

УДК 678; 541.12

DOI 10.47367/0021-3497\_2023\_5\_209

**ПРОГНОЗИРОВАНИЕ РЕЛАКСАЦИИ НАПРЯЖЕНИЙ  
ВОЛОКНИСТОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА  
НА ОСНОВЕ ДАННЫХ ДИНАМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА\***

**PREDICTION OF STRESS RELAXATION FIBROUS COMPOSITE MATERIAL  
BASED ON DYNAMIC ANALYSIS DATA**

*И.В. ОБВЕРТКИН, К.А. ПАСЕЧНИК, С.Ю. ВОРОНИНА*

*I.V. OBVERTKIN, K.A. PASECHNIK, S.YU. VORONINA*

(Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева)

(Reshetnev Siberian State University of Science and Technology)

E-mail: 79632609742@yandex.ru

*Данная работа представляет исследование релаксации напряжений полимерного волокнистого композиционного материала под нагрузкой в зависимости от времени, температуры и величины деформации. Испытания на релаксацию при различных температурах проводились на образцах композиционного материала с помощью динамического механического анализатора. Основные мастер-кривые построены по результатам испытаний на основе гипотезы о суперпозиции времени и температуры. Параметры представленной модели релаксации напряжений подобраны путем минимизации различий между предсказаниями модели и экспериментальными данными.*

*This work is a study of stress relaxation of a fibrous composite material as a function of time under load, temperature and strain magnitude. Relaxation tests at various temperatures on composite material samples using a dynamic mechanical*

---

\* Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России коллективом научной лаборатории «Интеллектуальные материалы и структуры» по проекту «Разработка многофункциональных интеллектуальных материалов и структур на основе модифицированных полимерных композиционных материалов, способных функционировать в экстремальных условиях» (номер темы FEFE-2020-0015).

*analyzer were carried out. The main master curves are constructed from test results based on the hypothesis of a superposition of time and temperature. The parameters of the presented model were selected by minimizing the differences between the model predictions and experimental data.*

**Ключевые слова:** ползучесть, волокнистый композиционный материал, углеродные волокна.

**Keywords:** creep, fiber-reinforced composite material, carbon fiber.

Благодаря уникальным свойствам волокнистых композиционных материалов они получили широкое распространение в аэрокосмической области, в том числе при производстве упруго-трансформируемых конструкций [1]. Однако на данный момент актуальной является задача подбора оптимальных материалов, которые обладают необходимыми свойствами, в частности устойчивостью к накоплению деформаций ползучести в процессе хранения упруго-трансформируемых конструкций в трансформируемом (деформированном) положении. Для оценки применимости волокнистого композиционного материала в трансформируемых конструкциях проведены исследования ползучести полимерного композиционного материала при уровнях деформаций, возникающих при перевозке и хранении трансформируемых конструкций в транспортном положении. Хотя конструкция может не разрушиться при воздействии нагрузок в течение короткого периода времени, она может быть склонна к разрушению или увеличению деформации при воздействии нагрузок в течение длительного периода времени. Полимер, который является матрицей композиционного материала, характеризуется как вязкоупругий материал, то есть деформация материала будет функцией как от напряжения, так и от времени [4]. Деформация образца под нагрузкой в процессе хранения содержит в себе три компонента: упругую, высокоэластичную и вязкого течения [5]. Поскольку в условиях релаксации напряжений деформация постоянна, то в процессе эксплуатации происходит перераспределение компонента деформации в зависимости от времени и приложенной нагрузки. В связи

с тем, что срок службы этих материалов часто измеряется десятками лет, в большинстве случаев нецелесообразно проводить длительные испытания на ползучесть в течение всего расчетного срока службы материала.

В качестве исследуемых материалов в работе использовали полимерный волокнистый композиционный материал, состоящий из полимерной матрицы на основе полиимида «Диармид-А» (РХТУ им. Д.И. Менделеева, Россия) и однонаправленных углеродных волокон Т35 (ООО «АСПРО», Россия). Образцы изготовлены методом ручной формовки при температурах 180 и 250 °С с использованием сушильного шкафа.

Для оценки температуры стеклования исследуемых образцов использовался метод динамического механического анализа с помощью DMAQ800 (TA Instruments, США) в Красноярском региональном центре коллективного пользования ФИЦ КНЦ СО РАН. Далее образцы подверглись исследованиям на стойкость к релаксации напряжений при постоянной деформации 0,3 %. Циклы релаксации и восстановления проводились при изотермах от 35 до 155 °С с интервалами повышения 20 °С. Нагрузка действовала на образец в течение 3 ч с последующим восстановлением в течение 3 ч.

Проведены испытания на определение температуры стеклования полимерной матрицы волокнистого композиционного материала методом ДМА при различных частотах нагрузки согласно ГОСТ Р 57739-2017.

Для композиционного материала на основе полиимида с температурами отверждения 180 и 250 °С получены данные, представленные в табл. 1 и 2.

Т а б л и ц а 1

Частота нагружения f, Гц	Ln (f)	Температура стеклования T <sub>g</sub> , К	1000/T <sub>g</sub>
1	0	482,34	2,073226
1	0	481,12	2,078484
2	0,692147	487,28	2,052208
2	0,692147	486,67	2,05478
5	1,609438	494,37	2,022776
5	1,609438	496,23	2,015195

Т а б л и ц а 2

Частота нагружения f, Гц	Ln (f)	Температура стеклования T <sub>g</sub> , К	1000/T <sub>g</sub>
1	0	493,85	2,024906
1	0	492,39	2,03091
5	1,609438	506,14	1,975738
5	1,609438	503,23	1,987163

Для нахождения энергии активации построим график Аррениуса в координатах обратной температуры стеклования и натурального логарифма частоты нагружения, представленный на рис. 1.

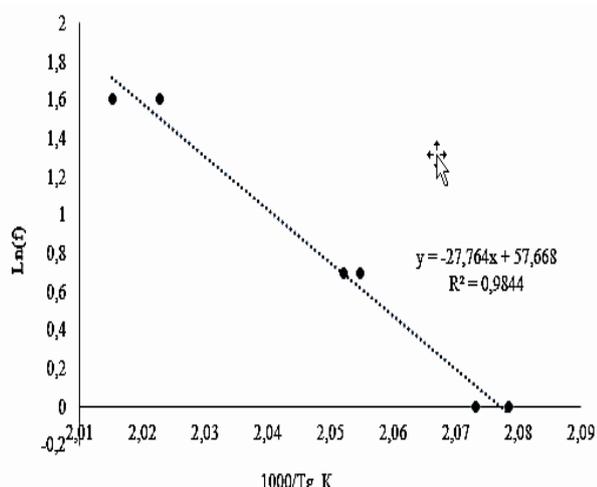


Рис. 1

Наклон кривой прямо пропорционален энергии активации стеклования (рис. 2).

Наклоны кривых зависимости логарифма частоты  $\ln(f)$  от обратной температуры  $(\frac{1}{T_g})$ , соответствуют энергии активации стеклования согласно выражению [1]:

$$\Delta H = -R \frac{d(\ln(f))}{d\left(\frac{1}{T_g}\right)}, \quad (1)$$

где  $R$  – газовая постоянная.

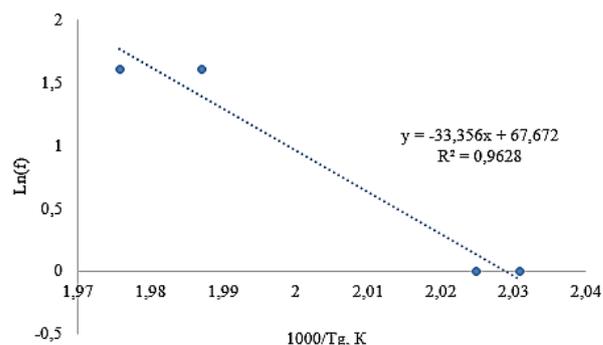


Рис. 2

Для полиимида, отвержденного при 180 °С, энергия активации  $\Delta H$  равна 230,8299 кДж/моль, а отвержденного при 250 °С – 277,3218 кДж/моль.

Используя допущения о постоянстве энергии активации в исследуемом температурном диапазоне, можно рассчитать коэффициент сдвига согласно уравнению [2]:

$$\log(a_T) = \frac{\Delta H}{R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \log e, \quad (2)$$

где  $T_{ref}$  и  $T$  – температуры эталонная и исследования соответственно.

После получения данных об энергии активации однонаправленный волокнистый композиционный материал был исследован на стойкость к релаксации напряжений при постоянной деформации, равной 0,3% (рис. 3).

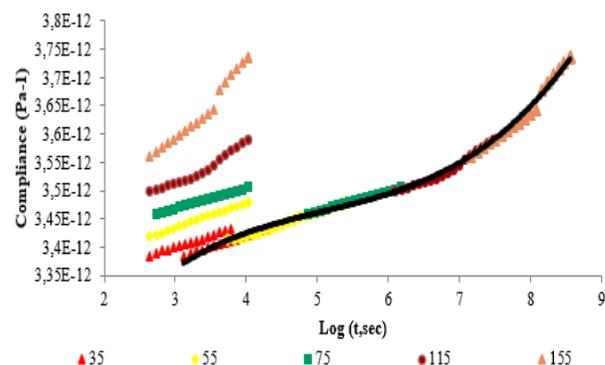


Рис. 3

Для построения мастер-кривой податливости в данной работе использовался ручной метод совмещения, поскольку коэффициент сдвига, предсказанный с помощью энергии активации, не позволяет совместить полученные данные.

После снятия нагрузки для каждого шага режима измерения было оценено восстановление деформации как отношение деформации, восстановленной после снятия нагрузки, к перемещению под действием постоянной силы в течение срока нагружения. На основании данных можно прогнозировать допустимый срок хранения изделия из композиционного материала под постоянной нагрузкой, задав допустимый предел остаточной деформации. Данные на рис. 3 представлены для температуры в 25 °С. Однако, используя метод температурно-временной суперпозиции, мы можем также спрогнозировать, насколько изменится срок сохранности изделия при изменении температуры.

На рис. 4 представлена зависимость величины остаточной деформации от времени экспозиций при постоянном уровне деформации после снятия нагрузки. На основании полученных данных можно определить допустимый срок хранения изделия в сложенном состоянии в условиях постоянной деформации, задав допустимый уровень остаточной деформации. Для наглядности зададим уровень допустимой остаточной деформации, равной 0,7 % от величины деформации материала в сложенном состоянии. Тогда можно сделать вывод, что расчетный срок хранения до достижения отказа составляет около 3,5 года при хранении при 25 °С, однако при хранении при 40 °С срок до наступления отказа сокращается до 8 месяцев.

Зачастую упруго-трансформируемые конструкции из волокнистого полимерного композиционного материала проектируются для аэрокосмической промышленности и эксплуатируются в диапазоне температур от -150 до +150 °С. В связи с этим возникает вопрос о времени достижения отказа конструкций при экстремальных температурах. При 150 °С время достижения выбранного порога остаточной деформации составляет 72 минуты, что необходимо учитывать при проведении испытаний и эксплуатации упруго-трансформированной конструкции.

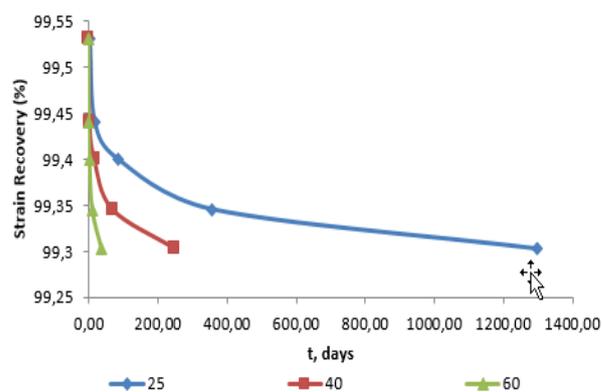


Рис. 4

Для валидации полученной мастер-кривой в диапазоне до ~4 лет выбран подход, при котором измеряют релаксацию напряжений во всем интересующем диапазоне при различных температурах (данные представлены в табл.3).

Таблица 3

Температура эксперимента, °С	Длительность эксперимента	Минимально оцениваемое время эксперимента
25	1666667 минут (3,2 года)	14 секунд
40	322484 минуты (7,5 месяца)	~1 минуты
60	45426 минут (1 месяц)	~9 минут
80	7990 минут (5,5 дня)	~50 минут
100	1693 минуты (1,2 дня)	~ 4 часов
120	420 минут	~16 часов
140	120 минут	~ 2 дня

Как видно из табл. 3, валидировать полученную мастер-кривую за разумное время возможно только с использованием данных, полученных при высоких температурах. В исследовании определены следующие температуры: 100, 120 и 140 °С.

Полученные данные о податливости перестроим в зависимость от количества времени выдержки в днях и сравним с мастер-кривой на рис. 5. Для данных, полученных при температуре 120 и 140 °С, также применен вертикальный сдвиг, чтобы нивели-

ровать вариативность свойств различных образцов.

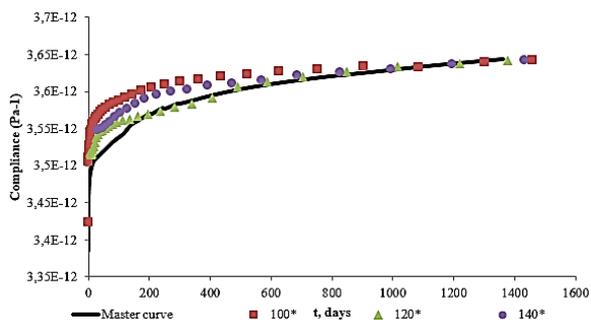


Рис. 5

Из полученных данных можно сделать вывод о достаточной достоверности полученной мастер-кривой релаксации напряжения.

Определим вязкоупругие характеристики волокнистого материала как функцию от времени при различных уровнях деформации и температуры. Для этого построим мастер-кривые для температур 25 и 100 °С в координатах напряжение–время (рис. 6 и 7).

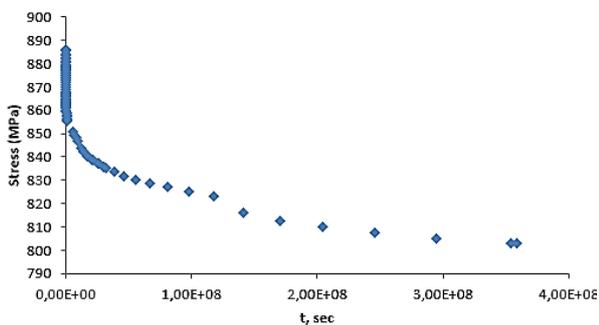


Рис. 6

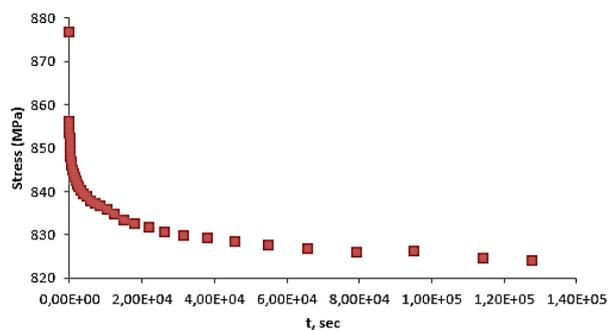


Рис. 7

Как следует из представленных графиков на рис. 6 и 7, зависимость напряжения  $\sigma$  от

времени  $t$  выдержки можно представить степенной функцией вида:

$$\sigma(t) = C_1 t^{C_2}. \quad (3)$$

Для учета влияния температуры введем компонент температуры  $T$  и получим зависимость вида:

$$\sigma(t) = C_1 * t^{C_2} * \exp\left(\frac{-C_3}{T}\right). \quad (4)$$

Опишем полученные экспериментальные данные моделью (4) и найдем ее параметры. Параметры модели представлены в табл. 4.

Т а б л и ц а 4

$C_1$	684,93
$C_2$	$-1,6667 * T * 10^{-5} - 5,8083 * 10^{-4}$
$C_3$	-93,13

На рис. 8 представлены кривые зависимости остаточной деформации в момент снятия нагрузки от температуры и времени выдержки под нагрузкой. Данную зависимость опишем моделью:

$$R(t) = C_1 * t^{C_2} * \exp\left(\frac{-C_3}{T}\right). \quad (5)$$

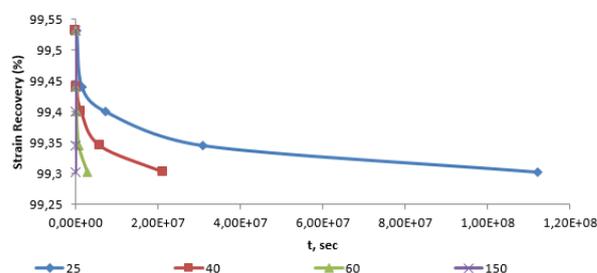


Рис. 8

Параметры модели (5) представлены в табл. 5.

Т а б л и ц а 5

$C_1$	90,59
$C_2$	$-3,4243 * T * 10^{-8} - 3,557983 * 10^{-4}$
$C_3$	-29,38

Степенной показатель времени в обеих моделях показывает явную зависимость от температуры (рис. 9).

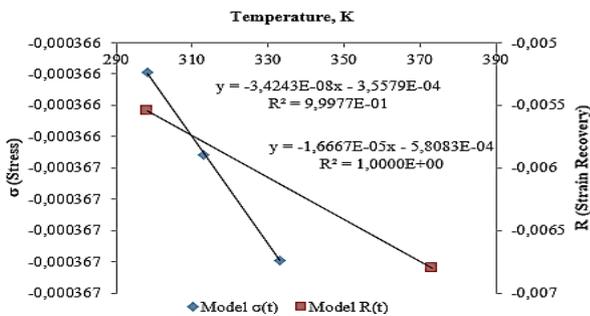


Рис. 9

Используя представленные модели, можно оценить величину напряжения и ве-

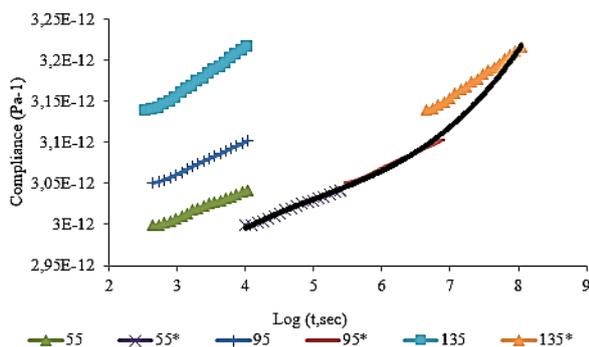


Рис. 10

На основании полученных данных построим зависимость напряжений от времени выдержки (рис. 11). Данные были подвергнуты вертикальному переносу для того, чтобы нивелировать разницу в жесткости/податливости различных образцов.

Опишем полученные экспериментальные данные моделью (5), найдя ее параметры (табл. 6).

Т а б л и ц а 6

$C_1$	459,79
$C_2$	$-1,6667 \cdot T \cdot 10^{-5} - 5,8083 \cdot 10^{-4}$
$C_3$	-93,13

Также опишем зависимость остаточной деформации в момент снятия нагрузки от времени и температуры выдержки под нагрузкой.

Очевидно, что параметр  $C_1$  модели является функцией от приложенной деформации. В общем случае мы можем представить параметр  $C_1 \cdot \varepsilon$ , тогда модель будет иметь вид:

$$\sigma(t) = C_1 \cdot \varepsilon \cdot t^{C_2} \cdot \exp\left(\frac{-C_3}{T}\right). \quad (6)$$

личину накопленной деформации в момент снятия нагрузки в зависимости от времени и температуры выдержки при уровне постоянной деформации, равной 0,3%.

Для оценки релаксации напряжения и величины накопленной деформации на следующем этапе проведена серия испытаний при деформации, отличной от исследуемой ранее деформации. При деформации 0,2% получены данные о податливости релаксации (рис. 10).

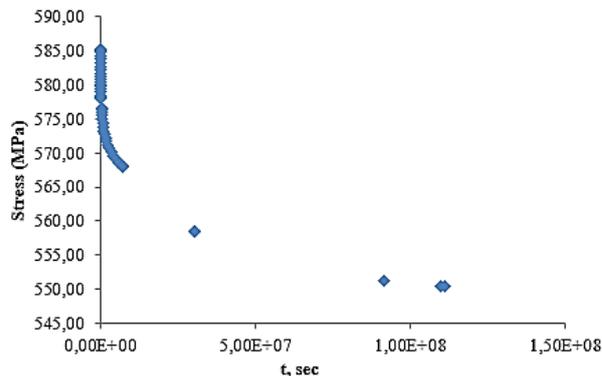


Рис. 11

Параметры модели представлены в табл. 9.

Т а б л и ц а 7

$C_1$	$2,29 \cdot 10^5$
$C_2$	$-1,6667 \cdot T \cdot 10^{-5} - 5,8083 \cdot 10^{-4}$
$C_3$	-93,13

Далее нами было проведено сравнение предсказания модели (6) с полученными экспериментальными данными при различных температурах и различной постоянной деформации. В качестве экспериментальных данных взяты мастер-кривые для следующих условий: температура 25 °С и постоянная деформация 0,3%; температура 25 °С и постоянная деформация 0,2%; температура 100 °С и постоянная деформация 0,3%. Для оценки сходимости модели с экспериментальными данными использовали коэффициент детерминации, который для исследуемых условий составил 0,95, 0,94, 0,97 соответственно.

## ВЫВОДЫ

Получены данные о вязкоупругом поведении полимерного волокнистого композиционного материала, которые были использованы для построения мастер-кривой зависимости податливости от времени. Мастер-кривая провалидирована серией длительных испытаний. В работе представлено модельное представление напряжения как функции от времени, температуры и приложенной постоянной деформации. Модель позволяет описывать релаксацию напряжений при различных температурах и величинах постоянной деформации в зависимости от времени под нагрузкой.

## ЛИТЕРАТУРА

1. *Obvertkin I.V., Pasechnik K.A., Vlasov A.Y.* The potential of using SWCNTs, MWCNTs and CNFs capable of increasing the composite material dimensional and technological stability as modifiers of a polymer matrix // PNRPU Mechanics Bulletin. 2021. №4. С. 98...110. doi: 10.15593/perm.mech/2021.4.10
2. *Goertzen W.K., Kessler M.R.* Creep behavior of carbon fiber/epoxy matrix composites. Materials Science and Engineering: A. Volume 421, Issues 1–2, 2006, Pages 217–225. – <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.063>.
3. *Abhinav Omprakash Fulmali, B. Arnimesh Nayak, B.N.V.S. Ganesh Gupta K, Srinivasu Dasari, Rajesh Kumar Prusty, Bankim Chandra Ray.* Effect of 1D carbon nano- tube and fiber reinforcement on the long-term creep performance of glass fiber/epoxy composite using the time-temperature superposition principle. Materials Today: Proceedings, Volume 47, Part 11, 2021, Pages 3263–3268. – <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.451>
4. *Starkova O., Gagani A., Karl C., Rocha I., Bur-lakovs J., Krauklis A.* Modelling of Environmental Ageing of Polymers and Polymer Composites–Durability Prediction Methods. Polymers. 2022. 14. 907. 10.3390/polym14050907.
5. *Биргер И.А., Мавлютов Р.Р.* Сопротивление материалов: учебное пособие. М.: Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит., 1986. 560 с.

6. *Демидов А.В., Переборова Н.В., Макаров А.Г., Киселев С.В.* Оптимизация математического моделирования релаксационно-восстановительных процессов полимерных текстильных материалов // Известия высших учебных заведений. Технология текстильной промышленности. 2022. № 2 (398). С. 285...291.

## REFERENCES

1. *Obvertkin I.V., Pasechnik K.A., Vlasov A.Y.* The potential of using SWCNTs, MWCNTs and CNFs capable of increasing the composite material dimensional and technological stability as modifiers of a polymer matrix // PNRPU Mechanics Bulletin. 2021. №4. С. 98...110. doi: 10.15593/perm.mech/2021.4.10
2. *Goertzen W.K., Kessler M.R.* Creep behavior of carbon fiber/epoxy matrix composites. Materials Science and Engineering: A. Volume 421, Issues 1–2, 2006, Pages 217–225. – <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.063>.
3. *Abhinav Omprakash Fulmali, B. Arnimesh Nayak, B.N.V.S. Ganesh Gupta K, Srinivasu Dasari, Rajesh Kumar Prusty, Bankim Chandra Ray.* Effect of 1D carbon nano- tube and fiber reinforcement on the long-term creep performance of glass fiber/epoxy composite using the time-temperature superposition principle. Materials Today: Proceedings, Volume 47, Part 11, 2021, Pages 3263–3268, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.451>
4. *Starkova O., Gagani A., Karl C., Rocha I., Bur-lakovs J., Krauklis A.* Modelling of Environmental Ageing of Polymers and Polymer Composites–Durability Prediction Methods. Polymers. 2022. 14. 907. 10.3390/polym14050907.
5. *Birger I. A., Mavlyutov R. R.* Resistance of materials: A book. M.: Nauka. the main editorial office of the physical and mathematical literature., 1986. 560 p.
6. *Demidov A.V., Pereborova N.V., Makarov A.G., Kiselev S.V.* Optimization of mathematical modeling polymeric textile materials relaxation and recovery processes // Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii, Seriya Tekhnologiya Tekstil'noi Promyshlennosti. 2022. № 2 (398). С. 285...291.

Рекомендована научной лабораторией «Интеллектуальные материалы и структуры» Сибирского государственного университета науки и технологий им. академика М.Ф. Решетнева. Поступила 23.06.23.