

Na prawach rękopisu
do użytku służbowego

INSTYTUT MATERIAŁOZNAWSTWA I MECHANIKI TECHNICZNEJ
POLITECHNIKI WROCŁAWSKIEJ

Raport Serii Preprinty nr 6

ANALIZA PROCESÓW PĘKANIA
LAMINATÓW POLIESTROWO-SZKLANYCH
W WARUNKACH OBCIĄŻENIA DŁUGOTRWAŁEGO
I ŚRODOWISKA KOROZYJNEGO

Andrzej Figiel

Słowa kluczowe: kompozyt poliestrowo-szkłany, emisja akustyczna, korozja naprężeniowa, energia aktywacji, pękanie kompozytów

Wrocław 1988

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA
INSTYTUT MATERIAŁOZNAWSTWA I MECHANIKI TECHNICZNEJ

Andrzej Figiel

ANALIZA PROCESÓW PĘKANIA LAMINATÓW POLIESTROWO-SZKLANYCH
W WARUNKACH OBCIĄŻENIA DŁUGOTRWALEGO I ŚRODOWISKA KOROZYJNEGO

R o z p r a w a d o k t o r s k a

Promotor:

Doc. dr inż. Leszek Gołaski

Raport wpłynął do redakcji Instytutu

1988-02-05

SPIS TREŚCI

1. WSTĘP	5
2. CEL PRACY	6
3. PRZEDMIOT I PROGRAM BADAŃ	9
3.1. Charakterystyka badanego materiału	9
3.2. Program badań.	10
4. OKREŚLENIE SKŁADOWYCH STANU NAPRĘŻENIA W KOMPOZYCIE	12
5. OPIS METODY BADAWCZEJ	17
6. DEKOHEZJA KOMPOZYTU W ŚRODOWISKU OBOJĘTNYM.	22
7. METODYKA BADAŃ.	27
7.1. Stanowisko badawcze.	27
7.1.1. Stanowisko do ściskania promieniowego rur	27
7.1.2. Stanowisko do badania rur według modelu II.	27
7.2. Próbkki	29
7.2.1. Próbkki do ściskania promieniowego	29
7.2.2. Próbkki do badań według modelu II.	30
7.2.3. Próbkki do badań według modelu III	30
7.2.4. Próbkki do badań rozciągania wiązki włókien szklanych	32
7.3. Aparatura.	34
8. WYNIKI BADAŃ W ŚRODOWISKU KOROZYJNYM.	35
8.1. Promieniowe ściskanie.	35
8.2. Model II i III obciążenia.	48
8.3. Rozciągana wiązka włókien szklanych.	56
9. DEKOHEZJA KOMPOZYTU W ŚRODOWISKU KOROZYJNYM	58
9.1. Analiza wyników badań.	58
9.2. Mikroskopowa analiza dekohezji kompozytu	67
9.2.1. Dekohezja kompozytu w środowisku obojętnym.	67
9.2.2. Dekohezja kompozytu w środowisku korozyjnym	71
9.3. Analiza czasu życia kompozytu.	74
9.4. Model procesu dekohezji kompozytu obciążonego w śro- dowisku korozyjnym	78
10. WNIOSKI.	80
LITERATURA	83
Aneks.	93

Spis ważniejszych oznaczeń

φ	- kąt nawinięcia włókien szklanych w stosunku do osi wzdłużnej rury
V_w	- objętościowy udział wzmocnienia
$\sigma_{ }, \sigma_{\perp}, \tau_{\#}$	- składowe stanu naprężenia w kompozycie, odpowiednio: naprężenie rozciągające równoległe do włókien, naprężenie rozciągające prostopadłe do włókien, naprężenie styczne na powierzchni rozdziału włókno-żywica
σ_w	- naprężenie rozciągające we włóknach
σ_A	- naprężenie osiowe w próbce rurowej
σ_H	- naprężenie obwodowe w próbce rurowej określone z zależności :
$\sigma_H = \frac{D-g}{2g} p$	
p	- ciśnienie w rurze
D	- średnica rury
g	- grubość ścianki rury
E	- moduł Younga
ϵ	- odkształcenie kompozytu
EA	- emisja akustyczna
ΣN	- suma impulsów emisji akustycznej
rms	- wartość skuteczna emisji akustycznej (root mean square)
1 n HCl	- jedno-normalny kwas solny
τ_0	- stała, zbliżona do okresu drgań własnych atomów w obliczeniach przyjęto ($\tau_0 = 10^{-12} s$)
t	- czas życia kompozytu w środowisku korozyjnym
R	- stała gazowa
U_0	- bariera energetyczna, energia aktywacji procesu destrukcji kompozytu
γ	- współczynnik strukturalny
δ	- współczynnik oporu dyfuzji
X, Y	- zmienne losowe ($X = \log t$, $Y = \Sigma N$)
R	- współczynnik korelacji liniowej

1. WSTĘP

W ostatnich latach nastąpił dynamiczny rozwój nowych materiałów konstrukcyjnych, jakimi są kompozyty. Dobre własności wytrzymałościowe uzyskuje się w tych materiałach dzięki zastosowaniu wysokowytrzymałych napełniaczy - komponentów wzmacniających.

Do budowy kompozytów najczęściej stosuje się znane od dawna żywice poliestrowe. Szybki jednak rozwój produkcji tych materiałów, specjalnie dostosowany do wytwarzania tworzyw sztucznych wzmocnionych włóknem szklanym, rozpoczął się w USA w 1941 r. Rozwój produkcji tych żywic przedstawiono w tab. 1 [40]. Z danych zawartych w tabeli 1 można się również zorientować w wielkości produkcji kompozytów wykonanych z żywic poliestrowych. Podwajając bowiem te dane liczby, bez większego błędu otrzymamy obraz dynamiki wzrostu produkcji tworzyw sztucznych wzmacnianych włóknami.

T a b e l a 1

Rozwój produkcji żywic poliestrowych [w tys. ton]

Kraj	Lata				
	1955	1956	1957	1958	1959
USA	28	36	44	53	76
Francja	0,9	2	4	6	9
Japonia	b. d.	1	3	5	7
NRF	4	6	b. d.	b. d.	16
Anglia	1	2	5	5	7
Włochy	b. d.	1	4	4	b. d.
b. d. - brak danych					

W Polsce produkcję żywic poliestrowych (Polimali) rozpoczęto w 1960 r. w Zakładach Chemicznych Sarzyna. Z braku krajowych włókien szklanych początkowo żywice te wzmacniano importowanymi włóknami szklanymi. Po opanowaniu produkcji włókien szklanych przez Krośnieńskie Huty Szkła zaczęto stosować je do produkcji kompozytów.

Jedną z ważniejszych cech żywic poliestrowych wzmocnionych włóknami szklanymi, mającą istotny wpływ na tak dynamiczny rozwój ich produkcji, jest stosunek wytrzymałości mechanicznej do ciężaru właściwego, tzw. wytrzymałość właściwa. Pod tym względem kompozyty wyraźnie górują nad klasycznym materiałem konstrukcyjnym, jakim jest stal. Niemniej ważną zaletą tych materiałów, bardzo często wykorzystywaną w zastosowaniach inżynierskich, jest silna anizotropia własności [2, 5, 25, 33, 64]. Umożliwia ona maksymalne wykorzystanie cech komponentów w konkretnych warunkach obciążenia. I tak na przykład, o ile projektowanie rur z tworzyw termoplastycznych polega głównie na doborze materiału, o tyle optymalne projektowanie rur z kompozytu poliestrowo-szklanego dotyczy sterowania anizotropią ich własności. Można bowiem tak zaprojektować rurę, aby w konkretnych warunkach obciążenia zwłaszcza w warunkach płaskiego stanu naprężenia maksymalnie wykorzystać własności komponentów. Do zalet kompozytów do niedawna zaliczano także ich dobrą odporność na działanie chemikaliów [25, 33, 34, 39]. Umożliwiało to stosowanie tych materiałów do wykonania np. różnego rodzaju instalacji w przemyśle chemicznym. Ostatnio pojawiły się jednak prace [1, 12-16, 24-26, 47, 60] podważające tę tezę a stwierdzające, że nie tylko pod wpływem oddziaływania kwasów, ale także i wody, własności kompozytu ulegają zmianom, czasami nawet dość znacznym. Z prac tych wynika, że przyczyn zjawiska korozji należy szukać w braku odporności włókien szklanych na działanie kwasów [30, 35, 43, 56]. W rezultacie powoduje to brak odporności kompozytu na działanie takich środowisk, jakkolwiek żywica poliestrowa lub epoksydowa odporność tę zachowuje.

2. CEL PRACY

Odpornością materiałów na jednoczesne działanie obciążeń i środowiska chemicznego zajmuje się wielu badaczy. Najczęściej jednak prace przez nich przedstawiane są poświęcone zagadnieniom korozji naprężeniowej, jaka może wystąpić w metalach. W odniesieniu do metali oprócz rozeznania mechanizmów korozji naprężeniowej zaproponowano metody służące do oceny ich wrażliwości na korozję naprężeniową [48, 65]. Tymi metodami na podstawie badań laboratoryjnych, prowadzonych najczęściej przy stałej sile rozciągającej, można ocenić stopień wrażliwości badanego materiału na działanie

ośrodka chemicznego. Miernikiem charakteryzującym odporność materiału na korozję naprężeniową jest, według tych metod, czas pojawienia się określonego stanu zniszczenia albo utrata wytrzymałości w ciągu zadanego czasu.

W odniesieniu do kompozytów dotychczas nie rozwiązano omawianego problemu. Wprawdzie jest znana i bywa stosowana PN-78/C-89067 do oceny odporności tworzyw sztucznych na działanie czynników chemicznych [4, 48, 65, 73]. W normie tej są jednak określone przede wszystkim sposoby pozwalające ocenić zmiany własności fizykochemicznych tworzywa pod wpływem czynnika chemicznego. Zalecany czas zanurzenia badanego tworzywa w ośrodku chemicznym wynosi 7 dni lub wielokrotność, lecz maksymalnie może on wynosić 78 tygodni. Po okresie zanurzenia bada się własności mechaniczne tworzywa. Kryterium, na którego podstawie dokonuje się oceny odporności, jest oparte na zmianie własności mechanicznych (wytrzymałość, odkształcenie). Jeśli zatem we własnościach tworzywa przed i po zanurzeniu w ośrodku chemicznym nie ma różnic, upoważnia to do pozytywnej oceny odporności na działanie czynnika chemicznego badanego tworzywa. Oznacza to też, że norma [73] nie przewiduje badania tworzyw sztucznych przy jednoczesnym działaniu naprężeń i ośrodka korozyjnego.

Według rozeznania autora (na podstawie dostępnej literatury) zagadnieniom korozji w kompozytach jest poświęcona bardzo mała liczba prac [24-26, 47, 60]. Opierając się na wynikach badań laboratoryjnych autorzy tych prac potwierdzają możliwość wystąpienia w kompozytach zjawiska korozji naprężeniowej. Próbuje oni jednocześnie powiązać szybkość przebiegu zjawiska z wielkością obciążenia kompozytu. Nie proponują jednak żadnej metody, która umożliwiłaby prześledzenie procesu pęknięcia korozyjnego kompozytu, dokonanie oceny odporności kompozytu na działanie środowiska, przewidywanie prawdopodobnego czasu życia kompozytu w warunkach korozyjnych i przy znanym jego obciążeniu.

Kompozyty są materiałem, który coraz częściej jest wykorzystywany do budowy - czasami nawet bardzo ważnych - części maszyn lub urządzeń. Powszechnie stosuje się je w przemyśle motoryzacyjnym i chemicznym [8, 33, 40]. Z tego też powodu potrzeba zbadania ich odporności na działanie środowisk korozyjnych staje się bardzo silna, gdyż od rozwiązania tego zagadnienia zależą możliwości wykorzystania kompozytów do budowy ważnych części maszyn. Jest to sprawa pierwszoplanowa, chodzi bowiem o uzyskanie informacji o za-

chodzących procesach pękania korozyjnego ze znacznym wyprzedzeniem ich możliwych skutków. Dzięki takiej informacji można by przeciwdziałać temu zjawisku i nie dopuścić do niebezpiecznych awarii czy katastrof. Niestety, do chwili obecnej nie zaproponowano metody umożliwiającej śledzenie procesów pękania korozyjnego kompozytów ani metody służącej do oceny ich żywotności w środowiskach chemicznych.

Mając to na uwadze autor sformułował następujące cele pracy:

- opracowanie metody umożliwiającej ustalenie początku pękania korozyjnego kompozytów,
- określenie warunków, w jakich jest możliwe pękanie korozyjne,
- określenie zależności umożliwiających oszacowanie żywotności kompozytu na podstawie wykonanych prób laboratoryjnych.

Dotychczasowe dane z literatury wskazują na to, że klasyczne metody pomiarowe nie dostarczają informacji o początku pękania korozyjnego, mogącej służyć do oceny zjawisk zachodzących w kompozytach (m.in. [4]). Wynika z tego konieczność zastosowania bardziej skomplikowanych technik badawczych, takich jak: rentgenografia, holografia, metody ultradźwiękowe, emisja akustyczna itp. Niektóre z wymienionych metod nie mogą jednak służyć do oceny procesu pękania korozyjnego laminatów w warunkach działania środowiska korozyjnego i obciążeń, ponieważ nie ma możliwości ciągłego śledzenia przemian zachodzących w materiale rur, tzn. badania gotowych elementów konstrukcyjnych w przeciągu długiego czasu (nawet do 30 godz. i więcej).

Wydaje się, że wybrana spośród wielu innych metoda emisji akustycznej może umożliwić wykrycie początku pękania korozyjnego kompozytów. Wprawdzie bibliografia podawana na bieżąco w Journal of Acoustic Emission (USA) i grupująca wszystkie prace dotyczące wykorzystania metody emisji akustycznej nie zawiera prac związanych z badaniem procesów pękania korozyjnego kompozytów za jej pomocą. Metoda ta jednak, związana ze zjawiskiem wyzwalań podczas pękania materiału energii sprężystej w postaci fal (pełny jej opis przedstawiono w rozdz. 5) była z powodzeniem wykorzystana do badań jakości i procesów pękania, zachodzących w kompozytach w środowisku obojętnym [10, 20-22, 37, 42, 46, 62, 63, 69]. Dlatego też zasadnicza teza pracy jest przez autora sformułowana następująco:

Pękanie korozyjne włókien szklanych uwalnia znacznie większą energię sprężystą niż pękanie żywicy i wobec tego metoda emisji akustycznej powinna umożliwić wykrycie początku pęknięcia korozyjnego. Tym samym uzyska się niezbędne dane do określenia "czasu życia" kompozytu w warunkach korozyjnej naprężeniowej.

3. PRZEDMIOT I PROGRAM BADAŃ

Ponieważ w kompozytach występuje zjawisko braku odporności na jednoczesne działanie środowiska chemicznego i obciążenia, należy określić wpływ na przebieg tego zjawiska zarówno rodzaju, jak i wielkości obciążenia. Dotychczasowe badania zmiany własności rur pod wpływem środowiska chemicznego dostarczają informacji o skutkach korozyjnej naprężeniowej. Skutki te polegają przede wszystkim na tym, że kompozyty w warunkach korozyjnych pękają przy znacznie mniejszych wartościach naprężeń od wartości uzyskanych w środowisku obojętnym. Stwierdzono także, że korozyja jest związana głównie ze zjawiskiem wymiany jonowej pomiędzy jonami sodu, znajdującymi się w szkło, a jonami wodoru, pochodzącymi ze środowiska.

Autor tej pracy podjął się badania gotowych elementów konstrukcyjnych, jakimi były cienkościenne rury, wykonane z kompozytu poliestrowo-szklanego. Chcąc uzyskać jak najwięcej informacji o przebiegu zjawiska pęknięcia korozyjnego rur i móc określić wpływ na to zjawisko wielkości i składowych stanu naprężenia, próbki badano przy różnych wartościach oraz sposobach ich obciążenia. W celu porównania wszystkie badania przeprowadzono w tym samym środowisku korozyjnym, jakim był 1-normalny kwas solny (1 n HCl), stosując takie samo wzmocnienie sygnałów AE, tj. 94 dB. Uzyskane wyniki porównano z wynikami otrzymanymi przy badaniu próbek w środowisku obojętnym (woda destylowana lub olej maszynowy).

3.1. Charakterystyka badanego materiału

Rury wykonano w Uniwersytecie w Liverpool (Anglia) w Department of Metallurgy and Materials Science. Żywicę poliestrową Impol T400 produkcji ICI Ltd, Anglia, zastosowano jako osnowę. Do jej

utwardzania stosowano na 100 części żywicy 2 części katalizatora MEK (Interox Chemicols SD-2) i 1 część przyspieszacza kobaltowego (Akzochemie NL49/57). Jako wzmocnienie zastosowano roving z włókna szklanego Fibreglass Ltd Superwind 20/70E zawierający 2400 włókien. Rury wykonano metodą nawijania na obracający się rdzeń po linii śrubowej pasm włókien zwilżonych żywicą. Po nawinięciu rury poddano obróbce termicznej, składającej się z utrzymywania ich łącznie z rdzeniem przez 16 h w temperaturze 293 K, a następnie po zdjęciu rur z rdzenia przez 3 h w temperaturze 353 K i następnie przez 3 h w temp. 394 K. Rury otrzymane w ten sposób miały średnicę 50 mm, długość 840 mm, grubość ścianki 1,5 mm. Każda ścianka rury składała się z czterech warstw, w których włókna szklane były nawinięte krzyżowo pod kątem $\varphi = \pm 54^{\circ}44'$ lub obwodowo pod kątem $\varphi = 89^{\circ}$. Wielkością, która charakteryzuje wartość konstrukcyjną kompozytu, jest objętościowy udział wzmocnienia V_w . Decyduje on także m.in. o czasie eksploatacji [41]. Dla badanych rur V_w (określone zgodnie z normą ASTM-D-2584) wynosi od 0,50 do 0,56 i mieści się w przedziale typowych, doświadczalnie uznanych za optymalne wartości (0,4-0,6) [25, 27, 41, 70]. Podstawowe własności wytrzymałościowe komponentów rury przedstawiono w tab. 2, a gotowej rury w tab. 3.

T a b e l a 2

Własności żywicy i włókien szklanych zastosowanych do wykonania rur [64]

Własność	Żywica	Włókno szklane
Moduł Younga (E)	3700 MPa	76 000 MPa
Ułamek Poissona (v)	0,365	0,2
Wytrzymałość na rozciąganie	48,5 MPa	3700 MPa

3.2. Program badań

Nieliczne dane z literatury wskazują na to, że o trwałości obciążonego kompozytu w środowisku korozyjnym decyduje przede wszystkim wielkość i sposób obciążenia. Aby jak najpełniej ocenić wpływ sposobu obciążenia na korozyjne pękanie kompozytu, zdecydo-

Własności wytrzymałościowe rur poliestrowo-szkłanych
o kącie nawinięcia włókien $\varphi=54^{\circ}44'$ [64]

Sposób obciążenia	Napężenie obwodowe σ_H (przy roszczeniu)	Napężenie obwodowe σ_H (*)	Napężenie obwodowe σ_H (przy złomie)
	MPa		
Model II ($\sigma_H/\sigma_A = 2$)	101	38	460
Model III ($\sigma_H \neq 0$ i $\sigma_A = 0$)	259	43	285
(*) - początek nieliniowej zależności σ_H w funkcji ϵ_A			

wano się na wykonanie badań przy trzech sposobach obciążenia rur. W ramach danego sposobu zastosowano różne wartości obciążenia wstępnego. Badania wykonano według następującego programu :

- Badania rur zbrojonych obwodowo poddanych ścisłaniu promieniowemu stałą siłą.
- Badania rur zbrojonych krzyżowo poddanych działaniu stałego ciśnienia wewnętrznego przy różnych sposobach zamknięcia ich końców.

W badaniach zastosowano następujące zamknięcia końców rury :

a) MII, szczelne zamknięcie obu końców tak, że $\sigma_H=2\sigma_A$; pod wpływem ciśnienia wewnętrznego przy tym modelu w kompozycie występują wysokie naprężenia prostopadłe do włókien ($\sigma_{\perp}$) i niskie naprężenia na powierzchni rozdziału włókno-żywica ($\tau_{\#}$),

b) MIII, oba końce rury mogą się swobodnie przesuwac po uszczelkach tak, że $\sigma_A=0$ i $\sigma_H \neq 0$; przy tym sposobie zamknięcia pod wpływem ciśnienia wewnętrznego w kompozycie występują wysokie naprężenia na powierzchni rozdziału włókno-żywica ($\tau_{\#}$) i niskie naprężenia prostopadłe do włókien ($\sigma_{\perp}$).

- Badanie "czystej" (bez żywicy) wiązki włókien szklanych poddanej rozciąganiu stałą siłą w środowisku korozyjnym.

- Badanie rur, w których przez 12 miesięcy był przechowywany 1 normalny HCl; celem tych badań było określenie wpływu środowiska na nie obciążony kompozyt.

4. OKREŚLENIE SKŁADOWYCH STANU NAPRĘŻENIA W KOMPOZYCIE

Powszechnie przyjęto pogląd, że zniszczenie kompozytów jest procesem złożonym i nieodwracalnym. Większość autorów prac podkreśla, że mechanizmy tego procesu są dość słabo poznane [3, 11, 29, 45, 49, 54, 59]. Dekohezja większości kompozytów przy obciążeniu quasi-statycznym rozpoczyna się w miejscach, w których występują największe naprężenia rozciągające normalne do włókien ($\sigma_{\perp}$) [11, 29, 45, 54, 59, 70].

W pracy [50] stwierdzono, że jeśli kompozyt poddano rozciąganiu w kierunku poprzecznym do włókien czy ściskaniu wzdłuż włókien, to na powierzchni rozdziału włókno-żywica pojawią się obszary, w których działają naprężenia rozciągające. W rzeczywistych kompozytach zawsze można wyróżnić obszary charakteryzujące się zwiększoną zawartością włókien szklanych. Istnienie tych obszarów zwiększa prawdopodobieństwo pojawienia się lokalnych dużych naprężeń rozciągających prostopadłych do włókien ($\sigma_{\perp}$). Powoduje to powstanie uszkodzeń na powierzchni rozdziału włókno-matryca. Umiejętność wyznaczenia naprężeń w kompozycie odgrywa zatem bardzo ważną rolę. Naprężenia te bowiem decydują o mechanizmie dekohezji kompozytu. Z drugiej strony - jak się wydaje - naprężenia w kompozycie mają też wpływ na początek procesu pęknięcia korozyjnego i na szybkość, z jaką proces ten zachodzi. Do chwili obecnej, niestety, brak jednoznacznej teorii umożliwiającej dokonanie dokładnej oceny naprężeń, które pojawiają się w kompozycie pod wpływem zadane-go obciążenia. Najczęściej wartość składowych stanu naprężenia w kompozycie bywa określana na podstawie dwóch modeli.

Pierwszy model jest związany z fenomenologicznym podejściem do stanu naprężenia. W modelu tym (bardzo często określanym w literaturze jako "teoria sieci") zakłada się, że kompozyt jest ciałem jednorodnym. W praktyce założenie to oznacza, że w teorii tej w ogóle nie uwzględnia się istnienia w kompozycie żywicy, której głównym zadaniem jest spojenie włókien zbrojenia, przeniesienie na nie równomiernie istniejących naprężeń oraz zapewnienie kształtu i sztywności konstrukcji. Składowe stanu naprężenia według tego modelu dla rury obciążonej ciśnieniem wewnętrznym określa się zależnościami [2, 41, 70]:

$$\sigma_{\parallel} = \sigma_H \sin^2 \varphi, \quad (1)$$

$$\sigma_{\perp} = \sigma_H \cos^2 \varphi, \quad (2)$$

$$\tau_{\#} = \sigma_H \cos \varphi \sin \varphi, \quad (3)$$

$$\sigma_H = \frac{pD}{2g}, \quad (4)$$

w których:

σ_H - naprężenie obwodowe,

p - ciśnienie w rurze,

D - średnica rury,

g - grubość ścianki rury,

φ - kąt nawinięcia włókien wzmacniających w stosunku do osi wzdłużnej rury,

$\sigma_{\parallel}$ - naprężenie rozciągające równoległe do włókien,

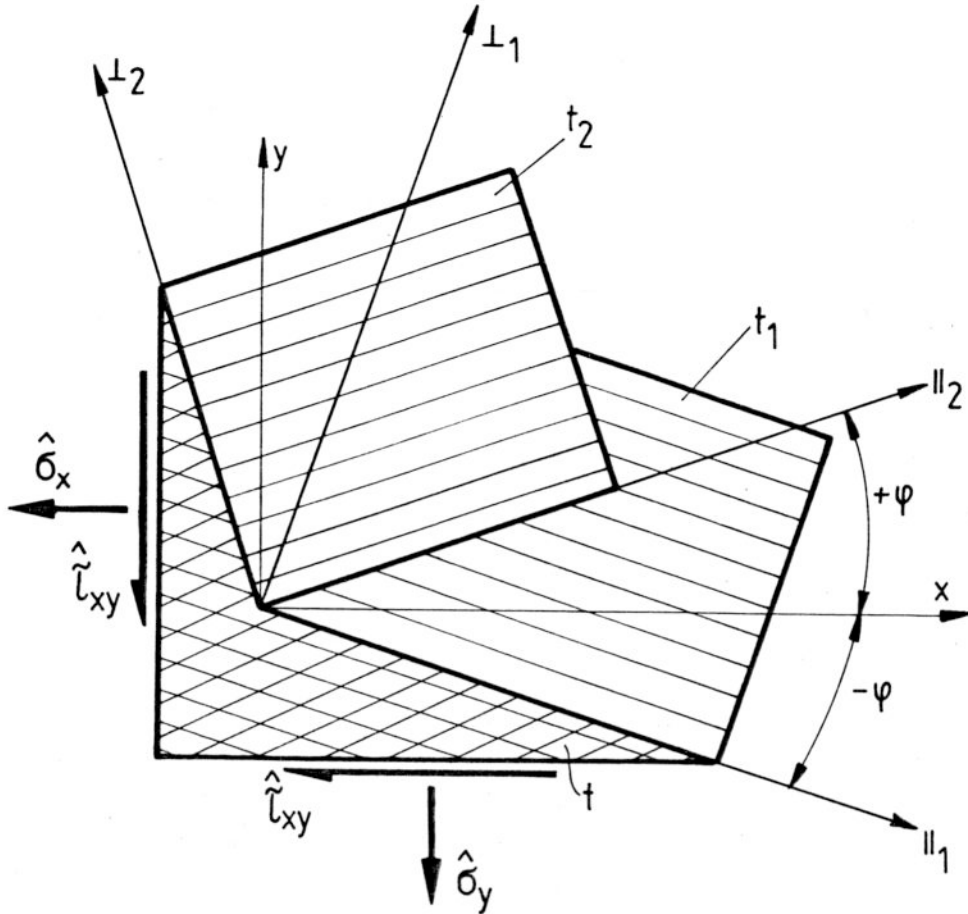
$\sigma_{\perp}$ - naprężenie rozciągające prostopadłe do włókien,

$\tau_{\#}$ - naprężenie ścinające,

oznaczeń $\sigma_{\parallel}$, $\sigma_{\perp}$, $\tau_{\#}$ użyto zgodnie z Puckiem [55].

Określona na podstawie zależności (1)-(4) wartość naprężeń jest tylko zgrubnym przybliżeniem i w pełni nie odzwierciedla rzeczywistej wartości naprężeń, pojawiających się w kompozycie pod wpływem przyłożonego obciążenia. W praktyce do wyznaczenia stanu naprężenia w kompozycie korzysta się coraz częściej z drugiego modelu, zwanego strukturalnym. Jego niewątpliwą zaletą jest uwzględnienie wpływu matrycy (żywicy) na wartość naprężeń pojawiających się w kompozycie pod wpływem przyłożonego obciążenia. Model ten zaproponował Puck [55] i w związku z tym bardzo często bywa określany jako teoria Pucka. Podstawową wadą tej teorii jest nieuwzględnianie oddziaływania między warstwami o różnym kierunku ułożenia włókien. Składowe stanu naprężenia przy płaskim obciążeniu $\hat{\sigma}_x$, $\hat{\sigma}_y$, $\hat{\tau}_{xy}$ dla kompozytu składającego się z dwóch warstw, w których włókna rozdzielono na dwa kierunki $\alpha_1 = \varphi$ i $\alpha_2 = -\varphi$ (rys. 1), są określone zgodnie z teorią Pucka zależnością:

$$\begin{aligned} \sigma_{\parallel 1,2} = \frac{1}{N_G} \left\{ \left[1 - (1 - 2AR) \sin^2 2\varphi \right] (\hat{\sigma}_x + \hat{\sigma}_y) + \right. \\ \left. + \cos 2\varphi (\hat{\sigma}_x - \hat{\sigma}_y) \right\} \mp \frac{1}{N_T} 2Q \sin 2\varphi \hat{\tau}_{xy}, \end{aligned} \quad (5)$$



Rys. 1. Schematyczne przedstawienie zorientowania osi obciążenia i "naturalnych" osi w kompozycie

$$\sigma_{\perp 1,2} = \frac{1}{N_{\sigma}} \left\{ \left[1 - (1 - 2AF) \sin^2 2\varphi \right] (\hat{\sigma}_x + \hat{\sigma}_y) - \right. \\ \left. - \cos 2\varphi (\hat{\sigma}_x - \hat{\sigma}_y) \right\} \pm \frac{1}{N_{\tau}} 2M \sin 2\varphi \hat{\tau}_{xy}, \quad (6)$$

$$\tau_{\# 1,2} = \mp \frac{1}{N_{\sigma}} A \left[I \cos 2\varphi (\hat{\sigma}_x + \hat{\sigma}_y) - B(\hat{\sigma}_x - \hat{\sigma}_y) \right] \sin 2\varphi + \\ + \frac{1}{N_{\tau}} 2AF \cos 2\varphi \hat{\tau}_{xy}, \quad (7)$$

Występujące w tych równaniach podstawienia upraszczające mają wartość:

$$\begin{aligned}
 A &= \frac{G_{\#}}{E_{\parallel}}; \quad B = \frac{E_{\parallel}}{E_{\perp}} + 1 + 2\nu_{\perp\parallel}; \quad D = \frac{1}{2} \left(\frac{E_{\parallel}}{E_{\perp}} + 1 - 2\nu_{\perp\parallel} \right); \\
 F &= 2 \left(\frac{E_{\parallel}}{E_{\perp}} - \nu_{\perp\parallel}^2 \right); \quad I = \frac{E_{\parallel}}{E_{\perp}} - 1; \quad M = 1 - \nu_{\perp\parallel}, \\
 P &= 1 + \nu_{\perp\parallel}; \quad Q = \frac{E_{\parallel}}{E_{\perp}} - \nu_{\perp\parallel}; \quad R = \frac{E_{\parallel}}{E_{\perp}} + \nu_{\perp\parallel}; \\
 N_{\sigma} &= 2 \left[1 - (1 - AB) \sin^2 2\varphi \right], \\
 N_{\tau} &= 2 \left[2AF + (D - AF) \sin^2 2\varphi \right], \\
 E_{\parallel} &= V_f E_f + V_m E_m; \quad \nu_{\perp\parallel} = V_f \nu_f + V_m \nu_m, \\
 \nu_{\parallel\perp} &= \nu_{\perp\parallel} \frac{E_{\perp}}{E_{\parallel}}; \quad V_m = 1 - V_f, \\
 E_{\perp} &= \frac{E_m}{1 - \nu_m^2} \frac{1 + 0,85\nu_f^2}{V_m^{1,25} + V_f \frac{E_m}{E_f(1 - \nu_m^2)}}, \\
 G_{\#} &= \frac{E_m}{2(1 + P_m)} \frac{1 + 0,6 V_f^{0,5}}{V_m^{1,25} + V_f \frac{G_m}{G_f}}, \\
 G_m &= \frac{E_m}{2(1 + \nu_m)}; \quad G_f = \frac{E_f}{2(1 + \nu_f)},
 \end{aligned} \tag{8}$$

gdzie E_f, ν_f, V_f i E_m, ν_m, V_m oznaczają stałe sprężystości, współczynniki Poissona, udział objętościowy włókien i żywicy w kompozycie odpowiednio dla włókien (f) i żywicy (m).

Dla rury z włóknami nawiniętymi symetrycznie w dwóch kierunkach, składającej się z czterech warstw i obciążonej tak, że stosunek naprężenia obwodowego $\hat{\sigma}_y = \sigma_H$ do osiowego $\sigma_A = \hat{\sigma}_x$ (MII) wynosi 2:1 (rura pracuje jako zbiornik ciśnieniowy) zależności (5)-(7) przyjmują postać:

$$\sigma_{\parallel 1,2} = \frac{1}{2N_{\sigma}} \left\{ 3 \left[1 - (1 - 2AR) \sin^2 2\varphi \right] - \cos 2\varphi \right\} \hat{\sigma}_y, \tag{9}$$

$$\sigma_{\perp 1,2} = \frac{1}{2N_{\sigma}} \left\{ 3 \left[1 - (1 - 2AR) \sin^2 2\varphi \right] - \cos 2\varphi \right\} \hat{\sigma}_y, \quad (10)$$

$$\tau_{\# 1,2} = \pm \frac{1}{2N_{\sigma}} A(B + 3I \cos 2\varphi) \sin 2\varphi \hat{\sigma}_y, \quad (11)$$

natomiast dla tej samej rury, lecz obciążonej tak, że $\sigma_H = \hat{\sigma}_y$ i $\sigma_A = \hat{\sigma}_x = 0$ (MIII) równania (5)-(7) przyjmują postać:

$$\sigma_{\parallel 1,2} = \frac{1}{2N_{\sigma}} \left\{ \left[1 - (1 - 2AR) \sin^2 2\varphi \right] + \cos 2\varphi \right\} \hat{\sigma}_y, \quad (12)$$

$$\sigma_{\perp 1,2} = \frac{1}{2N_{\sigma}} \left\{ \left[1 - (1 - 2AP) \sin^2 2\varphi \right] - \cos 2\varphi \right\} \hat{\sigma}_y, \quad (13)$$

$$\tau_{\# 1,2} = \pm \frac{\hat{\sigma}_y}{2N_{\sigma}} A \left[I \cos 2\varphi - B \right] \sin 2\varphi, \quad (14)$$

uwaga: oznaczenie poszczególnych symboli upraszczających objaśniają wzory (8).

Na rysunkach 2 i 3 przedstawiono zależności składowych stanu naprężenia w kompozycie $\sigma_{\parallel}$, $\sigma_{\perp}$, $\tau_{\#}$ w funkcji obciążenia $\hat{\sigma}_y = \sigma_H$ i kąta nawinięcia włókien φ dla różnych modeli obciążenia kompozytu.

W przypadku ściskania promieniowego rury jednoznaczne wyznaczenie wartości składowych stanu naprężenia jest niemożliwe. Do oceny tych wartości wykorzystano możliwości określenia odkształceń w wybranych punktach rury. W najbardziej wyjątkowych punktach B i D (rys. 4) maksymalne odkształcenia wynoszą zatem:

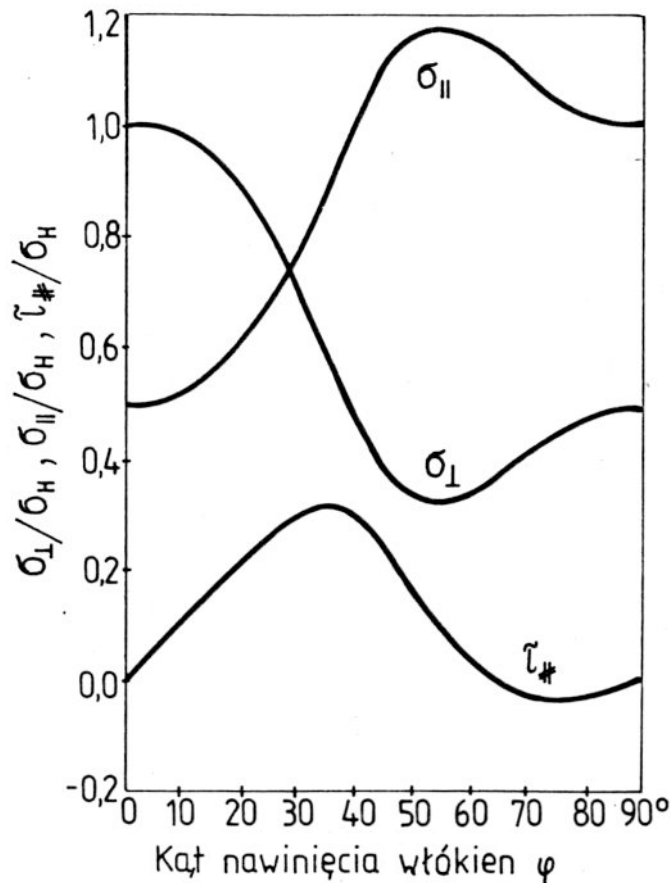
$$\frac{\Delta D}{D} = 0,465 \frac{D}{2g} \epsilon_{\max} \quad (15)$$

lub po przekształceniu

$$\epsilon_{\max} = 4,301 \frac{\Delta D}{D} \frac{2g}{D}, \quad (16)$$

gdzie:

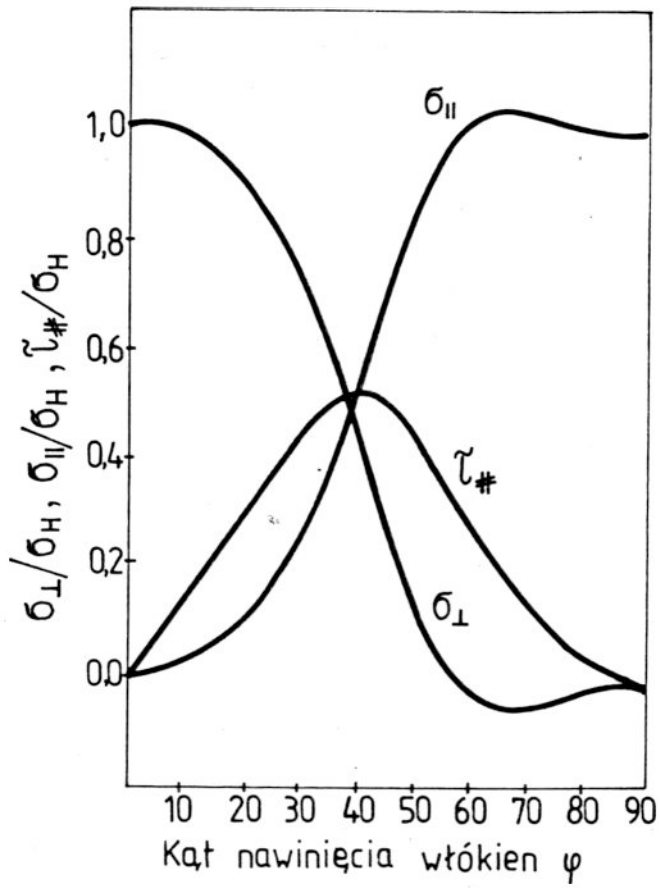
- ΔD - zmiana średnicy rury,
- $\epsilon_{\max}$ - odkształcenia maksymalne,
- g - grubość ścianki rury,
- D - średnica rury.



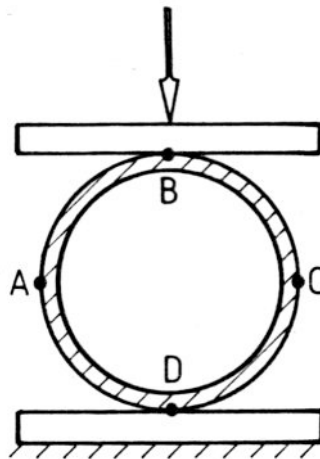
Rys. 2. Składowe stanu naprężenia w kompozycie obciążonym według MII ($V_F=0,53$)

5. OPIS METODY BADAWCZEJ

Z licznej grupy nowoczesnych metod badawczych bardzo często wykorzystywana bywa metoda emisji akustycznej, co wynika przede wszystkim z faktu, że należy ona do grupy metod nieniszczących. Dzięki temu można za jej pomocą badać gotowe elementy konstrukcji (lub nawet całe konstrukcje) bez konieczności ich niszczenia, np. celem wykonania próbek. Z drugiej strony jest ona bezpośrednio związana z zachodzącymi w materiale zjawiskami, które powstają w wyniku jego obciążenia. Jest to więc metoda ułatwiająca na bieżąco bezpośrednio śledzenie zjawisk, zachodzących w materiale w całej jego objętości. Dzięki tym cechom stosuje się ją przy badaniu mechanizmu odkształcania plastycznego metali, badaniu mechanizmu powstawania i rozprzestrzeniania się pęknięć ciągłych i kruchych w stali, wykrywaniu wad i pęknięć w zbiornikach, badaniu



Rys. 3. Składowe stanu naprężenia w kompozycie obciążonym według MIII ($V_f=0,53$)



Rys. 4. Najbardziej wytężone miejsca rury ściskanej promieniowo

procesów pękania materiałów ceramicznych, kruchych i tworzyw sztucznych (m.in. [5, 9, 28, 36, 38, 51-53, 57, 62, 66, 69]).

Metoda emisji akustycznej jest wykorzystywana także do badań procesów pękania zachodzących w kompozytach (jej przydatność potwierdzono m.in. w pracach [17, 18, 21, 23, 46]). Jak wykazano m.in. [10, 17, 18, 21, 22, 42, 46], procesowi pękania kompozytów w środowisku obojętnym towarzyszą zjawiska (np. pęknięcie osnowy, pęknięcie włókien, delaminacja itp.), które powodują wyzwalamie się w materiale różnej energii sprężystej. Dzięki zastosowaniu metody emisji akustycznej można było wyraźnie rozróżnić te zjawiska oraz określić ich początek i koniec. Na podstawie uzyskanych tą drogą informacji można określić mechanizm dekohezji kompozytu w środowisku obojętnym. Można przypuszczać, że zastosowanie metody EA umożliwi śledzenie pękania korozyjnego kompozytów. Zjawiska towarzyszące procesowi korozji powodują wyzwalamie w materiale różnej energii sprężystej, inna jest bowiem energia związana np. z pękaniem osnowy, a inna z pękaniem włókien [17, 18, 21, 23, 63]. Zakładając, że środowisko korozyjne wywołuje zjawiska związane z pękaniem kompozytu, przy obciążeniach znacznie mniejszych niż w środowisku obojętnym, metoda emisji akustycznej powinna umożliwić określenie początku i przebiegu tego procesu. Dzięki więc zastosowaniu tej metody, uzyskane informacje mogą służyć do określenia mechanizmu pękania korozyjnego rur, wykonanych z kompozytu poliestrowo-szklanego obciążonych w środowisku korozyjnym.

Metoda emisji akustycznej jest oparta na zjawisku powstawania i propagacji fal sprężystych o częstotliwościach drgań w zakresie ultradźwiękowym. Fale te powstają w wyniku wyzwalamia energii sprężystej podczas odkształcania i pękania materiałów przy przechodzeniu materiału z wyższego poziomu energetycznego na niższy [9, 20, 28, 36, 37, 51, 63, 69]. Zjawisko emisji akustycznej obserwuje się również w materiałach, w których występują takie procesy wewnętrzne, generujące fale sprężyste, jak np. przemiana martenzytyczna, bliźniakowanie, powstawanie i rozwój mikropęknięć, pęknięcie osnowy i zbrojenia w kompozytach.

Emisję dzieli się w sposób umowny do celów opisowych na dwa typy: ciągłą i nieciągłą (trzaskową) [20, 36, 38, 63, 69].

Emisja ciągła występuje przy niskim poziomie obciążenia, liczba generowanych sygnałów podczas takiej emisji jest bardzo duża, co w połączeniu z małą amplitudą tych sygnałów sprawia, że trudno je od siebie odróżnić.

Emisja nieciągła, związana z dyskretnymi zjawiskami wysoko-energetycznymi towarzyszy często rozwojowi szczelin, pękaniu włókien zbrojenia w kompozytach, powstawaniu bliźniaków itp. [21-23, 37, 42, 47].

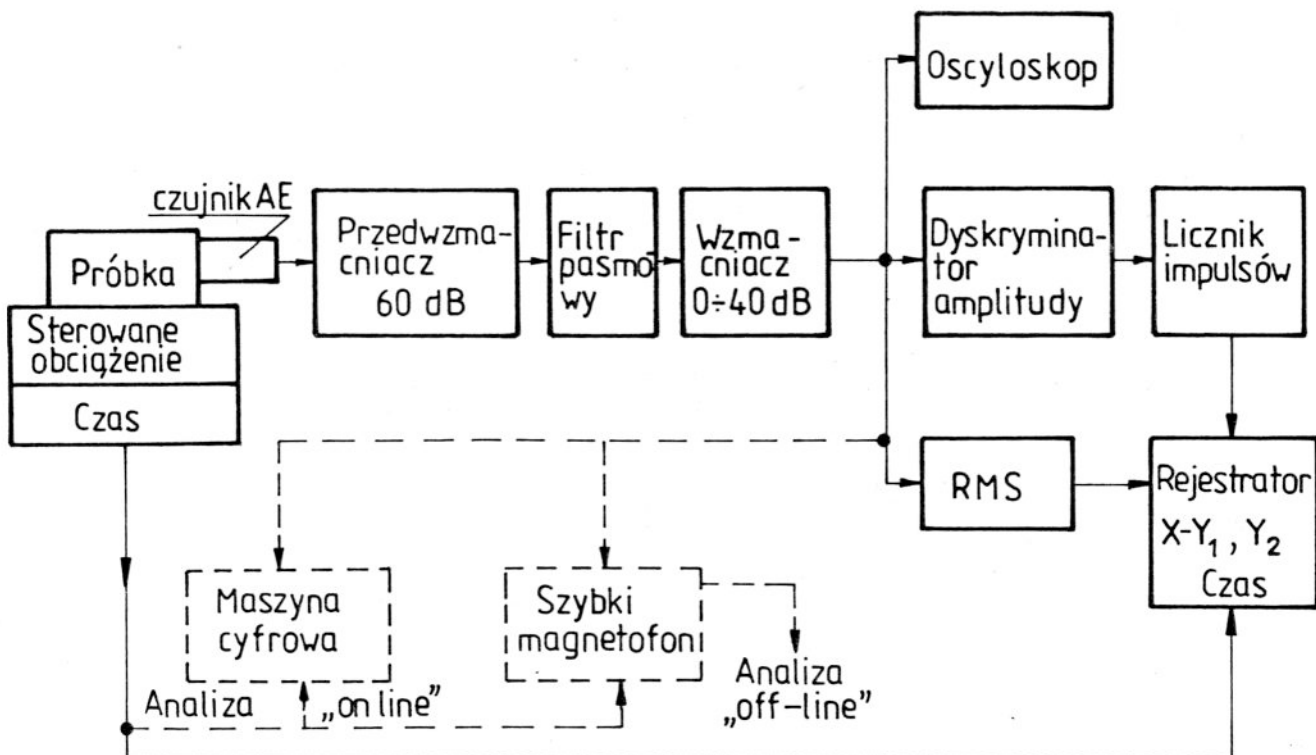
W praktyce, mimo że zakres częstotliwości powstających fal sprężystych dochodzi do 50 MHz, wykorzystywany najczęściej bywa tylko pewien zakres, który jest wycinkiem całego pasma częstotliwości. Zakres ten jest zawarty między 30 KHz a kilkoma MHz (~1,5 MHz). Ograniczenie od dołu jest wprowadzone sztucznie po to, aby wyeliminować większość wibracji zaburzających, ograniczenie górne wynika natomiast z rodzaju układu elektronicznego (zwłaszcza czujnika-detektora), a oprócz tego fale o wysokich częstotliwościach są bardzo silnie tłumione przez materiał, co utrudnia ich rejestrację.

Do detekcji sygnałów emisji akustycznej wykorzystuje się najczęściej czujniki piezokwarcowe. Czujniki te zamieniają drgania powierzchni próbki na analogowy sygnał elektryczny. Szumy zaburzające eliminuje się przez zastosowanie odpowiedniego pasma przenoszenia, którego dolna granica musi być większa od górnych wartości częstotliwości pochodzących od zaburzeń. Zarówno sygnały akustyczne dochodzące do czujnika, jak również sygnał elektryczny uzyskany na wyjściu z czujnika, są bardzo słabe i jest potrzebne dość duże wzmocnienie. Najczęściej stosuje się wzmocnienie dwustopniowe. Pierwsze wzmocnienie wykonane przez tzw. przedwzmacniacz o wzmocnieniu 60 dB (tj. 1000 razy) umożliwia przekazywanie sygnałów na dalsze odległości do aparatury rejestrującej. Następnie sygnał po przejściu przez układ filtrów jest znów wzmacniany w sposób płynny od 0 do 40 dB. Uzyskuje się w ten sposób całkowite wzmocnienie max 100 dB, czyli 10^5 razy. Wzmocniony sygnał może być obserwowany na oscyloskopie oraz rejestrowany. Obserwacja sygnału na oscyloskopie umożliwia dokonanie oceny lub wybór właściwego poziomu wzmocnienia sygnału.

Emisję akustyczną najczęściej charakteryzuje się przez pomiar wartości skutecznej sygnału elektrycznego (rms - root mean square) oraz liczby impulsów po dyskryminacji amplitudowej (counter). RMS jest zapisem scałkowanego w określonej jednostce czasu sygnału elektrycznego [28, 38, 69]. Wartość rms jest bezpośrednio związana z energią sygnału elektrycznego (jest sumą energii). Stanowi ona jakościowy miernik emisji akustycznej nie zdeterminowany operacją dyskretyzacji i praktycznie niezależny od szumów

aparatury elektronicznej. Krzywa rms jest więc tylko uzewnętrzeniem aktywności akustycznej badanego materiału. Cechą charakterystyczną rms jest również to, że w porównaniu z innymi parametrami emisji akustycznej, przy tym samym wzmacnieniu całkowitym, jest ona parametrem bardziej czułym i lepiej obrazuje zmiany zachodzące w aktywności akustycznej badanego materiału. Wadą rms jest natomiast to, że jego zapis jest jedynie informacją jakościową i nie może być wykorzystywany do badań ilościowych AE.

Podstawowym przetworzeniem impulsu emisji akustycznej, umożliwiającym łatwy liczbowy zapis wyniku, jest zliczanie wszystkich amplitud, które przekraczają zadany próg dyskryminacji. Zliczanie to odbywa się od początku pomiaru. Parametr ten najczęściej bywa wykorzystywany do badań ilościowych emisji akustycznej. Na rysunku 5 przedstawiono schemat blokowy aparatury używanej do pomiaru emisji akustycznej.



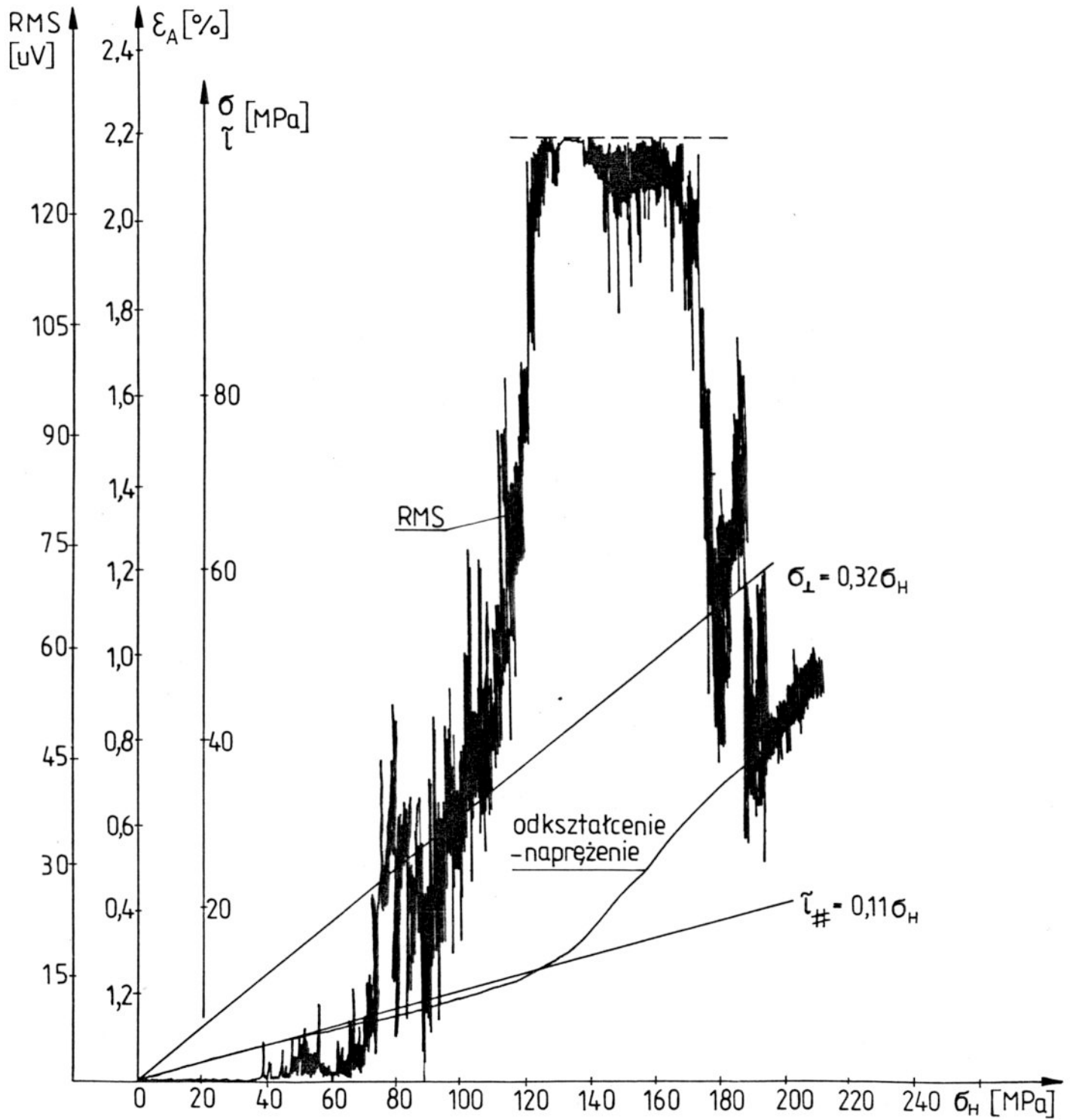
Rys. 5. Schemat blokowy układu detekcji i rejestracji emisji akustycznej

6. DEKOHEZJA KOMPOZYTU W ŚRODOWISKU OBOJĘTNYM

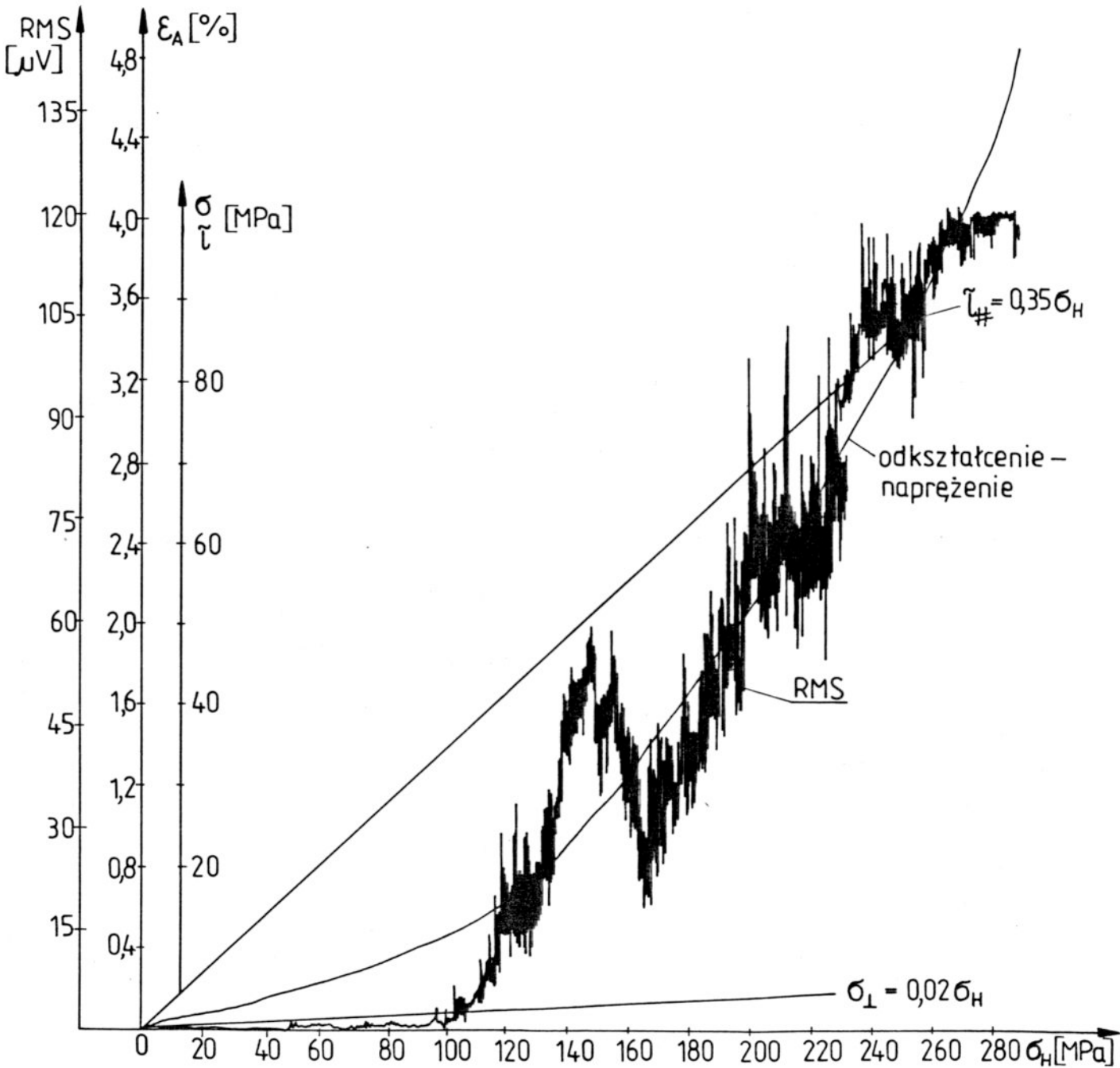
Większość dotychczasowych badań procesu pęknięcia kompozytu dotyczyła przypadku, kiedy kierunek obciążenia pokrywał się z kierunkiem zbrojenia - był do niego prostopadły lub przebiegał pod kątem 45° do równolegle ułożonych włókien. Na podstawie otrzymanych, najczęściej w próbie rozciągania, wyników formułowano kryteria wytrzymałości kompozytu. Do kryteriów tych można zaliczyć np. początek nieliniowej zależności naprężenia od odkształcenia. Przyjęcie zatem tak sformułowanych kryteriów umożliwiało wprowadzenie określenia makroskopowego procesu pęknięcia w kompozycie, ale nie precyzowało jego przebiegu. Tym samym określenie początku wystąpienia w procesie destrukcji kompozytu takich zjawisk, jak inicjacja i rozwój pęknięć było niemożliwe. Mówiąc inaczej, przyjęte kryteria uniemożliwiały powiązanie stanu naprężenia z rodzajem zjawisk występujących w procesie pęknięcia kompozytu takich, jak pęknięcie żywicy, pęknięcie na powierzchni międzyfazowej włókno-żywica, pęknięcie włókien, delaminację.

W procesie korozji naprężeniowej kompozytu zasadniczą rolę odgrywa wymiana jonowa między szkłem a środowiskiem. Aby mogła zajść omawiana reakcja chemiczna muszą powstać w kompozycie pęknięcia umożliwiające dotarcie kwasu do włókien. W celu określenia wpływu środowiska na proces pęknięcia korozyjnego kompozytu należało więc wykonać badania odmienne od dotychczasowych. Odmienność ta polega na konieczności zastosowania w badaniach korozji kompozytu próbek, dzięki którym możliwym było ścisłe powiązanie stanu naprężenia w kompozycie ze zjawiskami zachodzącymi podczas pęknięcia. W użytych próbkach kierunek obciążenia nie pokrywał się z kierunkiem zbrojenia kompozytu. Pozwoliło to na "wywołanie" w kompozycie różnych kombinacji naprężeń $\sigma_{\perp}$ i $\tau_{\#}$ i na określenie wpływu tych naprężeń na proces pęknięcia kompozytu.

Podobne badania [17] w środowisku obojętnym przeprowadzono na rurach zbrojonych krzyżowo pod kątem $\varphi = \pm 54^{\circ}44'$, obciążonych ciśnieniem wewnętrznym zgodnie z MII lub MIII. Wyniki tych badań przedstawiono na rys. 6 i 7 [17]. W cytowanych badaniach autorzy wykorzystali metodę AE, dzięki której można precyzyjnie określić zjawiska zachodzące w kompozycie w zależności od wartości obciążenia. Tym samym powiązано chwilę ich wystąpienia z wartością



Rys. 6. Emisja akustyczna w rurach 54°44' obciążonych wg MII [17]



Rys. 7. Emisja akustyczna w rurach 54°44' obciążonych wg MIII [17]

naprężeń $\sigma_{\perp}$ i $\tau_{\#}$. Pierwsze wyraźne sygnały emisji akustycznej w rurze obciążonej wg MII rozpoczynają się przy ciśnieniu $p=2,4$ MPa ($\sigma_H=40$ MPa). Ciśnienie to powoduje powstanie na powierzchni rozdziału naprężeń o wartościach: (zależności (9)-(11))

$$\sigma_{\parallel} = 48 \text{ MPa}, \quad \sigma_{\perp} = 12,8 \text{ MPa}, \quad \tau_{\#} = 4,4 \text{ MPa}.$$

Uzyskane wartości wskazują na to, że naprężenia styczne ($\tau_{\#}$) są zbyt małe, aby wywołać rozdzielenie włókien od żywicy. Adhezja żywicy do włókna zależy silnie od rodzaju preparacji i wynosi zwykle od 10 do 20 MPa [5, 6, 33, 44]. Uzyskana wartość naprężeń rozciągających prostopadłych do włókien ($\sigma_{\perp}$) jest zgodna z wartością $\sigma_{\perp}=10$ MPa odpowiadającą wartości naprężeń niszczących, uzyskanych w wyniku rozciągania rury zbrojonej obwodowo pod kątem $\varphi=89^\circ$ [17]. Pojawiająca się zatem emisja akustyczna przy naprężeniu $\sigma_H=40$ MPa sygnalizuje początek powstania w kompozycie kohezyjnych pęknięć żywicy [17, 18, 37, 42, 45].

Zupełnie inny charakter ma emisja akustyczna w odniesieniu do rur, lecz obciążanych według MIII. Dla tego modelu obciążenia początek pojawienia się sygnałów emisji odpowiada naprężeniom $\sigma_H=50$ MPa i pokrywa się z początkiem nieliniowości na wykresie σ_H w funkcji ϵ_A . Wyraźna emisja akustyczna występuje jednak, gdy $\sigma_H=100$ MPa, co zgodnie z zależnościami (12)-(14) wywołuje na powierzchni rozdziału włókno-żywica naprężenia o wartościach:

$$\text{gdy } \sigma_H=50 \text{ MPa to } \sigma_{\parallel}=50 \text{ MPa}, \quad \sigma_{\perp}=1 \text{ MPa}, \quad \tau_{\#}=17,5 \text{ MPa},$$

$$\text{gdy } \sigma_H=100 \text{ MPa to } \sigma_{\parallel}=100 \text{ MPa}, \quad \sigma_{\perp}=2 \text{ MPa}, \quad \tau_{\#}=35 \text{ MPa},$$

Naprężenia rozciągające prostopadłe do włókien $\sigma_{\perp}$ są zbyt małe (około dziesięciokrotnie mniejsze niż dla MII) i praktycznie nie biorą one udziału w procesie dekohezji kompozytu. Wyraźna emisja akustyczna rozpoczynająca się, gdy $\tau_{\#}=35$ MPa, świadczy o tym, że w materiale kompozytu rozpoczyna się proces powstawania adhezyjnych pęknięć na powierzchni rozdziału włókno-żywica [17, 18, 22].

Znaczny spadek emisji akustycznej, gdy $\sigma_H=60$ MPa (MII) i $\sigma_H=150$ MPa (MIII), oznacza zakończenie procesu powstawania pęknięć w materiale rury. Dalsze zwiększanie aktywności akustycznej rury dla MII jest powodowane powstawaniem pęknięć przez warstwy kompozytu aż do chwili wystąpienia roszczenia na powierzchni rury. W kompozycie, którego głównym zadaniem jest zachowanie szczelności, przeciek przez ściankę rury uznano za warunek krytyczny (kryterium zniszczenia). Wzrost emisji akustycznej w odniesieniu do

MIII jest spowodowany natomiast powstaniem pęknięć międzywarstwowych aż do chwili delaminacji kompozytu [17].

Na podstawie omawianych badań można zatem stwierdzić, że na pękanie kompozytu wpływa nie tylko wartość obciążenia, ale przede wszystkim wartość i wzajemna relacja naprężeń rozciągających prostopadłych do włókien ($\sigma_{\perp}$) i naprężeń stycznych ($\tau_{\#}$) na powierzchni rozdziału włókno-żywica. Jeśli w kompozycie dominują duże naprężenia prostopadłe do włókien ($\sigma_{\perp}$), to w materiale powstają kohezyjne pęknięcia żywicy, jeśli natomiast zasadniczą rolę odgrywają naprężenia styczne ($\tau_{\#}$), to powstają adhezyjne pęknięcia na powierzchni rozdziału włókno-żywica. Rodzaj powstających pęknięć, jak się wydaje, powinien odgrywać w procesie korozji kompozytu zasadniczą rolę. Uznano zatem za konieczne podjęcie odmiennych od dotychczas stosowanych badań kompozytów, bowiem w badaniach korozji kompozytu należało m.in. ocenić wpływ poszczególnych składowych stanu naprężenia na jej przebieg. Problem ten rozwiązano stosując do badań próbki wykonane z rury i obciążone ciśnieniem wewnętrznym przy różnych sposobach zamknięcia jej końców, zgodnie z MII i MIII. Dzięki tak przygotowanym próbkom wywołano w kompozycie (pod wpływem jego obciążenia) stan naprężenia, którego składowe są określone następująco:

$$\text{gdy MII} \quad \sigma_{\perp} = 3\tau_{\#} = 0,32\sigma_H,$$

$$\text{gdy MIII} \quad \tau_{\#} = 17\sigma_{\perp} = 0,35\sigma_H,$$

a tym samym umożliwiono ocenę wpływu kombinacji naprężeń $\sigma_{\perp}$ i $\tau_{\#}$ na przebieg procesu korozji naprężeniowej.

W próbkach zastosowanych do badań promieniowego ściskania natomiast stan naprężenia pojawiający się po obciążeniu próbek jest symetryczny, tzn. punkty B i D (rys. 4) są miejscami, w których materiał jest jednakowo i najbardziej wyciągnięty. Oznacza to, że w środowisku obojętnym przełom próbek może wystąpić z jednakowym prawdopodobieństwem albo w punkcie B, albo w punkcie D. Proces pękania tak obciążonego kompozytu rozpoczyna się od powstania i rozwoju długich pęknięć przebiegających wzdłuż kierunku zbrojenia. Wprowadzenie zatem środowiska korozyjnego w taki sposób, aby oddziaływało ono na kompozyt tylko w strefie D próbki, powinno znacznie zwiększyć prawdopodobieństwo wystąpienia przełomu korozyjnego w tym obszarze. Powinno umożliwić to wyraźne zmniejszenie liczby rejestrowanych sygnałów emisji akustycznej i ściślejsze ich powiązanie z pękaniem korozyjnym kompozytu. W rezultacie umożliwi to precyzyjne określenie początku korozji naprężeniowej kompozytu.

Na podstawie wyników omówionych badań [17] dokonano doboru poziomu obciążeń próbek w środowisku korozyjnym w taki sposób, żeby początkowe ich obciążenie wywoływało w materiale rury przede wszystkim proces powstawania i rozwoju pęknięć kohezyjnych żywicy (MII) lub pęknięć adhezyjnych na powierzchni rozdziału włókno-matryca (MIII). Oznacza to, że dla MII dobrano obciążenia tak, aby nie przekraczały one obciążenia $\sigma_H=110$ MPa, natomiast dla MIII $\sigma_H=180$ MPa.

7. METODYKA BADAŃ

Do realizacji przyjętego programu badań rur poliestrowo-szkłanych w środowisku korozyjnym zastosowano różne obciążenia. Należało zatem wykonać kilka stanowisk umożliwiających obciążenie próbek zgodnie z przyjętymi modelami. Urządzenia te zostały zaprojektowane przez autora albo specjalnie na potrzeby badań przez niego zaadaptowane.

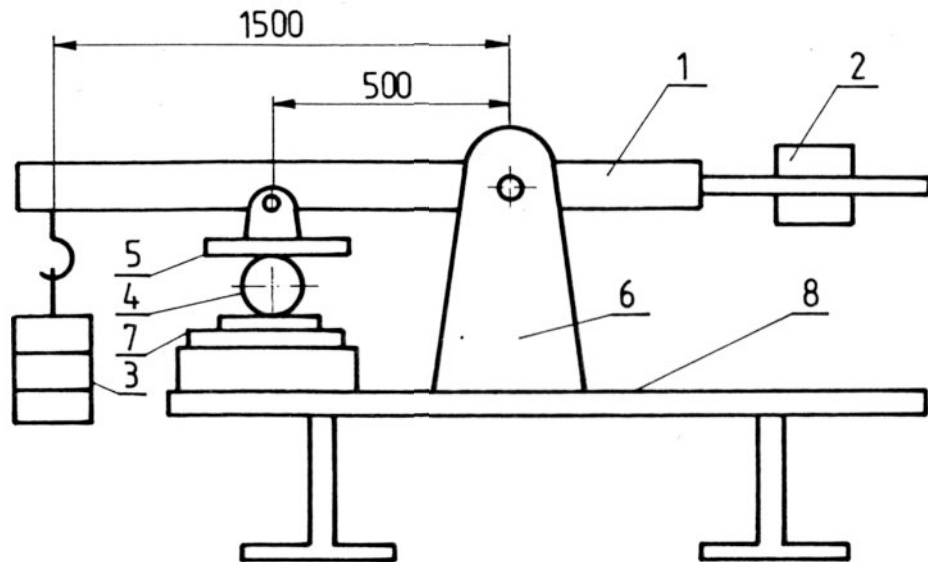
7.1. Stanowiska badawcze

7.1.1. Stanowisko do ściskania promieniowego rur

Stanowisko do badania rur poddanych ściskaniu promieniowemu stałą siłą wykonano w Instytucie Materiałoznawstwa i Mechaniki Technicznej Politechniki Wrocławskiej. Jego schemat przedstawiono na rys. 8. Dzięki zastosowaniu mechanizmu dźwigniowego można za pomocą niewielkiej siły wywołać w próbce dość duże obciążenie i zapewnić jego stałość przez cały okres próby. Aby wyeliminować ewentualne zaburzenia podczas pomiarów emisji akustycznej, wszelkie powierzchnie trące lub powierzchnie styku próbki z płytami obciążającymi wyłożono teflonem.

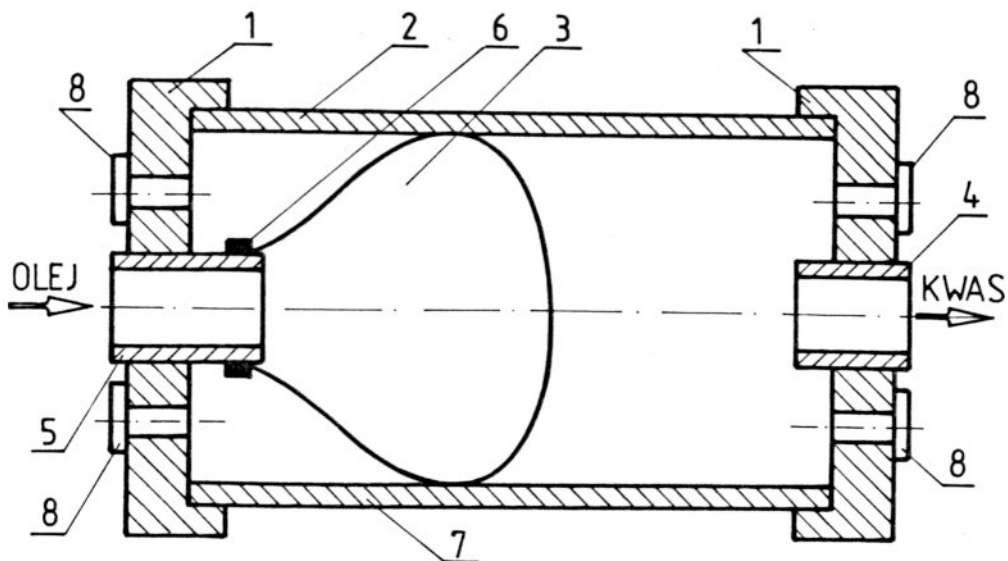
7.1.2. Stanowisko do badania rur według modelu II

Próbki, które miały być obciążone zgodnie z MII, umieszczono na stanowisku badawczym zaadaptowanym przez autora do badań korozyjności kompozytów. Stanowisko to umożliwia obciążenie rur w zakresie ciśnień od 0 do 40 MPa z różną prędkością obciążania od 0 do 0,5 MPa/min. W celu wyeliminowania ewentualnych zaburzeń syg-



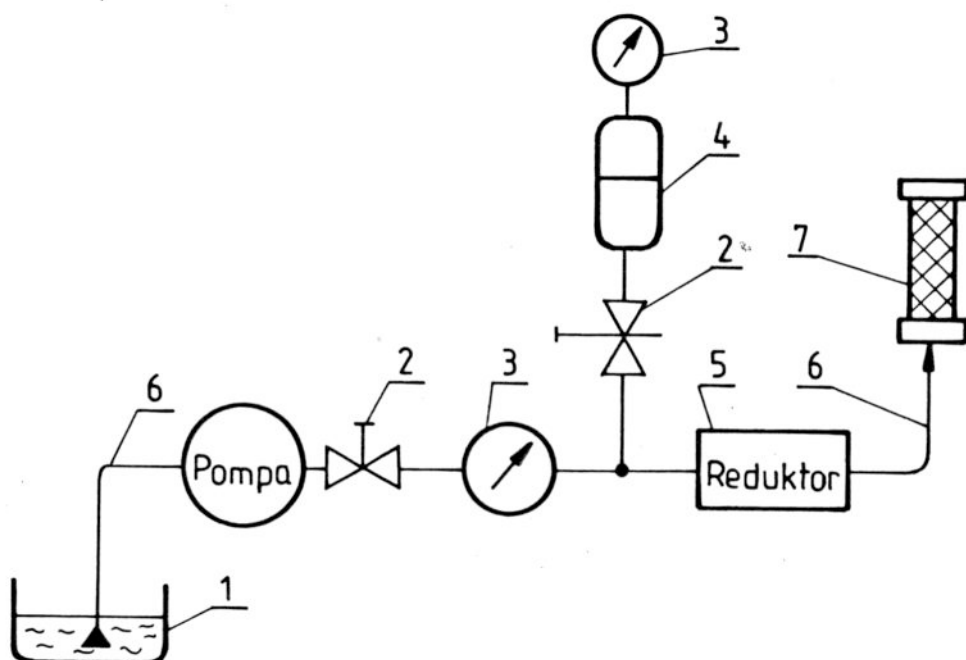
Rys. 8. Schemat stanowiska badawczego do promieniowego ściskania rur: 1 - belka wspornikowa; 2 - przeciwwaga; 3 - obciążenie; 4 - próbka; 5 - płyta ściskająca; 6 - wspornik belki; 7 - podkładki, 8 - podstawa

nałów emisji akustycznej, spowodowanych np. pracą pompy, w układ hydrauliczny wbudowano akumulator o wstępnym ciśnieniu wewnętrznym 5 MPa. Po zamknięciu zaworu odcinającego dopływ oleju z pompy (w chwili uzyskaniażądanego ciśnienia w układzie) i jej wyłączeniu akumulator ten zapewnia zachowanie stałego ciśnienia oraz uzu-



Rys. 9. Widok reduktora kwasowo-olejowego: 1 - pokrywy; 2 - odcinek rury; 3 - worek gumowy, 4 - króciec wyjściowy; 5 - króciec wejściowy; 6 - opaska ściskająca, 7 - warstwa kleju butapren; 8 - odpowietrzniki

pełnia niewielkie wycieki oleju z układu. Roboczą cieczą układu jest olej. Ponieważ w próbie należało sprężać 1 n HCl, problem ten rozwiązano przez wbudowanie w układ hydrauliczny "reduktora olejowo-kwasowego" (rys. 9). Zasada jego działania jest oparta na tym, że wpływający do worka gumowego olej, powodując jego rozszerzanie, wypycha kwas z pozostałej objętości. Pełny schemat blokowy urządzenia przedstawiono na rys. 10.



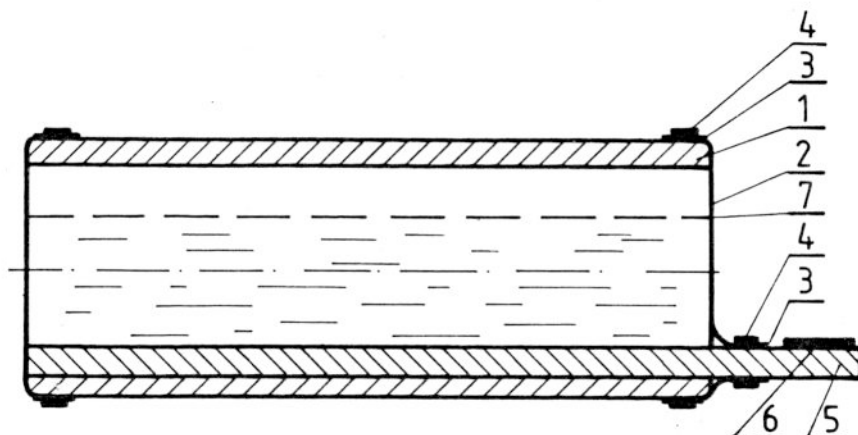
Rys. 10. Schemat blokowy stanowiska do badania rur zgodnie z modelem II obciążenia: 1 - zbiornik oleju; 2 - zawór odcinający; 3 - manometr; 4 - akumulator hydrauliczny; 5 - reduktor kwasowo-olejowy (rys. 9); 6 - przewody gumowe, 7 - próbka

7.2. Próbk

7.2.1. Próbk

Z rur zbrojonych pod kątem $\varphi = 89^\circ$ przygotowano próbki, które miały kształt walca o średnicy $D=50$ mm, odpowiadającej średnicy rur. Grubość ścianki próbek wynosiła 1,5 mm, a długość $L=100$ mm. Ze względu na zmieniającą się podczas badań geometrię próbek (owalizacja) i w celu zapewnienia stałego sprzężenia akustycznego z czujnikiem emisji akustycznej, wewnątrz odcinka rury umieszczono falowód wykonany z utwardzonej żywicy epoksydowej epidian 5 w kształcie pręta pryzmatycznego. Powierzchnie czołowe każdego odcinka rury zamknięto membranami, które wykonano z folii

z polichlorku winylu. Zawsze przed umieszczeniem tak wykonanej próbki na stanowisku badawczym wypełniano ją do $3/4$ wysokości 1 n HCl lub wodą. Na rysunku 11 przedstawiono przygotowaną do badań próbkę. W ten sposób przebadano próbki stosując na stanowisku



Rys. 11. Próbką do badań promieniowego ściskania: 1 - odcinek rury (kąt nawinięcia $\varphi = +89^{\circ}$); 2 - folia z PCV; 3 - warstwa kleju butapren; 4 - opaska gumowa; 5 - belka z utwardzonej żywicy epoksydowej; 6 - miejsce zamocowania czujnika AE; 7 - poziom cieczy

badawczym (p. 7.1.1) następujące ciężarki obciążające: 57; 47,5; 44,2; 41; 33,4; 30,8 kg, które wywoływały na próbkach ugięcie wstępne ($\Delta D/D$) wynoszące odpowiednio: 0,15; 0,13; 0,12; 0,11; 0,09; 0,085.

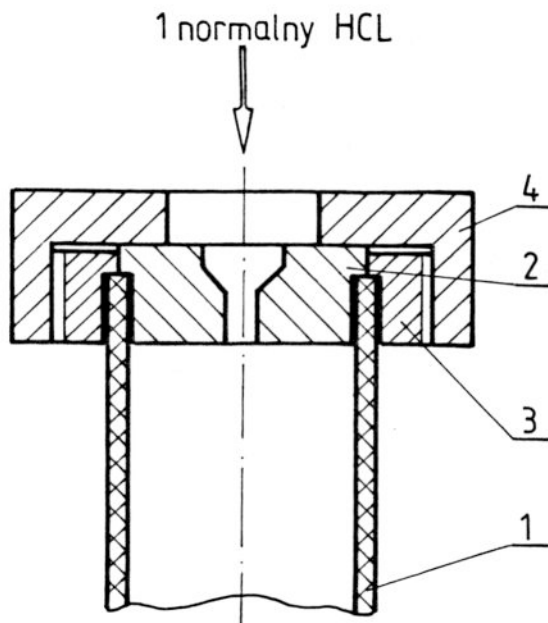
7.2.2. Próbkę do badań według modelu II

Z rur zbrojonych krzyżowo pod kątem $\varphi = \pm 54^{\circ}44'$ wycinano odcinki długości 250 i średnicy $D=50$ mm. Końce tych odcinków zamykano specjalnymi uchwyty. Takie zamknięcie końców rury zapewniało spełnienie założonego warunku obciążenia, warunku $\sigma_H/\sigma_A=2$. Próbkę przygotowaną do badań (wraz z uchwytem zamykającym) przedstawiono na rys. 12.

W przygotowanych próbkach sprężano 1 n HCl, stosując następujące wartości ciśnień; 6,5 ; 6,0; 5,6 ; 4,8; 4,2; 3,6; 2,4 MPa, które wywoływało w próbkach naprężenie σ_H o wartościach odpowiednio: 109, 100, 94, 80, 70, 60, 40 MPa.

7.2.3. Próbkę do badań według modelu III

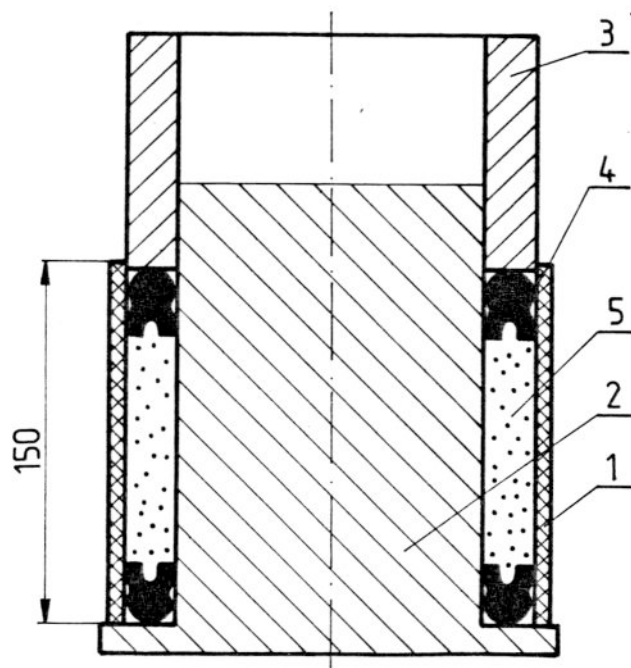
Próbki do badań według MIII były odcinkami rury o kącie zbrojenia $\varphi = \pm 54^{\circ}44'$, średnicy $D=50$ mm i długości $L=150$ mm. Od



Rys. 12. Próbkę do badań według MII; 1 - odcinek rury; 2 - trzpień stalowy; 3 - tuleja stalowa; 4 - nakrętka; 5, 6 - warstwy kleju distal (klej epoksydowy)

cinki te zawsze przed pomiarem umieszczano w specjalnym uchwycie. Zastosowanie tego uchwytu zapewniało spełnienie warunku obciążenia rury zgodnie z MIII, tzn. $\sigma_H \neq 0$ i $\sigma_A = 0$.

Przygotowaną do badań próbkę umieszczoną w uchwycie przedstawiono na rys. 13.



Rys. 13. Próbkę do badań według MIII; 1 - odcinek rury ($\Phi = +54^{+4}_{-4}$), 2 - sworzeń ze stali kwasoodpornej, 3 - tuleja, 4 - uszczelka gumowa typu "UG" prod. INCO-Wrocław, 5 - sprężana ciecz

Przygotowane próbki umieszczano na stanowisku badawczym (p. 7.1.1), na którego ramieniu zawieszano ciężarki: 375, 342, 324, 300, 273, 265, 251 kg, wywołując tym samym w próbce ciśnienie cieczy (p) odpowiednio: 10,5; 9,6; 9,0; 8,4; 7,8; 7,4; 7,0 MPa, odpowiadające naprężeniom σ_H : 175, 160, 150, 140, 130, 124, 116 MPa.

7.2.4. Próbki do badań rozciągania wiązki włókien szklanych

Badania przeprowadzono na próbkach, wykonanych z jednego pasma rovingu ER 2003 produkcji Krośnieńskich Zakładów Włókien Szklanych. Parametry użytego w badaniach rovingu przedstawiono w tab. 4.

T a b e l a 4

Parametry wiązki rovingu ER 2003^{*}

Własność	Wartość (cecha)
typ szkła	E-bezalkaliczne
liczba włókien elementarnych w pasmie	408
średnica elementarna włókna	~12 μm
preparacja	silanowo-rolanowa
zwartość preparacji	0,8-0,2
zawartość wilgoci	max 0,15%
[*] dane podano za producentem	

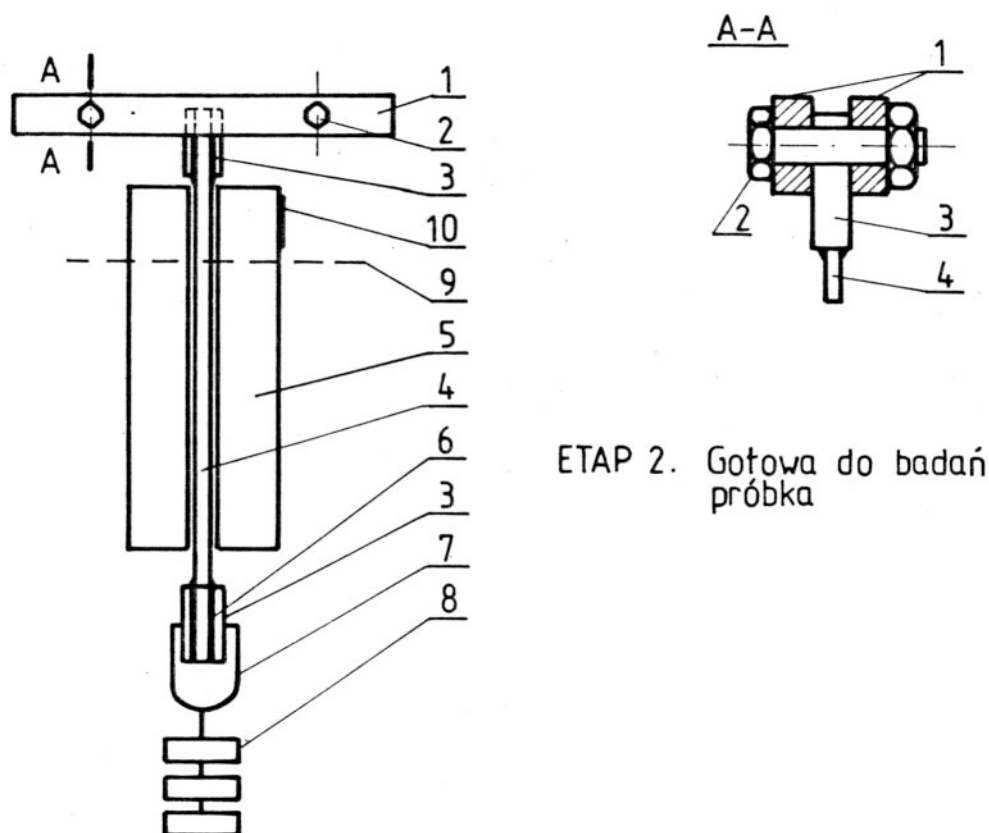
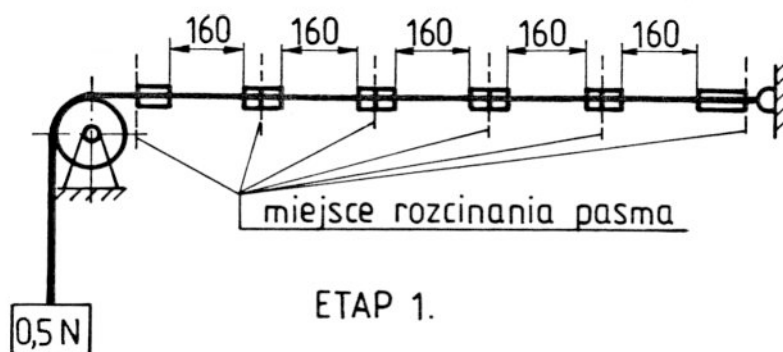
Próbki wykonano w kilku etapach.

1. (rys. 14A). Na pasmo rovingu nasuwano tulejki długości 20 mm, wykonane z rurki ze stali kwasoodpornej. Po wstępnym napięciu pasm siłą 0,5 N tulejki te przyklejano klejem distal do włókien.

2. Po całkowitym utwardzeniu kleju, tj. po 24 godz. zdejmowano obciążenie i rozcinano pasmo na odcinki tak, że każdy odcinek z obu stron był zakończony tuleją i miał 200 mm długości. Do jednej z tulejek za pomocą cienkiego drutu dental ($\varnothing=0,2$ mm, stal kwasoodporna) mocowano ciężarki ołowiane o wadze odpowiadającej żądanej wielkości siły obciążającej. Waga tych ciężarków była zwiększana o wartość siły wyporu, która występowała w momencie

zanurzenia próbki w cieczy. Siłę wyporu wyznaczano doświadczalnie.

3. Pasma rovingu wkładano do wnętrza falowodu w kształcie walca z otworem w środku, wykonanego z utwardzonej żywicy epidian 5. Po zamocowaniu "wolnej" tulejki w uchwycie uzyskiwano gotową do badań próbkę (rys. 14B). Po przyłożeniu do falowodu czuj-



Rys. 14. Poszczególne etapy wykonywania próbek do badania rozciągania wiązki rovingu: 1 - belki mocujące (szt. 2), 2 - śruby zaciśkowe, 3 - tulejka, 4 - pasmo rovingu, 5 - falowód z utwardzonej żywicy epidian 5, 6 - warstwa kleju distal, 7 - uchwyt z drutu dental, 8 - ciężarki ołowiane, 9 - poziom zanurzenia w cieczy, 10 - miejsce mocowania czujnika AE

nika emisji akustycznej próbkę umieszczano w naczyniu szklanym z cieczą w ten sposób, że próbka w $3/4$, tzn. do miejsca zamocowania czujnika emisji akustycznej, była zanurzona w kwasie. Sprężenie akustyczne włókien szklanych z falowodem zapewniał 1 normalny kwas solny.

W badaniach stosowano następujące ciężarki: 8; 7,1; 5,7; 5,3; 5,0 N, które wywoływały w próbkach naprężenie rozciągające włókien σ_w wynoszące odpowiednio 170, 150, 120, 111, 105 MPa.

7.3. Aparatura

Do badań emisji akustycznej użyto aparatury firmy Acoustic Emission Technology Corporation (USA), której schemat blokowy przedstawiono na rys. 5 (rozdz. 5). Jest to zestaw składający się z:

- (i) - czujnika piezokwarcowego typu AC175L o częstotliwości rezonansowej $175 \text{ kHz} \pm 5 \text{ Hz}$,
- (ii) - przedwzmacniacza o wzmacnieniu 60 dB (1000 razy). W obwodzie przedwzmacniacza jest zainstalowany filtr pasmowy o pasmie przenoszenia 125-250 kHz,
- (iii) - procesora Model 201

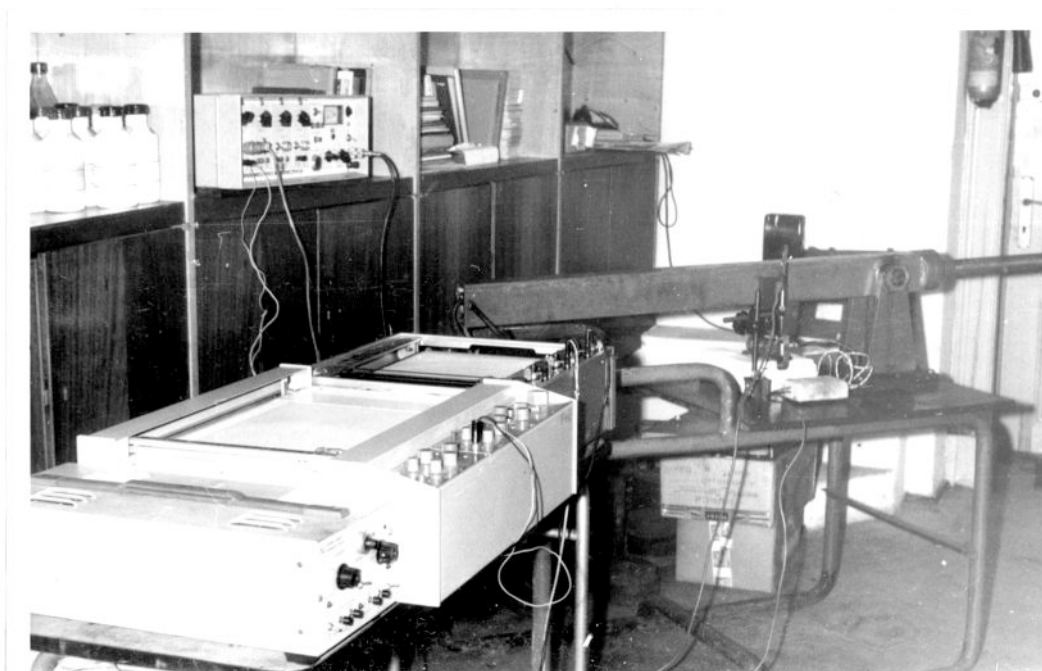
W skład procesora wchodzi:

- wzmacniacz o regulowanym płynnie wzmacnieniu od 0 do 40 dB,
- układ do rejestracji rms,
- układ do rejestracji liczby impulsów (counter) z możliwością ustawiania pojemności licznika na zakresy: 10^3 , 10^4 , 10^5 impulsów.

Uzyskane na wyjściu parametry emisji akustycznej, tzn. rms i counter, były rejestrowane w funkcji czasu na dwukanałowym rejestratorze X, Y₁, Y₂ typu D-72BP firmy Rikken Denshi Ltd. Podczas badań oprócz pomiaru emisji akustycznej dokonywano pomiaru odkształcenia osiowego ϵ_A dla próbek obciążonych ciśnieniem wewnętrznym oraz zmiany średnicy próbki $\Delta D/D$ (owalizacja) dla próbek ściskanych promieniowo. Pomiaru odkształceń osiowych ϵ_A dokonano za pomocą ekstensometru produkcji własnej o bazie pomiarowej 40,5 mm. Ekstensometr ten był połączony z mostkiem tensometrycznym TDA-6 produkcji Mikrotechnika. Sygnał z mostka tensometrycznego rejestrowano w funkcji czasu na jednopisakowym rejestratorze XY Endim 620,02.

Do pomiaru owalizacji próbek użyto czujnika przemieszczeń liniowych typu OT-08 o zakresie pomiarowym ± 20 mm. Czujnik był połączony z miernikiem wielkości mechanicznych typu N-101 produkcji Techpan. Sygnał z miernika rejestrowano w funkcji czasu na jednokanałowym rejestratorze XY Endim 620,02. Kompletne stanowiska badawcze przedstawiono::

(i) - na rys. 15 - promieniowe ściskanie



Rys. 15. Widok stanowiska badawczego wraz z próbką do badania promieniowego ściskania rur

(ii) - na rys. 16 - MII.

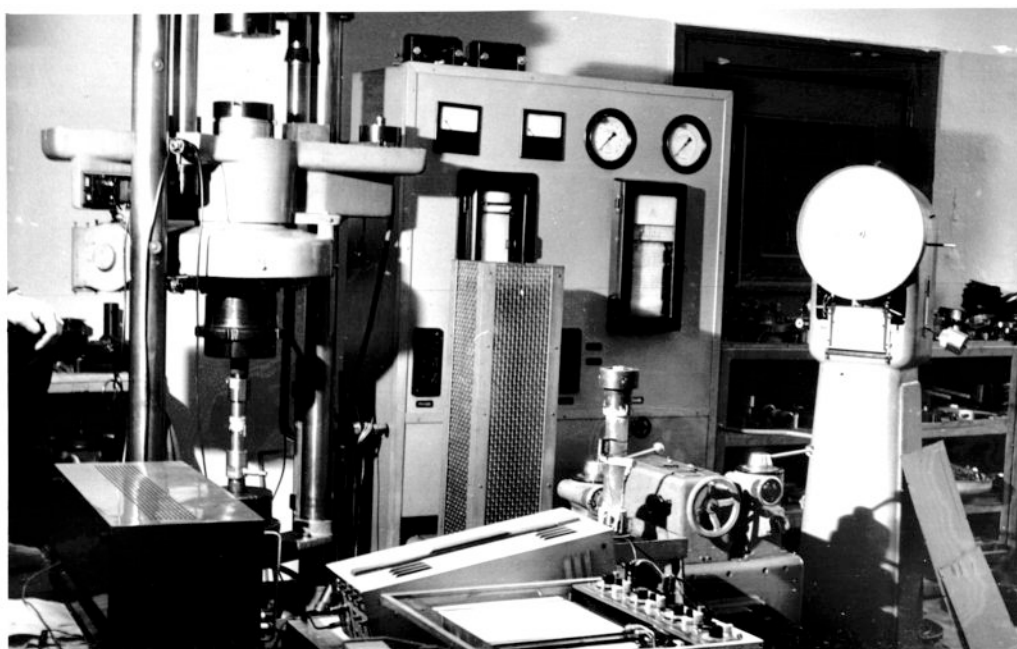
(iii) - na rys. 17 - MIII.

(iv) - na rys. 18 - rozciąganie pasma rovingu.

8. WYNIKI BADAŃ W ŚRODOWISKU KOROZYJNYM

8.1. Promieniowe ściskanie

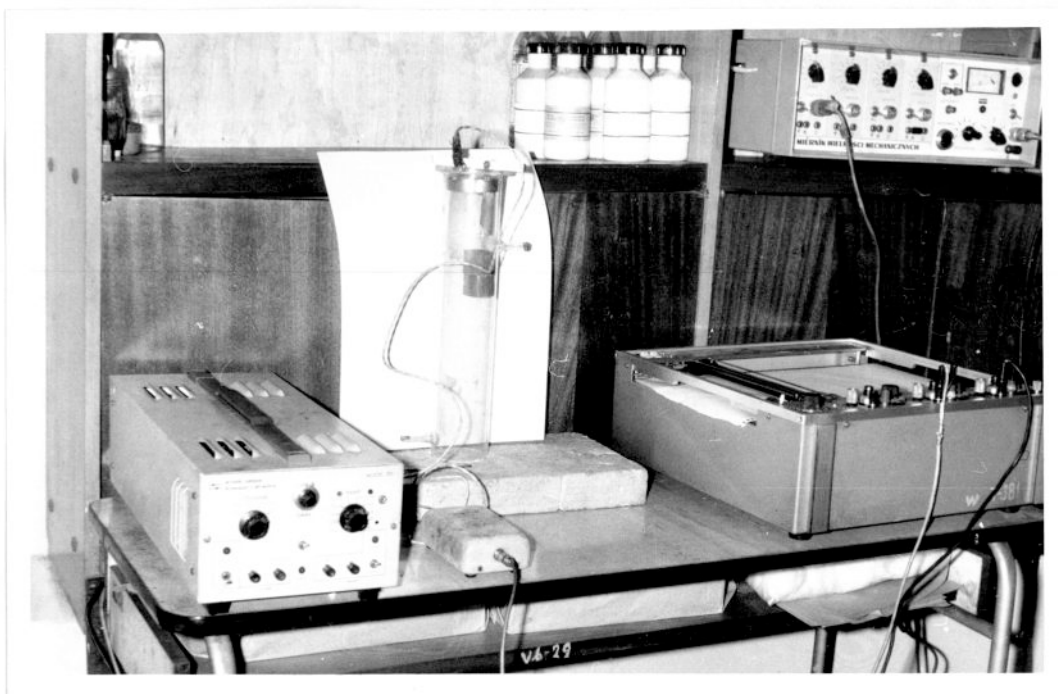
Wyniki badań zmian $\Delta D/D$ i liczby impulsów emisji akustycznej próbek ściskanych promieniowo stałą siłą przedstawiono na rys. 19 i 20 (tab. I w aneksie). Cechą charakterystyczną zmian $\Delta D/D$ w funkcji czasu jest to, że od chwili wywołania obciążenia



Rys. 16. Widok stanowiska badawczego wraz z próbką
do badania rur wg MII



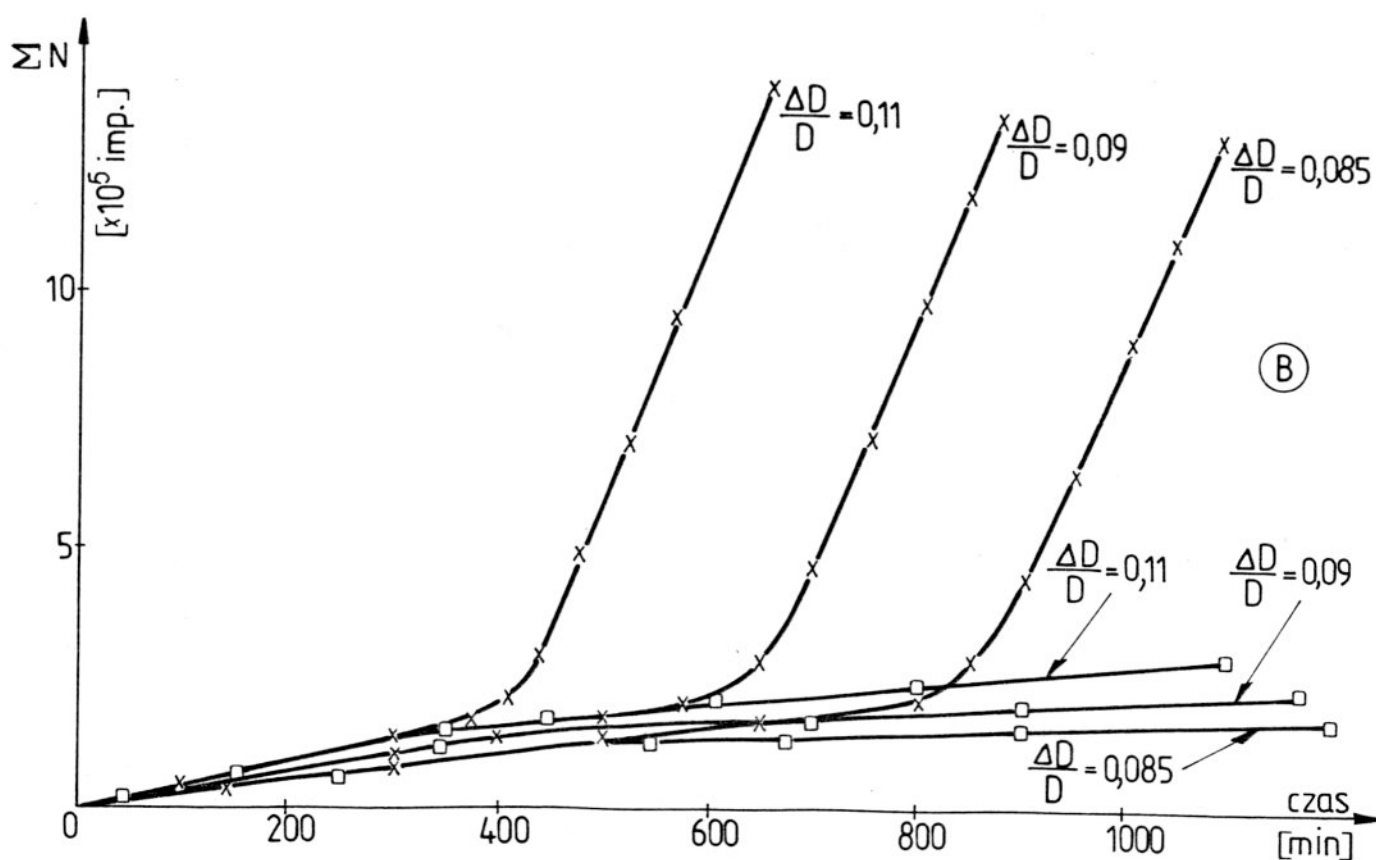
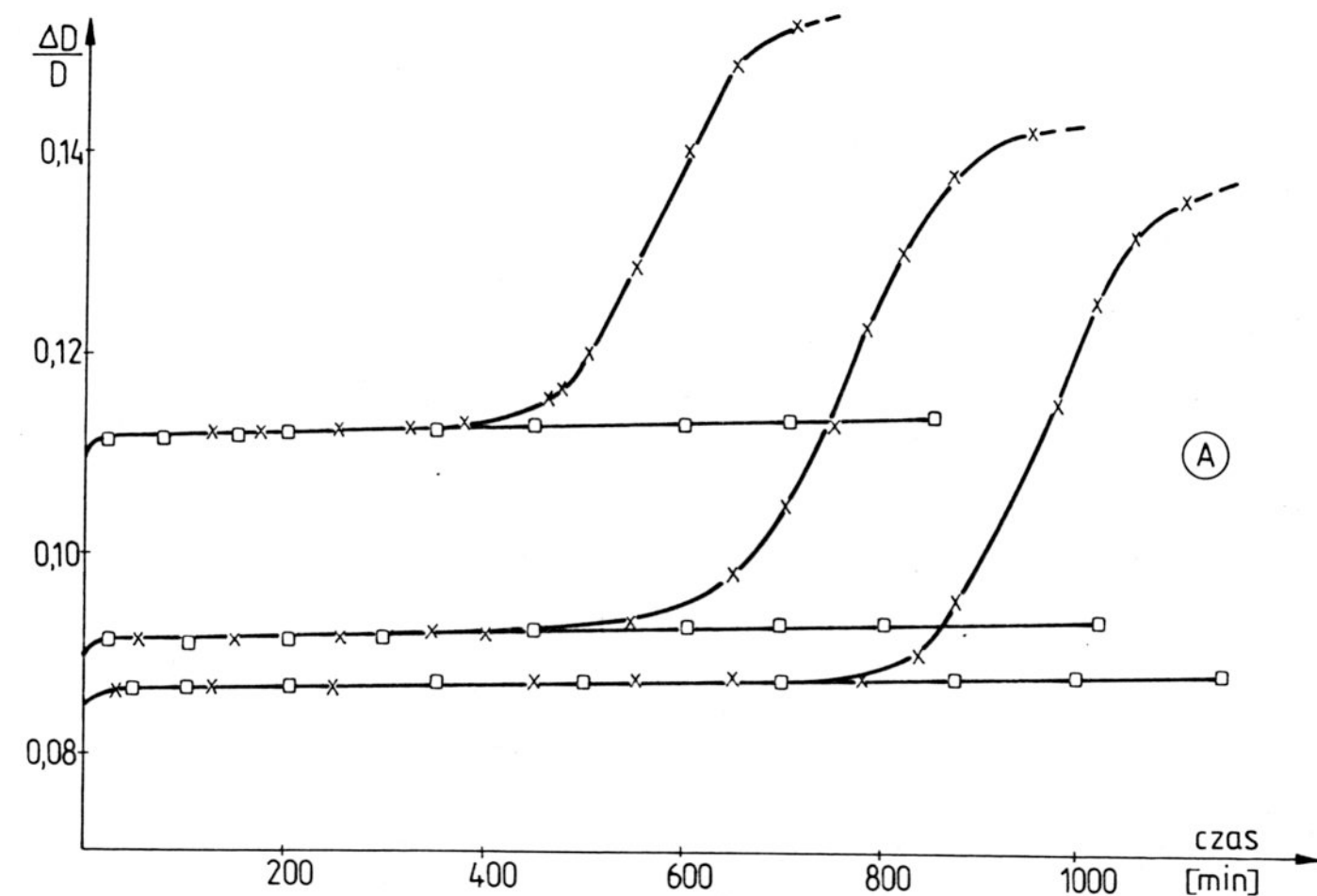
Rys. 17. Widok stanowiska badawczego wraz z próbką
do badania rur wg MIII



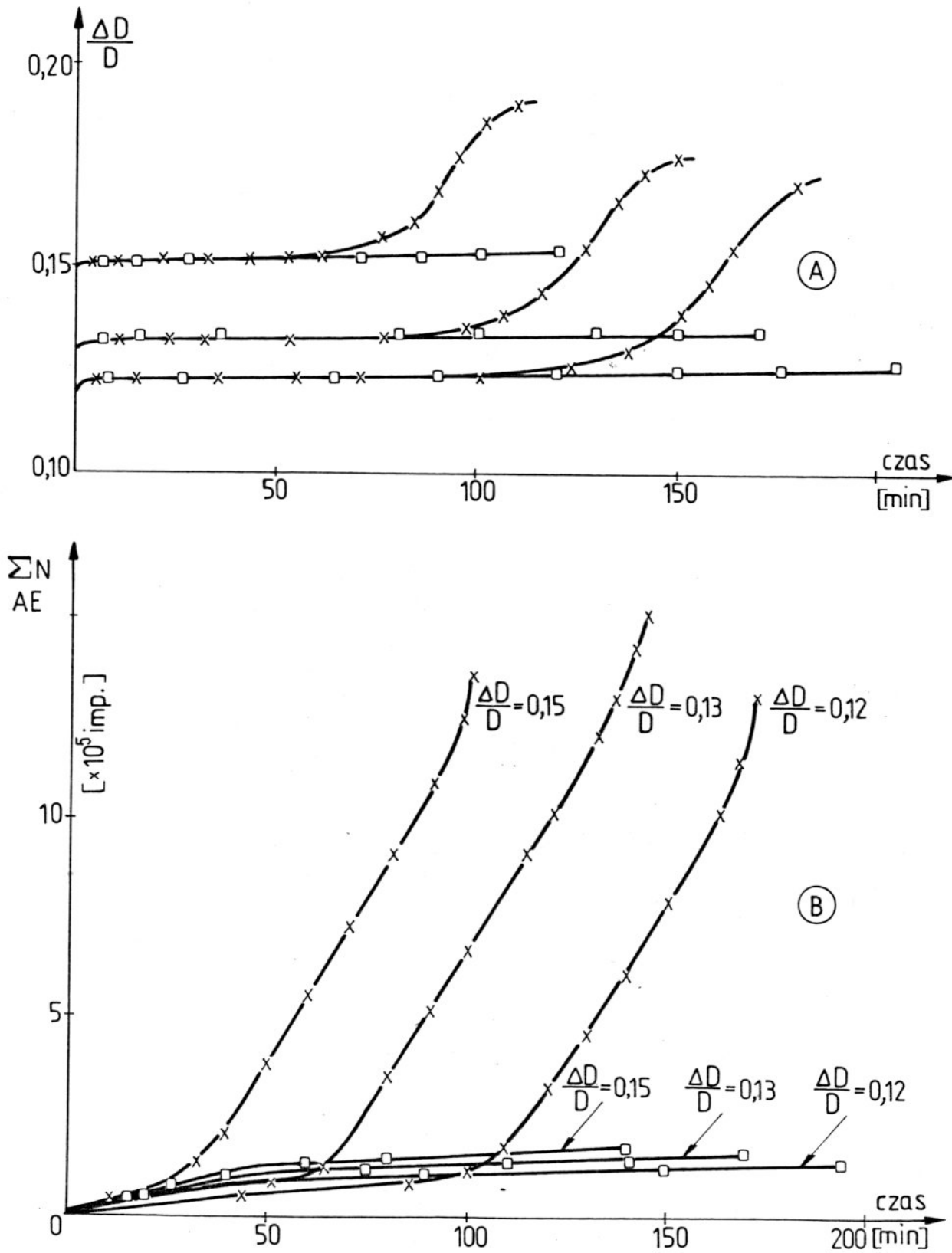
Rys. 18. Widok stanowiska badawczego wraz z próbką do badania pasma rovingu rozciąganego stałą siłą

w początkowym okresie ugięcie próbek niezależnie od cieczy je wypełniającej jest takie samo. Dla próbek wypełnionych wodą ugięcie to zwiększa się nieznacznie przez cały czas próby. Po przerwaniu obciążenia na próbkach wypełnionych wodą nie stwierdzono oznak zniszczenia kompozytu. Nie wystąpił bowiem wyciek cieczy nie zaobserwowano też wyraźnych pęknięć żywicy. Pomiar aktywności akustycznej tych próbek wskazuje na to, że tylko w początkowym okresie próby pojawiają się sygnały emisji akustycznej. Jak się wydaje, związane one są przede wszystkim ze sposobem wywoływania obciążenia, "układania" się próbki między płytami ściskającymi, oraz mikropęknięciami żywicy. W miarę upływu czasu aktywność ta maleje, wskazuje tym samym na brak w materiale rury procesów związanych z jego niszczeniem.

Dla próbek wypełnionych 1 normalnym HCl i obciążonych identycznie jak próbki wypełnione wodą uzyskano zupełnie odmienne wyniki. Już bowiem po upływie pewnego okresu, mierzonego od początku próby, ściśle zależnego od wielkości obciążenia, pojawiają się w materiale drobne pęknięcia poprzez ściankę rury. Nie wywołują one jednak wyraźnych zmian na krzywej $\Delta D/D$ w funkcji czasu. I tak, na przykład dla próbki $\Delta D/D=0,15$ ($\epsilon=1,94 \times 10^{-2}$) czas



Rys. 19. Wyniki promieniowego ściskania rur: A - zmiana $\frac{\Delta D}{D}$ w funkcji czasu, B - zmiana liczby impulsów w funkcji czasu, x - 1 normalny HCl, □ - woda destylowana



Rys. 20. Wyniki promieniowego ściskania rur : A - zmiana D/D w funkcji czasu, B - zmiana liczby impulsów AE w funkcji czasu, x - 1 normalny HCL, - woda destylowana

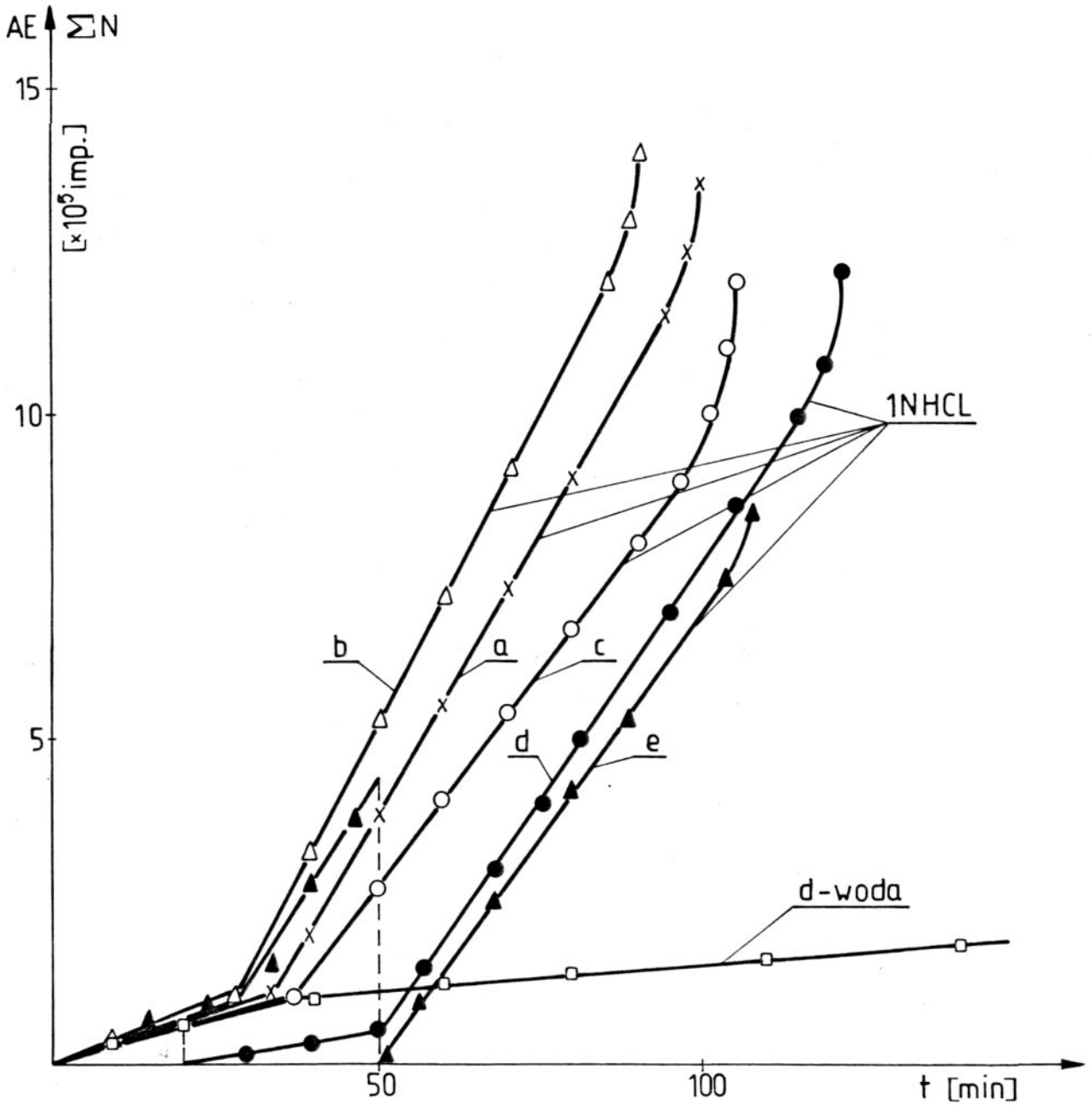
ten wynosi około 65 minut. Wyraźna zmiana charakteru krzywej $\Delta D/D$ w funkcji czasu pojawia się dopiero pod koniec próby i jest związana z łączeniem się drobnych mikropęknięć i powstawaniem zło-
mu próbki. Na przykład dla próbki $\Delta D/D=0,15$ zmiana charakteru
krzywej obrazującej jej owalizację występuje po upływie około
70 min od początku próby.

Zupełnie innych informacji dostarczają wyniki pomiaru emisji
akustycznej. Gwałtowny wzrost liczby impulsów AE pojawia się po
upływie znacznie krótszego czasu od początku próby niż czas po-
trzebny do wywołania zmiany charakteru krzywej $\Delta D/D$. Dla próbki
 $\Delta D/D=0,15$ ($\epsilon_{II} = 1,94 \times 10^{-2}$) okres ten wynosi około 25 min.
Wzrostu aktywności akustycznej nie obserwuje się dla próbek obciąż-
zonych identycznie i wypełnionych wodą destylowaną. Obserwacja
emisji akustycznej badanych próbek była przerywana przed końcem
próby, gdyż wyciek kwasu przez powstałe mikropęknięcia na zew-
nątrz próbki powodował brak sprzężenia akustycznego falowodu
z materiałem rury.

W celu zbliżenia się do rzeczywistych warunków eksploatacyj-
nych kompozytów oraz przede wszystkim ustalenia roli dyfuzji kwa-
su przez żywicę przeprowadzono dodatkowe badania rur:

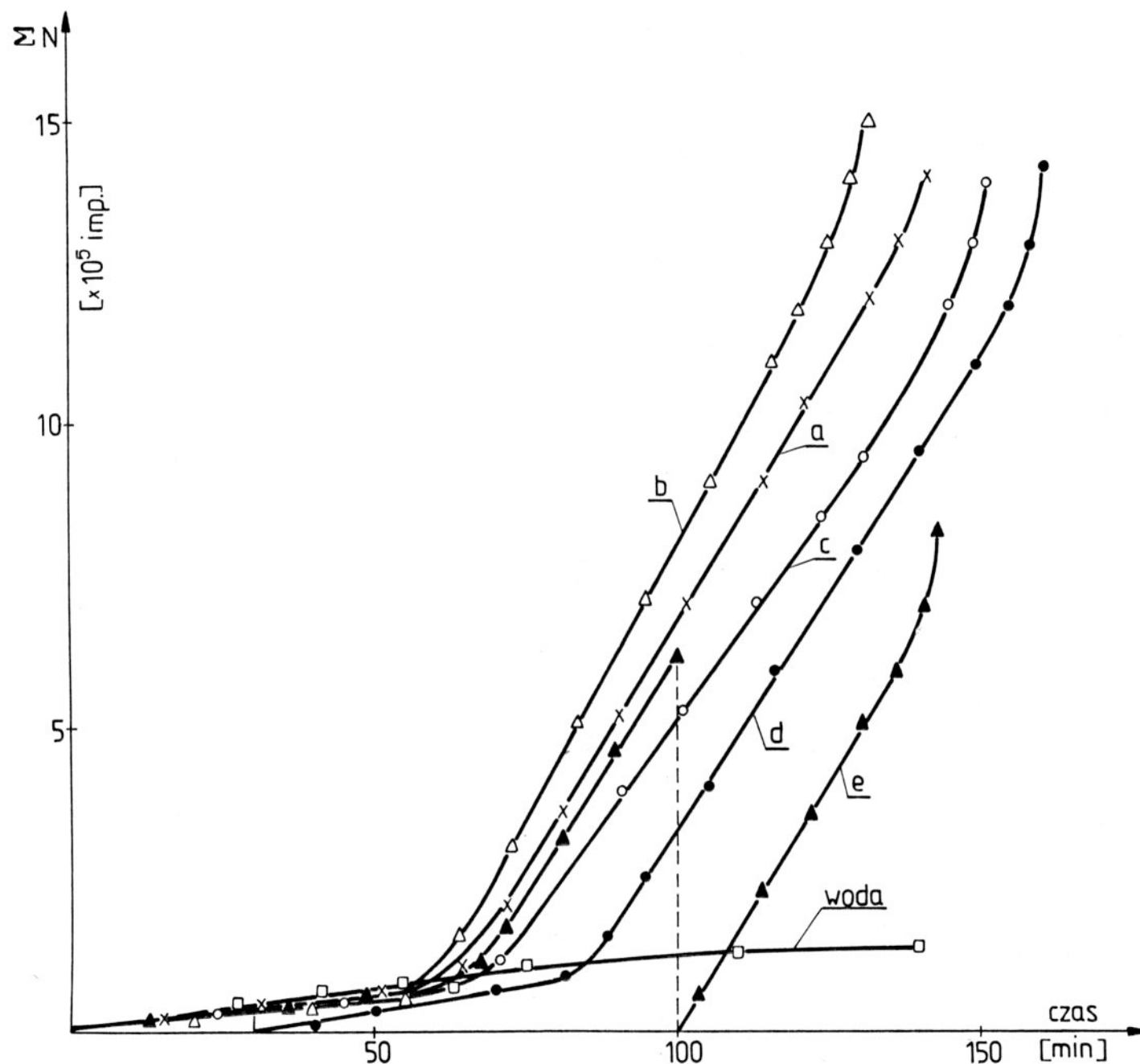
- (i) - poddanych ściskaniu promieniowemu stałą siłą; w rurach tych
przez 1 rok był przechowywany 1 normalny HCl,
- (ii) - poddanych przerywanemu obciążeniu.

Uzyskane wyniki graficznie przedstawiono na rys. 21 i rys. 22
(tab. II w aneksie). Wyniki zmiany liczby impulsów AE dla rur,
w których przechowywano przez 1 rok kwas, są podobne do wyników
otrzymanych dla rur "dziewiczych" (krzywe a i c na rys. 21
oraz 22, tab. II w aneksie). Można zatem stwierdzić, że znajdując-
cy się przez 12 miesięcy w nie obciążonej rurze kwas nie spowodo-
wał istotnych zmian, a tym samym nie wpłynął na czas życia kompo-
zytu obciążonego w środowisku korozyjnym. Zgodnie z [73] upoważ-
nia to do stwierdzenia, że kompozyt jest odporny na działanie sła-
bego kwasu solnego. Wpływ przerw w obciążaniu na procesy pękania
korozyjnego kompozytu badano w ten sposób, że próbki obciążano
przez 10 min, dla $\Delta D/D=0,15$ ($\epsilon_{II}=1,94 \times 10^{-2}$) i 20 min dla
 $\Delta D/D=0,13$ ($\epsilon_{II}=1,68 \times 10^{-2}$). Następnie odciążano je, wylewano kwas,
przepłukiwano pięciokrotnie wodą destylowaną, suszono w temperatu-
rze 333 K przez 20 min, ochładzano do temperatury pokojowej przez
10 min, a następnie zalewano ponownie kwasem i znowu obciążano.



Rys. 21. Aktywność akustyczna próbek ściskanych promieniowo $\Delta D/D=0,15$ ($\epsilon_{II}=1,94 \times 10^{-2}$): a - próbka zwykła, b - po cyklicznym odciążaniu i myciu, c - po działaniu kwasu przez 1 rok, d - odciążona po 20 min i myta, e - odciążona po 50 min i ponownie obciążona

Po pięciu takich kolejnych obciążeniach i odciążeniach próbki poddawano takiemu samemu, jak dla pierwszego cyklu, obciążeniu, już go nie przerywając i rejestrowano zmianę liczby impulsów AE do zniszczenia. Wyniki badań aktywności akustycznej przy kolejnych

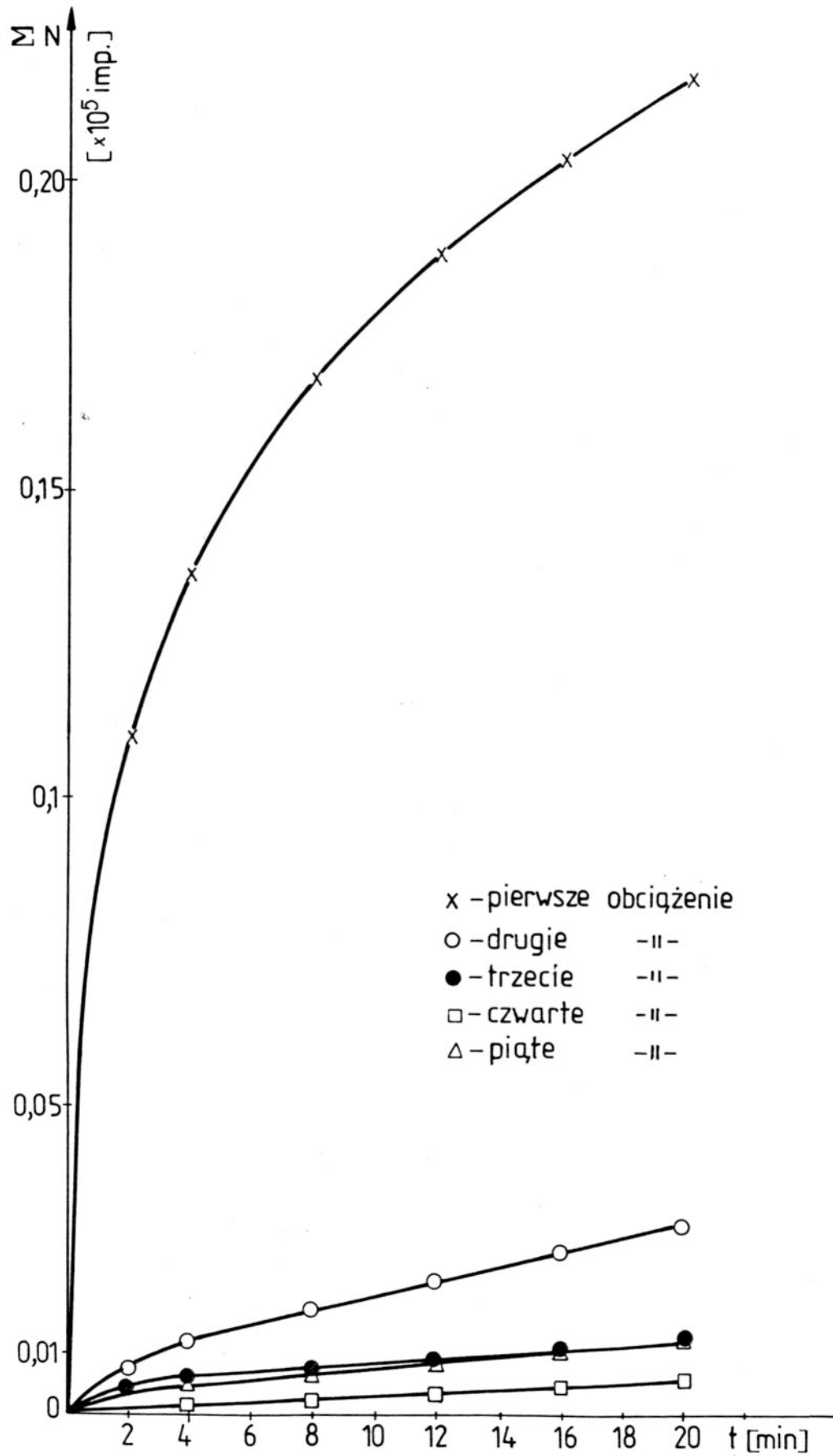


Rys. 22. Aktywność akustyczna próbek ściskanych promieniowo $\Delta D/D=0,13$ ($\epsilon_u=1,68 \times 10^{-2}$):
a - próbka zwykła, b - po cyklicznym odciążaniu i myciu, c - po działaniu kwasu przez 1 rok,
d - odciążona po 30 min i myta, e - odciążona po 100 min i obciążona

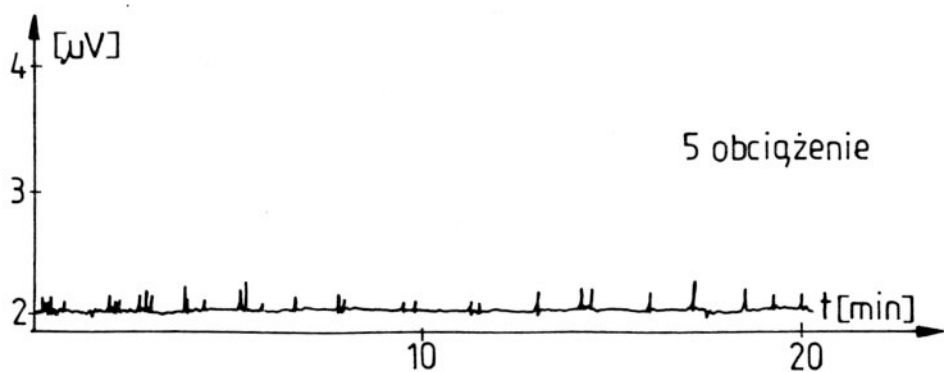
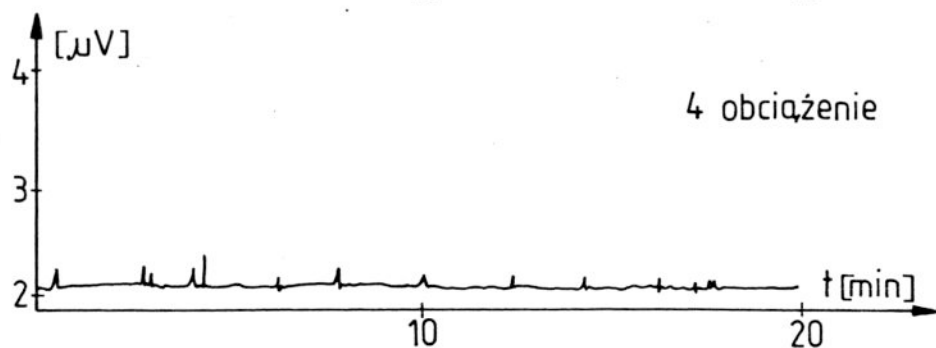
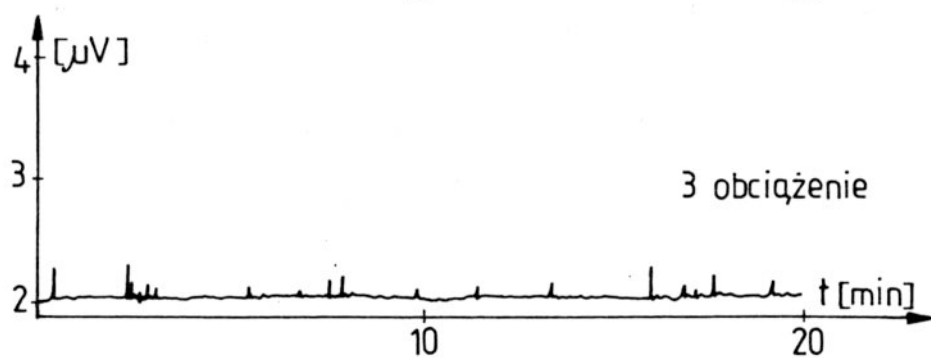
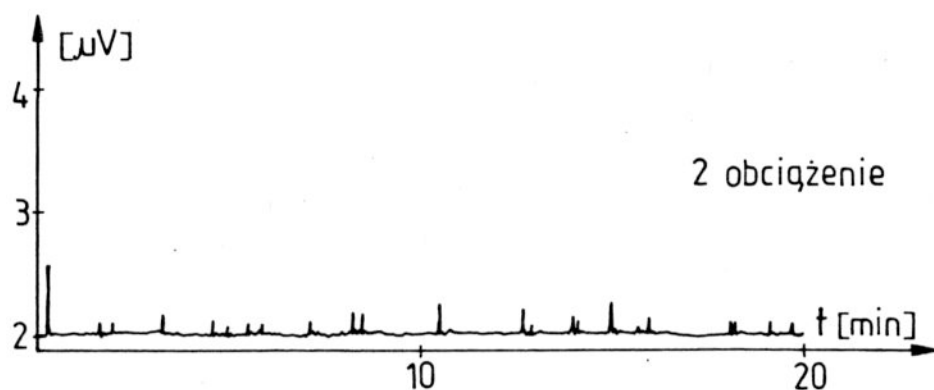
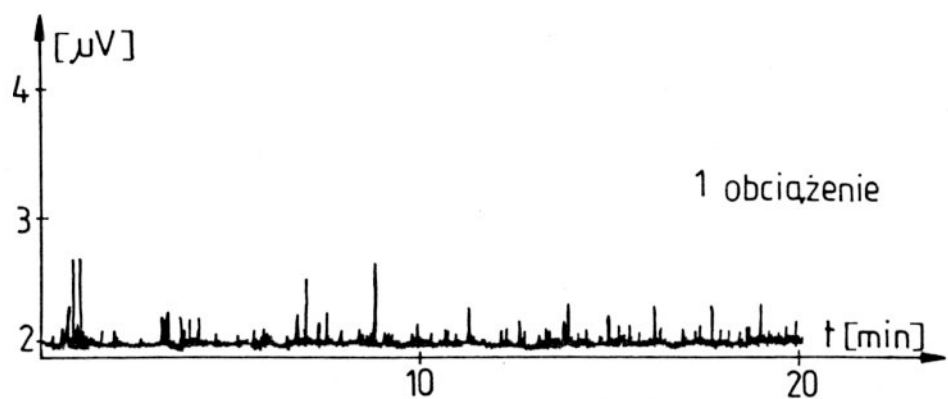
obciążeniach przedstawiono na rys. 23-26 (tab. III w aneksie), a próbek obciążonych ciągle po obciążeniach i odciążeniach na rys. 21, 22 (krzywe b, tab. II w aneksie).

Analiza wyników wskazuje na to, że przy pierwszym obciążeniu próbki wykazują wyraźną aktywność akustyczną. W czasie kolejnych obciążeń aktywność ta zmniejsza się i stanowi około 10% liczby sygnałów emisji akustycznej pierwszego obciążenia. Na podstawie uzyskanych wyników można sądzić, że emisja akustyczna w czasie kolejnych obciążeń jest związana z procesem powstawania i rozwoju mikropęknięć żywicy, co potwierdza brak wpływu na proces pęknięcia osnowy środowiska korozyjnego. Należy jednak stwierdzić, że w literaturze opisano zjawisko braku emisji akustycznej przy powtórnym obciążeniu i jest ono znane jako efekt Kaisera [20, 31].

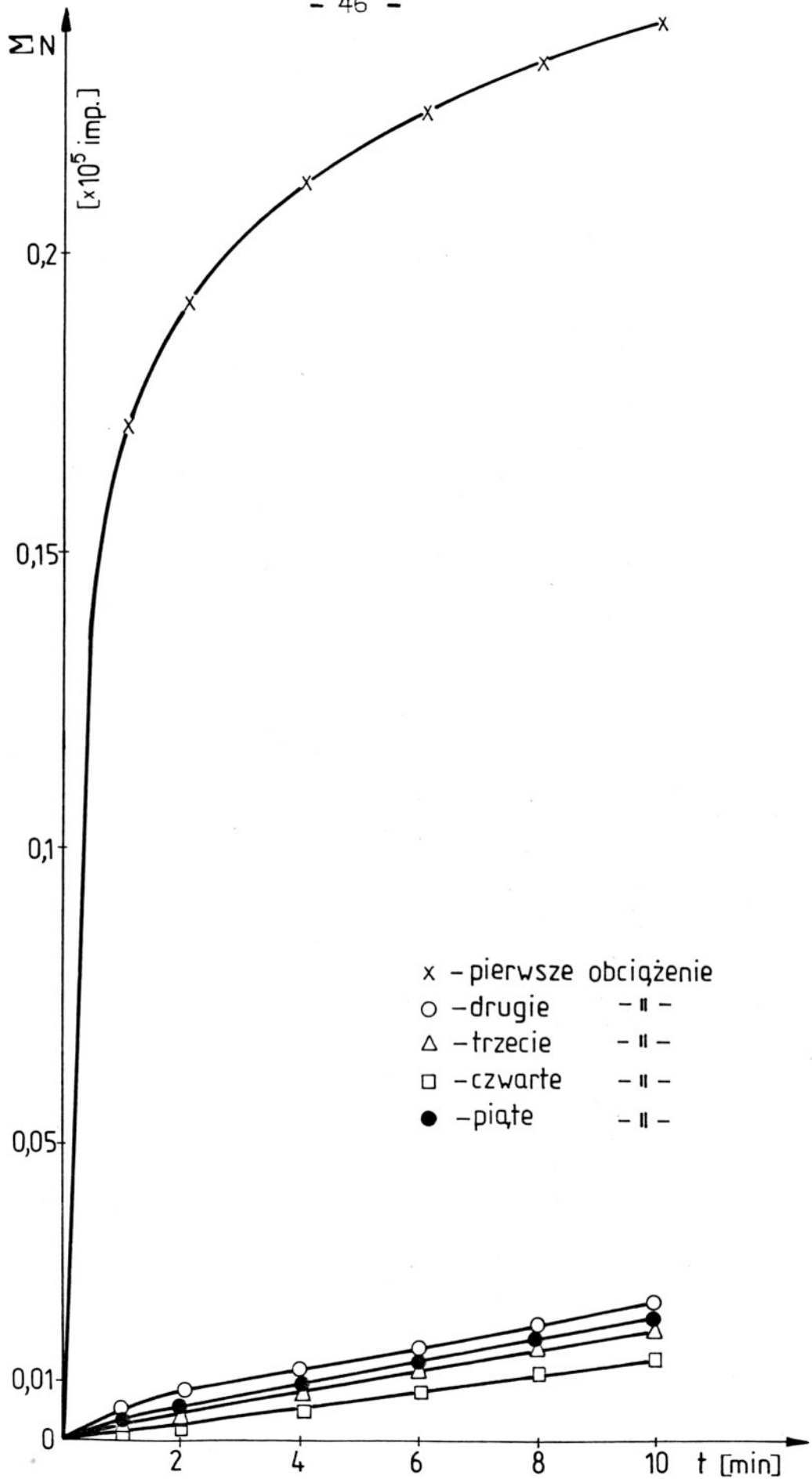
Efekt Kaisera polega na tym, że materiał przy powtórnym obciążeniu nie wykazuje emisji aż do chwili osiągnięcia poziomu poprzedniego obciążenia, jeśli nie zajdą zjawiska związane z procesem jego dekohezji. Brak zatem wyraźnych zmian w rejestrowanej emisji akustycznej w czasie kolejnych obciążeń oznacza brak dalszych uszkodzeń żywicy poza tymi, które wystąpiły przy pierwszym obciążeniu. Można zatem stwierdzić, że występowanie efektu Kaisera świadczy o braku wpływu środowiska na proces pęknięcia żywicy, czyli rejestrowana emisja akustyczna jest związana z efektami, jakie występują w procesie destrukcji kompozytu w środowisku obojętnym. Podobne wyniki otrzymano dla próbek, w których zwiększono czas trwania obciążenia odpowiednio do 20 i 30 min (krzywe d na rys. 21 i 22, tab. II w aneksie). W tym także przypadku, po ponownym obciążeniu próbki wykazały efekt Kaisera. Pękanie korozyjne włókien, uwalniające energię sprężystą znacznie większą od energii związanej z pękaniem żywicy, powinno spowodować podczas kolejnych obciążeń wzrost rejestrowanej liczby impulsów a tym samym nie potwierdzać efektu Kaisera. Wystąpienie zatem efektu Kaisera w eksperymencie z przerywanym obciążeniem potwierdza brak wpływu środowiska na proces pęknięcia obciążonych przez krótki okres kompozytów. Jeśli obciążenie próbek przerywano w chwili zaobserwowania intensywnego wzrostu liczby impulsów (krzywe e na rys. 21, 22), to próbki po przepłukaniu i po ponownym obciążeniu zachowywały się tak, jak gdyby obciążenia nie przerywano, w tym przypadku brak efektu Kaisera świadczy o wpływie środowiska na proces destrukcji rur.



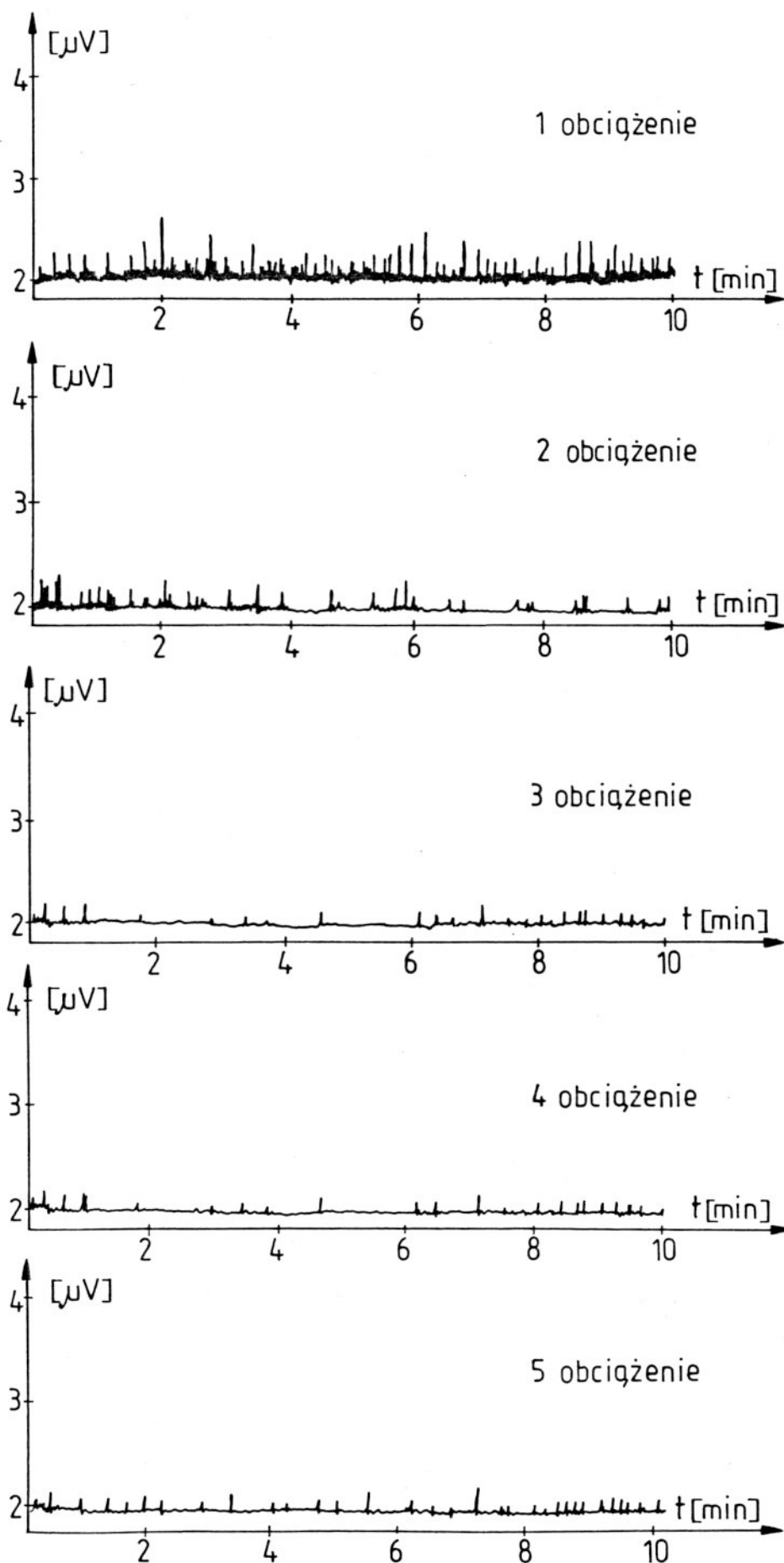
Rys. 23. Zmiana sumy impulsów AE podczas kolejnych obciążeń próbeki $\Delta D/D=0,13$ ($\epsilon_{II}=1,68 \times 10^{-2}$)



Rys. 24. Zmiana rms podczas kolejnych obciążeń próbki ściskanej promieniowo $\Delta D/D=0,13$ ($\epsilon_{II} = 1,68 \times 10^{-2}$)



Rys. 25. Zmiana sumy impulsów AE podczas kolejnych obciążeń próbki $\Delta D/D=0,15$ ($\epsilon_{II}=1,94 \times 10^{-2}$)



Rys. 26. Zmiana rms podczas kolejnych obciążeń próbki ściskanej promieniowo $\Delta D/D=0,15$ ($\epsilon_{II}=1,94 \times 10^{-2}$)

8.2. Model II i III obciążenia

Procesy dekohezji rur podczas sprężania w nich 1 normalnego HCl badano dla wybranych poziomów ciśnienia (naprężenia). Obciążenia wstępne dobrano (na podstawie omówionych w rozdz. 6 wyników badania procesu dekohezji rur w środowisku obojętnym) tak, aby można było określić procesy zachodzące w materiale rury w chwili jej obciążenia. Z tego powodu zdecydowano się na wykonanie badań w zakresie ciśnień:

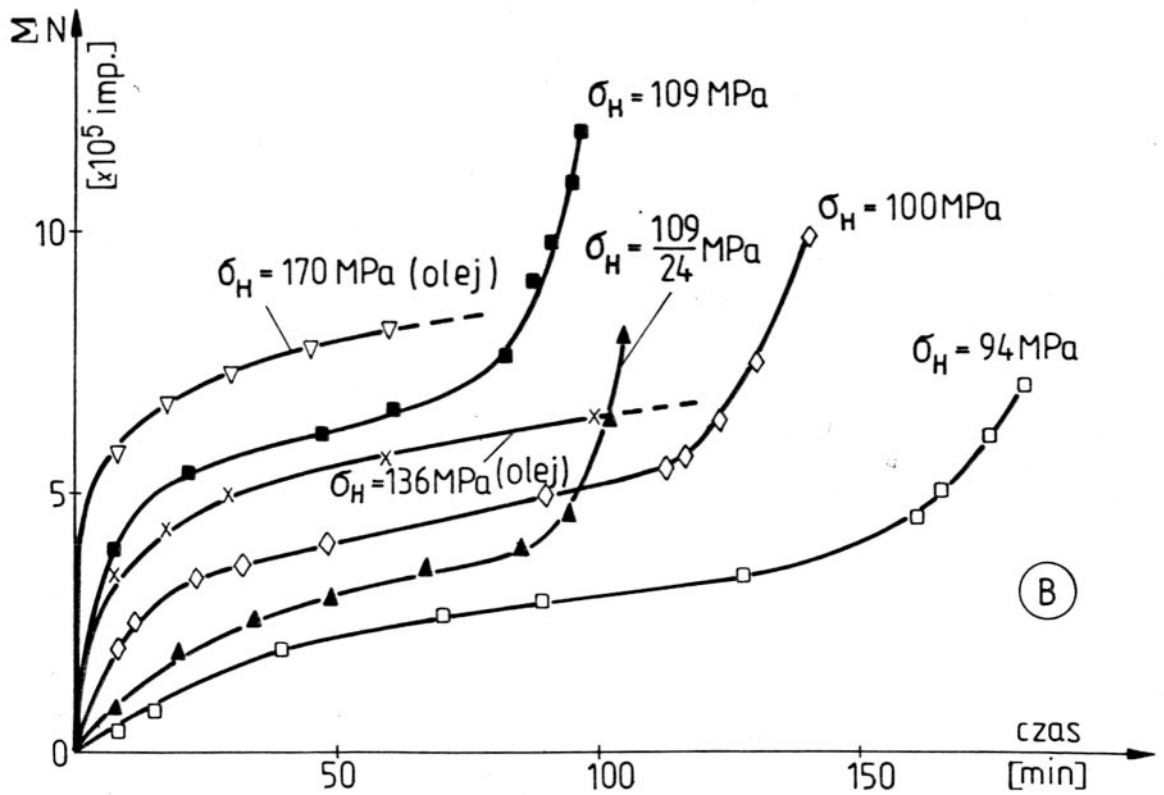
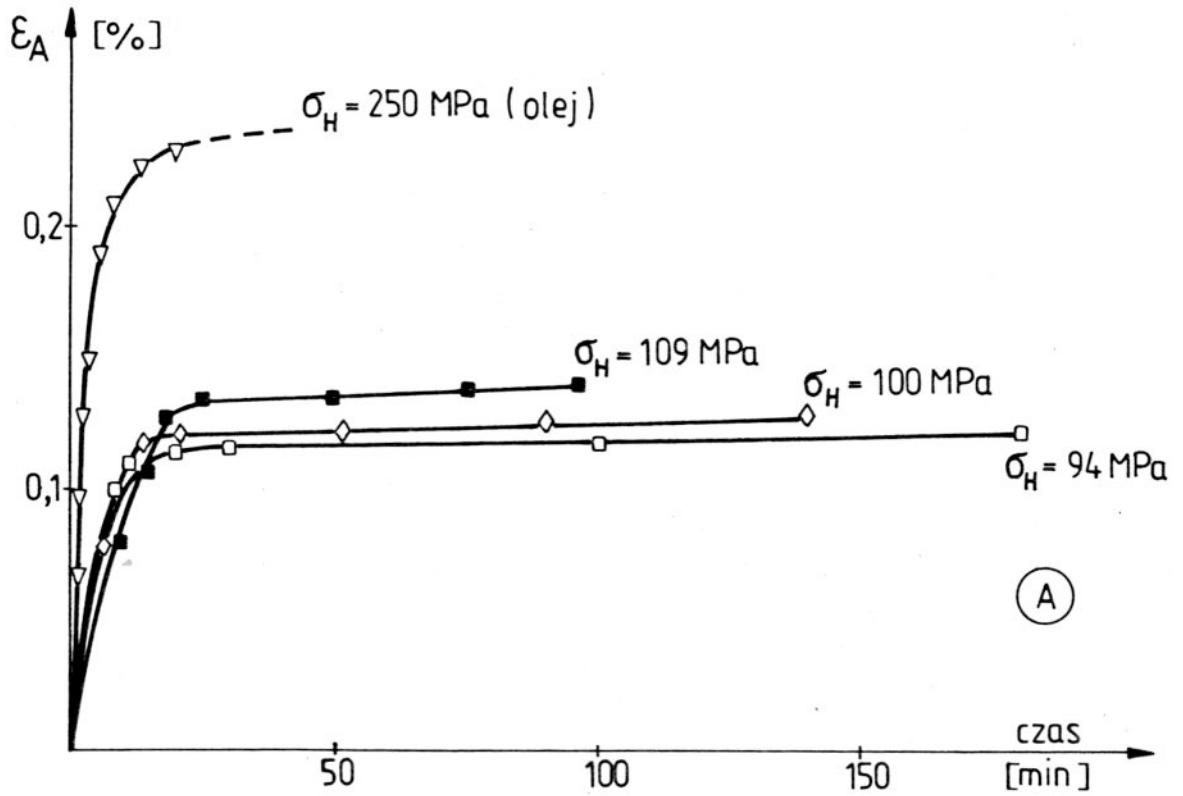
- dla MII od 2,4 do 6,5 MPa odpowiadających zmianie naprężeń obwodowych σ_H w granicach od 40 do 110 MPa,
- dla MIII od 7,0 do 10,5 MPa odpowiadających zmianie σ_H w granicach od 116 do 175 MPa.

Otrzymane w wyniku pomiarów dane porównano z wynikami uzyskanymi dla rur obciążonych olejem. Założono bowiem, że olej nie wpływa na zmianę własności kompozytu, tzn. nie jest cieczą korozyjną [25, 33]. Otrzymane wyniki przedstawiono:

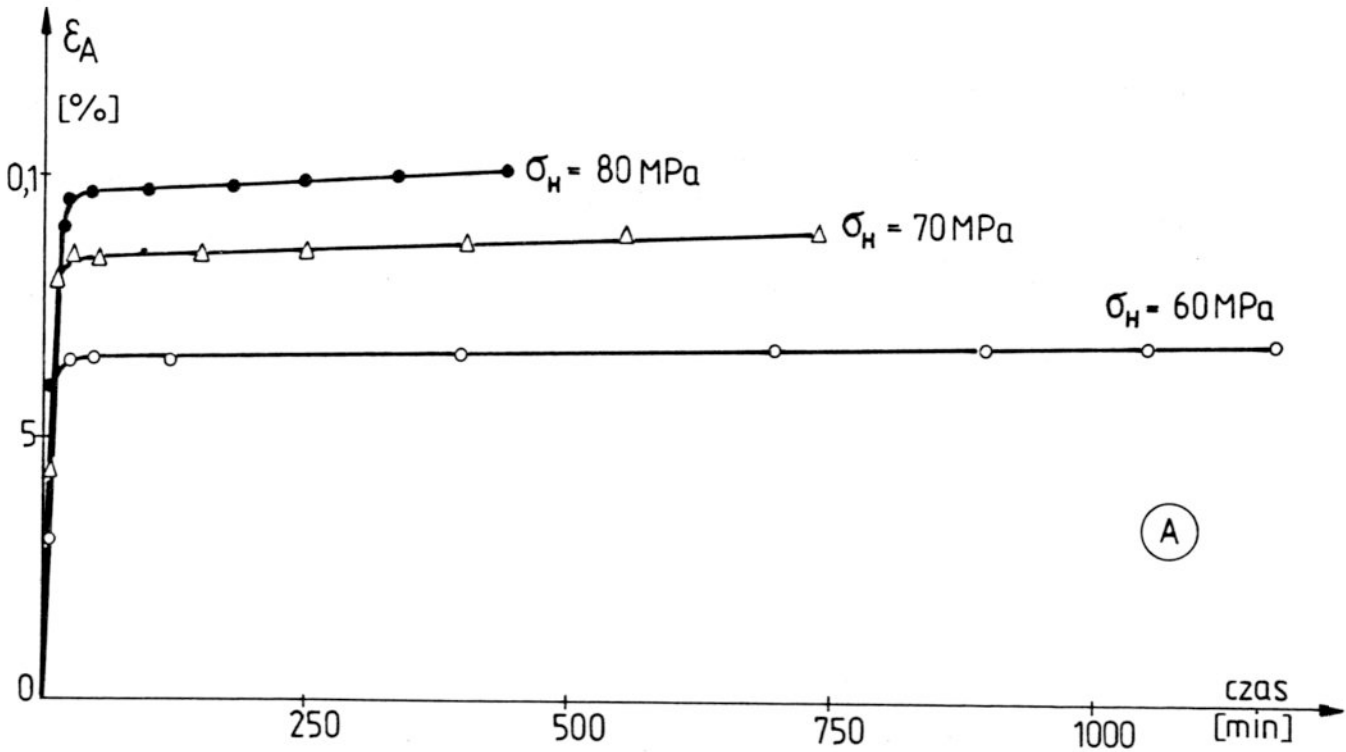
- dla MII na rys. 27 i 28 (tab. IV w aneksie),
- dla MIII na rys. 29 i 30 (tab. V w aneksie).

Krzywe obrazujące zmianę odkształcenia osiowego ϵ_A w funkcji czasu niezależnie od wielkości obciążenia wstępnego mają ten sam charakter. Z chwilą ustalenia się obciążenia przez cały okres próby odkształcenia te nie wykazują istotnych zmian, zachowując stałą wartość aż do chwili uzyskania pęknięcia korozyjnego. Ponieważ wcześniej nie zachodziły zmiany odkształcenia próbek, można sądzić, że uszkodzenia pojawiające się w materiale rury pod wpływem oddziaływania środowiska mają lokalny charakter i nie wpływają na zmianę własności rur.

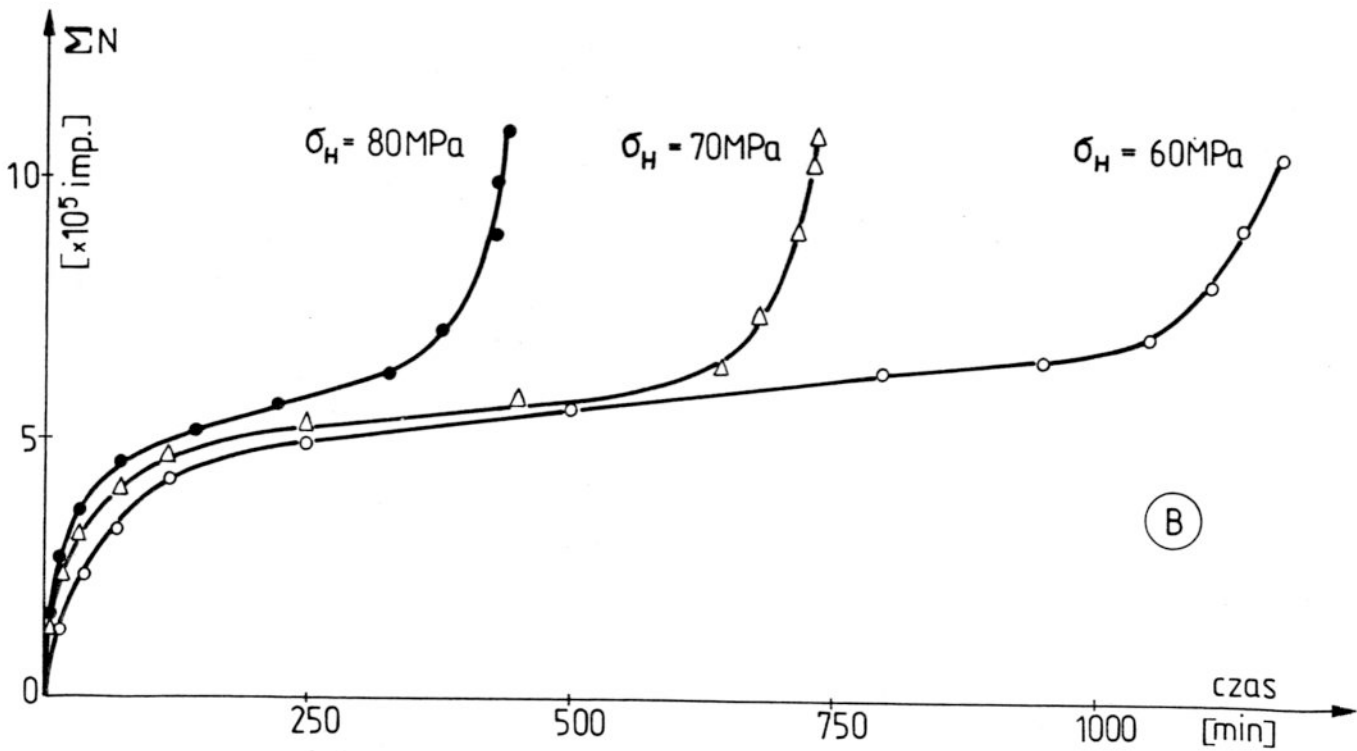
Zupełnie inny charakter mają krzywe obrazujące wyniki pomiaru aktywności akustycznej badanych próbek. W początkowym okresie niezależnie od rodzaju użytego środowiska (olej lub kwas) i wartości obciążenia krzywe obrazujące zmianę sumy impulsów AE w funkcji czasu mają podobny przebieg. Pierwsze wyraźne sygnały emisji akustycznej są odzwierciedleniem efektów związanych ze sposobem wywoływania obciążenia próbek. Efekty te to praca pompy, przepływ oleju lub kwasu, dokręcanie odpowietrzników, układanie się próbki w uchwytach itp. Jak nietrudno zauważyć liczba obserwowanych efektów, a tym samym suma impulsów, jest tym większa, im jest większe wymagane obciążenie. Po ustaleniu się obciążenia na stałym po-



Rys. 27. Wyniki badań rur wg MII w 1 normalnym HCl; A - zmiana odkształcenia osiowego ϵ_A , B - zmiana sumy impulsów AE

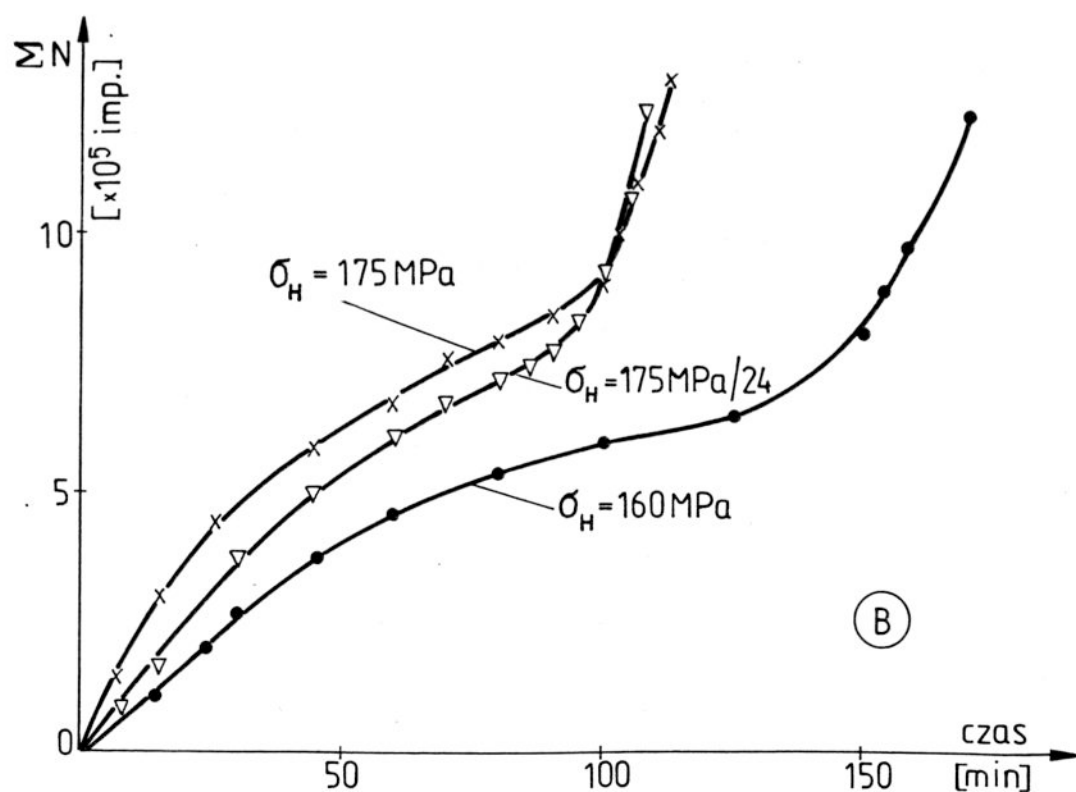
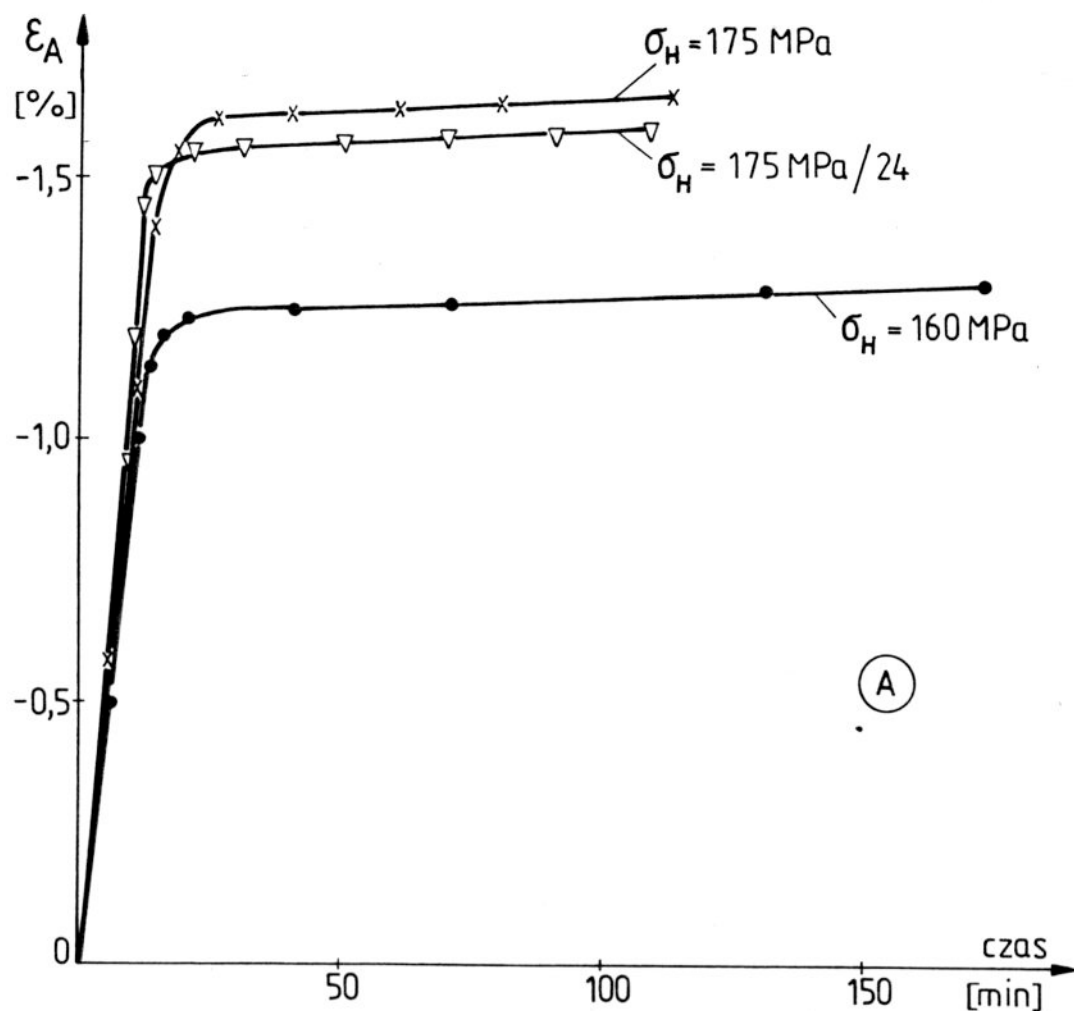


(A)

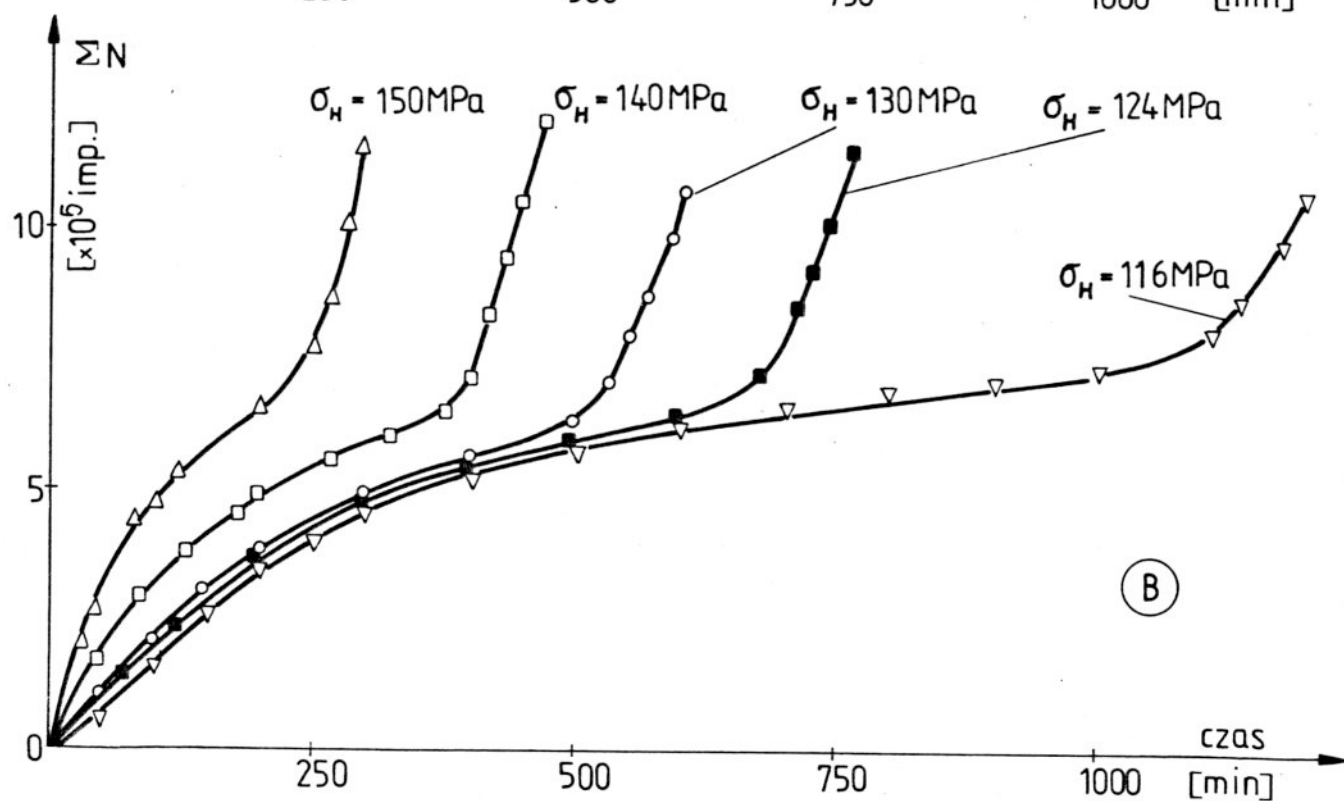
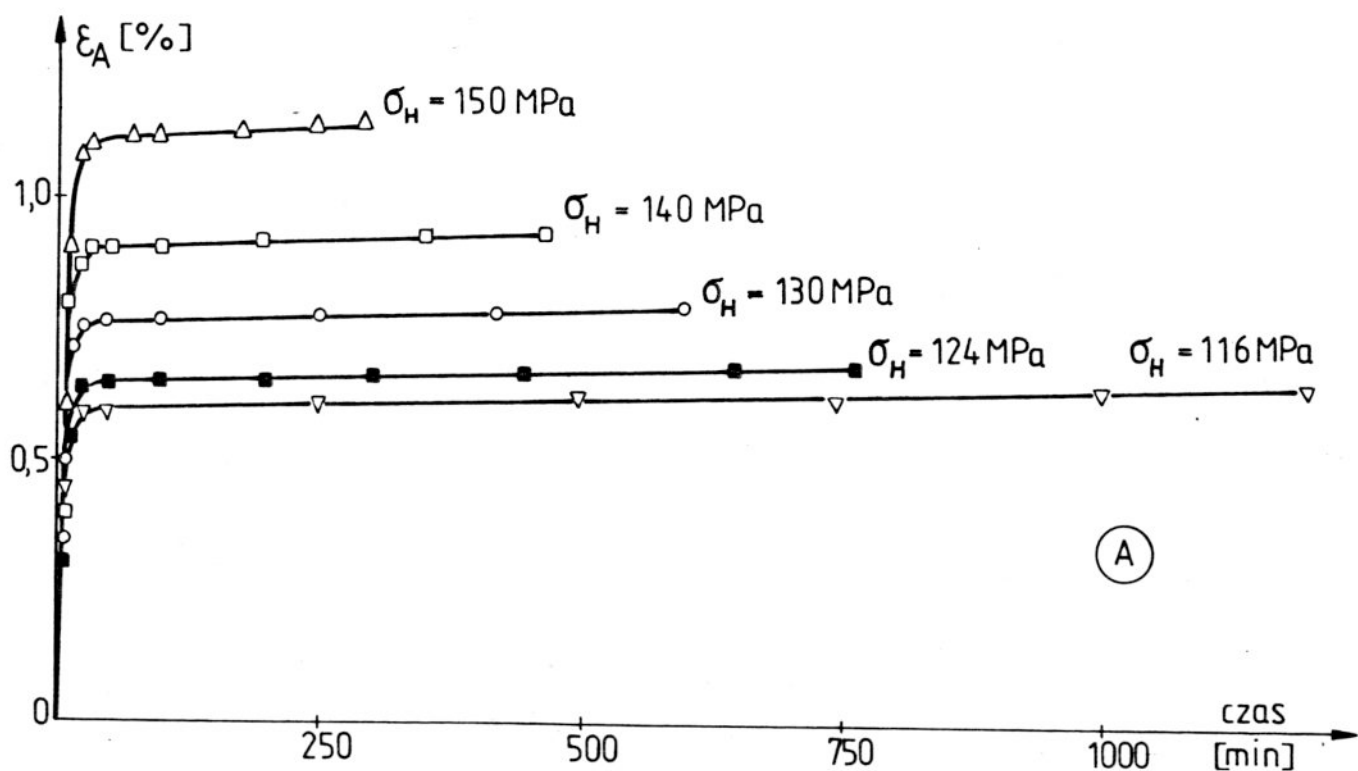


(B)

Rys. 28. Wyniki badań rur wg MII w 1 normalnym HCl; A - zmiana odkształcenia osiowego ϵ_A , B - zmiana sumy impulsów AE



Rys. 29. Wyniki badań rur wg MIII w 1 normalnym HCl; A - zmiana odkształcenia osiowego ϵ_A , B - zmiana sumy impulsów AE



Rys. 30. Wyniki badań rur wg MIII w 1 normalnym HCl; A - zmiana odkształcenia osiowego ϵ_A , B - zmiana sumy impulsów AE

ziomie aktywność akustyczna badanych próbek zmniejsza się i jest niezależna od poziomu obciążenia. Jest ona bowiem związana z powstawaniem i rozwojem pęknięć żywicy lub pęknięć na granicy włókno-żywica, a liczba tych efektów w kompozycie przy zadanym poziomie obciążenia jest skończona. Jakkolwiek w początkowym okresie próby wyniki uzyskane w odniesieniu do próbek wypełnionych kwasem są podobne do wyników uzyskanych dla próbek wypełnionych olejem, to jednak istotna różnica polega na tym, że dla próbek wypełnionych

kwasem po pewnym czasie trwania próby gwałtownie zwiększa się liczba impulsów, czemu towarzyszy zmiana charakteru krzywej rms. Efektu tego nie zaobserwowano badając rury w środowisku obojętnym przy znacznie wyższym poziomie obciążenia. Przedstawiając wyniki pomiaru aktywności akustycznej badanych próbek w układzie półlogarytmicznym (tzn. suma impulsów $\log t_n$; rys. 31 i 32), można zauważyć, że przy obciążeniach całkowitą liczbę impulsów (ΣN) emisji akustycznej określa się zależnością:

$$\Sigma N = A \log t + B, \quad (17)$$

w której:

ΣN - suma impulsów emisji akustycznej,

t - czas,

A, B - stałe.

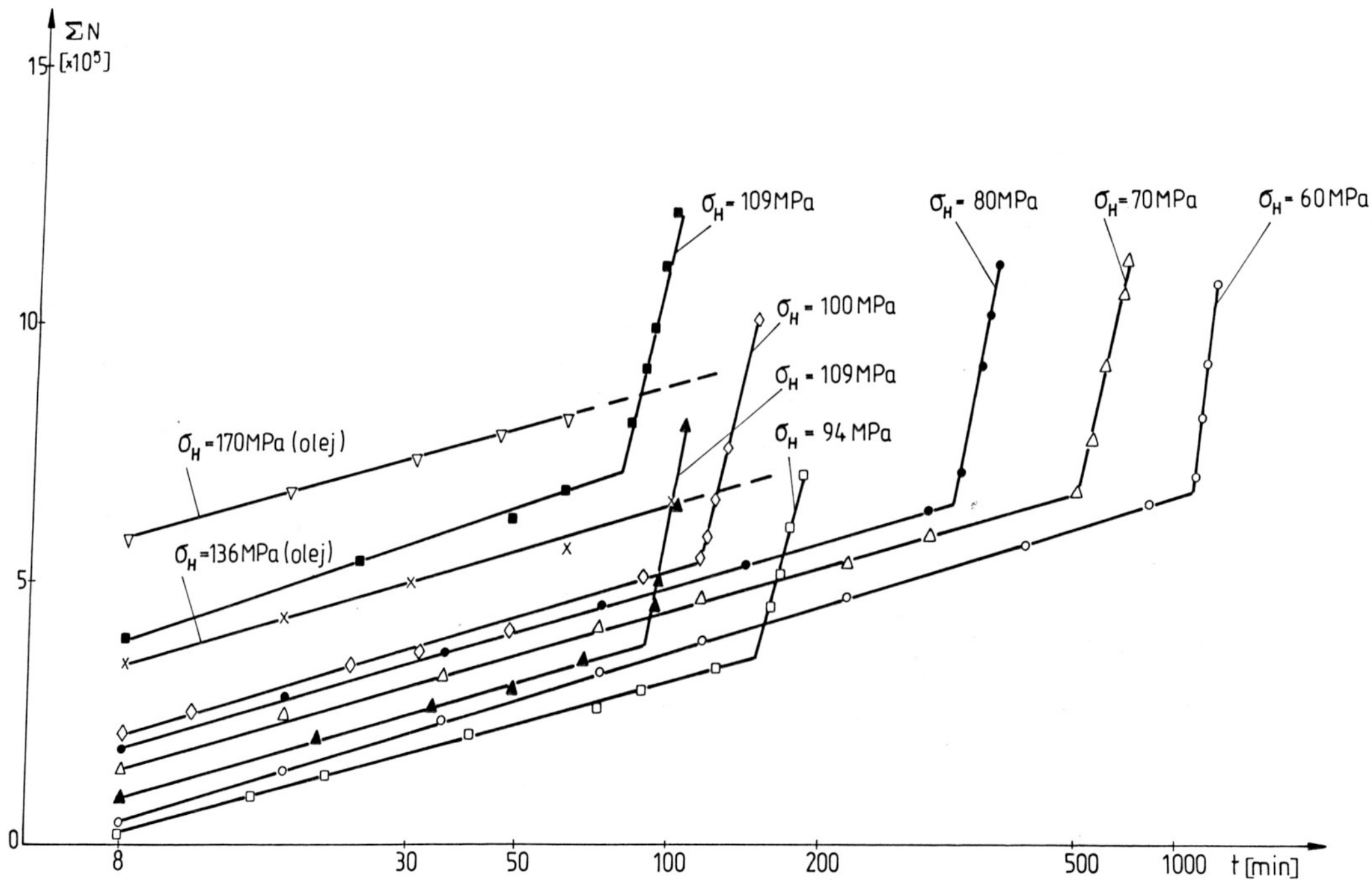
Nietrudno zauważyć, że równanie (17) bardzo dobrze opisuje proste obrazujące wyniki w odniesieniu do rur badanych w środowisku obojętnym. Aproksymacjanatomiast wyników uzyskanych dla próbek badanych w środowisku korozyjnym musi być opisana za pomocą dwóch prostych spełniających równanie (17). W związku z tym, wykorzystując standardowy test na korelację liniową [67] dokonano aproksymacji uzyskanych wyników prostymi. Wyniki obliczeń przedstawiono w tab. 5, 6, stosując oznaczenia:

$A_{II/1}$ - oznacza stałą A z równania (17);

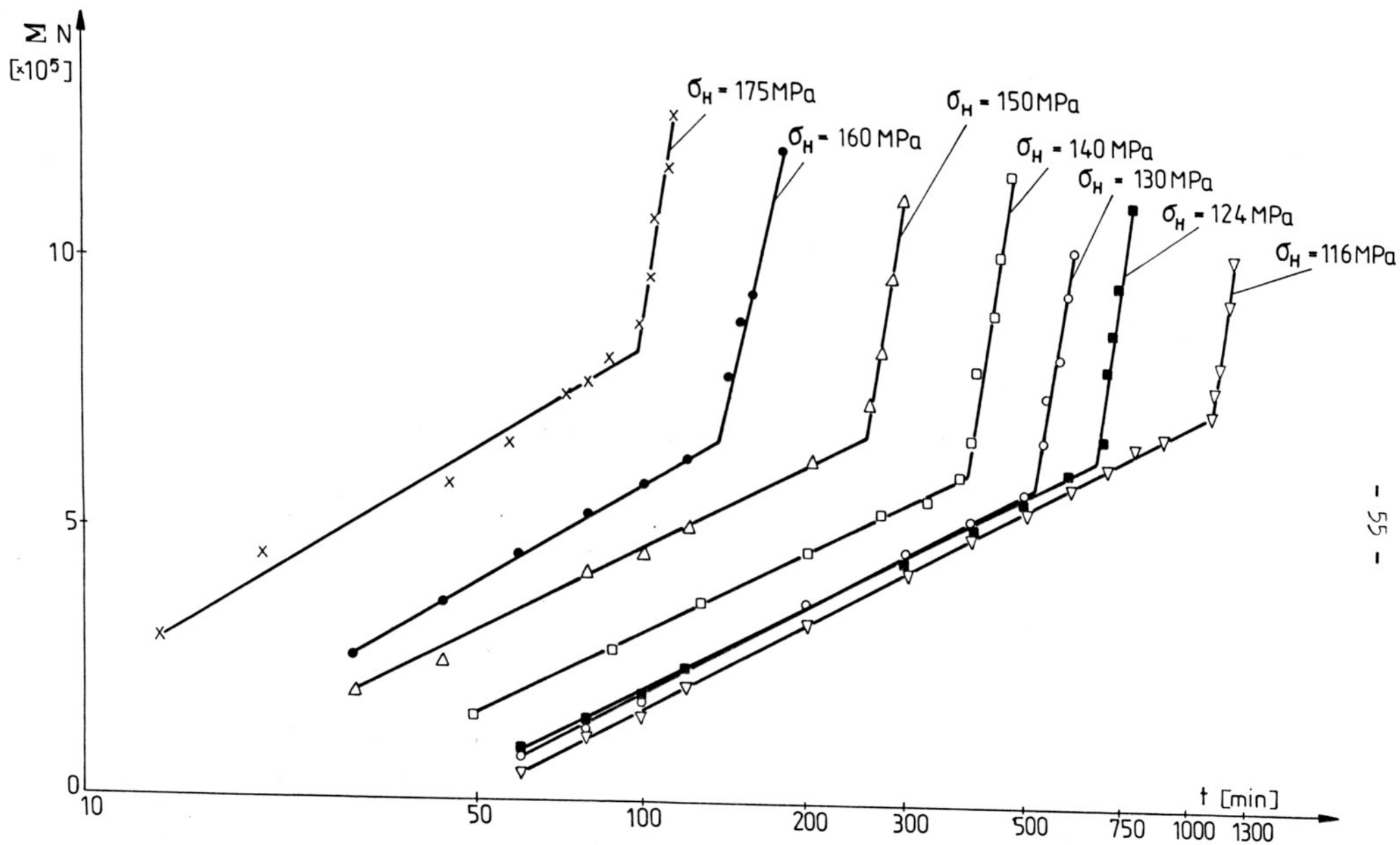
indeks II (III) - sposób obciążenia (tzn. MII lub MIII);

indeks 1 (2) - numer prostej, którą opisano za pomocą tej stałej.

Podobny schemat oznaczenia przyjęto dla stałej B z równania (17) i współczynnika korelacji liniowej R .



Rys. 31. Zmiana liczby impulsów AE w funkcji $\log t$ dla próbek obciążonych wg MII



Rys. 32. Zmiana liczby impulsów AE w funkcji $\log t$ dla próbek obciążonych wg MIII

T a b e l a 5

Wyniki obliczeń stałych A i B z równania (17)
dla MII

L.p.	σ_H [MPa]	Stałe dla pierwszej prostej			Stałe dla drugiej prostej			Ciecz robo- cza
		$A_{II/1}$	$B_{II/1}$	$R_{II/1}$	$A_{II/2}$	$B_{II/2}$	$R_{II/2}$	
1	170	2,756	0,323	0,998	-	-	-	olej
2	136	2,747	0,866	0,995	-	-	-	olej
3	109	3,018	-1,181	0,996	50,29	-88,55	0,984	kwaskwas
4	100	2,668	-0,370	0,996	46,11	-89,59	0,995	kwaskwas
5	94	2,615	-2,140	0,996	49,12	-104,10	0,992	kwaskwas
6	80	2,739	-0,635	0,998	57,16	-139,91	0,982	kwaskwas
7	70	2,705	-0,969	0,997	44,53	-118,21	0,997	kwaskwas
8	60	2,910	-2,190	0,998	105,16	-312,29	0,998	kwaskwas

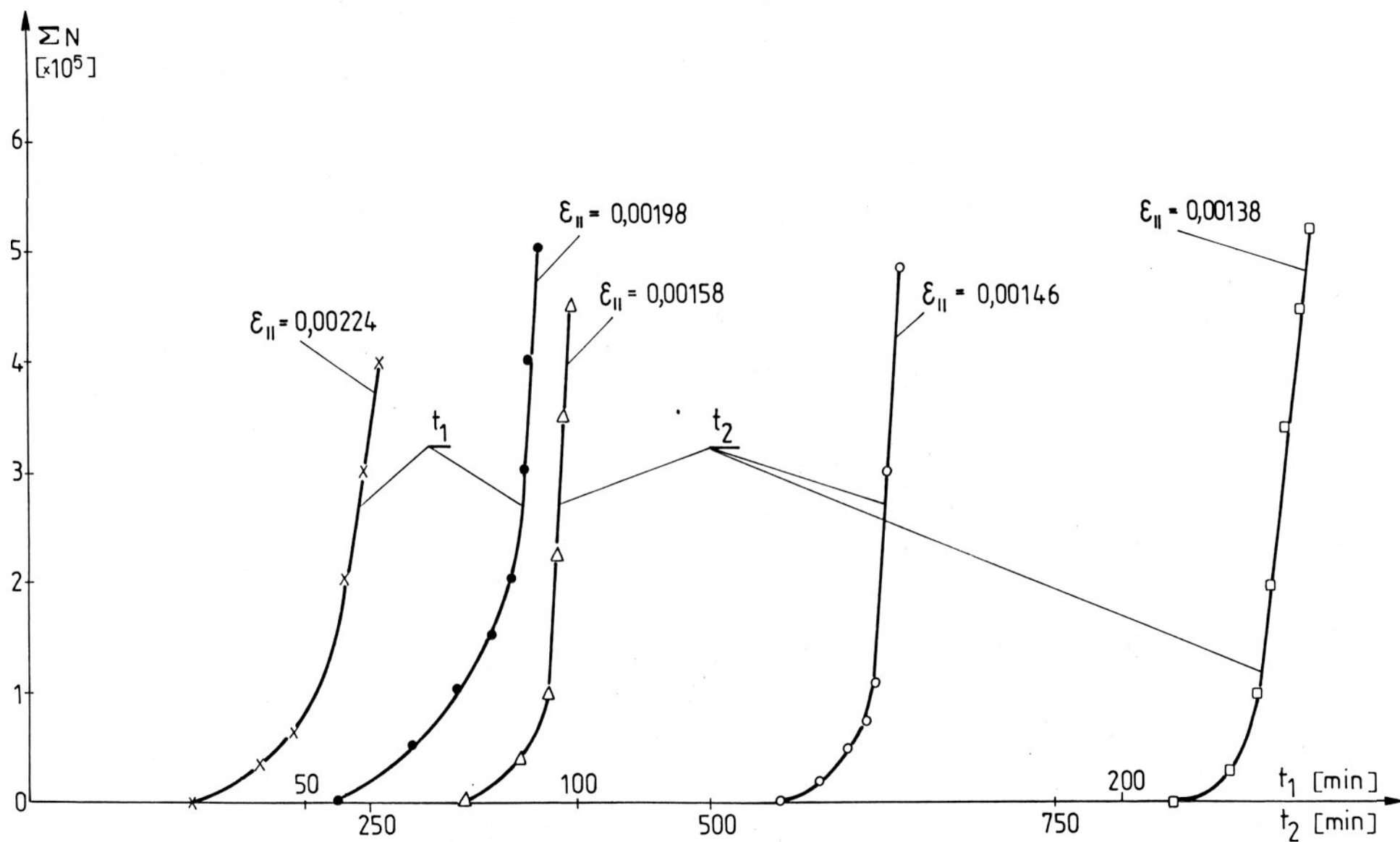
T a b e l a 6

Wyniki obliczeń stałych A i B z równania (17)
dla MIII

L.p.	σ_H [MPa]	Stałe dla pierwszej prostej			Stałe dla drugiej prostej		
		$A_{III/1}$	$B_{III/1}$	$R_{III/1}$	$A_{III/2}$	$B_{III/2}$	$R_{III/2}$
1	175	6,319	-4,167	0,995	60,159	-110,72	0,980
2	160	6,283	-6,559	0,998	54,250	-120,38	0,973
3	150	5,774	-6,913	0,966	59,350	-135,23	0,995
4	140	5,322	-7,460	0,991	70,075	-175,33	0,991
5	130	5,735	-9,435	0,982	55,824	-145,33	0,981
6	124	5,528	-9,0	0,988	89,310	-246,25	0,990
7	116	5,613	-9,490	0,981	73,087	-214,67	0,992

8.3. Rozciągana wiązka włókien szklanych

Wyniki pomiarów aktywności akustycznej wiązki włókien szklanych pod wpływem jednoczesnego działania siły rozciągającej i środowiska korozyjnego (1 normalny HCl) przedstawiono na rys. 33 (tab. VI w aneksie). Dowodzą one, że zjawisko emisji akustycznej związane z procesem pęknięcia włókien szklanych nie rozpoczyna się w chwili ich obciążenia, lecz po pewnym okresie. Przebieg krzy-



Rys. 33. Aktywność akustyczna rozciąganej wiązki włókien szklanych obciążonych w 1 normalnym kwasie solnym.

wych uzyskanych po aproksymacji wyników pomiarów w pewnym sensie odzwierciedla rozkład naprężeń w poszczególnych włóknach szklanych obciążonego pasma rovingu.

Problem niejednorodnego rozkładu naprężenia w pasmie włókien szklanych, obciążonego stałą siłą rozciągającą, dostrzeżono już znacznie wcześniej [33, 34, 40]. Przyjmuje się, że wytrzymałość wiązki włókien szklanych nie przekracza 80% wytrzymałości pojedynczego włókna. W niektórych pracach podaje się jeszcze mniejsze wartości, tzn. 60% [33]. To zmniejszenie wytrzymałości pasma wielu włókien elementarnych należy tłumaczyć tym, że naprężenie, wywołane przez siłę rozciągającą, rozkłada się najpierw równomiernie na wszystkie włókna. W wiązce zawsze znajdują się włókna o różnym stopniu uszkodzenia i nie zawsze o idealnie jednakowej średnicy. Powoduje to, że w chwili, gdy naprężenie osiągnie wartość zrywającą dla najsłabszych włókien, ulegają one pęknięciu. Naprężenie rozciągające rozkłada się wówczas na nie pęknięte włókna. Jego wartość zwiększa się na skutek zmniejszenia ilości włókien w pasmie. Pękają następne włókna, co pociąga za sobą kolejny wzrost naprężenia w nie pękniętych włóknach pasma i wreszcie pęka całe pasmo.

9. DEKOHEZJA KOMPOZYTU W ŚRODOWISKU KOROZYJNYM

9.1. Analiza wyników badań

Uzyskane w trakcie badań laboratoryjnych wyniki jednoznacznie potwierdzają, że środowisko korozyjne wyraźnie wpływa na czas życia obciążonego laminatu - znacznie go skracając. Z drugiej strony wyniki te określają mechanizm tego procesu. Zjawisko korozji naprężeniowej w kompozytach można zdefiniować jako jednoczesny wpływ naprężeń i środowiska na czas ich życia.

Wyliczone wartości współczynników A z równania (17) (tab. 5 i 6) różnią się między sobą nieznacznie. O ilości i jakości zachodzących w kompozycie przemian świadczą nachylenia prostych (współczynnik A) obrazujące aktywność akustyczną kompozytu. Na podstawie równoległości tych prostych można stwierdzić, że w początkowym okresie środowisko korozyjne nie wpływa na liczbę i jakość zachodzących w kompozycie procesów. Aby jednoznacznie po-

twierdzić prawdziwość tej tezy, porównano te współczynniki wykorzystując test Snedecora. Tok obliczeń przedstawiono w tab. VII i VIII Aneksu. Obliczeń dokonano przyjmując oznaczenia: $Y=EN$, $X=\log t$, pozostałych oznaczeń użyto zgodnie z [67, 72]. Stosunek średniego kwadratu pomiędzy nachyleniami i średniego kwadratu błędu, zgodnie z metodą Snedecora, jest miarą prawdziwości założonej tezy, a zatem porównano go z wartością odczytaną z tablic [67 s. 162-165]. Wyliczone wartości F wynoszą odpowiednio:

$$\text{ - dla MII } F = \frac{0,01807}{0,00856} = 2,11;$$

$$\text{ - dla MIII } F = \frac{0,1371}{0,0649} = 2,112.$$

Wartości F^* odczytane z tablic wynoszą natomiast

- dla MII na poziomie istotności $\alpha=0,05$ przy 8 i 37 stopniach swobody $F^*=2,20$;

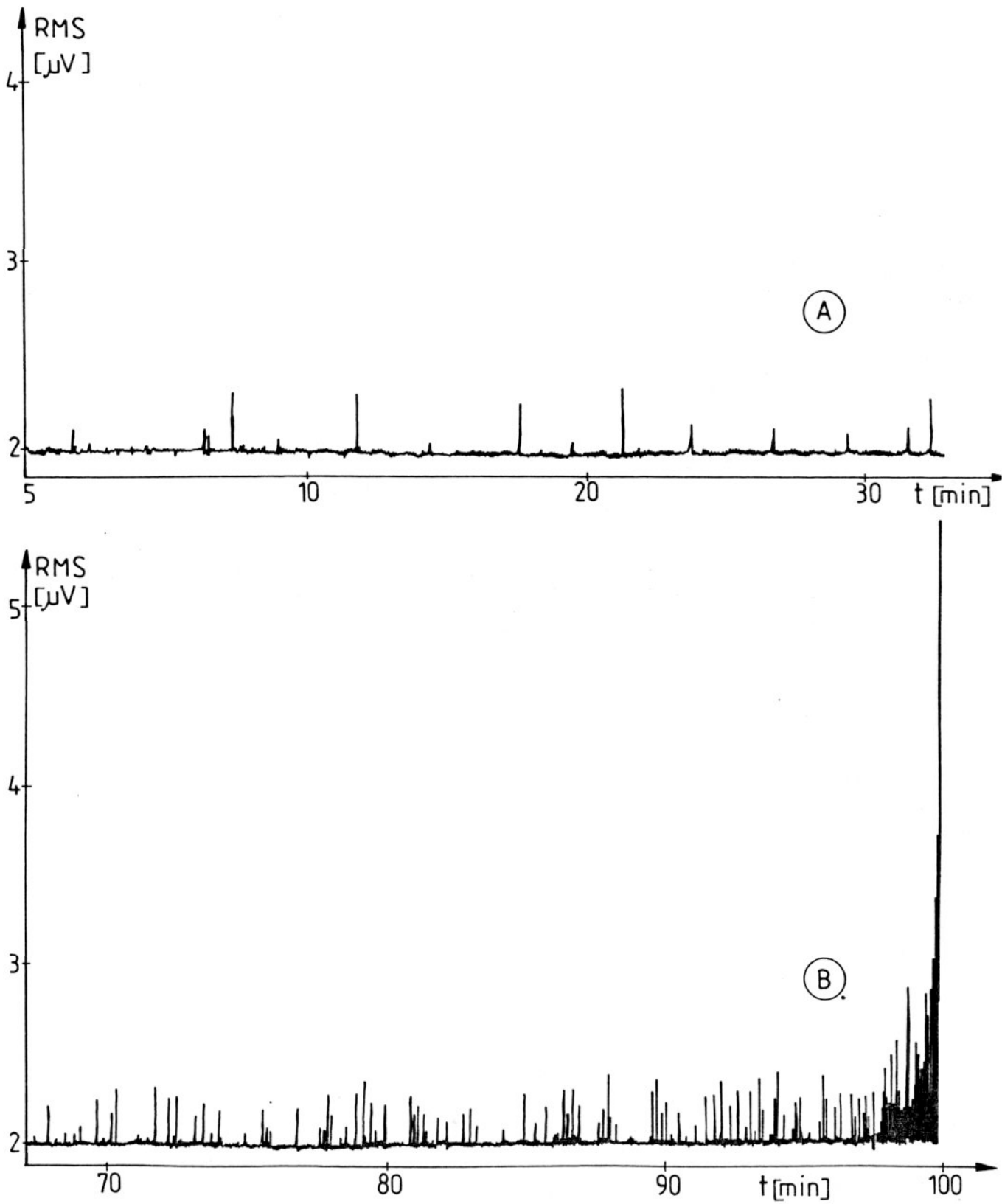
- dla MIII na poziomie istotności $\alpha=0,05$ przy 7 i 46 stopniach swobody $F^*=2,22$.

Wobec tego zachodzi następujący warunek:

$$F_{obl} < F^*_{tabl}. \quad (18)$$

Można zatem stwierdzić, że proste aproksymujące "pierwszą część" wyników badań aktywności akustycznej kompozytu są do siebie równoległe. I tak, mamy 95% szans na niepopelnienie błędu, twierdząc, że proste aproksymujące wyniki pomiarów sumy impulsów emisji akustycznej w czasie ($\log t$) są do siebie równoległe. Przeprowadzona analiza statystyczna dowodzi, że niezależnie od zastosowanego środowiska emisja akustyczna ma w początkowym okresie ten sam charakter. Można więc stwierdzić, że w okresie tym trudno doszukać się destrukcyjnego wpływu środowiska na żywotność badanego materiału. Z drugiej zaś strony brak różnic w emisji akustycznej pomiędzy próbkami z kwasem i olejem upoważnia do stwierdzenia, że o procesach zachodzących w materiale decyduje tylko sposób jego obciążenia, wywołujący określony stan naprężenia. Rejestrowana w tym okresie emisja akustyczna jest zatem związana z procesem powstawania pęknięć w żywicy lub pęknięć na granicy międzyfazowej włókno-żywica.

Po upływie określonego czasu od początku próby, zależnego przede wszystkim od wielkości obciążeń, pojawiają się znaczne różnice między aktywnością akustyczną próbek z kwasem a próbek z wodą lub olejem. Gwałtowny wzrost liczby impulsów i wyraźna zmiana



Rys. 34. Zmiana charakteru rms dla próbki ściskanej promieniowo
 $\Delta D/D=0,15$ ($\epsilon_{II}=1,94 \times 10^{-2}$)

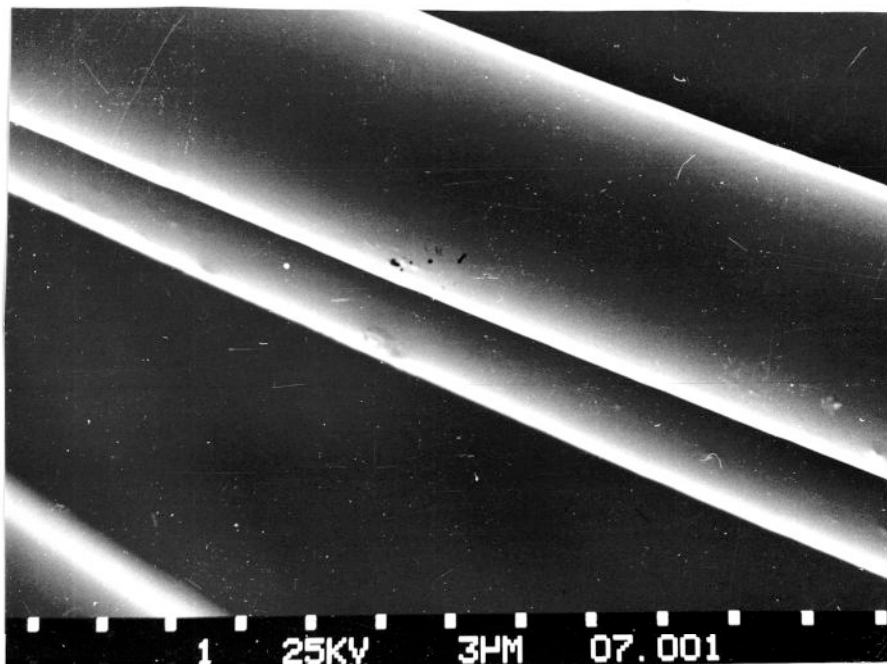
charakteru rms (na rys. 34 przedstawiono fragmenty zarejestrowanego przebiegu krzywej rms dla próbki ściskanej promieniowo $\Delta D/D=0,15$) sugeruje, że w materiale rury zaczynają dominować zupełnie inne procesy, którym towarzyszy wyzwalamie znacznie większej ilości energii. Ponieważ zjawisko to nie wystąpiło w przypadku badania rur wypełnionych olejem lub wodą destylowaną, można więc je powiązać z wpływem na kompozyt środowiska. Z drugiej zaś strony, jak wskazują dane z literatury [10, 23, 37], wyzwalamie tak dużej energii w procesie destrukcji kompozytu jest związane ze zjawiskiem pęknięcia włókien.

Dodatkowe badania "czystej" wiązki włókien szklanych przy jednoosiowym stanie naprężenia (rozciąganie) w 1 normalnym HCl dowodzą, że na proces pęknięcia włókien mają wpływ dwa czynniki: środowisko korozyjne oraz poziom naprężeń. Przyjmując bowiem, że - po pierwsze - wytrzymałość pojedynczego włókna szklanego wynosi około $\sigma_{Rw}=3000$ MPa i - po drugie - wytrzymałość pasma rovingu wykonanego z tych włókien stanowi tylko 50% wytrzymałości pojedynczego włókna, tj. $\sigma_{Rp}=1500$ MPa, złom próbek wykonanych z tego pasma, obciążonych w środowisku korozyjnym, otrzymano przy naprężeniach co najmniej dziesięciokrotnie mniejszych od wytrzymałości rovingu. Poziom obciążeń natomiast decydował o czasie potrzebnym do otrzymania złomu próbek. Proces destrukcji włókien szklanych zachodzący w kwasie solnym można opisać równaniem chemicznym [7, 43, 60, 61]

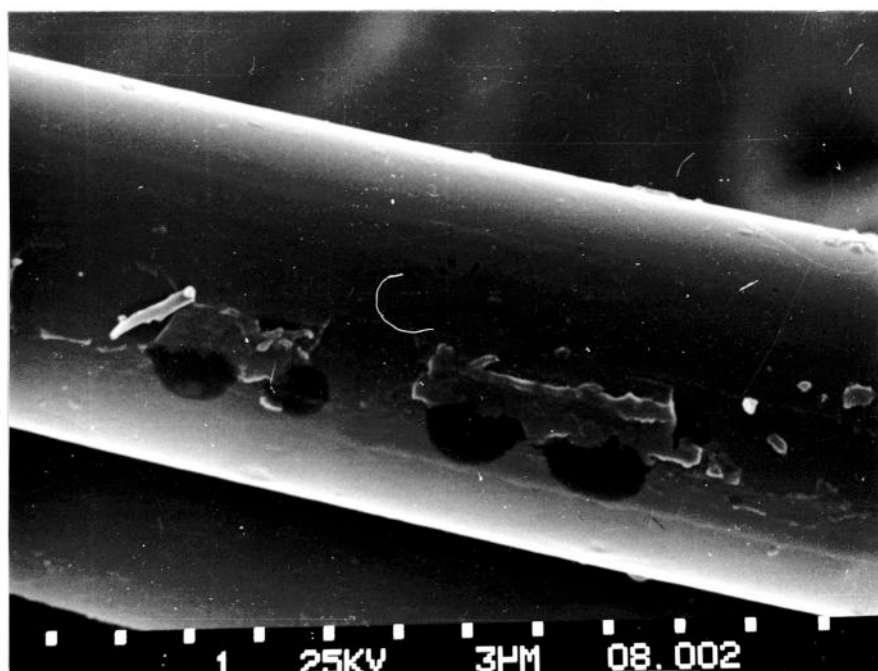


Reakcja ta (19) jest ułatwiona we włóknach obciążonych, natomiast praktycznie nie zachodzi we włóknach nie obciążonych [60]. Reakcję tę można wywołać dla włókien nie obciążonych stosując odpowiednio wysoką temperaturę (rzędu 400 °C) [56]. Oddziaływanie chemiczne kwasu na włókna powoduje wypłukiwanie z nich jonów metalu, a tym samym pogarsza jakość ich powierzchni. Na przykład na rys. 35 przedstawiono powierzchnię włókna szklanego przed zanurzeniem w 1 normalnym HCl, a na rys. 36 powierzchnię włókien, które znajdowały się w kwasie przez około 90 min i obciążone były naprężeniem rozciągającym $\sigma_w=170$ MPa.

Powstałe na powierzchni włókna wżery w wyniku następującej w tych miejscach koncentracji naprężeń powodują przy zdecydowanie mniejszych obciążeniach pęknięcie włókien. W pracach [30, 35, 56]



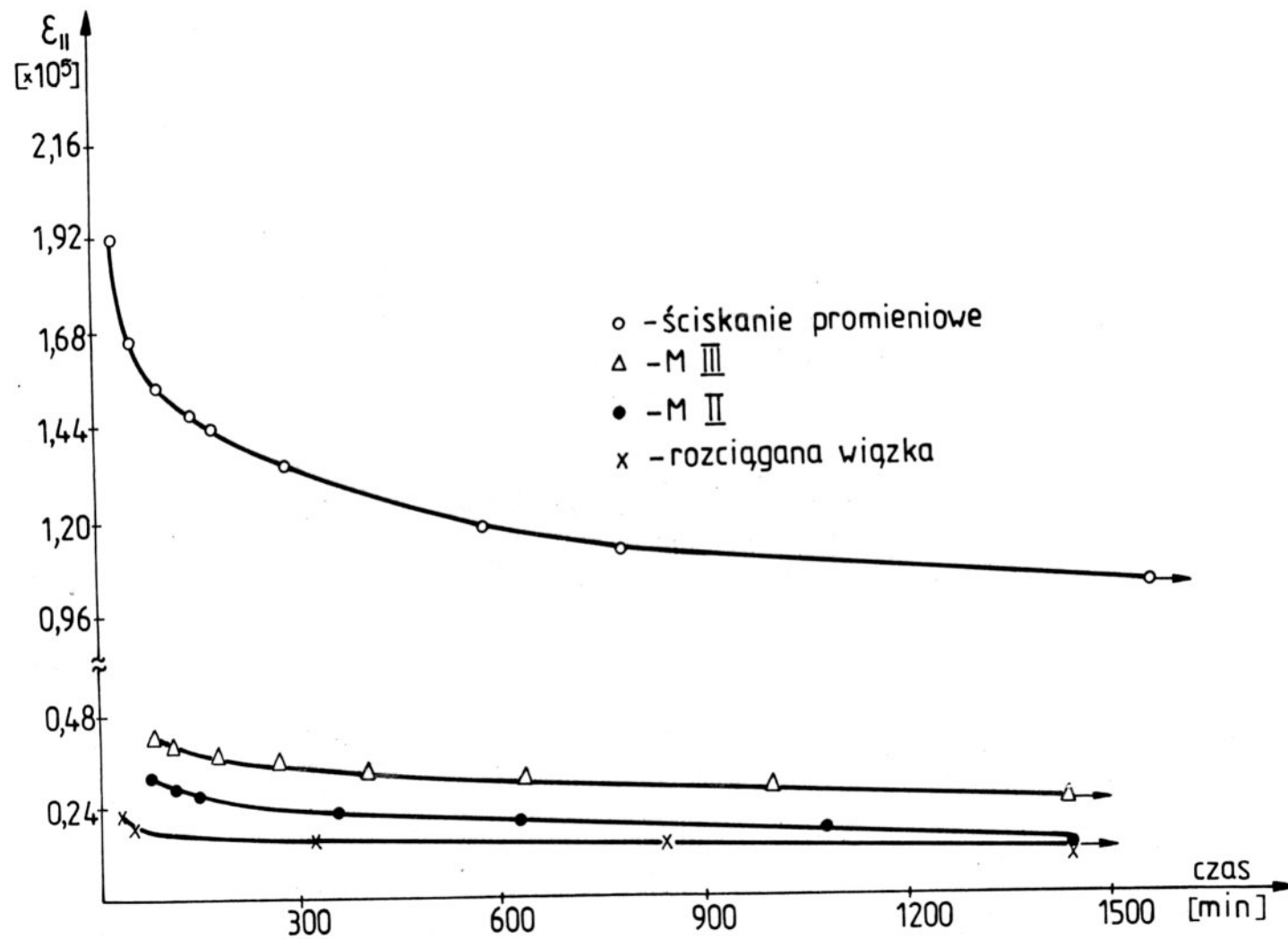
Rys. 35. Powierzchnia włókna szklanego przed zanurzeniem w 1 normalnym HCl (pow. 3000x, mikroskop skaningowy)



Rys. 36. Powierzchnia włókna szklanego po obciążeniu $\sigma_w = 170$ MPa i zanurzeniu w 1 normalnym HCl (pow. 3000x, mikroskop skaningowy)

stwierdzono, że podobnego typu skutek oddziaływania korozyjnego na włókna szklane wywołuje kwas siarkowy (H_2SO_4).

Jeśli uświadomimy sobie, że na zajście każdej reakcji chemicznej jest potrzebny pewien czas, to fakt, że efekty chemicznego oddziaływania kwasu na włókna (tj. pękanie włókien) nie pojawiają się zaraz po ich zanurzeniu w środowisku korozyjnym, lecz po pewnym okresie, staje się zrozumiały.



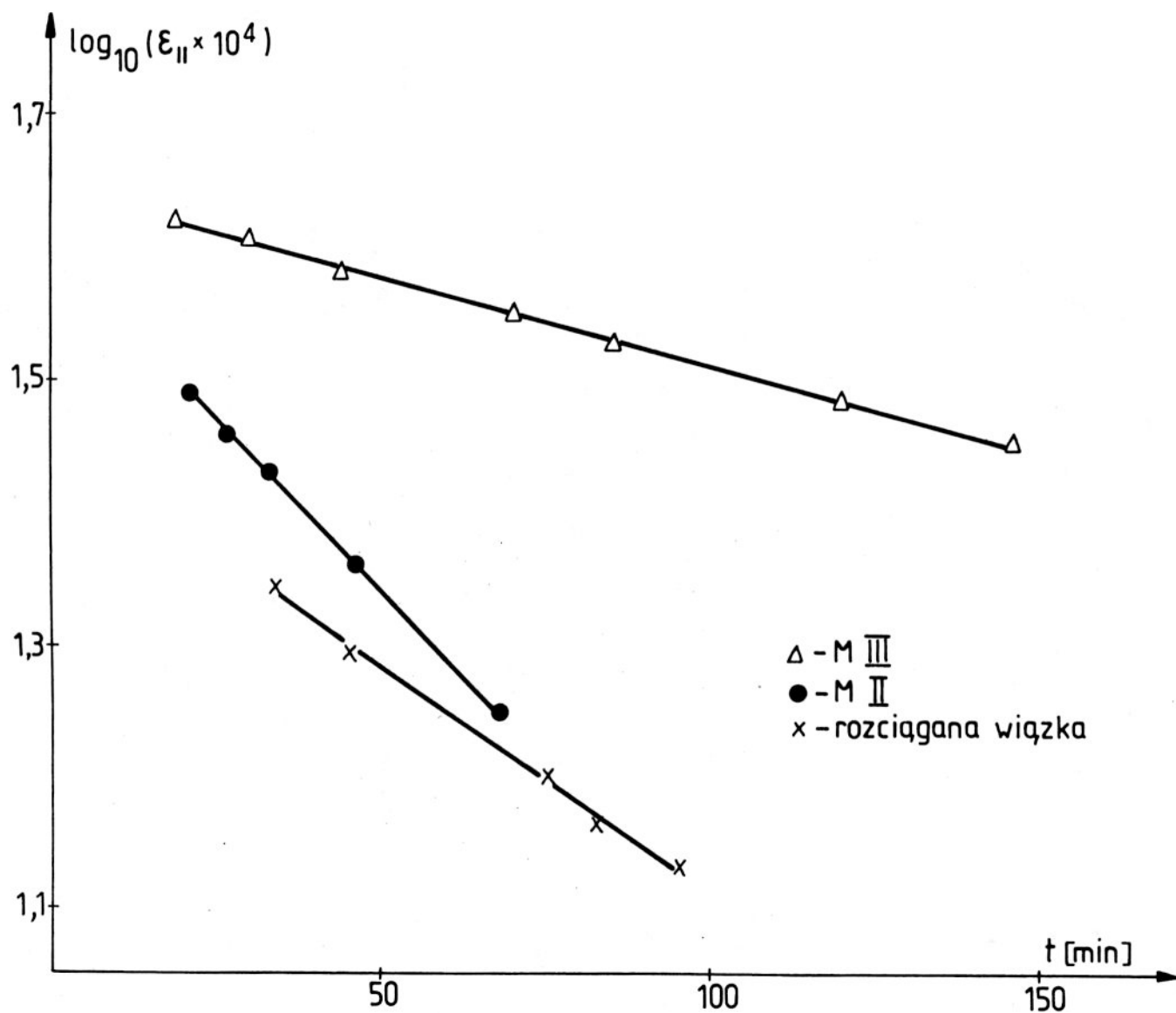
Rys. 37. Czas do chwili wystąpienia pęknięcia korozyjnego dla różnych sposobów obciążenia

Na rysunku 37 przedstawiono zależność czasu potrzebnego do wystąpienia efektu pęknięcia korozyjnego w funkcji odkształceń. Wybór parametru odkształcenia wynika z chęci porównania między sobą wszystkich przeprowadzonych badań. Dla prób promieniowego ściskania parametr odkształcenia jest bardziej rzeczywistym odzwierciedleniem wytwężenia materiału niż parametr naprężenia. Za czas do początku pęknięcia korozyjnego przyjęto:

- dla MII i MIII chwilę wyznaczoną przez punkt przecięcia się prostych aproksymujących wyniki pomiaru sumy AE (równania tych prostych (17) przedstawiono w tabeli 5, 6),
- dla rozciąganej wiązki włókien szklanych chwilę pojawienia się wyraźnych sygnałów emisji akustycznej (rys. 33),
- dla ściskania promieniowego chwilę zmiany charakteru krzywej obrazującej przebieg rms (rys. 34).

Przedstawione na rysunku 37 krzywe dowodzą, że proces korozyjny zachodzi najszybciej dla wiązki włókien szklanych i przy najmniejszych obciążeniach. Z drugiej strony wielkość obciążenia wpływa też na czas trwania procesu pęknięcia korozyjnego, który jest widoczny na rys. 38. Czas ten jest też najkrótszy dla rozciąganej wiązki włókien szklanych. Różnica występująca pomiędzy czasem trwania pęknięcia korozyjnego dla MII i MIII wynika natomiast z faktu, że dla MII ostateczne pęknięcie (wywołujące wyciek kwasu) jest zawsze równoległe do kierunku zbrojenia (patrz rys. 47), a więc korozyjnie pękają maksymalnie dwie warstwy kompozytu. W przypadku MIII pęknięcie jest zawsze równoległe do osi próbki (tzn. przebiega pod kątem $\gamma = \phi/2 = 27^\circ 22'$, patrz rys. 48), a więc korozyjnie pękają wszystkie warstwy zbrojenia. Z badań rur z przerywanym obciążeniem oraz z obciążeniem bardzo małym (dla MII - $\sigma_H = 40$ MPa i MIII - $\sigma_H = 100$ MPa) wynika, że o procesie destrukcji kompozytu w środowisku korozyjnym decydują nie tylko naprężenia równoległe do włókien ($\sigma_{||}$). Brak bowiem w tym przypadku zjawiska korozji kompozytu jest spowodowany brakiem możliwości chemicznego oddziaływania kwasu na włókna. Przy tym poziomie obciążenia żywica zapewnia osłonę włókien, a tym samym uniemożliwia zajście reakcji chemicznej (18).

Określony na podstawie zależności (5)-(7) stan naprężenia dla MII przy obciążeniu $\sigma_H = 40$ MPa wynosi $\sigma_{\perp} = 12,8$ MPa i $\tau_{\#} = 4,4$ MPa, a dla MIII przy obciążeniu $\sigma_H = 100$ MPa odpowiednio $\sigma_{\perp} = 2$ MPa i $\tau_{\#} = 35$ MPa. Nie ma także różnicy w rejestrowanej emisji akustycznej po obciążeniu tych próbek ciśnieniem iden-



Rys. 38. Czas pęknięcia korozyjnego dla różnych sposobów obciążenia

tycznym jak próbki "surowe", tj. dla MII - $\sigma_H=109$ MPa (rys. 27), a dla MIII - $\sigma_H=175$ MPa (rys. 29).

Otrzymane wyniki wskazują, że naprężenia równoległe do włókien ($\sigma_{||}$), powodujące pękanie korozyjne włókien w próbkach obciążonych wg MIII są znacznie większe od naprężeń, jakie występują w próbkach obciążonych wg MII (rys. 37). Powinno to oznaczać, że pękanie korozyjne kompozytów zachodzi najszybciej w próbkach obciążonych wg MIII. Wyniki pomiaru czasu do początku pęknięcia korozyjnego kompozytu, zobrazowane na rys. 37, dowodzą, że jest odwrotnie, a czas do początku pęknięcia korozyjnego dla MII jest znacznie krótszy niż dla MIII i pękanie korozyjne dla MIII rozpoczyna się przy naprężeniach dużo większych od naprężeń dla MII. Okazało się więc, że nie tylko naprężenia równoległe do włókien ($\sigma_{||}$) decydują o początku korozji naprężeniowej.

Można założyć, że ponieważ wszystkie badania przeprowadzono w tym samym środowisku korozyjnym, to nie ma ono wpływu na początek korozji kompozytu. Wobec tego, wydaje się, że istotnym czynnikiem wpływającym na początek korozji naprężeniowej w kompozytach są wartość i wzajemna relacja pomiędzy pozostałymi składowymi stanu naprężenia w kompozycie, tj. naprężeniami rozciągającymi prostopadłymi do włókien ($\sigma_{\perp}$) i naprężeniami stycznymi na powierzchni rozdziału włókno-żywica ($\tau_{\#}$). Z analizy tych składowych wynika, że dla próbek obciążonych wg MII naprężenia prostopadłe do włókien ($\sigma_{\perp}$) są trzykrotnie większe od naprężeń stycznych ($\tau_{\#}$), natomiast dla MIII relacja ta jest następująca: naprężenia styczne ($\tau_{\#}$) są siedemnastokrotnie większe od naprężeń prostopadłych ($\sigma_{\perp}$). W rozdziale 6 stwierdzono, że od wielkości tych naprężeń i wzajemnej relacji między nimi zależy rodzaj powstających pęknięć osnowy w kompozycie w początkowym okresie obciążenia. I tak, duże naprężenia prostopadłe do włókien i małe naprężenia styczne powodują powstanie kohezyjnych pęknięć żywicy, natomiast duże naprężenia styczne i małe naprężenia prostopadłe są przyczyną adhezyjnych pęknięć na granicy międzyfazowej włókno-żywica.

Można zatem stwierdzić, że na przebieg procesu korozji naprężeniowej, a zwłaszcza na jej inicjację, ma wpływ rodzaj mikro-pęknięć powstających w procesie obciążania kompozytu w środowisku korozyjnym. Jeśli bowiem powstającymi pęknięciami są kohezyjne pęknięcia żywicy, to proces korozji jest znacznie ułatwiony, ponieważ na skutek tych pęknięć następuje bezpośredni kontakt środowiska z włóknami szklanymi. Jeśli natomiast powstającymi pęk-

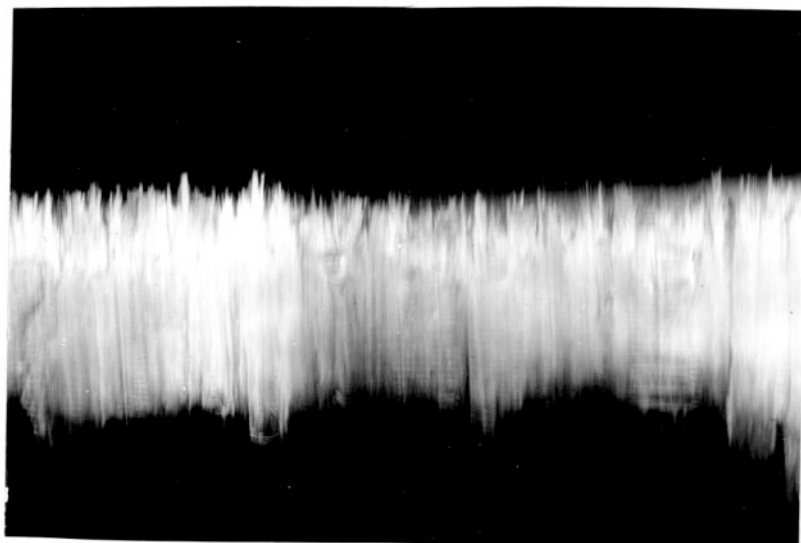
nięciami są adhezyjne pęknięcia na powierzchni międzyfazowej włókno-żywica, to proces korozji kompozytów zachodzi znacznie wolniej i przy wysokich wartościach obciążenia (naprężeniach). Duża wartość naprężeń jest konieczna, żeby adhezyjne pęknięcia na granicy włókno-żywica mogły się rozwinąć, w wyniku czego powstają w kompozycie obszary, w których żywica ulega całkowitemu oderwaniu od włókien, a tym samym zostaje umożliwiony bezpośredni kontakt kwasu z włóknami.

Reasumując należy podkreślić, że naprężenia równoległe do włókien ($\sigma_{\parallel}$) są konieczne do wywołania w kompozycie korozji naprężeniowej. Proces ten jest inicjowany przez naprężenia rozciągające prostopadłe do włókien ($\sigma_{\perp}$) i małe naprężenia styczne na powierzchni międzyfazowej włókno-żywica ($\tau_{\#}$) lub duże naprężenia styczne ($\tau_{\#}$) i małe naprężenia prostopadłe ($\sigma_{\perp}$). Proces dyfuzji kwasu przez nie pękniętą żywicę jest możliwy, nie odgrywa on jednak w pękaniu korozyjnym kompozytów istotnej roli.

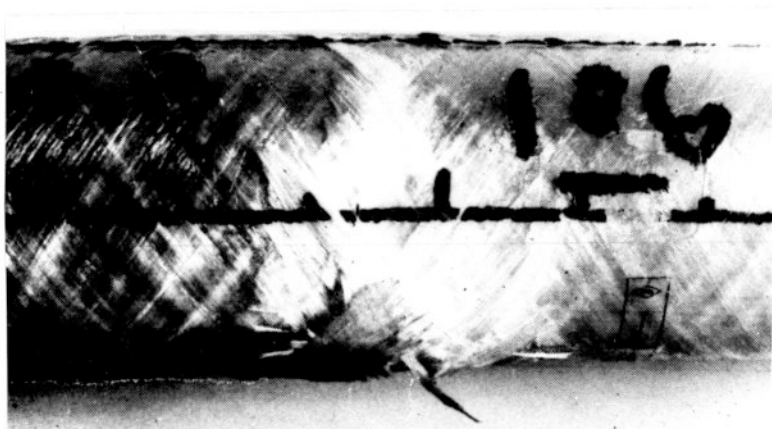
9.2. Mikroskopowa analiza dekohezji kompozytu

9.2.1. Dekohezja kompozytu w środowisku obojętnym

Pęknięcia próbek uzyskane w środowisku obojętnym przedstawiono na rys. 39-42. Charakteryzują się one tym, że są bardzo nierówne. Do powierzchni pęknięcia przylega silnie zbielona strefa kompozytu. Występują też grube pęknięcia przebiegające wzdłuż włókien

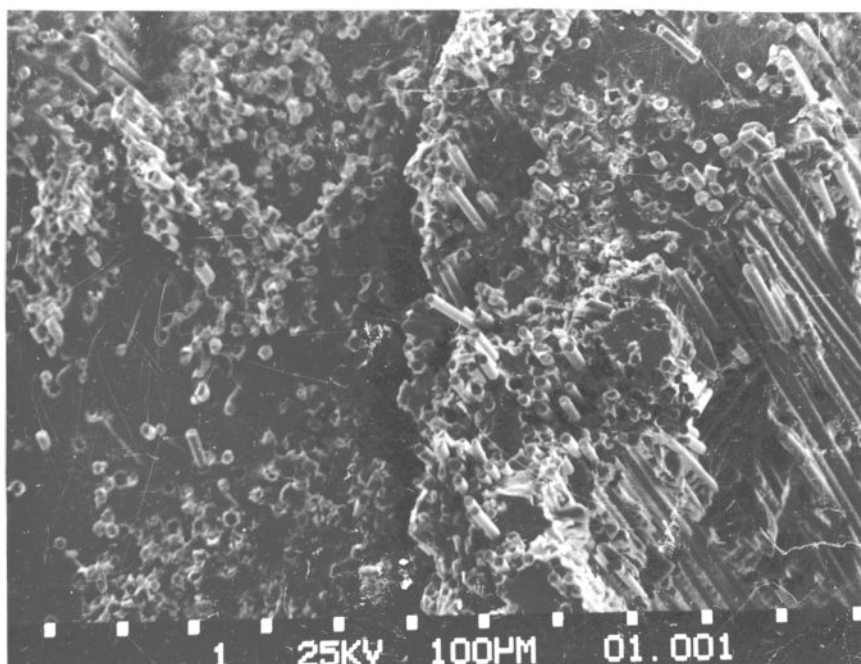


Rys. 39. Pęknięcie rury (89°) ściskanej promieniowo w powietrzu



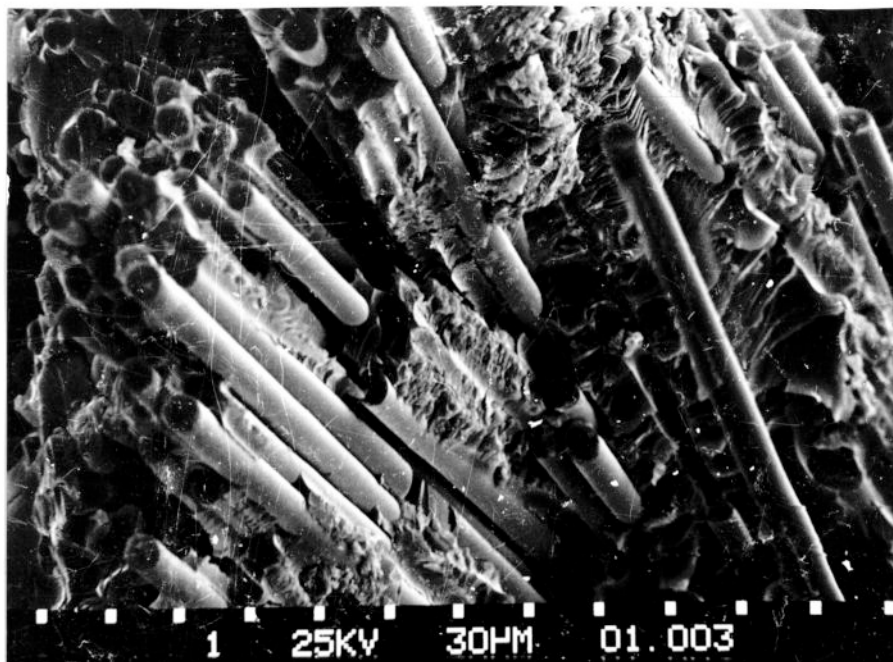
Rys.42. Pęknięcie rury ($54^{\circ}44'$) obciążonej wg MIII w oleju [64] w Laboratorium Mikroskopii Elektronowej Politechniki Wrocławskiej.

Na rysunku 43 przedstawiono mikroskopowy obraz fragmentu pęknięcia z rys. 39. Przełom ten charakteryzuje się dużą nierównością zarówno w kierunku szerokości, jak i długości ścianki rury. Poprzerywane pasma rovingu wystają znacznie nad obszarami pęknięć czystej żywicy. Przebiegające zaczerwienione grube linie wskazują na

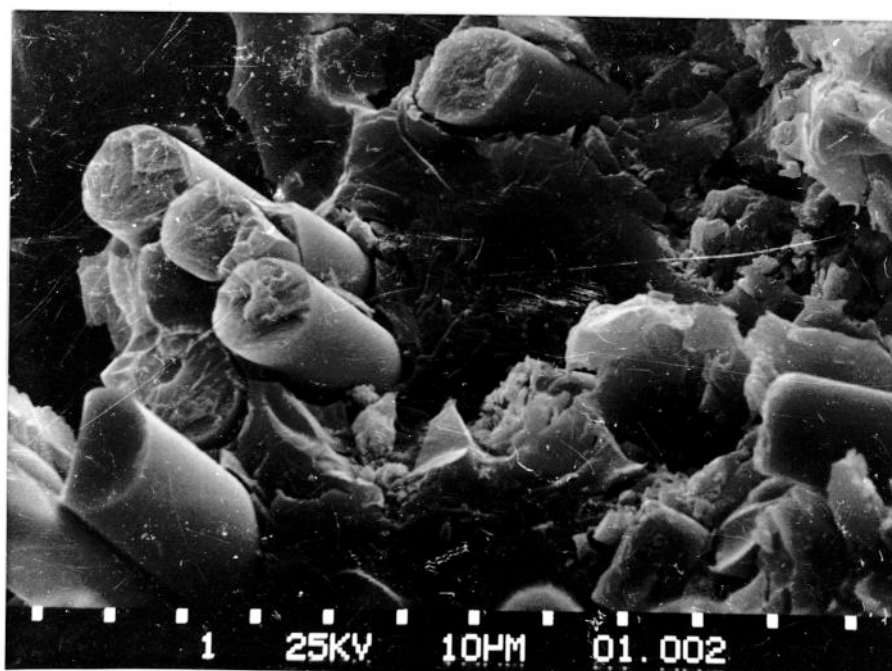


Rys. 43. Powiększony fragment przełomu z rys. 39 (pow. 100x, mikroskop skaningowy)

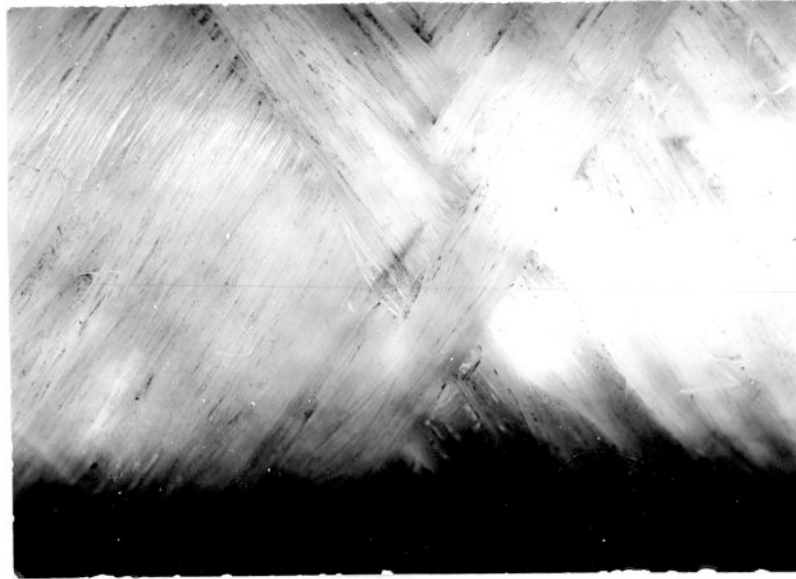
powierzchnie delaminacji kompozytu (rys. 44). Na powierzchni przełomu występują też obszary, w których znaczna liczba przełomów włókien jest prawie na tym samym poziomie, co przełom żywicy (rys. 44). Jest to charakterystyczne dla przełomów rozciąganego kompozytu jednokierunkowego o średniej - według klasyfikacji poda-



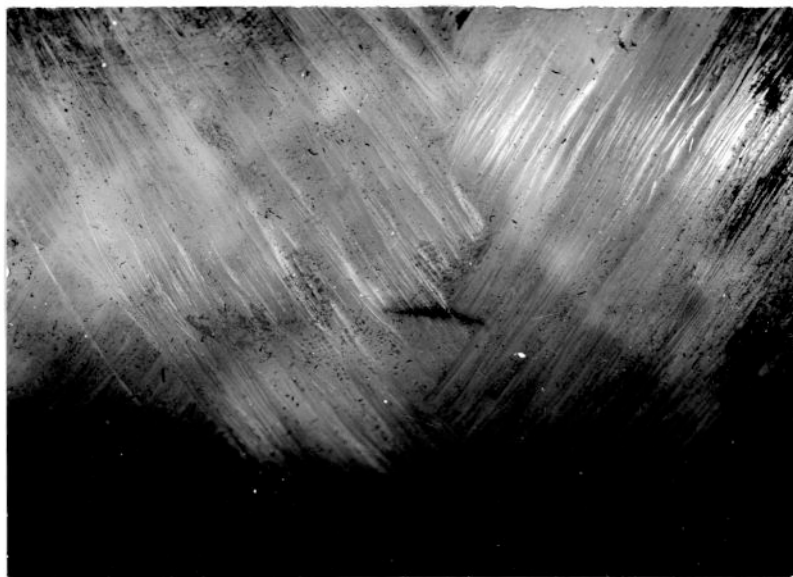
Rys. 44. Powiększony fragment przełomu z rys. 43 (pow. 300x, mikroskop skaningowy)



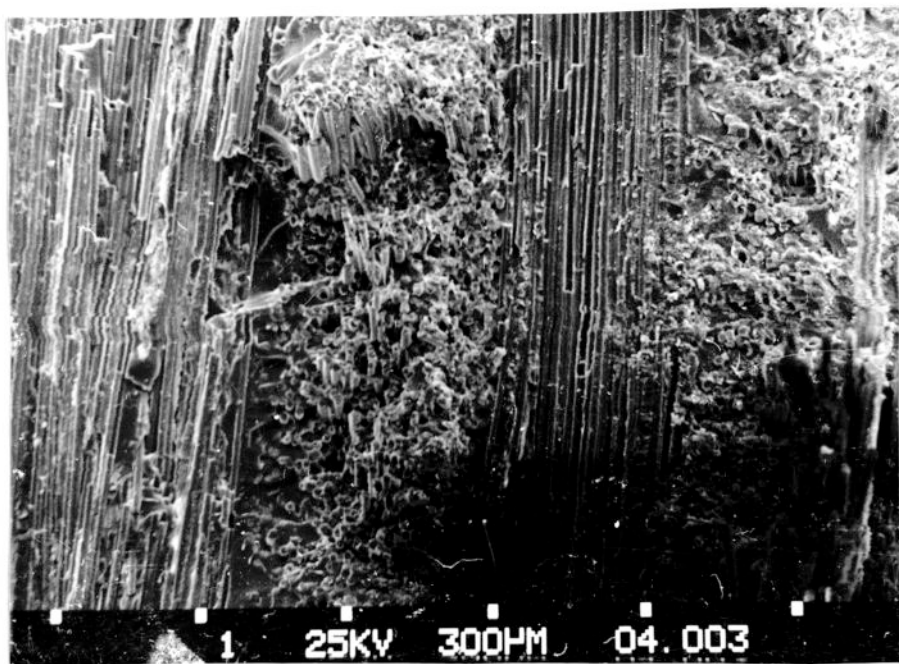
Rys. 45. Przełom czystej żywicy (powiększony fragment z rys. 43, pow. 1000x, mikroskop skaningowy)



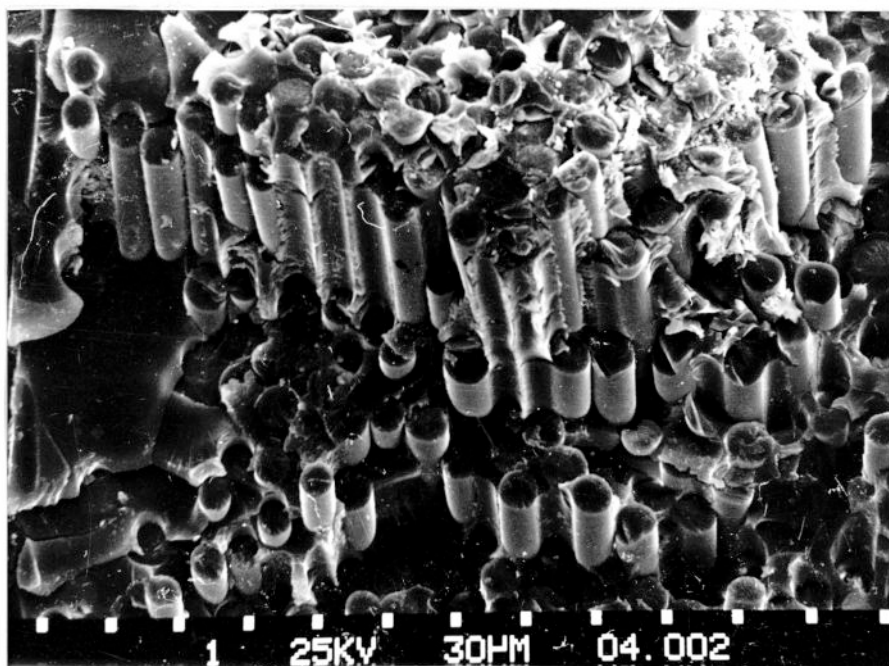
Rys. 47. Pęknięcie próbki ($54^{\circ}44'$) obciążonej wg MII, $\sigma_H=109$ MPa



Rys. 48. Pęknięcie próbki ($54^{\circ}44'$) obciążonej wg MIII, $\sigma_H=140$ MPa
go z kierunków zbrojenia, przełom natomiast z rys. 48 przebiega
wzdłuż głównej osi próbki. Powstaniu obu tych przełomów nie towa-
rzyszył proces delaminacji kompozytu, o czym świadczy zupełny
brak strefy zbielenia wokół otrzymanych pęknięć. Obserwacja mikro-
skopowa przełomu z rys. 47, przedstawiona na rys. 49 dowodzi, że
przy powiększeniu powierzchnia przełomu jest płaska. Powstające
pęknięcie kompozytu propagowało przez wszystkie warstwy kompozytu
nie zmieniając wysokości. Na rysunku 50, obrazującym fragment



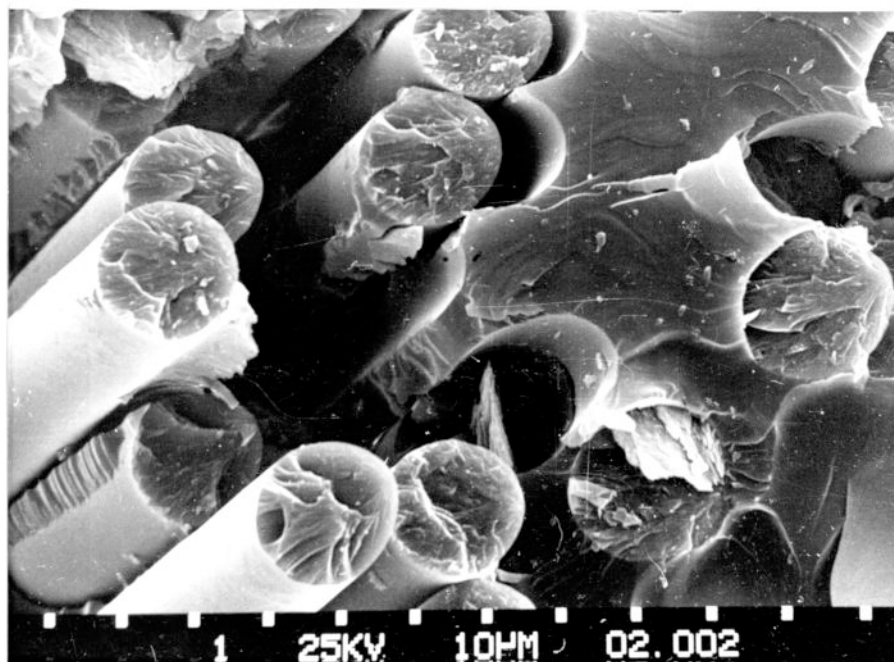
Rys. 49. Powiększony fragment przełomu z rys. 47 (pow. 60x, mikroskop skaningowy)



Rys. 50. Powiększony fragment przełomu z rys. 49 (pow. 300x, mikroskop skaningowy)

przełomu z rys. 49, są widoczne dwie strefy różniące się między sobą jakością powierzchni. Jedna strefa bardzo płaska jest związana z pękaniem korozyjnym kompozytu, druga natomiast ze śladami żywicy oderwanej od włókien jest związana z pękaniem kompozytu w środowisku obojętnym.

Na rysunku 51 przedstawiono jeszcze jedną cechą charakterystyczną dla przełomów wywołanych przez korozję kompozytów, a mianowicie dwie strefy powierzchni przełomu włókien szklanych. Jedna, zupełnie płaska, jest związana z procesem korozji włókien szklanych, a druga - o nieregularnej powierzchni z zaznaczonymi liniami rozrywania - z pękaniem osłabionych przez korozję włókien szklanych.



Rys. 51. Fragment przełomu z rys. 50 (pow. 1000x, mikroskop skaningowy)

Przebieg zniszczenia kompozytu w środowisku korozyjnym ma charakter katastrofy. Przełom rury pojawia się nagle i niespodziewanie. Nie towarzyszą mu zjawiska takie, jak: słyszalne trzaski, bielenie powierzchni kompozytu, rosenie, które występują w trakcie powstawania przełomu rury w środowisku obojętnym.

9.3. Analiza czasu życia kompozytu

Żywotność rur w środowisku korozyjnym można ocenić na podstawie badań laboratoryjnych. Jest to sposób kłopotliwy, gdyż każdorazowo należy przeprowadzić próby przy poziomie obciążenia zgodnym z przewidywanym obciążeniem eksploatacyjnym. Przy odpowiednio niskim obciążeniu może zaistnieć konieczność prowadzenia eksperymentu przez jakiś czas. Zachodzi zatem potrzeba stworzenia me-

tody, która umożliwiałaby szacowanie czasu życia obciążonego kompozytu w środowisku korozyjnym na podstawie krótkoczasowych badań laboratoryjnych. Jak się wydaje, taką metodą może być metoda oparta na wykresach energii aktywacji. Wykresy takie sporządzono na podstawie wyników badań rur w środowisku korozyjnym. Metoda ta umożliwiła również ściślejsze określenie wpływu naprężeń we włóknach ($\sigma_{||}$) na czas życia kompozytu (czas do chwili inicjacji pęknięcia korozyjnego włókien). Zagadnienie to rozwiązano wykorzystując równanie typu formuły Eyringa (20) (określane też w literaturze jako równanie Żurkowa [32, 39, 68, 71]):

$$t = \tau_0 \exp \frac{U_0 - \gamma \sigma_{||}}{RT}, \quad (20)$$

w którym:

t - czas życia kompozytu,

τ_0 - stała, dla większości tworzyw wielkocząsteczkowych, przyjmuje ona prawie stałą wartość $\tau_0 = 10^{-12}$ s, a więc jest zbliżona do okresu drgań własnych atomów,

R - stała gazowa ($R=8,314$ J/K·mol),

T - temperatura,

$\sigma_{||}$ - naprężenie rozciągające,

γ - współczynnik strukturalny,

U_0 - bariera energetyczna odpowiadająca energii aktywacji procesu destrukcji,

Jeśli przyjmiemy, że

$$U = U_0 - \gamma \sigma_{||} \quad (21)$$

i podstawimy do równania (20), otrzymujemy

$$t = \tau_0 \exp \frac{U}{RT} \quad (22)$$

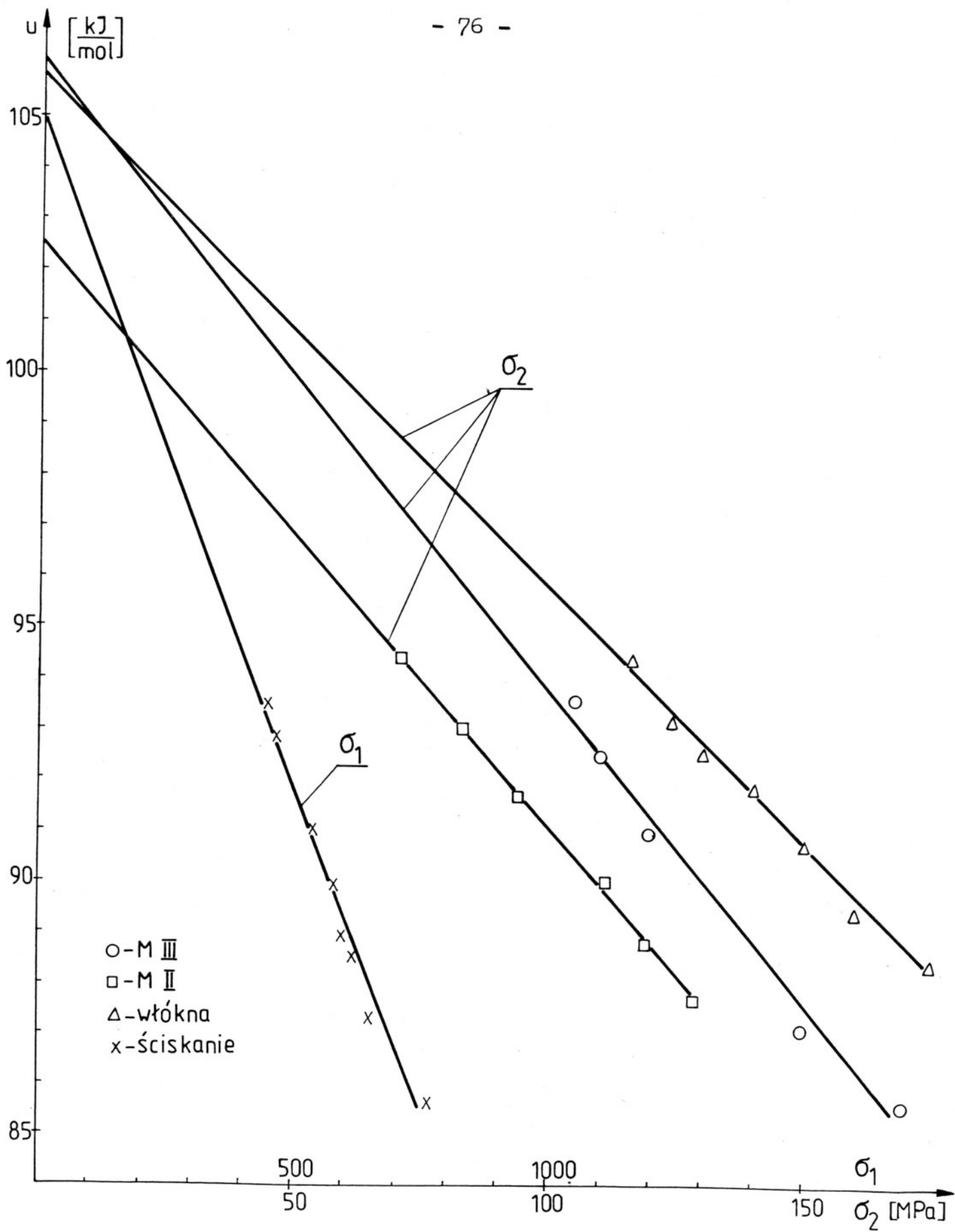
Po obustronnym zlogarytmowaniu równania (22):

$$\ln \frac{t}{\tau_0} = \frac{U}{RT} \ln e \quad (23)$$

lub

$$U = 2,303 RT(\log t - \log \tau_0). \quad (24)$$

Równanie (24) umożliwia zatem określenie energii U przy znajomości tylko jednego parametru, tzn. czasu życia kompozytu w środowisku korozyjnym dla danego naprężenia we włóknach ($\sigma_{||}$). Na podstawie tej zależności i danych z rys. 37 wyznaczono wartość



Rys. 52. Zmiana energii U w funkcji naprężenia dla różnych sposobów obciążenia

energii U . Wyniki obliczeń przedstawiono w tabelach IX-XII w aneksie pracy. Uzyskana zależność energii U w funkcji naprężeń $\sigma_{||}$ zgodnie z równaniem (21) tworzy prostą (rys. 52), wyznaczającą w przecięciu z rzędną wykresu stałą U_0 i nachylenie, które określa stałą γ . Aproksymując zatem wyniki obliczeń energii U w funkcji naprężeń $\sigma_{||}$ prostymi (korelacja liniowa) otrzymano równania czterech prostych, na podstawie których wyznaczono wartość energii U_0 i współczynnika γ dla różnych sposobów obciążenia. Wartości otrzymanych tą metodą parametrów U_0 i γ przedstawiono w tab. 7.

T a b e l a 7

Wartość stałych U_0 i γ dla różnych modeli obciążenia

Stała	Sposób obciążenia			
	MII	MIII	ściskanie promieniowe	rozciągana wiązka włókien
$U_0 \left[\frac{\text{kJ}}{\text{mol}} \right]$	102,5	105,8	105,0	106,0
$\gamma \left[\frac{\text{kJ}}{\text{mol} \cdot \text{MPa}} \right]$	0,115	0,101	0,026	0,123

Uzyskana w wyniku obliczeń wartość energii aktywacji U_0 , zmieniająca się w granicach $U_0=102-106$ kJ/mol jest wyraźnie mniejsza od wartości energii aktywacji $U_0=138$ kJ/mol [58], jaką uzyskano dla destrukcji kompozytu przy jednoosiowym rozciąganiu w środowisku obojętnym. Wartość natomiast $U_{0SR} \approx 104$ kJ/mol odpowiada wartości $U_0=85 \pm 20$ kJ/mol [7] wyznaczonej przy badaniu korozji włókien szklanych pod wpływem wody. Podobną wartość energii aktywacji $U_0=85$ kJ/mol [61] wyznaczono w badaniach destrukcji włókien szklanych w środowisku wodnym, jakkolwiek autor nie podaje błędu, z jakim wartość tę wyznaczył. Wartość energii aktywacji wyznaczona dla włókien szklanych poddanych działaniu HCl (pH=2) wynosi $U_0=100$ kJ/mol [43]. Autorzy cytowanych prac podają, że wyznaczona wartość energii aktywacji odpowiada dyfuzji Na^+ w masie szkła.

Dzięki znajomości stałych U_0 i γ na podstawie równania (20) wyznaczono czas do początku pęknięcia korozyjnego kompozytu i porównano go z czasem otrzymanym w wyniku badań laboratoryj-

nych. Wyniki obliczeń zamieszczono w tab. XIII w aneksie. Porównując otrzymane czasy należy stwierdzić, że błąd ich wyznaczenia nie przekracza 20% (średni błąd max 13%). Błąd ten jest tym większy, im wyższe było obciążenie wstępne kompozytu. Można zatem stwierdzić, że proponowaną metodę opartą na znajomości stałych U_0 i γ można z powodzeniem stosować do prognozowania czasu życia obciążonego kompozytu w środowisku korozyjnym bez konieczności przeprowadzenia uciążliwych i długotrwałych badań laboratoryjnych.

9.4. Model procesu dekohezji kompozytu obciążonego w środowisku korozyjnym

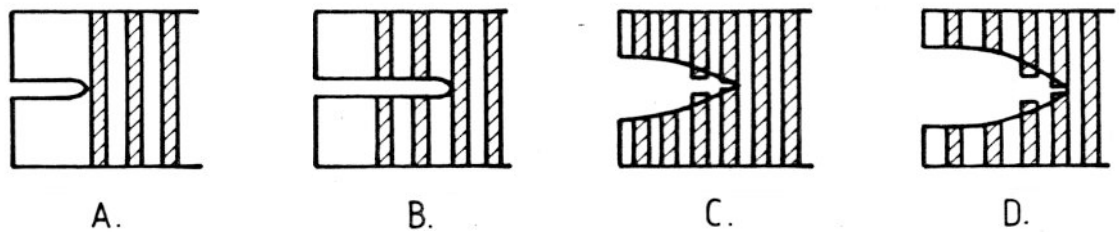
Na podstawie przedstawionych wyników badań laboratoryjnych oraz mikroskopowej analizy przełomów można zaproponować modele procesu dekohezji obciążonego kompozytu pod wpływem środowiska.

Dla rur zbrojonych obwodowo (89°) proces dekohezji przebiega następująco:

Etap 1 (rys. 53A). Przyłożone obciążenie wywołuje pęknięcia żywicy. Ich powstaniu nie towarzyszy zmiana własności kompozytu z tego powodu, że nie mogą się one rozwijać, gdyż są zatrzymywane w obszarach kompozytu o dużej liczbie włókien szklanych. Jednakże pęknięcia te odsłaniając włókna umożliwiają bezpośredni kontakt środowiska (1 normalny HCl) ze szkłem (zbrojeniem). Można zatem stwierdzić, że powstanie pęknięć żywicy jest warunkiem koniecznym do zainicjowania procesu korozji kompozytu, gdyż kwas (środowisko) praktycznie tylko tą drogą ma kontakt ze szkłem. O ile jest możliwy proces dyfuzji przez nie popękaną żywicę, o tyle może on zachodzić bardzo wolno i praktycznie nie ma wpływu na korozję kompozytu. Dla żywicy poliestrowej o gęstości $\rho=1150 \text{ kg/m}^3$ współczynnik oporu dyfuzji $\delta=6180$ (dla powietrza $\delta=1$) [39].

Etap 2 (rys. 53B). Bezpośredni kontakt kwasu z włóknami szklanymi umożliwia reakcję chemiczną (19). W jej wyniku zachodzi proces pękania włókien szklanych przy poziomie naprężeń znacznie mniejszym od ich wytrzymałości. Pęknięte włókna umożliwiają dalszy rozwój zatrzymanych wcześniej mikropęknięć żywicy.

Etap 3 (rys. 53C) W wyniku cyklicznego powtarzania się etapu 1 i 2 ostateczne pęknięcie osiąga długość krytyczną. W związku z tym dalsze pękanie kompozytu odbywa się tak, jak w środowisku obojętnym. Zachodzi więc proces delaminacji kompozytu (rys. 53D) lub pękanie włókien z ich jednoczesnym wyciąganiem (rys. 53C).



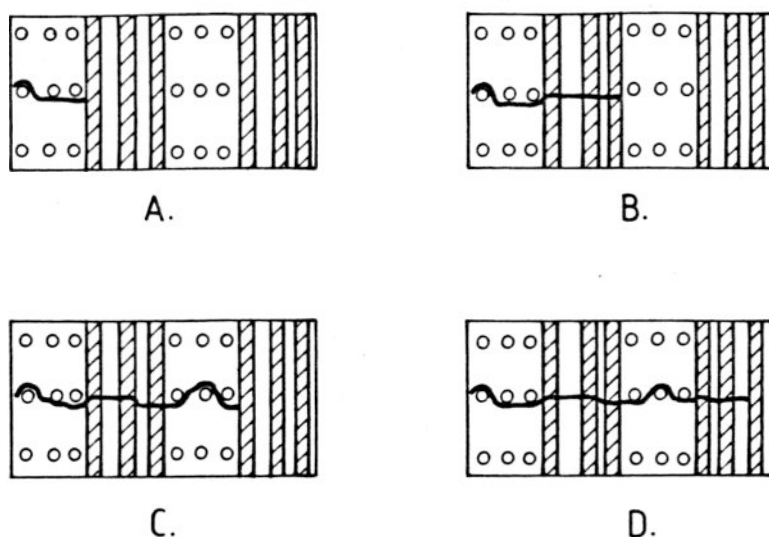
Rys. 53. Model pęknięcia kompozytu (89°) pod wpływem środowiska. Obszar strefy przełomu kompozytu, charakteryzowany przez te procesy, świadczy o wielkości obciążenia wstępnego (początkowego) kompozytu. Jest on bowiem tym większy, im większy był poziom naprężeń (mierzony w stosunku do wytrzymałości kompozytu). Dla mniejszych naprężeń w przełomie uzyskanym w warunkach korozyjnych może nie wystąpić strefa związana z pękaniem doraźnym kompozytu.

Model procesu destrukcji kompozytu zbrojonego pod kątem $54^\circ 44'$ obciążonego wg MII jest bardzo podobny do przedstawionego już modelu. Dla tego modelu etapy przebiegu procesu pęknięcia korozyjnego kompozytu są następujące:

Etap 1 (rys. 54A). W wyniku obciążenia powstają pęknięcia żywicy. Pęknięcia te nie mogą się rozwijać, gdyż są zatrzymywane w obszarach o dużej zawartości włókien szklanych będących zbrojeniem drugiej warstwy kompozytu. Powstanie tych pęknięć nie powoduje co prawda istotnych zmian własności kompozytu, ale za to umożliwia penetrację kwasu (środowiska) w głąb materiału, umożliwiając bezpośredni jego kontakt ze szkłem.

Etap 2 (rys. 54B). Pod wpływem chemicznego oddziaływania kwasu na włókna występuje ich pęknięcie. Pęknięte włókna umożliwiają dalszy rozwój mikropęknięć.

Etap 3 (rys. 54C). Dekohesja drugiej warstwy umożliwia dalszą propagację powstałych mikropęknięć w trzeciej warstwie. Proces ten zachodzi bez wyraźnego wpływu środowiska, gdyż jest związany z pękaniem żywicy. Można zatem stwierdzić, że etap ten jest powtórzeniem etapu 1 z tą różnicą, że czas jego trwania jest znacznie krótszy. Wynika to ze zmniejszania się liczby warstw kompozytu przenoszącego stałe obciążenie.



Rys. 54. Model procesu pęknięcia korozyjnego rur ($54^{\circ}44'$) obciążonych wg MII pod wpływem środowiska

Etap 4 (rys. 54D). Etap ten jest powtórzeniem etapu 2. Różnica polega na tym, że zachodzi on przy zdecydowanie krótszym czasie, co jest związane ze zwiększeniem się naprężeń we włóknach ($\sigma_{||}$) przy stałym poziomie obciążenia zewnętrznego. Etap ten może się zakończyć procesem pęknięcia kompozytu takim samym, jak przy braku środowiska korozyjnego. O tym jednak decyduje poziom obciążenia kompozytu. Im obciążenie to jest mniejsze od obciążenia krytycznego, tym dłuższe musi być pęknięcie korozyjne, a przy małym obciążeniu musi ono przebiegać przez prawie całą grubość rury.

10. WNIOSKI

1. Zastosowanie metody emisji akustycznej umożliwiło wykrycie początku pęknięcia korozyjnego włókien szklanych stanowiących zbrojenia w badanym kompozycie.

2. Pęknięcie korozyjne kompozytów występuje przy odpowiedniej wartości naprężeń rozciągających prostopadłych do włókien ($\sigma_{\perp}$) i naprężeń stycznych na powierzchni rozdziału włókno-żywica ($\tau_{\#}$). Naprężenia te, powodując powstawanie pęknięć żywicy, umożliwiają bezpośredni kontakt kwasu (środowiska) z włóknami szklanymi. Ich wartość jest ściśle związana z własnościami żywicy. I tak, na przykład do wywołania korozji naprężeniowej w badanym kompozycie

wartości naprężeń muszą być większe od wartości:

$$\text{dla MII} \quad \sigma_{\perp} = 13 \text{ MPa}$$

lub

$$\text{dla MIII} \quad \tau_{\#} = 35 \text{ MPa}$$

3. Uzyskane wyniki wskazują na to, że jeśli w kompozycie jest możliwy proces dyfuzji kwasu poprzez nie pękniętą żywicę, to nie ma on wpływu na przebieg zjawiska korozji kompozytu i podczas analizy można go pominąć. Na przykład współczynnik dyfuzji δ dla żywicy poliestrowej wynosi $\delta=6180$ [39].

4. Wyznaczona na podstawie badań laboratoryjnych wartość energii aktywacji $U_{O_{\text{SR}}}=104$ kJ/mol jest niezależna od sposobu obciążenia kompozytu i jest mniejsza od wartości $U_0=138$ kJ/mol [58] otrzymanej w procesie destrukcji kompozytu w środowisku obojętnym. Wartość energii aktywacji jest porównywalna z wartością $U_0=85\pm 20$ kJ/mol [7, 43, 61], otrzymaną w procesie pęknięcia włókien szklanych w środowisku wodnym i korozyjnym.

5. Zaproponowana metoda wyznaczenia energii aktywacji U_0 i współczynnika γ ułatwia szybką ocenę prawdopodobnego czasu życia kompozytu. Tym samym zostaje wyeliminowana konieczność skomplikowanych i długotrwałych badań laboratoryjnych. Znajomość tego czasu, jest jedynym, jak się wydaje parametrem umożliwiającym w miarę wczesne wykrywanie pęknięcia kompozytu w środowisku korozyjnym, a tym samym na zapobieganie ewentualnym awariom czy katastrofom.

6. Cechą charakterystyczną przełomów kompozytu powstałych w środowisku korozyjnym jest ich płaska powierzchnia. Od przełomów powstających w środowisku obojętnym przełomy powstałe w wyniku korozji odróżniają się dodatkowo tym, że ich powstawaniu nie towarzyszy zbielenie powierzchni, delaminacja itp.

7. PN-78/C-89067, która służy do oceny odporności tworzyw sztucznych na działanie chemikaliów, nie można stosować do oceny odporności kompozytów na korozję naprężeniową. Norma ta bowiem może być stosowana tylko do oceny wstępnej. Uzyskana w wyniku jej zastosowania ocena pozytywna nie upoważnia do stwierdzenia, że element konstrukcji wykonany z tego materiału, poddany jednoczesnemu działaniu obciążeń i środowiska, odporność tę zachowa.

8. Stosowanie kompozytów na ważne części maszyn pracujące w agresywnych środowiskach chemicznych powinno być poprzedzone:

- sprawdzeniem odporności materiału, z którego części te wykonano, zgodnie z PN-78/C-89067,
- badaniami w celu stwierdzenia, że materiał nie ulegnie korozji naprężeniowej przy przewidywanym sposobie obciążenia.

LITERATURA

- [1] ASHBEE K. H. G., WYATT R. C., Water damage in glass fibre resin composites, Proc. Roy. Soc. A., Nr. 312, 1969, s. 553-563.
- [2] AYAL de S. JAYATILAKA Fractures of engineering brittle materials, Aplied Science Publishers Ltd., London 1979.
- [3] BEAUMONT A. R., ANSTICE P. D., A failure analysis of the micromechanisms of fracture of carbon and glass fibre composites in monofonic loading, J. of Mater. Sci., Vol 15, No 10, 1980, s. 2619-2635.
- [4] BRONIEWSKI T., IWASZKIEWICZ A., KAPKE J., PŁACZEK W., Metody badań i ocena własności tworzyw sztucznych, WNT, Warszawa 1970.
- [5] BROUTMAN L. J., KROCK R. H., Modern composite materials, Addison Wesley Publishing Corporation 1967.
- [6] CHAMICS C. C., Mechanizm peredaci cerez poverchnost rozdela (tłum. z ang.), Composite materials, t. 6, Inter. in Polymer Matrix Composites, Izd. Moskva 1978.
- [7] CHARLES R. J., Static fatigue of glass, Journal of Appl. Physic., Vol 29, Nr 11, 1958, s. 1549-1553.
- [8] DOBOSZ K., MATYSIAK A., Tworzywa sztuczne w pojazdach samochodowych, WKiŁ, Warszawa 1982.
- [9] DROUILLARD T. F., LIPTAI R. G., TATRO C. A., Industrial use of acoustic emission for nondestructive testing, ASTM-STP 571, 1975, s. 112-149.
- [10] FOWLER T. J., SCARPELLINI R. S., Use of acoustic emission in the design of glass and carbon fibre reinforced plastic pipe, II-nd Int. Symp. on Acoustic Emission from Reinforced Composites, Society of Plastics Industry, Montreal 1985, s. 153-158.
- [11] GARVET K. W., BAILEY J. E., Multiple transverse fracture in 90° cross - play laminates of a glass fibre reinforced polyester, J. of Mater. Sci, No. 12, 1977, s. 157-167.

- [12] GOŁASKI L., FIGIEL A., Testing stress corrosion of glass reinforced plastic with acoustic emission monitoring, J. Acoustic Emission, Nr 4, 1985, s. 182-185.
- [13] GOŁASKI L., FIGIEL A., Fracture mechanics of a glass reinforced plastic under corrosive environment, Proceedings ECF-6: Fracture Control of Engineering Structures, Vol III, ed. by H. C. von Elst and A. Bakker, EMAS Warley, Holandia 1986, s. 2117-2127.
- [14] GOŁASKI L., FIGIEL A., Emisja akustyczna podczas pełzania w warunkach korozyjnych laminatów poliestrowo-szkłanych, Konferencja: Elektryczne i akustyczne metody badań materiałów i struktur biologicznych, IPPT - PAN, Warszawa-Jabłonna 1984, s. 259-269.
- [15] GOŁASKI L., FIGIEL A., Ocena procesów pęknięcia w laminatach poliestrowo-szkłanych w warunkach korozyjnych metodą emisji akustycznej, 15 KKBN, Rynia 1986, s. 75-80.
- [16] GOŁASKI L., FIGIEL A., Stress corrosion in glass reinforced plastics and its relationship to loading mode, Mechanical Behaviour of Materials - V, ed. by M. G. Yen, S. H. Zhang, Z. M. Zheng, Volume 2, 1987, s. 847-854.
- [17] GOŁASKI L., HULL D., KUMOSA M., Acoustic emission testing of filament wound pipe under repeated loading, J. Acoustic Emission Nr. 2, 1981, s. 95-101.
- [18] GOŁASKI L., HULL D., KUMOSA M., Acoustic emission from filament wound pipes under long - term loading conditions, Proceedings IV Inter. Conference Mechanical Behaviour of Materials-IV, ed. by J. Carrlson and M. G. Olson, Pergamon Press, Vol I, 1983, s. 557-564.
- [19] GUY A. G., Wprowadzenie do nauki o materiałach, (tłum. z ang.) PWN, 1977.
- [20] HAMSTAD M. A., Testing Fiber Composites with Acoustic Emission Monitoring, J. Acoustic Emission, Vol 1, No 3, 1982, s. 151-156.
- [21] HAMSTAD M. A., Deformation and failure information from composite materials via Acoustic Emission, [w] Fundamentals of Acoustic Emission, Edited by Kanij Ono, California, USA, 1973, s. 229-259.
- [22] HAMSTAD M. A., CHIAO T. T., Acoustic emission produced during burst test of filament-wound bottles, J. Comp. Mater., Vol 7, 1973, s. 320-332.

- [23] HARRIS R. P., TETELMANN A. S., Detection of fiber cracking by acoustic emission, ASTM STP 505, 1972, s. 238-249.
- [24] HOGG P. J., HULL D., SPENCER B., Stress and strain corrosion of glass - reinforced plastics, Composites, Vol 12, Nr 3, 1981, s. 166-172.
- [25] HULL D., An Introduction to composite materials, Cambridge University Press, 1981.
- [26] HULL D., LEGG M., SPENCER B., Failure of glass polyester filament wound pipe, Composites, Vol. 9, Nr 1, 1978, s. 17-24.
- [27] HYL A I., Wybrane zagadnienia z inżynierii materiałów kompozytowych, PWN, Warszawa 1978.
- [28] IVANOV V. I., Application of the Acoustic Emission, Defektoskopija, Vol. 16, No 5, s. 314-325.
- [29] JONES M. L. C., HULL D., Microscopy of failure mechanisms in filament-wound pipe, J. of Mater. Sci., Vol. 14, Nr 7, 1979, s. 165-174.
- [30] JONES F. R., ROCK J., On the mechanism of stress corrosion of E - glass fibres, J. of Mater. Sci., Vol. 2, Nr 8, 1983, s. 415-417.
- [31] KAISER J., Untersuchungen über des auftretenden Geräuschen beim Zugversuch, Arkiv. Für des Eisenhüttenwesen, Nr 24, 1953, s. 836-947.
- [32] KIRK J. N., MURA M., BEAUMOUT P. W. R., The fracture energy of hybrid carbon and glass fibre composites, J. of Mater Sci., Vol. 13, Nr 10, 1978, s. 2197-2204.
- [33] KŁOSOWSKA-WOŁKOWICZ Z., KRÓLIKOWSKI W., PENCZEK P., Żywice i laminaty poliestrowe, WNT, Warszawa 1963.
- [34] KRÓLIKOWSKI W., Granica pękania tworzyw wzmacnianych włóknem szklanym, Mat. II Seminarium "Tworzywa sztuczne w budowie maszyn", Kraków-Janowice, 1973, s. 209-228.
- [35] LEWIS G., BEDDER S. W., Stress corrosion of glass fibres in acid environments, J. of. Mater. Sci., Vol. 3, Nr 8, 1984, s. 728-732.
- [36] LICHT T. R., Acoustic Emission, Bruel and Kjaer Technical Review, Nr 2, 1979.
- [37] LIPTAI R. G., Acoustic emission from composite materials, ASTM STP-497, 1972, s. 285-298.
- [38] LIPTAI R. G., TATRO C. A., Acoustic emission, Preprint UCRL-76741, przygotowany do publikacji w Metals Handbook of the American Society for Metals, 1974.

- [39] ŁĄCZYŃSKI B., Tworzywa wielkocząsteczkowe, rodzaje i własności, WNT, Warszawa 1982.
- [40] ŁOZIŃSKI J., Tworzywa sztuczne wzmacniane włóknem szklanym, WNT, Warszawa 1962.
- [41] MALMEJSTER A. K., TAMUŽ U. P., TETERS G. A., Soprotivlenie polimernych i kompozitnyh materialov, Izd. Zinate, Riga 1980.
- [42] MEHAN R. L., MULLIN J. N., Analysis of composite failure mechanisms using acoustic emission, J. of Comp. Mater., Vol. 5, 1971, s. 266-269.
- [43] METCALFE A. G., SCHMITZ G. K., Mechanism of stress corrosion in E glass filaments, Glas Technology, Vol. 13, Nr 1, 1972, s. 5-16.
- [44] MIEREAS H. J. M. A., Irreversible creep of filament wound glass reinforced resin pipes, Plastics and Polymers, Nr. 41, 1973, s. 84-89.
- [45] NAHAS M. N., Analysis of composite failure mechanisms, Composites, Vol. 16, Nr. 2, 1985, s. 148-152.
- [46] NARISAVA I., OBA I., An evaluation of acoustic emission from H-bre reinforced plastic, J. of Mater Sci., Vol. 4, Nr. 12, 1985, s. 168-196.
- [47] NAUMETS V. N., NIKIFOROV A. T., GUZ I. S., BUKALOV V. V., BEREZHENITSKII L. T., NAGIRNYI L. V., Issledovanie tieszczinostoičnosti korroziionnostoikich stekoplastikov z izo-
vaniem metod akustineskoi emissii, Problemy Procnosti, Nr. 8, 1985, s. 35-44
- [48] Ochrona przed korozją, Poradnik, WKiŁ, Warszawa 1986.
- [49] OVEN M. J., Ustalotnyje povezdenije stekoplastikov (tłum. z ang.) Composite Materials, t. 5, Fatigue and Fracture, Izd. Mir, Moskva 1978. s. 333-365.
- [50] OVEN M. J., SMITH J. R., DUKEN R., Failure of glass - reinforced plastics with special reference of fatigue, Plastics and Polymers Vol 37, Nr 2, 1969, s. 227-237.
- [51] PAWŁOSKI Z., Emisja akustyczna podczas ciągłego i kruchego zachowania się materiału, I Krajowe sympozjum badań nieniszczących w budownictwie, Warszawa-Jadwisin, 1974, s. 55-60.
- [52] PILECKI Sz., Badania własności mechanicznych i niszczenia metali metodą emisji akustycznej, Seminarium naukowo-techniczne, IPPT - PAN, Warszawa-Jabłonna 1981, s. 36-62.
- [53] PILECKI Sz., Możliwość wykorzystania pomiarów emisji akustycznej w badaniach mechanicznych ciał stałych, IPPT - PAN, Warszawa 1980.

- [54] PIPES R. B., WATHERHOLD R. C., GILLESPIE J. W., Macroscopic fracture of fibrous composites, *Materials Sci. and Engineering*, Vol. 45, 1980, s. 247-253.
- [55] FUCK A., Zur Beanspruchung und reformung von GFK-Mehrschichtentenvorbrung Bauelementen, *Kunststoffe*, Bd 57, Nr 1, 7, 1967, s. 284-293, 573-584, 965-1004.
- [56] PANACHANDRAM B. E., BASDVARAJEPPA G., PAI B. G., BALASUBRANIAN N., Effect of acid and post heat treatment an the tensile properties of E-glass fibres, *J. of Mat. Sci.*, Vol 3, Nr 8, 1981, s. 685-688.
- [57] RANACHOWSKI J., ŚWIĄCKI Z., Badania pękania materiałów kruchych metodą emisji akustycznej, I Konferencja na temat "Metody badań odporności materiałów na pękanie", Katowice-Wisła 1979, s. 243-250.
- [58] RATNER S. B., Stałe fizyczne tworzywa sztucznego określające jego przydatność użytkową w wyrobach, *Polimery. Tworzywa wielkocząsteczkowe*, Nr 11-12, 1981, s. 417-425.
- [59] REIFSNIDER K., Fatigue behaviour of composite materials, *Int. J. of Fracture*, Vol 16, Nr 6, 1980, s. 563-583.
- [60] ROBERTS R. G., Designs stress for glass fibre reinforced polyester and long-term environmental stress failure mechanisms, *Reinforced plastic Congress*, British Plastic Federation, Paper Nr 19, Brighton 1978.
- [61] SHAND E. B., *Glass Engineering Handbook*, ed. Mc Graw-Hill Book Company, Inc, London 1958.
- [62] SIMS G. D., Shess-wave emissionfrom polymeric materials, *Plastics and Rubber, Materials and Application*, 1976, s. 205-215.
- [63] SINCLAIR A. C. E., Acoustic emission techniques, *Developments in Pressure Vessels Technology-2*, Ed by R. W. Nichols, Aplied Science Publisher Ltd, London 1979.
- [64] SPENCER B., HULL D., Effect of winding angle of failure of filament wound pipe, *Composites*, Vol 9, Nr 4, 1978, s. 263-271.
- [65] SZWARC G., Ł., KRISTAL M. M., Korozja naprężeniowa. Metody badania, PWN, Warszawa 1963.
- [66] TETELMAN A. S., EVANS A. G., Failure predication in brittle materials using fracture mechanics and acoustic emission, *Fract. Mech Ceram.*, Vol 2, 1974, s. 895-924.

- [67] VOLK W., Statyka stosowana dla inżynierów (tłum. z ang.), WNT, Warszawa 1973.
- [68] WARD J. M., Mechaniczne własności polimerów jako tworzyw konstrukcyjnych (tłum. z ang.), PWN, Warszawa 1975.
- [69] WILIAMS B., Acoustic Emission, Adam Hilger Ltd, Bristol 1980.
- [70] WU E., Kompozycyjne materiały, t. 2, Mechanika kompozycyjnych materialov, Moskva, 1978.
- [71] ŽURKOV S. N., TOMASAVSKI E. J., Vremennaja zavisimost procnosti pri rozlicnych rezimach nagrazienija, Sb. Nekotoryje problemy procnosti tverdogo tela, Izd. - AN SSSR, 1959, s. 68-79.
- [72] PN-58/N-01051 Rachunek prawdopodobieństwa i statystyka matematyczna. Terminy, określenia i symbole.
- [73] PN-78/C-89067 Tworzywa sztuczne. Oznaczanie odporności tworzyw sztucznych na chemikalia.

STRESZCZENIE

Oceniono odporność rur z laminatu poliestrowo-szklanego na działanie środowiska korozyjnego (1 normalny HCl).

Do badania procesu dekohezji rur w środowisku korozyjnym, a zwłaszcza do wykrycia początku pękania korozyjnego włókien, zastosowano metodę emisji akustycznej. Badania przeprowadzono dla różnych rodzajów i wartości obciążenia zewnętrznego rur, a wyniki porównano z wynikami otrzymanymi w środowisku obojętnym. Tym samym określono warunki, w jakich pękanie korozyjne jest możliwe, i oceniono wpływ na ten proces poszczególnych składowych stanu naprężenia (σ_{II} , σ_I , $\tau_{\#}$).

Analizę mikrostrukturalną oparto na obserwacji fraktograficznej odpowiednich obszarów złomów próbek uzyskanych w środowisku korozyjnym i obojętnym z zastosowaniem mikroskopii skaningowej. Szczególną uwagę zwrócono na istotne różnice pomiędzy przełomami umożliwiające rozróżnienie przełomu doraźnego od przełomu uzyskanego w ośrodku korozyjnym. Przeprowadzona analiza ułatwia proponowanie modelu dekohezji kompozytu w środowisku korozyjnym.

Dzięki stosowanemu sposobowi analizy wyników, opartym na wykresach energii aktywacji, stworzono metodę służącą do przewidywania czasu życia kompozytu obciążonego w środowisku korozyjnym. Ponieważ metoda ta jest oparta na znajomości energii aktywacji (niezależnej od sposobu obciążenia) współczynnika strukturalnego, naprężeń rozciągających równoległych do włókien (naprężenia eksploatacyjne) umożliwia ocenę czasu życia kompozytu w środowisku korozyjnym bez konieczności prowadzenia długotrwałych i skomplikowanych badań laboratoryjnych.

ABSTRACT

Effect of corrosive environment was investigated on mechanically loaded tubular specimens made of polyester-glass fibre laminate. The initiation and growth of cracks and especially the onset of corrosive cracking in fibres was examined by the method of acoustic emission. The tests were carried out with various modes of loading including the reference state of neutral environment. The effect of particular stress components on cracking process was established.

Fractographic examination was performed with the help of optical methods and SEM microscopy. It enabled to determine the difference between the mechanically and chemically activated fracture.

A physical model of time-dependent behaviour of the composite in corrosive environment was worked out. It served as a basis for presenting a method for determining durability of composites under loading in corrosive environment. The method is based on activation energy estimation and enables an investigator to quickly determine the life-time without the necessity to carry out time-consuming laboratory tests if only the essential parameters of the process are known (activation energy independent of loading mode, the so-called structural factor, magnitude of tensile stress parallel to fibres $\sigma_{\parallel}$).

A N E K S

Wyniki pomiaru zmiany $\Delta D/D$ w funkcji czasu
dla próbek wypełnionych wodą destylowaną

1. próbka $\Delta D/D=0,15$ 2. próbka $\Delta D/D=0,13$ 3. próbka $\Delta D/D=0,12$

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	7	0,151
2	15	0,151
3	28	0,152
4	48	0,152
5	71	0,153
6	85	0,153
7	100	0,153
8	120	0,154

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	8	0,132
2	16	0,133
3	36	0,133
4	80	0,134
5	100	0,134
6	130	0,134
7	150	0,134
8	170	0,135

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	8	0,121
2	27	0,122
3	65	0,122
4	90	0,123
5	120	0,123
6	150	0,124
7	175	0,124
8	205	0,124

4. próbka $\Delta D/D=0,11$ 5. próbka $\Delta D/D=0,09$ 6. próbka $\Delta D/D=0,085$

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	25	0,111
2	75	0,111
3	150	0,112
4	200	0,112
5	350	0,112
6	450	0,113
7	600	0,113
8	700	0,113
9	850	0,113

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	25	0,091
2	100	0,091
3	200	0,091
4	300	0,092
5	450	0,092
6	600	0,092
7	700	0,093
8	800	0,093
9	1025	0,093

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	50	0,086
2	100	0,086
3	200	0,087
4	350	0,087
5	500	0,087
6	700	0,087
7	875	0,088
8	1000	0,088
9	1150	0,088

Wyniki pomiaru zmiany $\Delta D/D$ w funkcji czasu
dla próbek wypełnionych 1 normalnym HCl

1. próbka $\Delta D/D=0,15$ 2. próbka $\Delta D/D=0,13$ 3. próbka $\Delta D/D=0,12$

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	5	0,151
2	10	0,151
3	21	0,152
4	33	0,152
5	42	0,152
6	53	0,152
7	60	0,153
8	75	0,157
9	83	0,160
10	85	0,168
11	95	0,175
12	101	0,185
13	110	0,190

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	5	0,131
2	10	0,131
3	23	0,131
4	32	0,132
5	53	0,133
6	77	0,133
7	97	0,135
8	107	0,138
9	116	0,144
10	127	0,155
11	135	0,166
12	141	0,173
13	150	0,178

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	5	0,122
2	15	0,122
3	35	0,122
4	55	0,123
5	70	0,123
6	100	0,123
7	135	0,126
8	149	0,130
9	150	0,139
10	158	0,146
11	163	0,155
12	172	0,165
13	180	0,171

4. próbka $\Delta D/D=0,11$ 5. próbka $\Delta D/D=0,09$ 6. próbka $\Delta D/D=0,085$

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	25	0,111
2	125	0,112
3	175	0,112
4	250	0,112
5	325	0,113
6	375	0,114
7	475	0,116
8	500	0,120
9	550	0,128
10	575	0,135
11	600	0,140
12	650	0,148
13	710	0,152

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	50	0,091
2	150	0,091
3	255	0,092
4	350	0,092
5	400	0,092
6	550	0,093
7	650	0,098
8	700	0,105
9	750	0,112
10	775	0,122
11	815	0,130
12	865	0,137
13	950	0,142

Lp.	Czas [min]	$\Delta D/D$
1	30	0,081
2	125	0,081
3	250	0,082
4	450	0,082
5	550	0,083
6	650	0,083
7	780	0,084
8	840	0,090
9	875	0,095
10	975	0,115
11	1015	0,125
12	1050	0,132
13	1100	0,136

Wyniki pomiaru sumy impulsów AE
próbek ściskanych promieniowo
wypełnionych wodą destylowaną

1. próbka $\Delta D/D=0,15$ 2. próbka $\Delta D/D=0,13$ 3. próbka $\Delta D/D=0,12$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	15	0,4
2	27	0,8
3	40	1,1
4	60	1,3
5	80	1,5
6	140	1,8

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	20	0,5
2	40	1,0
3	75	1,2
4	110	1,3
5	140	1,5
6	170	1,7

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	20	0,5
2	55	0,9
3	90	1,1
4	150	1,3
5	195	1,4
6	220	1,5

4. próbka $\Delta D/D=0,11$ 5. próbka $\Delta D/D=0,09$ 6. próbka $\Delta D/D=0,085$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	75	0,3
2	200	0,9
3	350	1,5
4	450	1,7
5	600	2,0
6	800	2,5
7	1000	2,8
8	1110	3,0

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	50	0,2
2	150	0,5
3	350	1,2
4	450	1,5
5	700	1,8
6	900	2,0
7	1050	2,1
8	1175	2,3

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	100	0,3
2	250	0,6
3	350	1,0
4	450	1,2
5	550	1,3
6	675	1,4
7	900	1,6
8	1200	1,8

Wyniki pomiaru sumy impulsów AE
próbek ściskanych promieniono
wypełnionych 1 normalnym HCl

1. próbka $\Delta D/D=0,15$ 2. próbka $\Delta D/D=0,13$ 3. próbka $\Delta D/D=0,12$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	12	0,4
2	21	0,7
3	33	1,3
4	40	2,0
5	50	4,8
6	60	5,6
7	70	7,4
8	80	9,1
9	90	11,0
10	97	12,4
11	100	13,6

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	30	0,6
2	52	0,8
3	65	1,2
4	72	2,2
5	80	3,5
6	90	5,2
7	100	7,8
8	115	9,1
9	120	10,2
10	130	12,0
11	135	13,0
12	141	14,3

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	45	0,5
2	85	0,8
3	100	1,1
4	110	1,8
5	120	3,2
6	130	4,5
7	140	6,1
8	150	8,0
9	162	10,2
10	167	11,5
11	172	13,1

4. próbka $\Delta D/D=0,11$ 5. próbka $\Delta D/D=0,09$ 6. próbka $\Delta D/D=0,085$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	100	0,4
2	200	0,9
3	300	1,3
4	375	1,7
5	410	2,2
6	430	3,0
7	475	5,0
8	525	7,0
9	565	9,5
10	610	11,5
11	655	14,0

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	100	0,4
2	300	1,1
3	400	1,5
4	500	1,8
5	575	2,1
6	650	2,9
7	700	4,7
8	750	7,2
9	800	9,8
10	845	12,0
11	875	13,5

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	150	0,5
2	300	0,8
3	500	1,4
4	650	1,8
5	800	2,1
6	850	2,9
7	900	4,5
8	950	6,7
9	1000	9,0
10	1040	11,0
11	1080	13,0

Wyniki pomiaru sumy impulsów AE w funkcji czasu dla próbek ściskanych promieniono o identycznym obciążeniu wstępnym ($\Delta D/D=0,15$) wypełnionych 1 normalnym HCl

1. próbka wykonana z rury, w której przez 12 miesięcy był przechowywany 1 n HCl

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	20	0,5
2	37	1,0
3	50	2,7
4	60	4,0
5	70	5,3
6	80	6,6
7	90	8,0
8	96	8,9
9	101	10,0
10	103	11,0
11	105	12,0

2. próbka po cyklicznym obciążaniu i odciążaniu

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	10	0,3
2	28	1,0
3	40	3,3
4	50	5,3
5	60	7,2
6	70	9,2
7	85	12,0
8	88	13,0
9	90	14,0

3. próbka obciążona przez 20 min odciążona i ponownie obciążona

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	20	0,5
2	30	0,2
3	40	0,3
4	50	0,5
5	56	1,4
6	68	3,0
7	75	4,0
8	80	5,0
9	95	7,0
10	106	8,6
11	114	10,0
12	119	10,8
13	121	12,2

4. próbka obciążona przez 50 min odciążona i ponownie obciążona

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	15	0,6
2	25	1,0
3	33	1,5
4	40	2,8
5	46	3,7
6	50	0,01
7	56	1,0
8	67	2,4
9	80	4,1
10	88	5,3
11	103	7,4
12	107	8,5

Wyniki pomiaru sumy impulsów AE w funkcji czasu dla próbek ściskanych promieniowo o identycznym obciążeniu wstępnym ($\Delta D/D=0,13$) wypełnionych 1 normalnym HCl

1. próbka wykonana z rury, w której przez 12 miesięcy był przechowywany 1 n HCl

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	25	0,3
2	45	0,6
3	70	1,2
4	90	4,0
5	100	5,3
6	112	7,1
7	123	8,5
8	130	9,5
9	144	12,0
10	148	13,0
11	150	14,0

2. próbka po cyklicznym obciążaniu i odciążaniu

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	20	0,2
2	40	0,4
3	50	0,6
4	63	1,6
5	72	2,1
6	83	5,1
7	94	7,0
8	105	9,0
9	115	11,0
10	119	11,9
11	125	13,0
12	127	14,0
13	130	15,0

3. próbka obciążona przez 30 min odciążona i obciążona

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	10	0,2
2	30	0
3	40	0,2
4	50	0,4
5	70	0,7
6	80	1,0
7	88	1,6
8	95	2,6
9	105	4,0
10	115	6,0
11	130	8,0
12	140	9,5
13	150	11,0
14	155	12,0
15	157	13,0
16	160	14,2

4. próbka obciążona przez 100 min odciążona i obciążona

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	12	0,2
2	35	0,4
3	48	0,6
4	67	1,2
5	80	3,2
6	90	4,8
7	100	5,2
8	103	0,6
9	114	2,3
10	122	3,5
11	130	5,0
12	136	6,0
13	140	7,0
14	142	8,3

Wyniki pomiaru sumy impulsów AE w czasie kolejnych obciążeń próbek ściskanych promieniowo wypełnionych 1 normalnym HCl

1. próbka $\Delta D/D=0,15$

Lp.	Czas [min]	Suma impulsów AE (ΣN) $\times 10^5$				
		Numer obciążenia				
		1	2	3	4	5
1	1	0,171	0,005	0,003	0,001	0,004
2	2	0,191	0,008	0,004	0,002	0,005
3	4	0,212	0,013	0,009	0,005	0,010
4	6	0,224	0,016	0,013	0,009	0,014
5	8	0,232	0,020	0,016	0,011	0,018
6	10	0,240	0,024	0,019	0,014	0,020

2. próbka $\Delta D/D=0,13$

Lp.	Czas [min]	Suma impulsów AE (ΣN) $\times 10^5$				
		Numer obciążenia				
		1	2	3	4	5
1	2	0,110	0,007	0,004	-	-
2	4	0,135	0,012	0,006	0,004	0,001
3	8	0,168	0,017	0,008	0,006	0,002
4	12	0,188	0,022	0,010	0,009	0,003
5	16	0,203	0,026	0,011	0,011	0,004
6	20	0,216	0,030	0,012	0,012	0,005

Wyniki pomiaru odkształcenia osiowego ϵ_A
próbek badanych w 1 normalnym HCl wg MII

1. próbka $\sigma_H=109$ MPa (p=6,5 MPa) 2. próbka $\sigma_H=100$ MPa (p=6,0 MPa) 3. próbka $\sigma_H=94$ MPa (p=5,6 MPa)

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	0,080
2	15	0,110
3	18	0,125
4	25	0,130
5	50	0,135
6	75	0,140
7	98	0,140

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	6	0,060
2	10	0,090
3	14	0,115
4	20	0,120
5	50	0,120
6	90	0,125
7	140	0,130

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	6	0,040
2	8	0,080
3	10	0,105
4	12	0,110
5	18	0,115
6	30	0,120
7	100	0,120
8	182	0,120

3. próbka $\sigma_H=80$ MPa (p=4,8 MPa) 4. próbka $\sigma_H=70$ MPa (p=4,2 MPa) 5. próbka $\sigma_H=60$ MPa (p=3,6 MPa)

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	0,050
2	15	0,090
3	25	0,095
4	50	0,095
5	100	0,010
6	180	0,010
7	250	0,010
8	340	0,010
9	440	0,015

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	8	0,050
2	10	0,070
3	25	0,080
4	50	0,085
5	150	0,085
6	250	0,085
7	400	0,090
8	500	0,090
9	735	0,095

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	5	0,050
2	8	0,060
3	25	0,065
4	50	0,065
5	125	0,065
6	400	0,070
7	700	0,070
8	900	0,070
9	1050	0,070
10	1175	0,075

Wyniki pomiaru sumy impulsów AE próbek wypełnionych
1 normalnym HCl dla MII

1. próbka $\sigma_H=109$ MPa 2. próbka $\sigma_H=100$ MPa 3. próbka $\sigma_H=94$ MPa

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	8	3,9
2	23	5,4
3	48	6,1
4	62	6,7
5	84	7,6
6	88	9,0
7	92	9,8
8	95	11,0
9	98	12,0

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	8	2,0
2	11	2,5
3	23	3,4
4	32	3,6
5	48	4,0
6	90	5,0
7	114	5,3
8	117	5,7
9	123	6,5
10	130	7,5
11	140	10,0

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	8	0,5
2	15	1,0
3	21	1,4
4	40	2,0
5	77	2,6
6	90	3,0
7	138	3,3
8	162	4,5
9	166	5,1
10	176	7,1
11	182	8,1

4. próbka $\sigma_H=109$ MPa

Po 24 godz. pracy

przy $\sigma_H=40$ MPa

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	8	0,8
2	20	1,8
3	34	2,5
4	50	3
5	67	3,5
6	85	3,9
7	95	4,5
8	102	6,3
9	105	8,0

4. próbka $\sigma_H=80$ MPa 5. próbka $\sigma_H=70$ MPa 6. próbka $\sigma_H=60$ MPa

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	10	1,8
2	20	2,7
3	40	3,6
4	75	4,5
5	145	5,3
6	225	5,7
7	325	6,2
8	375	7,0
9	425	9,0
10	430	10,0
11	440	11,0

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	10	1,4
2	20	2,5
3	35	3,2
4	75	4,1
5	115	4,6
6	250	5,2
7	450	5,8
8	645	6,4
9	680	7,5
10	715	9,0
11	730	10,3
12	735	11,0

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	10	0,5
2	20	1,5
3	35	2,4
4	70	3,3
5	115	4,2
6	250	5,0
7	500	5,5
8	800	6,4
9	950	6,5
10	1050	7,0
11	1085	7,4
12	1110	8,0
13	1135	9,0
14	1175	10,5

7. próbka $\sigma_H=109$ MPa
(po obciążeniu przez
24 godz. $\sigma_H=40$ MPa

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	8	0,9
2	20	2,0
3	34	2,6
4	50	3,0
5	68	3,5
6	85	4,0
7	95	4,5
8	97	5,0
9	103	6,3
10	105	8,0

Wyniki pomiaru odkształcenia osiowego ϵ_A w funkcji czasu dla próbek obciążonych wg MIII wypełnionych 1 normalnym HCl

1. próbka $\sigma_H=175$ MPa 2. próbka $\sigma_H=150$ MPa 3. próbka $\sigma_H=160$ MPa

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	-1,10
2	14	-1,40
3	15	-1,50
4	20	-1,57
5	25	-1,60
6	40	-1,61
7	60	-1,62
8	80	-1,64
9	112	-1,65

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	-0,60
2	15	-0,90
3	20	-1,03
4	25	-1,08
5	35	-1,10
6	75	-1,11
7	100	-1,12
8	175	-1,13
9	250	-1,14
10	295	-1,15

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	6	-0,50
2	10	-1,0
3	12	-1,15
4	15	-1,20
5	20	-1,24
6	40	-1,25
7	70	-1,26
8	130	-1,29
9	170	-1,30

4. próbka $\sigma_H=140$ MPa 5. próbka $\sigma_H=130$ MPa 6. próbka $\sigma_H=124$ MPa

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	-0,40
2	15	-0,80
3	25	-0,88
4	40	-0,90
5	55	-0,91
6	100	-0,91
7	200	-0,92
8	350	-0,93
9	470	-0,94

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	-0,35
2	15	-0,50
3	25	-0,72
4	30	-0,76
5	50	-0,77
6	100	-0,77
7	250	-0,78
8	425	-0,79
9	600	-0,80

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	-0,32
2	15	-0,55
3	25	-0,63
4	50	-0,65
5	100	-0,65
6	200	-0,66
7	300	-0,67
8	450	-0,68
9	650	-0,69
10	770	-0,70

7. próbka $\sigma_H=116$ MPa

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	-0,45
2	15	-0,55
3	35	-0,60
4	50	-0,60
5	250	-0,61
6	500	-0,62
7	750	-0,63
8	1000	-0,64
9	1250	-0,65

8. próbka $\sigma_H=175$ MPa

Próbka była obciążona
przez 24 godz. $\sigma_H=100$ MPa

Lp.	Czas [min]	ϵ_A [%]
1	10	-1,20
2	12	-1,45
3	14	-1,51
4	21	-1,54
5	30	-1,55
6	50	-1,56
7	70	-1,58
8	90	-1,59
9	108	-1,60

Wyniki pomiaru sumy impulsów AE w funkcji czasu
dla próbek obciążonych wg MIII
wypełnionych 1 normalnym HCl

1. próbka $\sigma_H=175$ MPa 2. próbka $\sigma_H=160$ MPa 3. próbka $\sigma_H=150$ MPa

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	8	1,5
2	15	3,0
3	25	4,5
4	45	5,9
5	60	6,7
6	70	7,6
7	80	7,9
8	90	8,4
9	100	9,0
10	103	10,0
11	105	11,0
12	110	12,0
13	112	13,0

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	25	2,0
2	30	2,7
3	45	3,8
4	60	4,6
5	80	5,4
6	100	6,0
7	125	6,5
8	150	8,1
9	153	9,0
10	168	9,7
11	170	12,4

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	35	2,0
2	50	2,5
3	80	4,3
4	100	4,7
5	120	5,2
6	200	6,5
7	255	7,6
8	265	8,6
9	280	10,0
10	295	11,5

4. próbka $\sigma_H=140$ MPa 5. próbka $\sigma_H=130$ MPa 6. próbka $\sigma_H=124$ MPa

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	50	1,6
2	90	2,9
3	130	3,8
4	180	4,4
5	200	4,8
6	270	5,5
7	325	5,9
8	380	6,3
9	405	7,0
10	420	8,3
11	435	9,4
12	450	10,5
13	470	12,0

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	50	1,0
2	100	2,0
3	150	3,0
4	200	3,8
5	300	4,9
6	400	5,6
7	500	6,1
8	530	7,0
9	550	7,8
10	570	8,6
11	595	9,8
12	600	10,6

Lp.	Czas [min]	$\Sigma N \times 10^5$
1	75	1,3
2	125	2,4
3	200	3,4
4	300	4,6
5	400	4,9
6	500	5,9
7	600	6,4
8	680	7,1
9	710	8,5
10	725	9,1
11	740	10,0
12	770	11,5

7. próbka $\sigma_H=116$ MPa

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	50	0,5
2	100	1,6
3	150	2,5
4	250	3,9
5	300	4,4
6	400	5,2
7	500	5,6
8	600	6,1
9	700	6,5
10	800	6,8
11	900	7,0
12	1000	7,3
13	1110	8,0
14	1135	8,6
15	1175	9,7
16	1250	10,5

8. próbka $\sigma_H=175$ MPa

Próbka była obciążona
wstępnie przez 24 godz.

$\sigma_H=100$ MPa

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^5$
1	8	1,0
2	15	1,7
3	30	3,8
4	45	5,0
5	60	6,1
6	70	6,8
7	80	7,2
8	85	7,5
9	90	7,8
10	95	8,3
11	100	9,2
12	105	10,7
13	108	12,4

Wyniki pomiaru sumy impulsów AE
dla wiązki włókien szklanych rozciąganej stałą siłą
w 1 normalnym HCl

1. próbka
 $\epsilon_{\parallel} = 2,24 \times 10^{-3}$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^4$
1	30	0
2	42	0,35
3	48	0,65
4	58	2,05
5	61	3,0
6	64	4,0

2. próbka
 $\epsilon_{\parallel} = 1,98 \times 10^{-3}$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^4$
1	56	0
2	65	0,25
3	70	0,50
4	80	1,0
5	85	1,5
6	88	2,0
7	91	3,0
8	92	4,0
9	93	5,0

3. próbka
 $\epsilon_{\parallel} = 1,58 \times 10^{-3}$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^4$
1	320	0
2	360	0,20
3	380	1,0
4	388	2,25
5	390	3,50
6	396	4,50

4. próbka $\epsilon_{\parallel} = 1,46 \times 10^{-3}$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^4$
1	550	0
2	580	0,20
3	600	0,50
4	616	0,75
5	620	1,10
6	628	3,0
7	640	4,85

5. próbka $\epsilon_{\parallel} = 1,38 \times 10^{-3}$

Lp.	Czas [min]	ΣN $\times 10^4$
1	840	0
2	880	0,3
3	900	1,0
4	908	2,0
5	920	3,4
6	932	4,5
7	940	5,2

Porównanie współczynników nachyleń "A" dla MII

A. Dane

σ_H [MPa]	170 (olej)	136 (olej)	109 (kwas)	109 [*] (kwas)	100 (kwas)	94 (kwas)	80 (kwas)	70 (kwas)	60 (kwas)
	Numer zbioru								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
ΣM	5	5	5	6	7	7	6	7	7
ΣX	7,07	7,41	7,69	9,22	10,5	10,9	10,1	12,6	13,6
ΣX^2	10,5	11,7	12,5	14,9	17,0	18,3	18,5	25,1	29,8
ΣY	35,6	24,7	29,1	15,8	25,7	13,6	23,8	27,4	24,2
ΣY^2	257,0	128,0	175,0	47,4	103,0	34,5	106,0	124,0	113,0
Σxy	51,6	38,7	46,7	26,4	41,8	24,3	44,1	55,6	57,1
* - próbka, która wstępnie obciążona była przez 24 godz. $\sigma_H=40$ MPa									

B. Suma kwadratów do porównania korelacji liniowych

	$\Sigma'x^2$	$\Sigma'y^2$	$\Sigma'xy$	$\Sigma'c^2$	$\Sigma'y^{12}$	Współczynnik nachylenia A
Całkowite	13,73	208,7	29,9	65,12	143,6	2,178
Średnie ⁽¹⁾	1,485	113,4	-4,183	11,79	101,6	-2,817
Różnica	12,25	95,33	34,083	94,87	0,461 ⁽²⁾	2,783 ⁽³⁾
Zbiór						
1	0,480	3,648	1,325	3,647	0,00145	2,756
2	0,7426	5,652	2,040	5,606	0,01586	2,748
3	0,6664	6,108	2,011	6,069	0,03895	3,018
4	0,7505	5,833	2,086	5,798	0,06079	2,779
5	1,160	8,454	3,121	8,393	0,02732	2,690
6	1,1830	8,117	3,094	8,091	0,03784	2,615
7	1,5110	11,370	4,139	11,34	0,03784	2,739
8	2,2680	16,630	6,135	16,59	0,03553	2,705
9	3,4840	29,520	10,140	29,49	0,02465	2,910
Suma	12,25	95,33	34,08	95,02	0,3169	

(1) sumy kwadratów dla średnich oblicza się następująco:

$$\text{np. } \Sigma x^2 = \frac{7,07^2}{5} + \frac{7,41^2}{5} + \dots + \frac{13,6^2}{7} - \frac{\Sigma(\Sigma x)^2}{\Sigma M} = 1,485$$

(2) suma kwadratów odchyleń od łącznego nachylenia przez każdy zbiór danych wynosi:

$$\Sigma \hat{y}_w^2 = \Sigma y^2 - (\Sigma \Sigma'_{xy})^2 / \Sigma \Sigma' x^2 = 95,33 - (34,08)^2 / 12,25 = 0,461$$

(3) łączne nachylenie A_0 oblicza się następująco:

$$A_0 = \Sigma \Sigma'_{xy} / \Sigma \Sigma' x^2 = 34,08 / 12,25 = 2,783$$

C. Analiza wariacyjna

Źródło zmienności	Suma kwadratów	Stopnie swobody	Średni kwadrat
Średnie	101,573	7	14,510
Różnica	41,5396	1	41,539
Między nachyleniami	0,1441	8	0,1807
Błąd	0,31689	37	0,00856
Suma	143,573	53	

Porównanie współczynników nachyleń "A" dla MIII

A. Dane

σ_H [MPa]	175	175 [✱]	160	150	140	130	124	116
	Numer zbioru							
	1	2	3	4	5	6	7	8
ΣM	8	6	6	6	7	8	9	12
ΣX	12,5	8,86	10,9	11,5	15,6	17,8	20,6	29,3
ΣX^2	20,5	14,0	20,0	22,6	35,4	40,6	48,3	73,6
ΣY	45,4	27,5	29,0	25,2	30,8	26,8	33,0	50,7
ΣY^2	302,0	165,0	150,0	120,0	153,0	116,0	154,0	275,0
ΣXY	77,6	46,4	54,2	50,8	72,0	64,4	81,6	135,0
✱ - próbka, która obciążona była wstępnie przez 24 godz. $\sigma_H = 100$ MPa								

B. Sumy kwadratów do porównania korelacji liniowych

	$\Sigma' x^2$	$\Sigma' y^2$	$\Sigma' xy$	$\Sigma' c^2$	$\Sigma' \hat{y}^2$	Współczynnik nachylenia A
Całkowite	14,28	273,9	31,31	68,66	205,2	2,19
Średnie	7,20	28,29	10,04	14,01	14,28	-1,39
Różnica	7,076	245,6	41,35	241,7	3,947	5,844
Zbiór						
1	1,091	43,99	6,894	43,56	0,4356	6,319
2	0,8937	39,27	5,818	37,88	1,392	6,512
3	2,567	10,13	1,613	10,13	0,0178	6,282
4	0,40	14,28	2,309	13,29	0,9855	5,774
5	0,624	17,68	3,321	17,67	0,0505	5,322
6	0,811	26,70	4,651	26,68	0,0244	5,735
7	1,078	32,98	5,960	32,94	0,0379	5,520
8	1,921	60,56	10,78	60,52	0,0427	5,613
Suma	7,096	245,6	41,35	242,67	2,987	

C. Analiza wariacyjna

Źródło zmienności	Suma kwadratów	Stopnie swobody	Średni kwadrat
Średnie	14,2810	6	2,38
Różnica	186,999	1	186,899
Między nachyleniami	0,96	7	0,1371
Błąd	2,967	46	0,0649
Suma	205,207	60	

T a b e l a IX

Wynik obliczeń energii U na podstawie równania (18)
dla próbek podanych wg MII w 1 normalnym HCl

Lp.	σ_H [MPa]	σ_{II} [MPa]	$t^{(1)}$ [sek]	U [kJ/mol]
1	109	129	4230	87,665
2	100	118	6780	88,815
3	94	111	9360	89,901
4	80	94	21720	91,652
5	70	83	38160	93,025
6	60	71	64680	94,310
(1) - czas do początku pęknięcia korozyjnego włókna				

T a b e l a X

Wynik obliczeń energii U na podstawie równania (18)
dla próbek badanych wg MIII w 1 normalnym HCl

Lp.	σ_H [MPa]	σ_{II} [MPa]	$t^{(1)}$ [sek]	U [kJ/mol]
1	175	175	5700	88,392
2	160	160	8460	89,355
3	150	150	14901	90,733
4	140	140	23520	91,845
5	130	130	31200	92,534
6	124	124	40800	93,188
7	116	116	65880	94,355
(1) - czas do początku pęknięcia korozyjnego włókien				

T a b e l a X I

Wyniki obliczeń energii U z równania (18)
dla rozciąganej wiązki włókien szklanych
w 1 normalnym HCl

Lp.	$\sigma_{ }$ [MPa]	$t^{(1)}$ [sek]	U [kJ/mol]
1	170	1800	85,584
2	150	3360	87,104
3	120	16680	91,008
4	110	30480	92,478
5	105	47640	93,565
(1) czas do początku pęknięcia włókien			

T a b e l a X I I

Wynik obliczeń energii U z równania (18)
dla próbek ściskanych promieniowo wypełnionych
1 normalnym HCl

Lp.	$\epsilon_{ }$ [$\times 10^{-2}$]	$\sigma_{ }$ [MPa]	$t^{(1)}$ [sek]	U [kJ/mol]
1	1,935	768	1800	85,584
2	1,677	665	3600	87,273
3	1,543	617	6000	88,517
4	1,474	590	9000	88,892
5	1,440	576	10800	89,949
6	1,346	538	17100	91,069
7	1,183	473	36000	92,883
8	1,131	452	46800	93,522
(1) czas do początku pęknięcia korozyjnego włókien				

Lp.	Sposób obciążenia	$\sigma_{ }$ [MPa]	$t_1^{(1)}$ [sek]	$t_2^{(2)}$ [sek]	$\Delta t^{(3)}$ [sek]	$\delta = \left \frac{\Delta t}{t_1} \right 100\%$ [%]
1	2	3	4	5	6	7
1	MII	129	4230	4257	27	0,64
2		118	6780	7155	375	5,5
3		111	9360	9956	596	6,4
4		94	21720	22215	495	2,3
5		83	38160	37340	820	2,2
6		71	64680	65796	1116	1,7
$\delta_{sr} = 3,1\%^{(4)}$						
1	MIII	175	5700	5141	559	9,8
2		160	8460	9576	1116	13,2
3		150	14901	14195	406	2,7
4		140	23520	21993	1577	6,7
5		130	31200	33217	2017	6,5
6		124	40800	42599	1799	4,4
7		116	65880	59354	6526	9,9
$\delta_{sr} = 9,5\%$						
1	ściskanie promieniowe	768	1430	1444	14	0,98
2		665	4310	4336	26	0,6
3		617	7208	7237	29	0,4
4		590	9627	9655	28	0,3
5		576	11185	11211	26	0,23
6		538	16805	16818	13	0,1
7		473	34221	33656	565	1,6
8		452	44230	42112	2118	4,8
$\delta_{sr} = 1,3\%$						

1	2	3	4	5	6	7
1	rozciągana wiązka włókien	170	1800	1479	321	17,8
2		150	3360	4060	700	20,8
3		120	16680	18468	1788	10,7
4		110	30480	30599	119	0,4
5		105	47640	49387	1747	3,7

$$\delta_{Sr} = 10,68\%$$

Uwagi:

(1) t_1 - czas wyznaczony doświadczalnie

(2) t_2 - czas wyznaczony teoretycznie

$$(3) \quad \Delta t = |t_1 - t_2|$$

$$(4) \quad \delta_{sr} = \frac{\sum \delta_i}{I}$$

Odbiorcy:

1. Rada Naukowa Instytutu	1
2. Recenzenci	2
3. Biblioteka Główna	1
4. Biblioteka I-19	1
5. Promotor	1
6. Autor	1
Razem	7

		1	2	3	4	5	6	7	8	9
	* N *									
	Rozpocz. pr.	Zakończ. pr.	Opubl. pr.		Instytut		Nr tematu.			
Nr zlecenia.		Nr archiwalny								
										*
Symbol UKD.		Metoda prób nieniszczących.								
620.179.1										
Opis bibliograficzny.										
Figiel Andrzej Analiza procesów pękania laminatów poliestrowo-szkłanych w warunkach obciążenia długotrwałego i środowiska korozyjnego. Raporty Inst. Mater. PWr 1988 Ser. PRE nr 6 117 s. 54 rys., 7 tabl. bibliogr. 73 poz. /aneks 13 tabl/ Rozprawa doktorska Instytutu Materiałoznawstwa i Mechaniki Technicznej PWr Promotor: doc. dr inż. Leszek Gołaski.										
Charakter pracy: podstawowa Rozpowszechnianie:										
Materiały odpłatne:										

Analiza dokumentacyjna

<D

Analizowano proces pękania laminatów poliestrowo-szkłanych przy stałym obciążeniu w warunkach środowiska korozyjnego. Początek procesu korozji naprężeniowej określono na drodze zliczania impulsów emisji akustycznej oraz zmian rms. Uzyskane wyniki pozwoliły sprecyzować warunki w jakich jest możliwe pękanie korozyjne laminatów. Zaproponowano metodę, opartą na wykresach energii aktywacji, która umożliwia oszacowanie żywotności kompozytu obciążonego w środowisku korozyjnym na podstawie krótkotrwałych prób laboratoryjnych.

S. 97



Imię i Nazwisko autora analizy

Andrzej Figiel

Słowa kluczowe

<S kompozyt poliestrowo-szkłany, emisja akustyczna, korozja naprężeniowa, energia aktywacji, pękanie kompozytów.

**0480*00*

<A _____ *B _____ *C _____ *D _____

*E _____ *F _____ *G _____ *H _____ ←←

Tylko PRL	CINTE	APW	Podpis red.	Podpis asyst. d/s badań	Potwierdzenie przyjęcia poprawki	Potwierdzenie przyjęcia karty w Oddziale Dokumentacji
Wpisać TAK lub NIE						