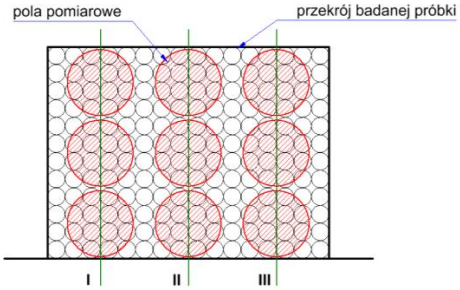


Rys. 3. Zdjęcia mikrostruktury kompozytu EW przy powiększeniu (od lewej) ×50, ×200, ×500



Rys. 4. Zdjęcia mikrostruktury kompozytu ES przy powiększeniu (od lewej) ×200, ×500, ×1000

Zawartość objętościową pustek i nieciągłości w osnowie jak i zawartość objętościową włókien wyznaczono poprzez pomiar procentowych zawartości pól powierzchni zajmowanych przez odpowiednie składniki kompozytu. Na każdym przekroju poszczególnych próbek wykonywano zdjęcia w trzech płaszczyznach równoległych do warstw oraz w trzech prostopadłych – w układzie macierzowym (rys. 5).



Rys. 5. Rozkład badanych pól na przekroju próbek

W pierwszym etapie przeanalizowano udział pustek i nieciągłości struktury przy powiększeniu ×50. Po określeniu zawartości pustek przeanalizowano zawartości pozostałych składników kompozytu, czyli włókien i żywicy przy powiększeniu ×500 (tab. 1).

Tabela 1. Zestawienie wyników pomiarów powierzchni mikrostruktur kompozytu EW [3].

	Kompozyt EW	
	Udział objętościowy włókien V_w	Udział objętościowy pustek V_p
Średnia	66,9%	7,2%
Odchylenie standardowe	3,3%	2,1%
Udział żywicy ($100 – V_w – V_p$)	25,9%	
Udział włókna węglowego obj.	66,9%	
Udział włókna węglowego wag.	80,4%	

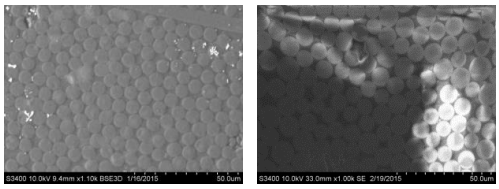
Następnie wykonano badania dla pierścieni wykonanych z kompozytu epoksydowo – szklanego.

Tabela 2. Zestawienie wyników pomiarów powierzchni mikrostruktur kompozytu ES [3].

	Kompozyt ES	
	Udział objętościowy włókien V_w	Udział objętościowy pustek V_p
Średnia	73,9%	3,7%
Odchylenie standardowe	2,1%	2,5%
Udział żywicy ($100 – V_w – V_p$)	22,4%	
Udział włókna szklanego obj.	73,9%	
Udział włókna szklanego wag.	88,0%	

W pierwszym etapie przeanalizowano udział pustek i nieciągłości struktury przy powiększeniu ×200. Po określeniu zawartości pustek przeanalizowano zawartości pozostałych składników kompozytu, czyli włókien i żywicy przy powiększeniu ×1000 (tab. 2).

Dodatkowo wykonano zdjęcia na skaningowym mikroskopie elektronowym SEM/ HITACHI S-3400N/ 2007, będącym na wyposażeniu Laboratorium Materiałów Zol–Żelowych i Nanotechnologii Politechniki Wrocławskiej (rys. 6).



Rys. 6. Zdjęcia mikrostruktury kompozytu EW (z lewej) oraz ES (z prawej) przy powiększeniu ×1000

5. Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań

porównawczych dwóch rodzajów kompozytu nasuwają się następujące wnioski:

1) Struktura rozkładu pasm rowingu w kompozytach EW (widoczna przy powiększeniach ×50 oraz ×200) wskazuje, że na powierzchniach zewnętrznych pasm rowingu pozostała nierozpuszczona warstwa ochronna, która jest powodem braku zwilżalności, co prowadzi z kolei do „nieciągłości" kompozytu. W przypadku kompozytów ES, w których do pokrycia włókien zastosowano preparację, struktura poza nieciągłościami w postaci pustek, jest bardziej jednorodna.
2) Na podstawie analizy statystycznej (tab. 1 oraz 2) nie stwierdzono znacznego i zauważalnego wpływu naciągu włókien podczas nawijania na gęstość „upakowania" włókien w kompozytach, zarówno epoksydowo – węglowego jak i epoksydowo – szklanego.
3) W kompozytach EW wraz ze wzrostem siły naciągu włókien zaobserwowano większe „zagnieżdżenie", tzn. mniejszą grubość nieciągłości pomiędzy pasmami rowingu.
4) W kompozytach ES zaobserwowano, że wraz ze wzrostem siły naciągu rowingu, od pewnej granicy wartości tej siły, struktura jest bardziej niejednorodna.
5) W obu kompozytach upakowanie włókien w osnowie jest na wysokim poziomie; wartości 67% dla EW i 74% dla ES są wartościami niemalże granicznymi (najwyższa wytrzymałość na rozciąganie dla kompozytów ES oscyluje przy około 72% zawartości objętościowej włókien w kompozycie [4]).
6) Dzięki dużej zawartości włókien w kompozytach oraz jednokierunkowemu ułożeniu w osnowie, uzyskano wysokie parametry wytrzymałościowe wytworzonych struktur.
7) Duża zawartość włókien w osnowie może spowodować brak dobrego zwilżenia włókien żywicą, co może prowadzić do zmniejszenia adhezji i pęknięć adhezyjnych rozwarstwiających, a w efekcie do „rozwłóknienia" struktury i całkowitego zniszczenia kompozytu po przekroczeniu dopuszczalnego obciążenia.

Literatura / References

[1] Dąbrowski H. Strength of polymer fiber composites, Wroclaw University of Science and Technology Publishing House, Wroclaw, 2002.

[2] Composite Materials Handbook. Polymer matrix composites guidelines for characterization of structural materials, vol. 1, Foreward/Table of Contents, 2002. www.lib.ucdavis.edu (23.05.2016).

[3] Krysiak P. The impact of fiber tension on the strain in a high-pressure wound composite pipe. PhD thesis. Wroclaw University of Science and Technology, Wroclaw, 2015.

[4] Królikowski W. Polymer construction composites. Polish Scientific Publishers PWN, Warsaw, 2012.