第3卷 第1期 复 合 材 料 学 报 Vol. 3 No. 1
1986年3月 ACTA MATERIAE COMPOSITAE SINICA March 1986

复合材料细观破坏显微形貌观察技术研究

沈华英 肖淑敏
(同济大学测試中心)

摘 要

本文应用光学显微鏡的反射光明視场照明技术以及几种增強图相衬度提高分辨率的特殊显微技术——暗視场照明法、偏振光法、微差干涉显微术等。鏡下观察摄取的彩色图象与黑白图象，能清晰地观察到玻璃纤維增強塑料在受力过程中出现的树脂——纤維界面脱离、基体裂縫以及纤維断裂。进一步剖析了声发射监测所不能判明的細观破坏的类型及位置。同时，借助扫描电鏡驗证，两者所得結果相符。

一、前 言

应用声发射技术，可以监测纤维增强塑料受力后产生的细观破坏过程及其对材料力学性能的影响，如图1[1]所示：正交复合材料层板拉伸σ—ε曲线存在几个转折点a、b、c，与其对应的声发射率σ—f曲线上也出现相应的突发型声发射高峰a''、b''、c''。声发射高峰的出现，表明此时材料内部产生了大量的细观破坏。为了进一步揭示所产生的细观破坏的类型和位置，我们切取了各损伤阶段的试样，通过反光显微鏡进行观察。本文着重介绍几种行之有效的光学显微技术。它们不仅能用于纤维增强塑料细观破坏形貌观察，还可以广泛观察研究各种固体材料的显微结构。

二、实驗部分

(一) 试验

运用反光显微鏡观察，极重要的是切取有代表性和针对性的试样。磨制表面平整无浮

本文1985年9月收到

凹、能清晰观察纤维与基体之间的界面、显示出细观破坏的真实形貌的试样。

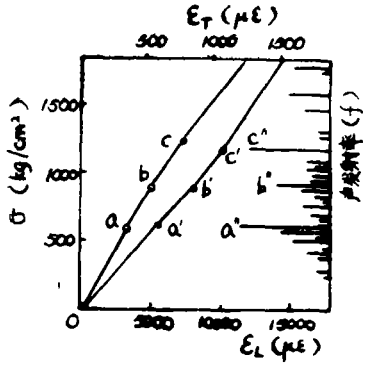


图1 GRP拉伸σ-ε，σ-f曲线

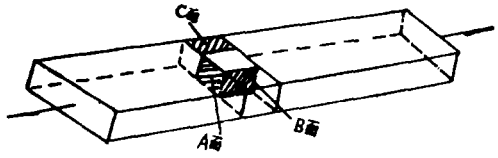


图2 取样方位示意图

试样制备步骤包括：取样⟶镶嵌⟶磨制⟶抛光⟶清洗⟶吹干。

1. 取样

主要考虑的问题是试样类型、取样部位、检验面选择及切取方法。

试样类型、取样部位：

(1) 未受力试样；

(2) 第一转折时试样：试件受拉过程中当σ—ε曲线和σ—f曲线相应地出现转折点a和突发型声发射高峰a''（见图1）后，立即卸载并取该试件的中部贴有应变片的部位，作为显微观察的试样；

(3) 第二转折时试样：试件受拉过程中当σ—ε曲线和σ—f曲线相应出现b与b''（见图1）后，立即卸载取样，取样部位同上；

(4) 拉断后非断口区切取的试样。

检验面选择：见图2所示。

(1) A面：垂直受力方向；(2) B面：平行受力方向；(3) C面：试件表面。

试样数量：每种类型至少取三根试件，每根试件取A、B、C面。

取样方法：以黄胶固定试件后切取试样。

2. 镶嵌

采用硫磺浇注法镶嵌，既保护试样又易于制备。硫磺本身熔点低，镶嵌时不加任何压力。所以，在成型过程中不会导致材料显微组织的变化。

3. 磨制、抛光与清洗

采用由粗到细的砂纸置于万能磨抛机上，样品在砂纸上依次进行湿磨。当样品表面完全磨平时，将抛光粉涂于抛光布上进行手工抛光，直到样品表面呈镜面光泽，显微镜下观察无磨痕和浮凸。最后放入超声波清洗槽中清洗，取出吹干。

（二）观察及测试

1.采用反光显微镜对未受力试样进行观察，如图3(a)所示，观察结果表明树脂与玻璃纤维之间界面很细，基本上没有出现界面脱离、基体裂缝、纤维断裂等损伤。利用同一试样在扫描电镜下观察，如图3(b)所示，也未发现上述损伤。由此可知，本文所制取的试样尚

能满足测试要求。

2． 反光显微鏡下观察试样显微形貌的几种方法

(1) 明视場照明法：入射光垂直以一个较小的角度照射到试样表面，由试样反射回来的光线又经过物鏡进入目鏡，试样上的显微组织（为玻璃纤维）呈黑色影象衬映在明亮的视域内。因此，谓之明视場照明法。图4显示了试件受力后各受力破坏阶段的显微形貌，图4(a)为第一转折时试样的显微形貌，显示出部分纤维与基体之间黑色界面增宽，表明此时的细观破坏主要是这些界面的脫离。图4(b)为第二转折时试样内部的显微形貌，此阶段纤维与树脂之间的界面除单根脫离外，相邻的纤维由于裂縫由界面扩张到纤维之间的基体故连贯成线。图4(c)显示出试样被拉断以后，非断口区试样内部的显微形貌，图上可以观察到界面脫离、基体裂縫、纤维拉断等细观破坏现象。

为了更切确地观察与判别细观破坏类型及位置，我们设法提高显微鏡观察时的分辨率或增强图象的衬度，因此选用了几种特殊的显微技术，包括暗视場法、偏振光法、微差干涉显微法等。这些方法比明视場法衬度强分辨率高，可以观察微小的细观破坏现象。研究时将几种方法配合对比运用，更利于判断和分析。

(2) 暗视場照明法[2]：由于投射到试样表面上的光线倾斜角极大，而由表面光滑的纤维和基体上反射的光线仍以极大的倾斜角向反方向反射，不可能进入物鏡，所以在目鏡内观察视域均呈黑暗，只有从试样凹洼之处（如界面、裂縫、气泡、空洞等）反射的光线才可能进入目鏡。因而能在黑暗的背景中看到明亮的象。

由于入射光倾斜角极大，使物鏡的有效数值孔径增加，故物鏡的鉴别能力提高，分辩率可达0.04微米以上。又减少了弦光，因此图象衬度提高，图5(a)、(b)显示了同一试样上的同一视域，分别用明、暗视場摄取的显微图象。(a)是明视場，图上明显显示出基体裂縫，但是界面脫离尚不能确切地反映出来；而采用暗视場法如(b)所示，在黑暗的背底上，基体裂縫与界面均呈明亮的图象，十分清晰。

(3) 偏振光法[3]：光在表面上的反射系数决定其入射角的大小，对平润表面（如抛光的纤维与基体表面）入射时，入射角为零，反射光为直线偏光不能通过检偏鏡，因此纤维和基体表面均呈暗黑；而凹凸不平处（如严重脫开的界面、气泡、空洞、裂縫）入射角不等于零。由于反射光的两个组成的相互干涉结果，形成椭园偏振光，因而光线可以进入目鏡，可以观察到黑暗的视域上呈现明亮的——基体裂縫、纤维断裂、某些界面脫离及工艺过程中产生的缺陷等。图6(a)的右半部、(b)的左半部是同一视域。(b)图采用正交光，图上显示的基体裂縫、纤维断裂均比图(a)采用的明视場法所显示的清晰。观察时两种方法对比应用，结果更为确切。

(4) 微差干涉显微技术：此方法灵敏度高，能观察高度差为埃数量级的显微组织。其彩色图象是运用微分干涉显微技术获取的。在未受力试样的显微形貌中，转动乌氏鏡，使光滑的纤维及基体呈绿色的背景象。由于纤维与树脂交界处表面不平存在能台阶h，故附加了光程差Δ，$\Delta=2h=\sum_0-\sum_e$，干涉结果在绿色背景象上呈红与黄的干涉色带（DIC图象）即为边界。由于界面颜色与纤维、基体均不同，所以衬度高。能清晰地显示出没有界面脫离等损伤。在第一转折时的试样显微形貌中，由于受力后部分界面脫离引起边界干涉色带加宽。在第二转折时的显微形貌中，边界色带更宽，界面脫离更为严重。根据界面宽度的不同，可以判别纤维增强塑料细观破坏的情况。在非断口区试样的显微形貌中，该图明显显示界面脫

离、基体裂、縫纤维断裂等细观破坏现象。

3. 扫描电鏡下观察试样的显微组织

为了进一步验证上述观察结果，制取第一与第二转折时的试样，在扫描电鏡下观察，见图7所示。其中(*a*)为第一转折时纤维增强塑料的扫描电鏡图象，显示出部分界面脫离。(*b*)为第二转折时纤维增强塑料的扫描电鏡图象，显示出界面严重脫离。

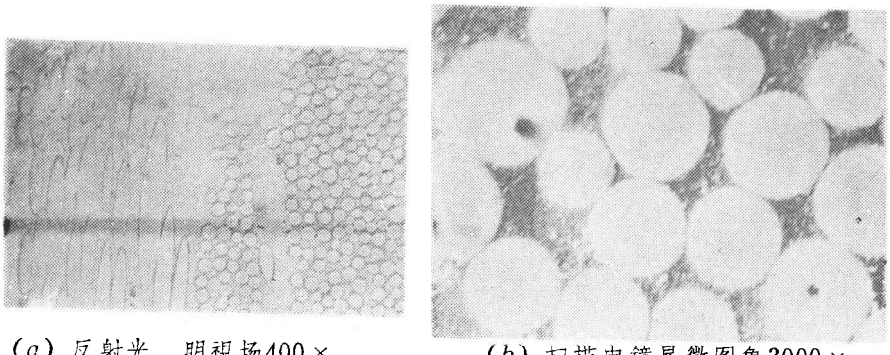
三、結　論

(一) 本文依据声发射曲线指出的各细观破坏阶段切取试样，用同一试样，分别在反光显微鏡下和扫描电鏡下观察，两者显示的细观破坏结果相符。进而验证了本课題建立的取样和制样方法以及所用的反光显微观察技术对于研究复合材料在受力过程中产生的细观破坏原因是行之有效的。

(二) 同一试样，采用几种光学显微观察技术，所观察的结果基本一致。但是，上述方法以暗视場法及微差干涉显微法分辨率最高。使用时将几种方法互相调换，对比分析更利于判别纤维增强塑料受力后产生的细观破坏的类型和位置。

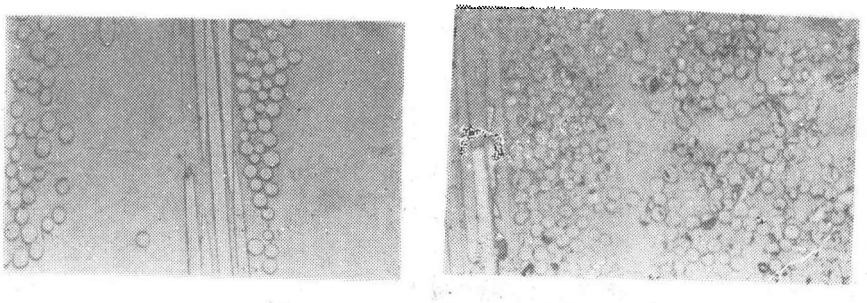
(三) 本文中用微差干涉显微法所摄取的纤维增强塑料的显微图象，均以鮮明的色彩显衬出显微组织的界面脫离、基体裂縫和纤维断裂等。此外，也能有效地显示出材料內部存在的气孔、空洞、树脂在纤维束中的滲透情况和试样因老化而产生的表面分层变色等现象。

致谢　本文中扫描电鏡照片由同济大学苏肇觉、黄少华两位同志拍摄，试样由赵六妹同志磨制，特此表示感谢。



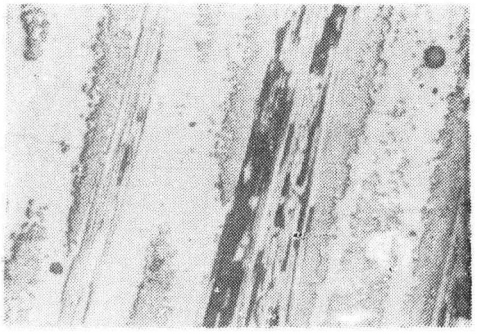
(*a*) 反射光、明視场400×　　(*b*) 扫描电鏡显微图象3000×

图3　未受力試样光学显微鏡及扫描电鏡显微图象（同一試样）

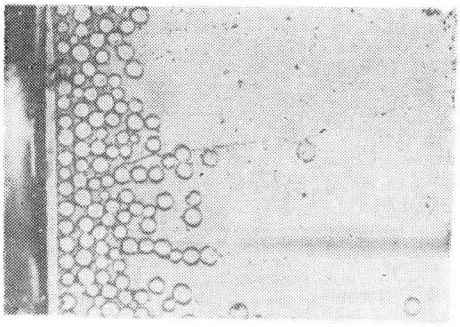


(*a*) 第一轉折时的試样
反射光、明視场400×

(*b*) 第二轉折时的試样
反射光，明視场400×



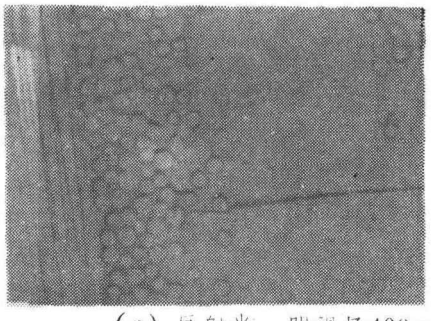
反射光、明視场80×



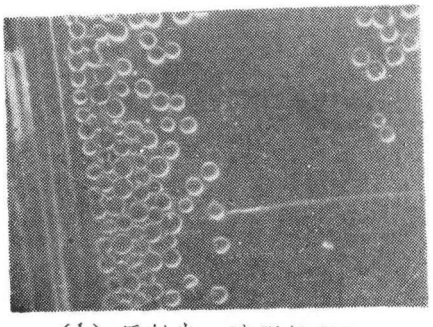
反射光、明視场400×

(c) 拉断后非断口区試样

图4 纤維增強塑料受力过程中，各受力破坏阶段的細观破坏形貌图

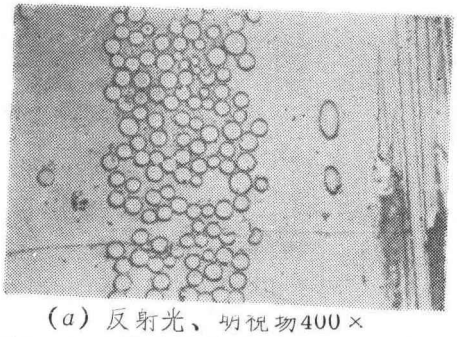


(a) 反射光、明視场400×

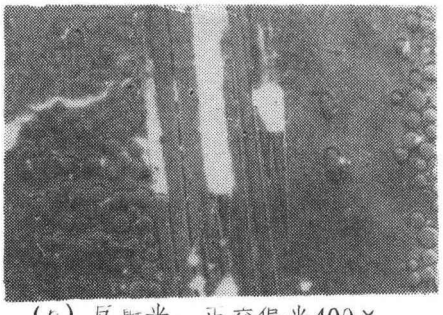


(b) 反射光、暗視场400×

图5 纤維增強塑料同一試样的同一視域明、暗场照明的比較



(a) 反射光、明視场400×



(b) 反射光、正交偏光400×

图6 纤維增強塑料同一試样明场与正交偏光所摄显微形貌的比較

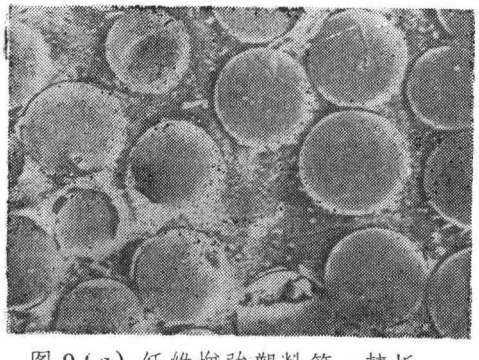


图9(a) 纤維增強塑料第一轉折时扫描电鏡下显微形貌3000×

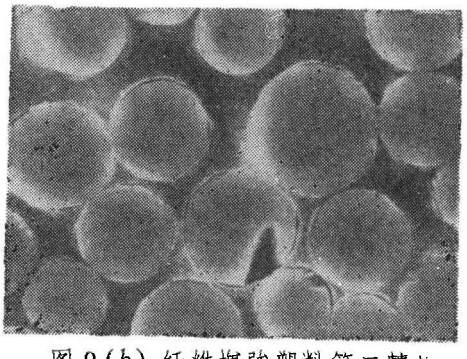


图9(b) 纤維增強塑料第二轉折时扫描电鏡下显微形貌3000×

参 考 文 献

［1］ 費云鹏、薛元德、沈华英，《复合材料拉伸应力-应变曲綫轉折点的細观分析》，第三届全国复合材料学术会議論文集，1984年11月。

［2］ 南京化工学院、清华大学、华南工学院合編《陶瓷材料研究方法》。

［3］ E. BERAHA，B. SHPIGLER 合著《Color Metallography》。

编者注：因制版印刷困难，图 7 和图 8 的彩色照片舍去。

FRP常用缩写词

（續29頁）

E(-glass) electrical (glass) E（低碱）玻璃

ERM elastic reservoir molding 弹性儲存成型

FRP fiber(glass) reinforced plastics（玻璃）紆维增强塑料

FRPM fiber(glass)reinforced plastics mortar pipes （玻璃）紆维 增强塑料（灰桨)复合管

FRTP fiber reinforced thermoplastics 紆维增强热塑性塑料

FW filament winding 紆维纏绕

GC glass content 玻璃（紆维）含量

GF glass fiber 玻璃紆维

G(F)RP glass (fiber) reinforced plastics 玻璃（紆维）增强塑料

GP general purpose 通用；一般用

GT gel time 胶凝（胶化）时间

HET hexachlor oendoethylene tetrahydrophthalic (acid) 氯桥酸

HP high performance 优质；高性能

JIS Japanese Industrial Standards 日本工业标准

（下轉44頁）

A STUDY ON THE CURING REACTION OF EPOXY RESIN BY MEANS OF XPS

Wang Dianxun, Da Youxian and Sun Mujin

Institute of Chemistry, Academia Sinica, Beijing, China

Chen Chuanzheng and Yue Jin

Research Institute of Jilin Chemical Industry Corporation, Changchun

(Received Sept. 1985)

Abstract

The curing reaction of epoxy resin has been studied by means of X-Rray Photoelectron Spectroscopy (XPS). The relations between the degree of cure and curing temperature as well as curing time are obtained. In the temperature range studied the reaction rate constants are also obtained and this reaction is considered as a first order reaction. The activation energy of the reaction is 13.9 Kcal/mole consistent with that determined by and TBA methods. Thus for study of curing reaction of thermosetting resin, XPS technique is a simple method.

MICRO-OBSERVING TECHNIQUES OF MICROFAILURE MORPHOLOGY IN COMPOSITES

Sheng Huaying and Xiao Shumin

Research Center of Measurement
Tungchi University, Shanghai, China

(Received Sept. 1985)

Abstract

In order to enlarge micro-cope's availability and its microimage contrast, some special microtechniques including dark-field, polarizing light, differential interference contrast (DIC) methods are used herein. By means of these approaches both color and black-and-white photographs of the interface debonding, resin cracking and fiber breaking in GFRP composite under loading are taken under the microscope. These photographs clearly and sharply show the three microfailure types and

locations which are usually unable to be distinguished by using AE technique. The photographs taken under microscope and SEM are also compared. Good agreement exists between these two observations.

STUDIES ON THE STRUCTURAL PROPERTIES OF POLYMERIC COMPOSITES BY ELLIPSOMETRY TECHNIQUE

PART I : THEORETICAL ANALYSIS OF ELLIPSOMETRY IN ISOTROPC SYSTEM

W. Tchang, Wang Lizhen[1], Wang Zhigang[2] and Zhang Yuanmin[3]

Department of Chemical Engineering
University of Southern California,
Los Angeles, CL 90007, U.S.A.

(Received June 20, 1985)

Abstract

In order to study the structures and properties of polymeric composite materials by ellipsometry techniques, the first important thing is to derive and analyze the equations of ellipsometry and select the adequate experimental parameters from the point of view of polymetric materials. In this paper the fundamental equations of ellipsometry are derived and the computer simulation on Compouter TOPIO is used to take a series of theoretical analyses about a air/material film/substrate three-elemnt system. Also discussed is the influence of three parameters, incident angle of light, refractive index and thickness of material, upon Δ and Ψ which are measured by the use of ellipsometer.

---

1 *Visiting Scholar*

2 *Visiting Scholar*

3 *Visiting Scholar, Department of Chemestry, East China Institute of Chemical Technology, Shanghai, P. R. China*