第3卷 第3期　　复 合 材 料 学 报　　Vol. 3 No. 3

1986年9月　　ACTA MATERIAE COMPOSITAE SINICA　　September 1986

检测复合材料层板损伤区的揭层法

唐啸东　沈　眞　刘俊石

（飞机結构強度研究所，陕西省耀县）

摘　要

本文介紹了由 *S.M.Freeman* 提出的检测复合材料层板内部損伤的新方法——揭层法 (*Deply technique*)，根据作者的实际經驗詳細描述了該方法的实現过程及操作步驟，并給出了部分检测結果。

引　言

最近由 *S.M.Freeman*[1] 提出的揭层法 (*Deply Technique*) 是一种简单而又新颖的有損检测方法，由于它能够观察到复合材料层板层间的損伤形貌，可以同时检测到多种損伤形式，而且所需设备又很简单，因此对于研究复合材料层板的損伤破坏机理，验证其他无損检测方法的有效性与敏感性，这是一种比较有效的方法。但迄今为止*S.M.Freeman*所发表的文献仅介紹了該方法的原理和一些有限的結果，很难推广使用，为此根据作者的研究体会，本文詳細介紹了这种检测方法的操作程序和工艺方法，以供有关人士在自已的研究工作中加以应用。

揭层法的原理和操作步驟

1. 原理和所需装置

1) 原理　由于固化后的环氧树脂在高溫下能够热解挥发，因此对于固化后的碳纤维/环氧树脂复合材料层板施以适当高溫使板内的环氧树脂不完全挥发而保留各鋪层的完整性，将层板各层揭开，便能够观察到层板的层间形貌。

为了在揭层后能够保留下損伤区的形貌并辨认出分层、基体裂纹及纤维断裂等損伤形式，应在热解前对试件已有的損伤进行标记，可行的办法之一就是给損伤区镀金，一般推荐

本文1986年3月24日收到

使用氯化金乙醚溶液来进行浸泡。

2) 所需装置 揭层法所需的设备比较简单,即一可在不低于600℃下进行保温的加热炉(如RJM-1.8-10A型茂福氏电阻加热炉)和一个放在炉膛内盛装试件的托盘,这一托盘要求能耐高温(≥600℃)且挥发的环氧树脂能自由逸出,故通常采用不锈钢絲的编网或底部密布小孔的不锈钢托盘(也可用硬铝制托盘代用)。揭层时则需要用涂有压敏胶的卡片纸和长柄小刀、刀片、镊子等工具。观察时需用有一定平行度的光源(例如幻灯机)、放大鏡或可进行拍照的体视显微鏡。

2. 操作步驟及工艺参数

1) 试样准备

从试件上切取一大小合适的试验段,要求尽量包括缺口附近的损伤区,若该试件曾用渗透剂增强的X射线图象法进行过无损检测,则应将损伤区的四溴乙烷(TBE)挥发掉,文献[1]提出应在低于71mm汞柱高的真空条件和65℃下保溫一小时以除去残留的TBE,我们的实践表明,当不具备真空条件时在80℃保溫一小时也可得到滿意的结果。

2) 标记溶液的配制和浸泡

a. 配制溶液

配制标记溶液的目的是给层板的损伤区做上标记,以便层板热解揭层后观察损伤区的形貌。这里采用含金重量比为9.6%的氯化金乙醚溶液,通常从化工商店购得的氯化金(分析纯)分子式为$AuCl_3HCl \cdot 4H_2O$,因此可计算得出1克氯化金晶体需加入3.89克或约5.6ml乙醚溶液。由于氯化金有很强的腐蚀性且乙醚极易挥发,因此在配制时应先将氯化金晶体装入玻璃瓶内并用橡皮塞盖紧,再用注射器由橡皮塞注入适量的乙醚溶液,然后摇晃玻璃瓶以保证均匀溶解即可得到所需的标记溶液。

b. 浸泡方法

浸泡时用密拉($Mylar$)胶片粘成的两个小盖(其中一个留有小孔)分别粘到试口缺口附近两侧,形成一包括缺口区域的容器(可用快干胶粘接),将试件平放在操作台面上(小孔一面向上),然后用注射器(针头要粗些如9号针头)由盖上的小孔注入适量的氯化金乙醚溶液,然后用密拉胶片盖住小孔(见1图),这样做可保证溶液浸泡充分,沒有污染和减少浪费。浸泡时间不得少于30分钟,浸泡完毕可用注射器将多余的溶液回收,并用丙酮将表面擦净。

3) 热解工艺

将浸泡过的试样放到预先准备好的托盘内,放进加热炉(见图2)。根据我们的经验,

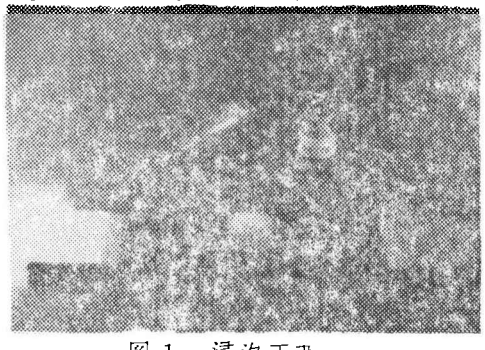

图1 浸泡工艺

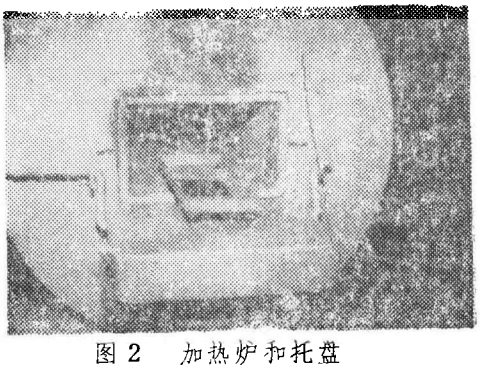

图2 加热炉和托盘

揭层法成败的关键在于热解温度及保温时间的选择。由于热解温度和保温时间取决于环氧树脂的型号、层板厚度及固化工艺等因素，很难给出一般适用的热解温度和保温时间，因此在进行正式揭层试验前应用相同层板的边角余料进行探索。文献[3]对24层的 *Hercules AS1/3501-6*的石墨/环氧树脂层板采用的工艺参数为416℃～428℃下保温70～100分钟，作者对8层碳纤维/648环氧树脂层板所用的工艺参数为460℃下保温55～60分钟，作为开始测试的参考的推荐的参数为 430℃ 下保温60分钟。至于究竟热解到何种程度才是最佳状态的外观标准，根据作者的经验应以表面不松散（更不能出现散絲现象），每单层保持完整，且当试样轻微弯折时各单层能够分开（而不是不经弯折就已经分开）为最佳状态。

4) 揭层及样品保护

试样热解后，将其移出炉膛放在工作台上（不能有风）即可开始揭层。建议此时手头应备有长柄小刀、刀片、镊子等工具，操作时最好两人合作，一人把持试样，一人揭层。

将热解后的试样用手轻轻弯折，直到各层分离，然后用带窗口涂有压敏胶的卡片纸粘住试件的一面，将表面层轻轻揭起（必要时借助小刀、镊子等），当表面层脱离试件后，用压敏胶卡片纸粘住表面层的另一测，这样便制成表面层的揭层样品，照此办理，便可将第二层、第三层等揭起制成样品，这个过程也是揭层法成败的关键，要求细心、耐心。当上一层留有残絲时，可用工具轻轻取下补在相应的位置。

压敏胶卡片纸可用电工用绝缘纸裁成所需尺寸后涂上压敏胶制成，其尺寸和形状取决于试样及观察区域的尺寸，例如当试样为100×50mm矩形，观察区域为50×30mm时压敏胶卡片纸的几何形状如图3所示。为保护样品表面可在卡片纸的窗口蒙上透明度较好的玻璃纸。

5) 揭层样品的观察和记录

观察损伤细节可使用放大鏡或体视显微鏡，观察时要使用平行光源（例如幻灯机），光线应沿每一层的顺纤维方向照射铺层表面，才能够看清损伤细节。损伤图象的记录可采用拍照的方法，在体视显微鏡下拍照则可得到局部放大的细节照片，图4和图5分别为这两种记录方式所得到的照片。定性描述各层或层间损伤时可以

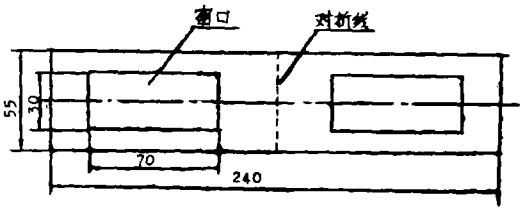

图3 100×50mm試样的压敏胶卡片紙形状

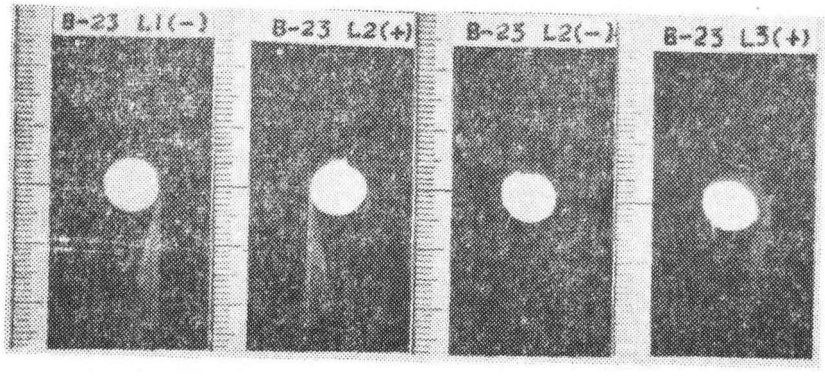

图 4a

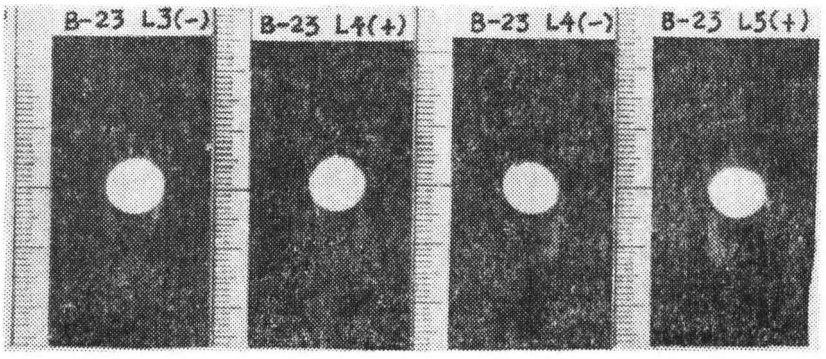

图 4*b*

图 4 $[0_2/\pm15]_s$层板試样揭层后各层的損伤形貌

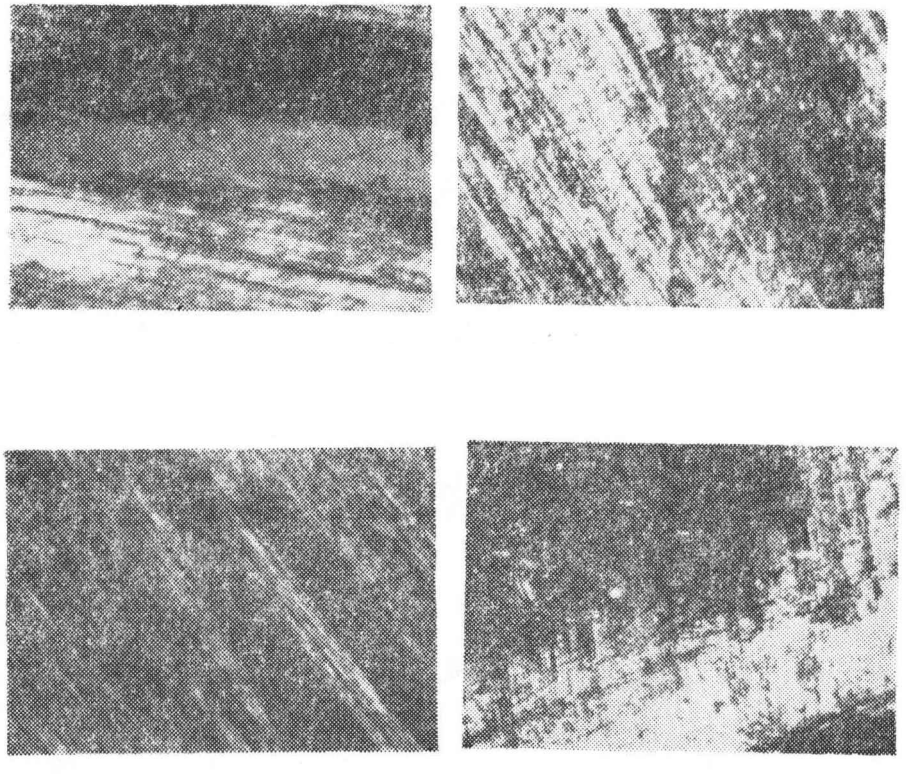

图 5 体視显微镜上拍得的局部放大的損伤細节(×10)

用临摹的方法，图 6 给出了含 ϕ10 孔 的同一 鋪 层试件当加载到不同阶段后用揭层法所观察到的试件各层间及叠加后的損伤区形貌。

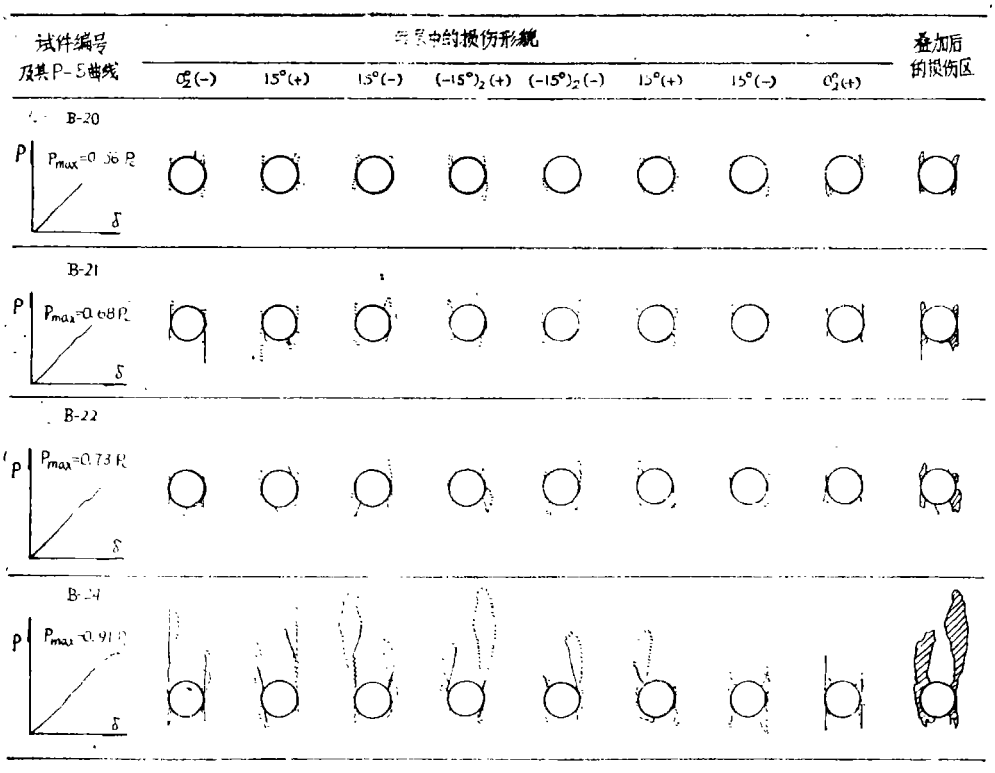

图 6 $[0_2/\pm15]_S$层板試件在加載到不同阶段后揭层，临摹的損伤区形貌

注：…… 分层；——基体裂紋；~~~纤維断裂：+为前表面，-为后福表面

結 束 語

为了研究复合材料层板的損伤破坏机理，用其他方法或者很难保持損伤区原貌，或者无法进行直接观察，而揭层法是迄今为止唯一可以既能保持損伤区原貌又能进行直接观察的检测方法，因此它对复合材料层板損伤破坏机理研究的作用可与扫描电鏡对金属破坏机理研究的作用相比，它在复合材料疲劳、損伤力学及连接件等的研究中有着重大的应用价值。

参 考 文 献

[1] S.M.Freeman, Damage progression in graphite-epoxy by a deplying technique, AD A116120 (1982)

by the series presented, but they can be satisfied approximately by the use of the discrete least squares. Because the series is proved to be complete in mathematics, if the laminate only occupies simply connected region and the number of boundary collocations is large enough, the series may approximate the exact solution of bending problem of symmetric cross-ply laminates under various boundary conditions including the cases that the edges are clamped, simply supported, and/or free. For nonsymmetric cross-ply laminates with many layers, the coupling between extension and bending is after negligible and the method can be still used as an approximation.

A widely applicable program implemented with the use of micro-computer IBM.PC/XT has been written and certain laminates with different layes have been calculated. The geometric data needed is only limited to the information of coordinate values and normal direction angles at the boundary collocations, hence the application of the method is moie convenient than the finite elements method. For the first example which is round laminate with clamped edges, by taking 9 undetermined coefficients and 3 collocations, very accurate results are obtained and the deviation of deflection and bending moments is nearly zero. For the second example which is square laminate with simply supported edges, when 13 undetermined coefficients and 8 collocations aie taken, accurate results are obtained. For the last example which is narrow rectangular laminate with length-to-width ratio $b/a=5$, when 17 undetermined coefficients and 10 collocations are taken, good results can be obtained. It is seen that, in general, the method proposed convergs rapidly.

DEPLY TECHNIQUE FOR OBSERVING THE INTERNAL DAMAGE MECHANISM IN COMPOSITE LAMINATES

Tang Xiaodong, Shen Zhen and Liu Junshi

Aircraft Structural Strength Research Institute

Yaoxian County, Shannxi, China

(Received March 23, 1986)

ABSTRACT

A new method, Deply Technique, for observing the internal damage mechanism in composite laminates proposed by S. M. Freeman, was introduced. The operation procedure and technical keys were described in detail according to authors' practical experience. Some observation results were presented.