

Karolina OLSZOWSKA, Małgorzata SZYMICZEK*

Instytut Mechaniki Teoretycznej i Stosowanej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska

* e-mail: malgorzta.szymiczek@polsl.pl

Badania nieniszczące jako narzędzie oceny jakości kompozytów epoksydowo-szklanych wytwarzanych metodą autoklawu

***Streszczenie.** Kompozyty o osnowie epoksydowej wzmocnione różnego typu włóknami są materiałami szeroko stosowanymi m.in. w przemyśle motoryzacyjnym, lotniczym, zbrojeniowym. Ważnym aspektem, mającym istotny wpływ na jakość, jest metoda wytwarzania kompozytu. W pracy oceniono poddano kompozyt epoksydowo-szklany wytworzony metodą autoklawu, który pozwala uzyskać elementy o dużej dokładności wymiarowej, jakości powierzchni oraz dobrych własnościach wytrzymałościowych. Narzędziami badawczymi były badania ultradźwiękowe prowadzone metodą C-skan oraz rentgenowska tomografia komputerowa.*

NON-DESTRUCTIVE TESTING AS A TOOL TO ASSESS THE QUALITY OF EPOXY-GLASS COMPOSITES MANUFACTURED BY USING AN AUTOCLAVE METHOD

***Summary.** Composites of epoxy matrix reinforced with various types of fibers are widely used materials, for example, in the car, aircraft or armaments industries. The important aspect having a significant impact on quality is the applied method of producing composite. Within the work, the epoxy – glass composite manufactured by autoclave method was subjected to evaluation, which allows to obtain elements with high dimensional accuracy, surface quality and good mechanical properties. The research tools were selected non-destructive methods such as ultrasonic testing (C-scan) and X-ray computed tomography.*

1. WSTĘP

Kompozyty polimerowe dzięki swoim zaletom, takim jak wysoka wytrzymałość właściwa, odporność na korozję, zdolność tłumienia drgań, dobre charakterystyki izolacyjne znalazły szerokie zastosowanie na przykład w przemyśle motoryzacyjnym na części karoserii samochodowej, lotniczym na elementy lekkie, będące pod wpływem dużych obciążeń, które występują m.in. w szybowcach, zbrojeniowym, sportowym, instalacji przemysłowych [1]. Na własności kompozytów obok użytych materiałów, istotny wpływ na własności ma współpraca na granicy faz włókno – żywica oraz metoda wytwarzania danej konstrukcji. Ta ostatnia jest szczególnie ważna z punktu widzenia jakości, gdyż źle przeprowadzony proces przesycania włókien żywicą generuje defekty struktury takie jak pęcherze

powietrza, pęknięcia oraz nierównomierne rozłożenie włókien. Można wyróżnić dwa rodzaje wad – makroskopowe, do których zalicza się rozwarstwienia oraz wady mikroskopowe np. słaba adhezja występująca między składnikami kompozytów, pory, mikropęknięcia. Wady te prowadzą w efekcie do obniżenia charakterystyk wytrzymałościowych [3]. Wytwarzanie kompozytów metodą autoklawu pozwala je zminimalizować, ponieważ jest to proces prowadzony w warunkach pod lub nadciśnienia przy jednoczesnym oddziaływaniu temperatury pozwalającej na sieciowanie żywicy. W efekcie końcowym uzyskuje się kompozyty o wysokiej dokładności pomiarowej stosowane na odpowiedzialne wysokowydajne elementy konstrukcyjne [1].

Ocena jakości wytwarzanych konstrukcji kompozytowych na etapie zwalniania elementu pozwala na eliminowanie wyrobów wadli-

wych poprawiając tym samym bezpieczeństwo eksploatacji. Szczególne znaczenie mają tu metody nieniszczące za pomocą których dokonuje się oceny nie tylko wyrobu gotowego, ale również w trakcie eksploatacji. Znane tutaj są przede wszystkim defektoskopia ultradźwiękowa, termografia, szerografia, rentgenografia. Jednak w większości przypadków należy określić próbkę wzorcową, co jest ważne przede wszystkim podczas diagnostyki procesów eksploatacyjnych [3].

Defektoskopia ultradźwiękowa zaliczana jest do metod badań objętościowych. Umożliwia ona głównie lokalizację oraz ocenę wymiarów, tj. długości, głębokości i szerokości, wewnętrznych, podpowierzchniowych oraz przypowierzchniowych nieciągłości na podstawie charakterystyk sygnału, tj. amplitudy, fazy, widma obwiedni i częstotliwości [2]. W niniejszej pracy wykorzystano metodę przepuszczania (cienia), która polega na przejściu wiązki fali przez badany element w celu wychwytnienia nieciągłości. Głównie jest ona wykorzystywana do badań elementów, które zostały zrobione z materiałów silnie tłumiących fale ultradźwiękowe, w których nie można zastosować metody echa. W metodzie tej nie jest możliwe zlokalizowanie defektów, gdyż wychwytywany jest tylko impuls. Osłabienie energii fali łączy się z wymiarami i położeniem defektów względem głowicy. Gdy defekt znajduje się bliżej emitera, osłabienie energii fali przechodzącej jest większe, ponieważ defekt zasłania większą część padającej na nią wiązki ultradźwiękowej niż w przypadku, gdyby defekt znajdowałby się bliżej odbiornika [2,4].

Dla potwierdzenia otrzymanego obrazu wad konstrukcji przeprowadzono rentgenowską tomografię komputerową pozwalającą na uzyskanie obrazów tomograficznych – przekrojów – badanego obiektu, dzięki którym uzyskuje się informacje o złożoności konstrukcji bez konieczności ingerencji w strukturę przedmiotu. Jest to jednak możliwe, ponieważ każdy materiał pochłania różną ilość promieniowania jonizującego. Celem utworzenia przekrojowego obrazu (2D) i trójwymiarowe-

go (3D) używa się projekcję złożoną z obrazów rentgenowskich wykonanych w różnych kierunkach. Promień wychodzący z lasera przechodzi przez badany element i jest rejestrowany przez detektor. W czasie badania źródło oraz detektor obracają się o ten sam kąt wokół środka układu współrzędnych i detektor wykonuje pomiary. Otrzymane dane są przetwarzane i wyświetlane jako obraz warstwy. Otrzymane obrazy pozwalają na jakościową ocenę badanego materiału i umożliwiają analizę, dzięki której można zidentyfikować nieciągłości wewnątrz obiektu. Tomografia komputerowa o wysokiej rozdzielczości pozwala na bardzo dokładne badania struktury materiału oraz warstw przedmiotu [3].

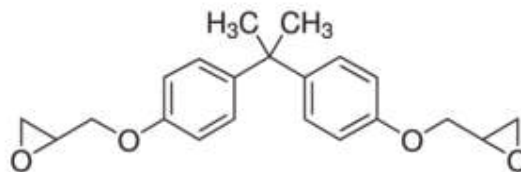
Celem pracy była ocena jakości kompozytów epoksydowo-szklanych wytworzonych w autoklawie metodą C-skanowania ultradźwiękowego oraz rentgenowskiej tomografii komputerowej.

2. BADANIA WŁASNE

2.1. Materiał badawczy

Badaniom poddano próbki kompozytowe wytworzone z żywicy epoksydowej Bisphenol A diglicydylether (diglicydowy eter bisfenolu A) firmy SIGMA – ALDRICH oraz z tkaniny szklanej.

Diglicydowy eter bisfenolu A jest to żywica epoksydowa o wzorze cząsteczkowym $C_{21}H_{24}O_4$. Na rysunku. 2.1.1 przedstawiono wzór strukturalny, a w tabeli 2.1.1 charakterystykę wykorzystanej żywicy.



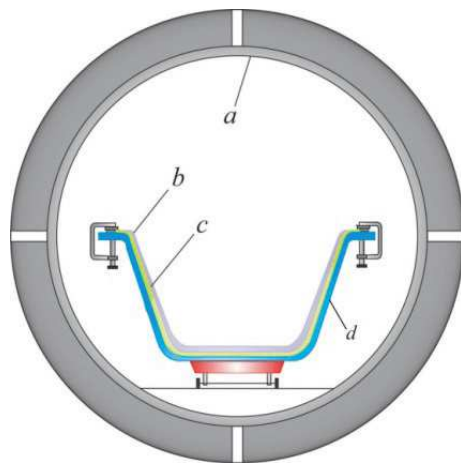
Rys. 2.1.1. Wzór strukturalny diglicydowego eteru bisfenolu A (http://www.chemicalbook.com/ProductChemicalPropertiesCB3749115_EN.htm)

Tabela 2.1.1. Parametry żywicy epoksydowej

(http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/d3415?lang=pl&region=PL)

Ciężar cząsteczkowy [g/mol]	Temperatura topnienia [°C]	Temperatura wrzenia [°C/1mmHg]	Temperatura składowania [°C]	Gęstość względna w temp. 25°C [g/cm ³]
340,41	40 – 44	210	2 – 8	1,16 – 1,17

Badane próbki wytworzono metodą autoklawu. Formowanie w autoklawie opiera się na wytwarzaniu elementów o dużej dokładności wymiarowej, posiadających dobrą jakość powierzchni oraz dobre właściwości wytrzymałościowe. Jest to metoda, którą wykorzystuje się w technice wytwarzania wysokowydajnych struktur kompozytowych, gdzie istotnym parametrem są jak najwyższe charakterystyki użytkowe. Samo formowanie jest w pewnym stopniu zbliżone do metody worka próżniowego, tzn. najpierw w formie układu się wzmocnienie, następnie przesyca się go ży-



Rys. 2.1.2. Schemat urządzenia stosowanego do formowania w autoklawie: a – autoklaw, b – elastyczny worek, c – zbrojenie wraz z żywicą i utwardzaczem, d – forma [1]

wicą z odpowiednią ilością utwardzacza oraz zabezpiecza elastyczną folią. Przygotowany w ten sposób wstępny wyrób wraz z formą, umieszcza się do autoklawu i oddziałuje ciśnieniem od 0,4 do 0,8 MPa – Rys. 2.1.2 Proces sieciowania zachodzi w autoklawie przy odpowiedniej temperaturze [1].



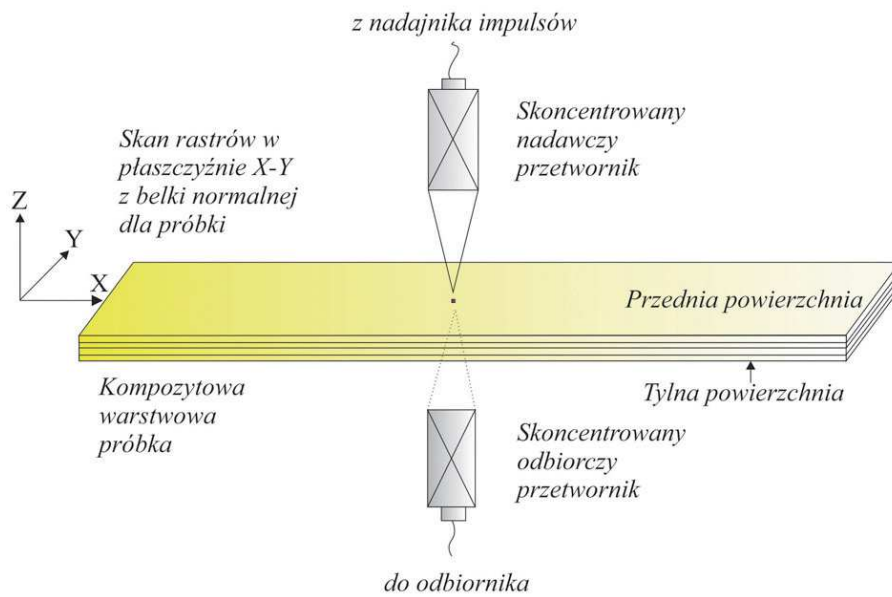
Rys. 2.1.3. Widok przykładowej próbki

Otrzymano tą metodą sześć próbek epoksydowo-szklanych o wymiarach 100×3×250 mm (Rys. 2.1.3), które poddano badaniom nieniszczącym – ultradźwiękowym i tomografii komputerowej.

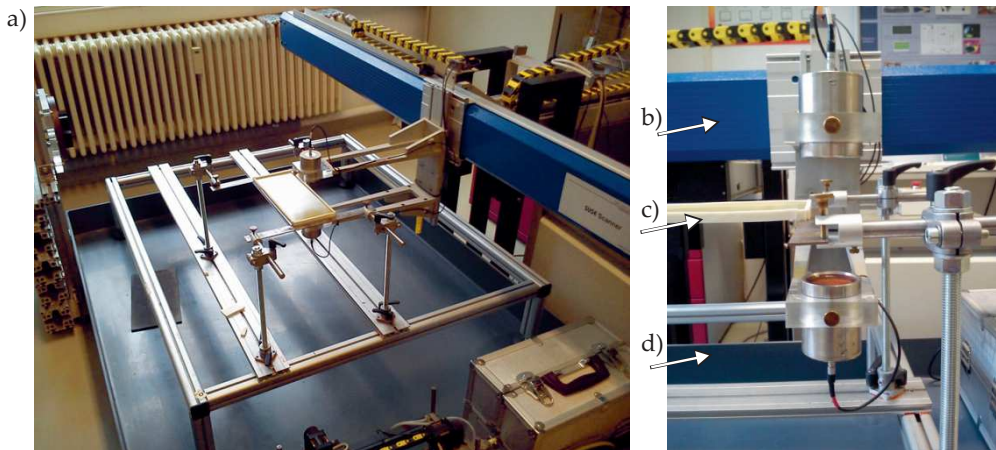
2.1. Badania ultradźwiękowe

Diagnostyczne badania ultradźwiękowe przeprowadzono z zastosowaniem metody przepuszczania (cienia). Na rysunku 2.2.1 przedstawiono zasadę pomiaru. Podczas badania emiter sygnału (głowica nadawcza) i odbiornik (głowica odbiorcza) są umieszczone naprzeciwko siebie, na przeciwległych powierzchniach badanego elementu. Emiter wytwarza fale ultradźwiękowe, które są wychwytywane przez odbiornik (głowica odbiorcza) i jako sygnały są one wyświetlane na ekranie. Gdy fala trafi na wadę, zmniejsza się amplituda w odniesieniu do obszaru pozbawionego nieciągłości. Defekt sprawia, iż następuje osłabienie energii fali na drodze od emitera do odbiornika [2, 4].

Próbki przebadano na systemie ultradźwiękowym (Rys. 2.2.2) udostępnionym w ramach projektu „Inżynier bez granic – nowoczesne formy kształcenia bazujące na współpracy ponadnarodowej” w Instytucie Lekkich Konstrukcji i Technologii Polimerów



Rys. 2.2.1. Schemat działania metody przepuszczania (cienia) [6]



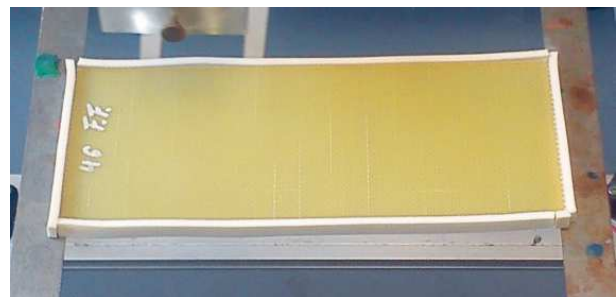
Rys. 2.2.2. Wygląd stanowiska badania (a) wraz z emiterym (b), próbką (c) oraz odbiornikiem (d)

(Institut für Leichtbau Und Kunststofftechnik) w Dreźnie.

Badania ultradźwiękowe przeprowadzono na odpowiednio przygotowanych próbkach, do których krawędzi zamocowano taśmę uszczelniającą w taki sposób aby wyeliminować zakłócenia sygnału diagnostycznego – Rys. 2.2.3.

Próbki były badane z optymalną częstotliwością 63,5 Hz i każde badanie jednorazowe próbki trwało 4800 s.

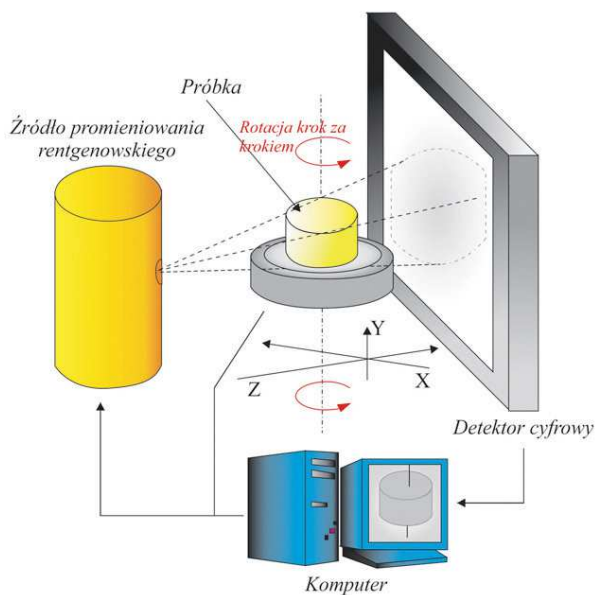
W celu zaprezentowania wyników badania ultradźwiękowego skorzystano z zobrazowa-



Rys. 2.2.3. Widok z góry przygotowanej próbki do badania ultradźwiękowego

nia typu C. Zobrazowanie typu C otrzymuje się w wyniku skanowania całej powierzchni

próbki wzdłuż dwóch osi, podzielonej na wiele rastrów (Raster – jest to regularna siatka punktów [o różnej wielkości lub zagęszczeniu] używana do odwzorowania odcieni barw [7].). Technika ta wymaga rejestracji położenia głowic, co pozwala na rejestrację położenia defektów na powierzchni. Lokalizacja defektów występujących w badanym elemencie powstaje w wyniku analizy amplitudy sygnałów, zależnej od położenia głowicy. W prezentacji typu C rejestruje się najczęściej jeden lub dwa parametry impulsu – czas przejścia fali i/lub amplituda impulsu. W wyniku czego otrzymuje się mapę tłumienia, na której widoczna jest struktura wewnętrzna badanego elementu wraz z ewentualnymi wadami. Obraz przedstawia przekrój poprzeczny badanego elementu równoległe do badanej powierzchni [2].

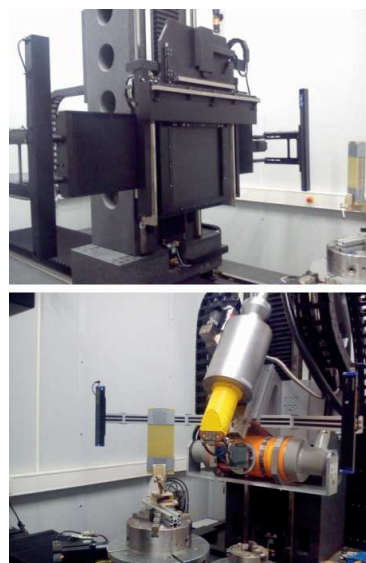


Rys. 2.3.1. Schemat stanowiska do tomografii komputerowej [6]

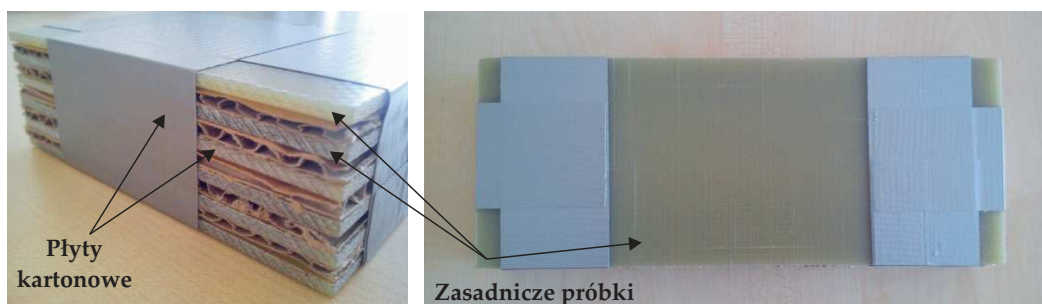
2.2. Badania tomografii komputerowej

Badania tomografii komputerowej przeprowadzono aparacie wysokiej rozdzielczości firmy „The phoenix|tomex L 450” (schemat oraz zdjęcie stanowiska – Rys. 2.3.1 i 2.3.2).

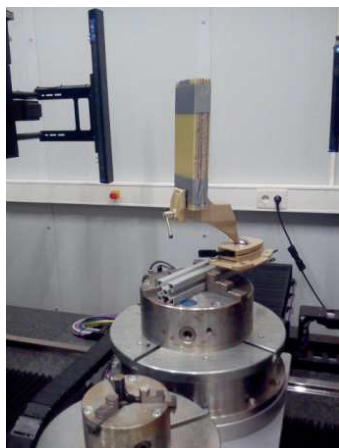
W przypadku tego badania wszystkie próbki zostały zbadane jednocześnie. Otrzymanie wyraźnego obrazu struktury uwarunkowane jest odpowiednim przygotowaniem powierzchni próbek (odtłuszczeniu), a także montażem w pakiet, w którym próbki zostały oddzielone płytami kartonowymi, co pozwoliło na uzyskanie dobrego zobrazowania struktury wewnętrznej kompozytu epoksydowo-szklanego. Pakiet o szerokości 34 mm połączony był za pomocą taśmy izolacyjnej – Rys. 2.3.3.



Rys. 2.3.2. Urządzenie „The phoenix|tomex L 450” wraz zamontowaną próbką



Rys. 2.3.3. Przygotowany pakiet próbek do tomografii komputerowej



Rys. 2.3.4. Widok zamocowania próbek

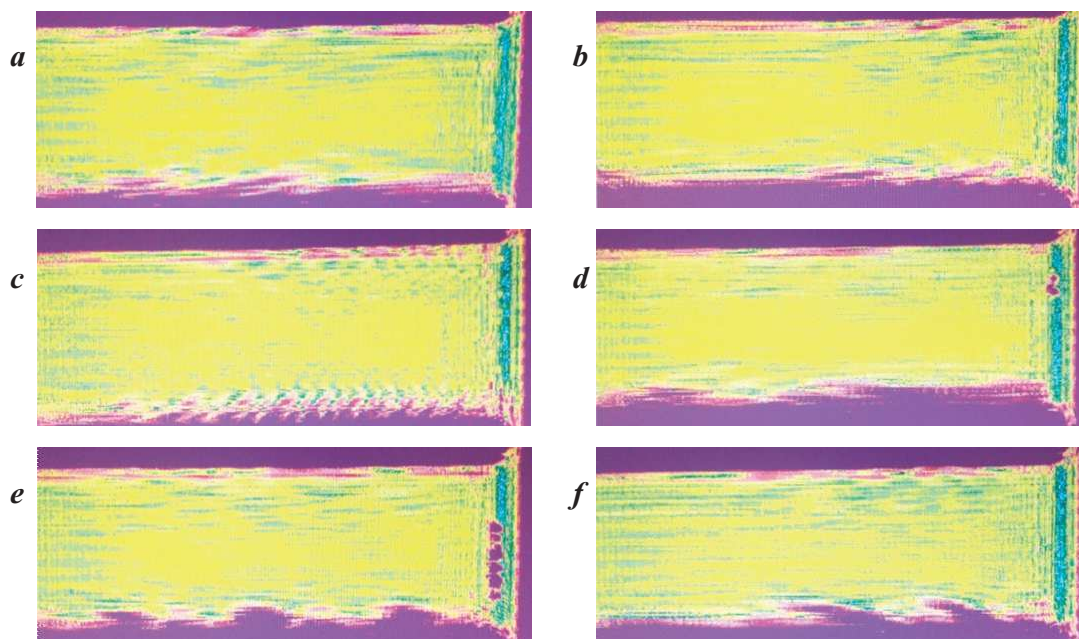
Podczas badania na tomografii komputerowej należy zapewnić stabilność mocowania próbki, by móc uzyskać jak najlepszy wynik (Rys. 2.3.4). Opisane badania prowadzono

przy kącie obrotu $0,25^\circ$, rozdzielczości $55 \mu\text{m}$ i liczbie skanów 1440 w czasie 1h.

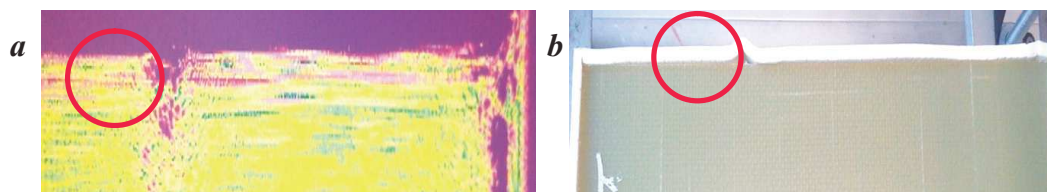
3. WYNIKI BADAŃ

Otrzymane zobrazowanie typu C przedstawiono za pomocą map tłumienia (Rys. 3.1.a–f). Oś rzędnych przedstawia długość drogi skanowania w kierunku x , a oś odciętych długość drogi skanowania w kierunku y . Od amplitudy impulsów zależy intensywność barwy fragmentów zobrazowania.

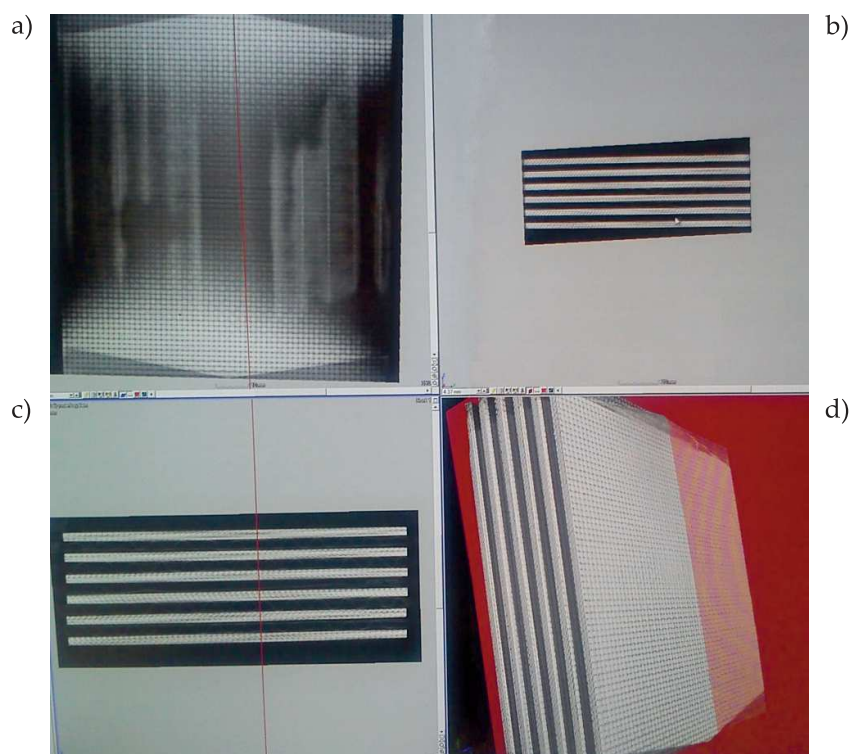
Podczas badania nie stwierdzono żadnych wad wewnętrznych. Defekty występujące przy krawędziach oraz niewyraźne kontury zobrazowane na rysunku 3.1 są wynikiem źle przygotowanej próbki – niewystarczająca adhezja taśmy uszczelniającej, co doprowadziło do oddziaływania powietrza na wyniki badań. W ce-



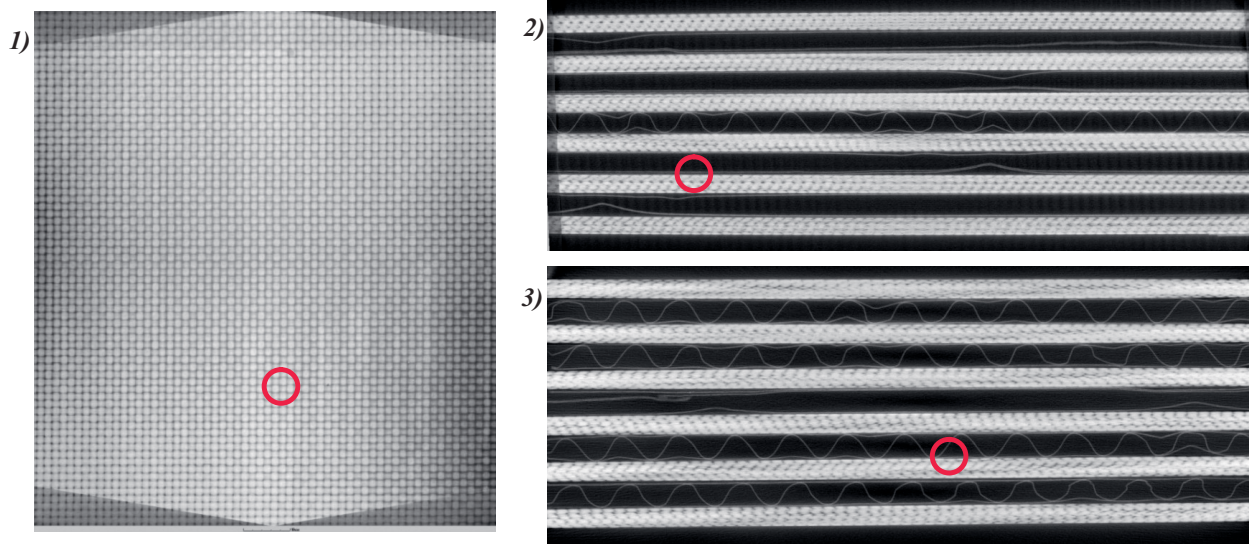
Rys. 3.1. Obrazy zobrazowania typu C sześciu próbek



Rys. 3.2. Obraz zobrazowania typu C niedostatecznie przygotowanej próbki (a) oraz zdjęcie próbki (b)



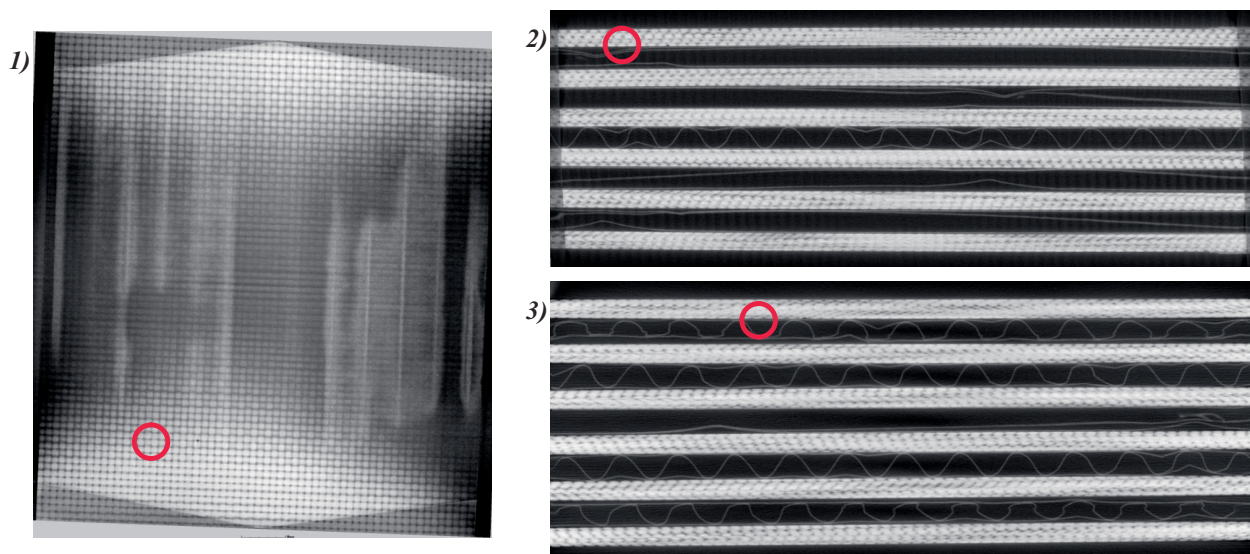
Rys. 3.3. Widok w programie: a) perspektywa XY, b) perspektywa YZ (right1), c) perspektywa XZ (front 1), d) obraz 3D



Rys. 3.4. Obrazy pierwszej próbki: 1) Perspektywa XY, 2) Perspektywa YZ 3) Perspektywa XZ – czerwonym okręgiem zaznaczono pęcherz powietrza

lu udowodnienia tego stwierdzenia przeprowadzono eksperyment na specjalnie źle zamocowanej próbce (Rys. 3.2).

Jak można zaobserwować na rysunku 3.1 i 3.2 miejsca o kolorze zielonym na prawej krawędzi próbki są wynikiem oddziaływania



Rys. 3.5. Obrazy drugiej próbki: 1) Perspektywa XY, 2) Perspektywa YZ 3) Perspektywa XZ – czerwonym okręgiem zaznaczono pęcherz powietrza

metalowego wspornika, na którym próbka została położona. Takie zróżnicowane wynika z gęstości materiału, co odzwierciedla współczynnik tłumienia. Natomiast zabarwienia o kolorze zielonym występujące wewnątrz próbki mogą wskazywać na niewystarczające nasycenie włókien przez żywicę.

Otrzymane wyniki z badania tomografem komputerowym analizowano za pomocą programu Phoenix datos/x 2.0 reconstruction (Rys. 3.3).

Dla każdej próbki uzyskano ok. 59 obrazów. Dzięki nim można zobaczyć jak układają się włókna w kompozycie. Podczas analizowania otrzymanych obrazów, na dwóch próbkach zauważono widoczne defekty występujące na powierzchni badanych próbek, które mogą oznaczać pęcherzy powietrza powstałe podczas procesu wytwarzania (Rys. 3.4 i 3.5). Natomiast zakłócenia na rysunku 3.5 (1) są wynikiem nawarstwiania się obrazu płyty kartonowej na obraz próbki.

4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań, że:

- Badania ultradźwiękowe metodą C-skan oraz tomografii komputerowej wzajemnie

się uzupełniają i obie pozwalają na ocenę jakości kompozytu epoksydowo-szklanego. Wymagają jednak próbki wzorcowej celem określenia i interpretacji ewentualnych wad.

- Badania tomografii komputerowej dają możliwość identyfikacji nawet bardzo małych wad np. pęcherzy powietrza (Rys. 3.5a), co sugeruje, że pozwoli ona na wykrywanie mikropęknięć prowadzących w efekcie eksploatacji do rozwarstwień. Jest to metoda dokładniejsza, ale trudniejsza w aplikacji przemysłowej, co spowodowane jest odpowiednim przygotowaniem materiału badawczego.
- Badania tomografii komputerowej pozwalają na zidentyfikowanie wad w wewnętrznej strukturze badanych elementów oraz na obserwację poprawności ułożenia włókien w kompozycie.
- Należałoby przeprowadzić dalsze badania m.in. mikroskopowe celem potwierdzenia uzyskanych wyników.

LITERATURA

- [1] Boczkowska A., Kapuściński J., Lindemann Z., Witemberg-Perzyk D., Wojciechowski S., *Kompo-*

- zyty, Wydanie II zmienione, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2003.
- [2] Lewińska-Romicka A., *Badania nieniszczące. Podstawy defektoskopii*, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa 2001.
- [3] Deputat J., *Nieniszczące metody badań własności materiałów*, Wydawnictwo Biuro GAMMA, Warszawa 2002.
- [4] Szymiczek M., Rojek M., Wróbel R.: Rojek M., Szymiczek M., Wróbel G., *Nieniszczące metody badań materiałów polimerowych*, Przetwórstwo Tworzyw 6(144), 2011 str. 507-510.
- [5] <http://www.tms.org/pubs/journals/JOM/9811/Kim/Kim-9811.html>
- [6] Hufenbach W., Kroll L., Gude M., Czulak A., Böhm R., Danczak M., *Novel tests and inspection methods for textile reinforced composite tubes*, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik, Technische Universität Dresden, Germany, Volume 14 ISSUE 1-2, January – February 2006.
- [7] <http://www.cdrinfo.pl/slownik/raster-367>

Praca była realizowana w ramach projektu „Inżynier bez granic – nowoczesne formy kształcenia bazujące na współpracy ponadnarodowej”.