

Nowoczesne technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym

Modern material technologies in aerospace industry

Metaliczne materiały kompozytowe w aplikacjach lotniczych (w tym materiały typu Glare)

Composite metallic materials in aviation applications (including Glare-type materials)

Politechnika Lubelska, Politechnika Rzeszowska, Instytut Techniczny Wojsk Lotniczych, Politechnika Śląska, Instytut Lotnictwa w Warszawie
Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk

Wyniki badań Results

Opracowanie technologii wytwarzania korundowych kształtek o budowie piany jako matrycy do infiltracji metalami i polimerami.
Design of alumina bodies having foam structure as a preforms for metal and polymer infiltration

Motywy intensywnych prac nad wytwarzaniem struktur kompozytowych łączących materiały ceramiczne i polimery, jest dążenie do poprawy wybranych właściwości funkcjonalnych i/lub konstrukcyjnych obu tych komponentów z uwzględnieniem ich przyszłego zastosowania. Kompozyty ceramiczno-polymerowe o strukturze wzajemnie przenikających się faz są opracowywane w celu zwiększenia wytrzymałości mechanicznej lekkich i kruchych pianek ceramicznych- stanowiących osnowę kompozytu, w procesie infiltracji polimeru- fazy wzmacniającej, charakteryzującego się większą wytrzymałością na ściskanie i zginanie w przeciwieństwie do pianki ceramicznej.

Metody wyznaczania stałych materiałowych kompozytu ceramiczno-polymerowego o strukturze infiltrowanej, t. j. modułu Younga (modułu Kirchhoffa, współczynnika Poissona), w którym obie fazy charakteryzują się zupełnie innymi właściwościami fizycznymi, nie są jednoznaczne w interpretacji. Powszechnie znane metody statyczne pomiaru mają tę ujemną stronę, że do otrzymania dokładnych wyników, konieczne są większe odkształcenia, co jest z reguły niemożliwe do osiągnięcia dla materiałów kruchych, a tym samym dla kompozytów powstałych przez połączenie tych dwóch komponentów. W niniejszej pracy dokonano analizy porównawczej wartości eksperymentalnych modułu Younga kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa o strukturze wzajemnie przenikających się faz, otrzymanych tradycyjną metodą jednoosiowego ściskania, a także metodą ultradźwiękową oraz metodą rezonansową. Dodatkowo obliczono moduły Younga kompozytów stosując regułę mieszania.

The improvement of the functional and/or constructional properties the both of components in the ceramic-polymer composites is the main subject of intensive work about their production taking into account their future use. The ceramic-polymer composites with an interpenetrating network structure are designed to increase the mechanical properties of the light and brittle ceramic foam matrixes using the polymer reinforcing phase, which is characterized by a greater compressive and flexural strength as opposed to a ceramic foam. Methods of measuring an effective mechanical properties, such as Young's and Kirchoff's modulus or Poisson ratio for composites with an interpenetrating network structure, where the both of constituent phases have widely different physical properties are not uniform in an interpretation. The well-known static methods have the basic disadvantage, to obtain the properly results the highest strain values are needed, which is often impossible for brittle ceramic or polymeric materials, therefore for composites which are obtained by connecting the both of them.

In the present work the experimental mechanical properties, such as Young's modulus of alumina/tri-functional epoxy composites with an interpenetrating network structure were analyzed and compared by using the traditional static stress method, ultrasonic velocity and impulse excitation of vibration measurements and with using the mixing rule.

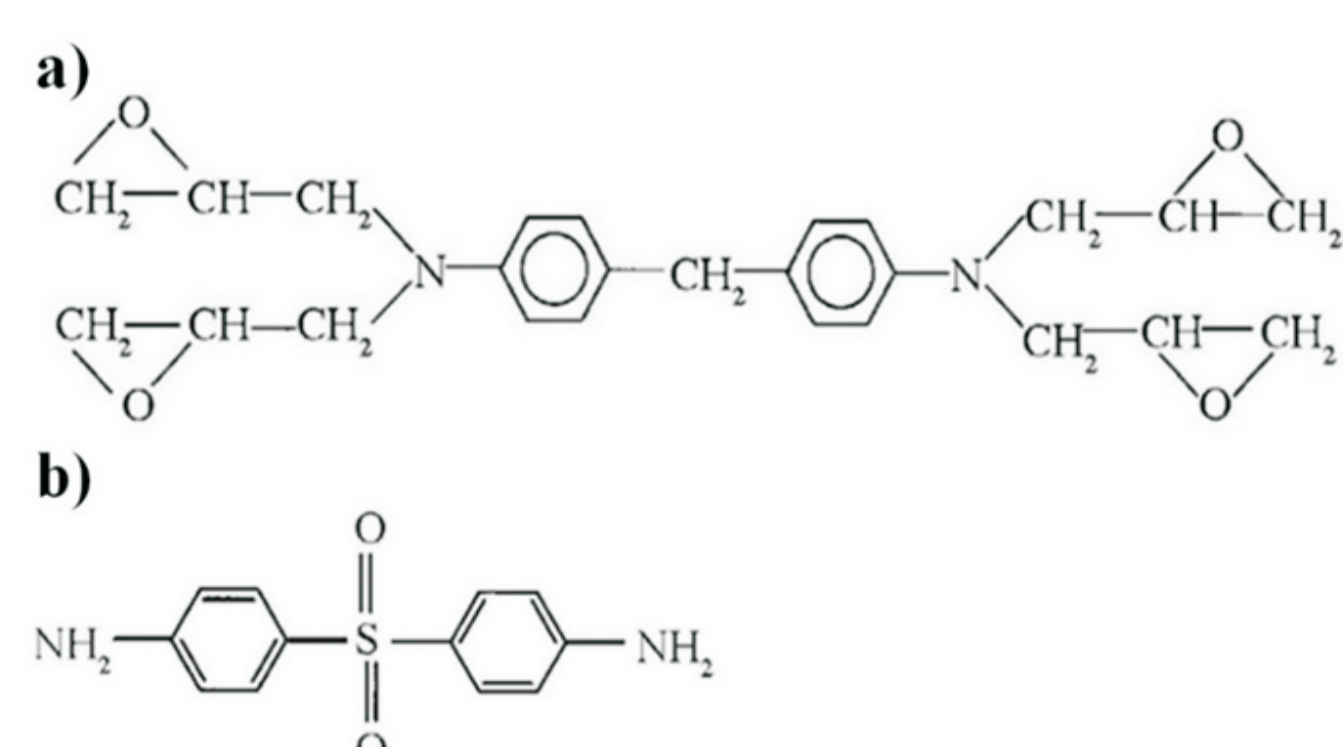
Wytworzenie kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa o wzajemnej perkolacji faz w procesie infiltracji próżniowej

Osnowę wytwarzanych kompozytów stanowiły pianki korundowe o porowatości całkowitej: 76%, 80%, 86%, 92%; gęstości w zakresie 0,33 - 0,98 g/cm³ oraz określonych wartościach wytrzymałości na ściskanie (test jednoosiowego ściskania) i zginanie (test trójpunktowego zginania) (Tab. 1).

Tabela 1. Parametry fizyczne i mechaniczne pianek korundowych użytych jako osnowy do wytwarzania kompozytów ceramiczno-polymerowych.
Table 1. The physical and mechanical parameters of the alumina foams designed to ceramic-polymer composites manufacture.

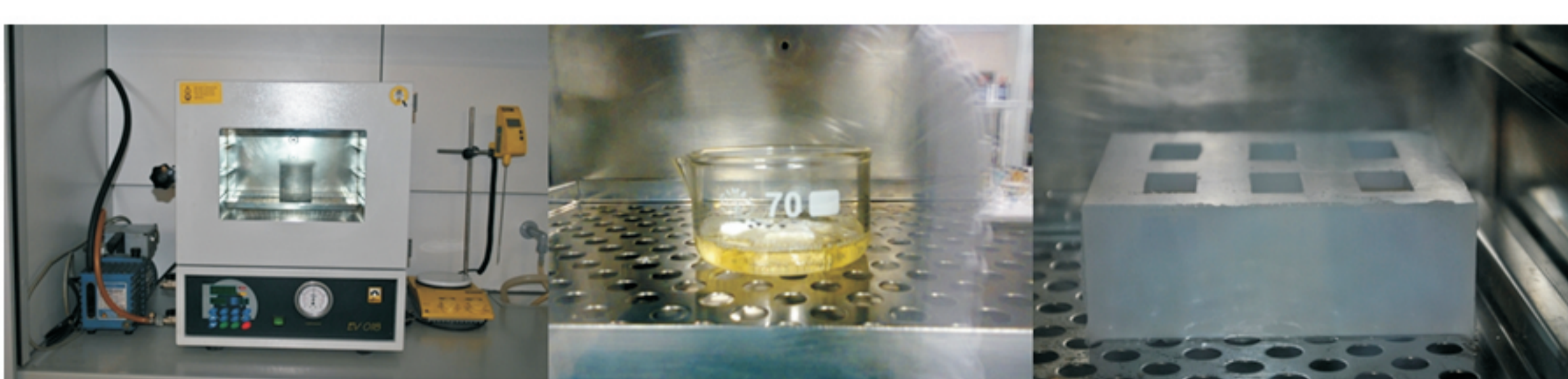
Porowatość całkowita osnowy korundowej, P _c [%]	Gęstość porowatej osnowy korundowej, ρ [g/cm ³]	Wytrzymałość na ściskanie, R _c [MPa]	Moduł Younga, E [GPa]	Wytrzymałość na zginanie, R _g [MPa]
76	0,34	30	7,0	20
80	0,52	20	2,5	10
86	0,77	6	0,8	5
92	0,98	4	0,2	2

Fazę infiltrującą (wzmacniającą) stanowiła kompozycja trójfunkcyjnej żywicy epoksydowej: triglicydylo-p-aminofenolu (TGAP) oraz utwardzacza: 4,4- diaminodifenylosulfonu (DDS) (Rys.1). Wybór żywicy trójfunkcyjnej do wytwarzania kompozytów ceramiczno-polymerowych podyktowany był m. in. jej małą lepkością (550-850 mPa·s), dobrą adhezją do ceramiki, minimalnym skurczem (>2%), dużą wytrzymałością na ściskanie po utwardzeniu (130 MPa), a także odpornością na działanie wody oraz ognioodpornością (właściwości samogasnące). Moduł Younga trójfunkcyjnej żywicy epoksydowej wynosi 3,1 Gpa.



Rys. 1. a) Trójfunkcyjna żywica epoksydowa: triglicydylo-p-aminofenol (TGAP), b) utwardzacz: 4,4- diaminodifenylosulfon (DDS).
Fig.1. a) Tri-functional epoxy resin: triglicydylo-p-aminofenol (TGAP), b) 4,4- diaminodiphenyl sulfone as the curing agent.

Infiltrację pianek korundowych prowadzono w komorze próżniowej pod zmniejszonym ciśnieniem (10 hPa) przez ok. 60 minut w temperaturze 80°C (Rys.2). Następnie kompozyty poddawano procesowi utwardzania w temperaturze 80 - 170°C wg opracowanego schematu, w szczególności zaprojektowanych formach silikonowych, które uniemożliwiały wypływanie żywicy z pianek korundowych oraz pozwalały na lepsze odprowadzanie ciepła podczas procesu sieciowania żywicy epoksydowej w porach materiału ceramicznego.



Rys. 2. Schemat procesu infiltracji żywicy epoksydowej do pianek korundowych oraz utwardzanie wytworzonych kompozytów w formie silikonowej wewnątrz komory próżniowej.
Fig. 2. Infiltration of the tri- functional epoxy resin in to the alumina foams and curing process of the composites samples in the silicone forms inside of the vacuum chamber.

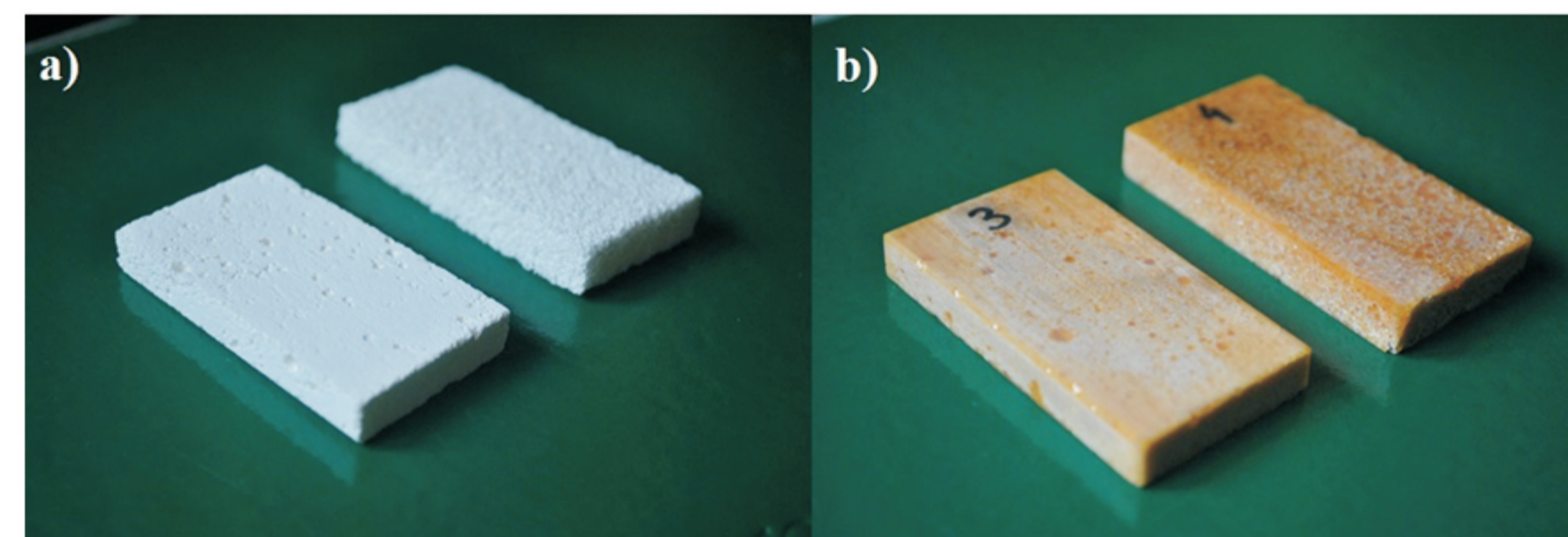
W wyniku procesu infiltracji pianek korundowych trójfunkcyjną żywica epoksydowa i utwardzania całego układu otrzymano 4 serie kompozytów pianka korundowa/żywica epoksydowa o gęstości w zakresie 1,50 - 1,90 g/cm³. Kompozyty na osnowie pianek korundowych o różnej porowatości całkowitej poddano badaniu wytrzymałości mechanicznej na ściskanie i zginanie. Pomiar wykonano na maszynie wytrzymałościowej Instron 5982. Szybkość przesuwno głowicy pomiarowej wynosiła 1,5 mm/min. Pomiar wykonano dla kilku próbek kompozytów z każdej serii o wymiarach: 70x10x8 mm (test trójpunktowego zginania) oraz 20x10x10 mm (test jednoosiowego ściskania). Wyniki badań przedstawiono w tabeli 2.

Tabela 2. Gęstość oraz wytrzymałość mechaniczna na ściskanie i zginanie kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa.
Table 2. Density, compressive and flexural strength of the alumina foams/epoxy resin composites.

Porowatość całkowita osnowy korundowej, P _c [%]	Gęstość kompozytu, ρ [g/cm ³]	Wytrzymałość na ściskanie, R _c [MPa]	Wytrzymałość na zginanie, R _g [MPa]
76	1,90	129	30
80	1,72	63	24
86	1,62	45	19
92	1,50	40	12

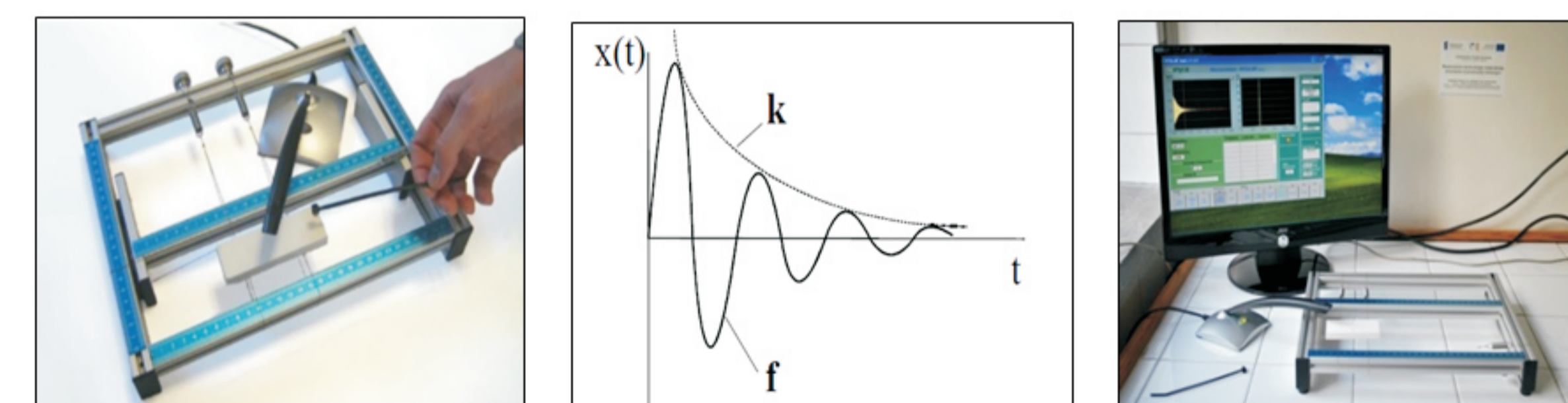
Badanie właściwości sprężystych kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa przy użyciu dynamicznych i statycznych metod pomiaru

Właściwości sprężyste kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa wyznaczono dwiema niezależnymi metodami dynamicznymi: metodą ultradźwiękową (IPPT PAN w Warszawie), mierząc czas przejścia fali ultradźwiękowej przez próbkę kompozytów o wymiarach 20x10x10 mm oraz metodą rezonansową (Politechnika Rzeszowska), mierząc częstotliwość drgań własnych, w której do określenia właściwości sprężystych pianek korundowych oraz kompozytów wykorzystano próbki o wymiarach 70x35x8 mm (Rys.3). Pomiar wykonano przy użyciu analizatora częstotliwości rezonansowych i tłumienia drgań RFDA basic produkcji belgijskiej Integrated Material Control Engineering zgodnie z normą ASTM E 1876.



Rys. 3. a) Pianki korundowe o porowatości całkowitej 76% oraz 92%. b) kompozyty pianka korundowa/żywica epoksydowa na osnowie pianek korundowych o porowatości 76% i 92%.
Fig. 3. a) The alumina foams with total porosity of 76% and 92%. b) the alumina foam/epoxy resin composites based on the alumina foams with porosity of 76% and 92%.

Zastosowane metody dynamiczne opierają się na pomiarach akustycznych, które pozwalają na wyznaczenie wartości modułu sprężystości na podstawie szybkości przejścia fali ultradźwiękowej przez próbkę (metoda ultradźwiękowa) lub na podstawie pomiarów częstotliwości rezonansowych wymuszonych drgań swobodnych- metoda rezonansowa (Rys.4).



Rys. 4. Zasada pomiaru właściwości sprężystych pianek korundowych oraz kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa przy użyciu aparatury RFDA basic.
Fig. 4. The measuring principle of the elastic properties of the alumina foams and alumina foam/tri-functional epoxy resin composites by using the RFDA basic device.

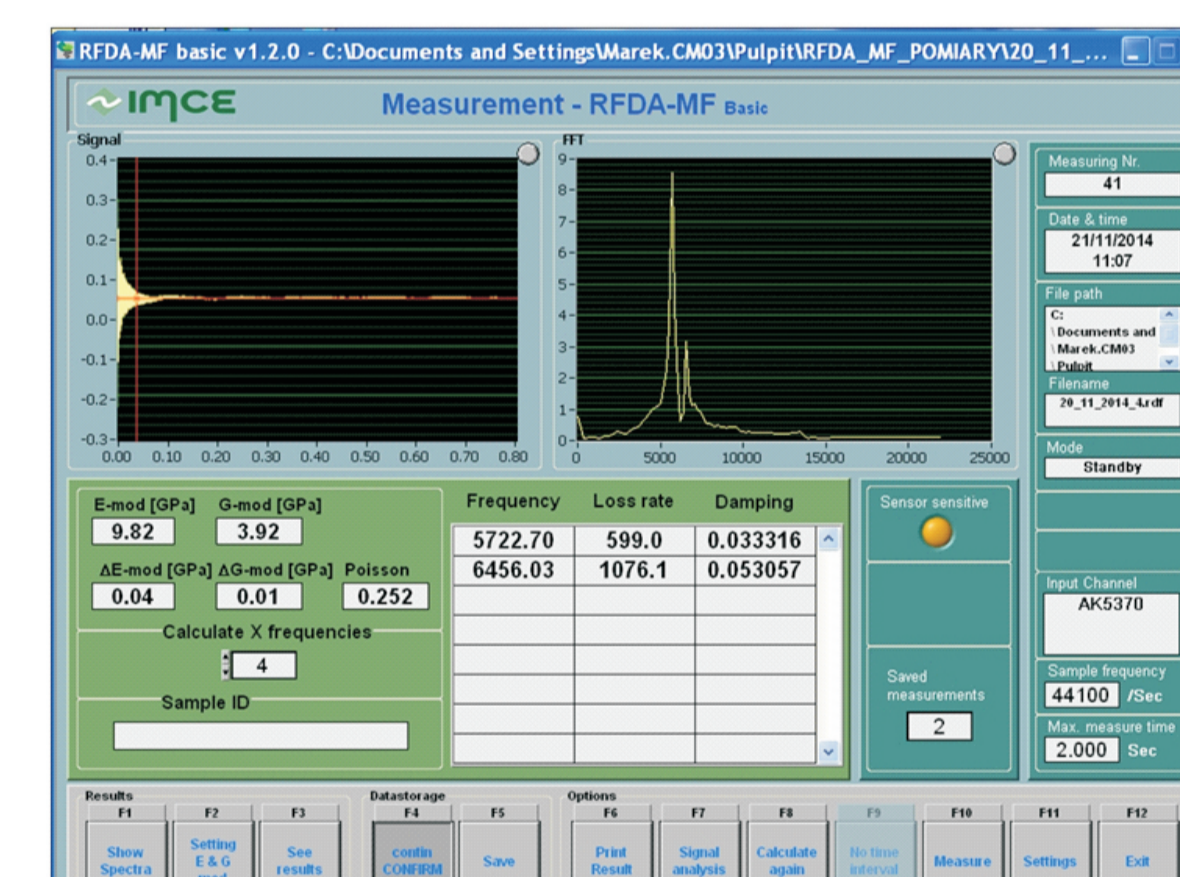
Oprogramowanie systemowe RFDA basic Software wykorzystuje rozbudowany algorytm do wyznaczenia częstotliwości rezonansowych drgań oraz ich tłumienia (drżania harmoniczne tłumione) po uprzednim wzbudzeniu impulsu mechanicznego w badanym materiale przy użyciu specjalnego młoteczka. Wzbudzenie drżania podłużne (do obliczenia modułu Younga) i poprzeczne (do obliczenia modułu Kirchhoffa) wykrywane są przez czuły mikrofon z łączem USB, przetwarzane na zasadzie CPS (cyfrowe przetwarzanie sygnału) w sygnał elektryczny, wykorzystując w tym celu transformację Fouriera, który kierowany jest do komputera, gdzie zostaje poddany analizie. Wynik analizy wyświetlany jest przez system w postaci widma częstotliwości rezonansowej drgań oraz ich tłumienia (Rys.5a). Poprzez wyznaczenie modułu Younga oraz modułu Kirchhoffa, program wylicza wartość współczynnika Poissona wg wzoru:

$$E = 0,9465 \left(\frac{m_f}{b} \right) \left(\frac{L^3}{P} \right) \tau_1$$

$$G = \frac{4 L m_f^2}{8 L} \left[\frac{B}{(1 + \nu)} \right]$$

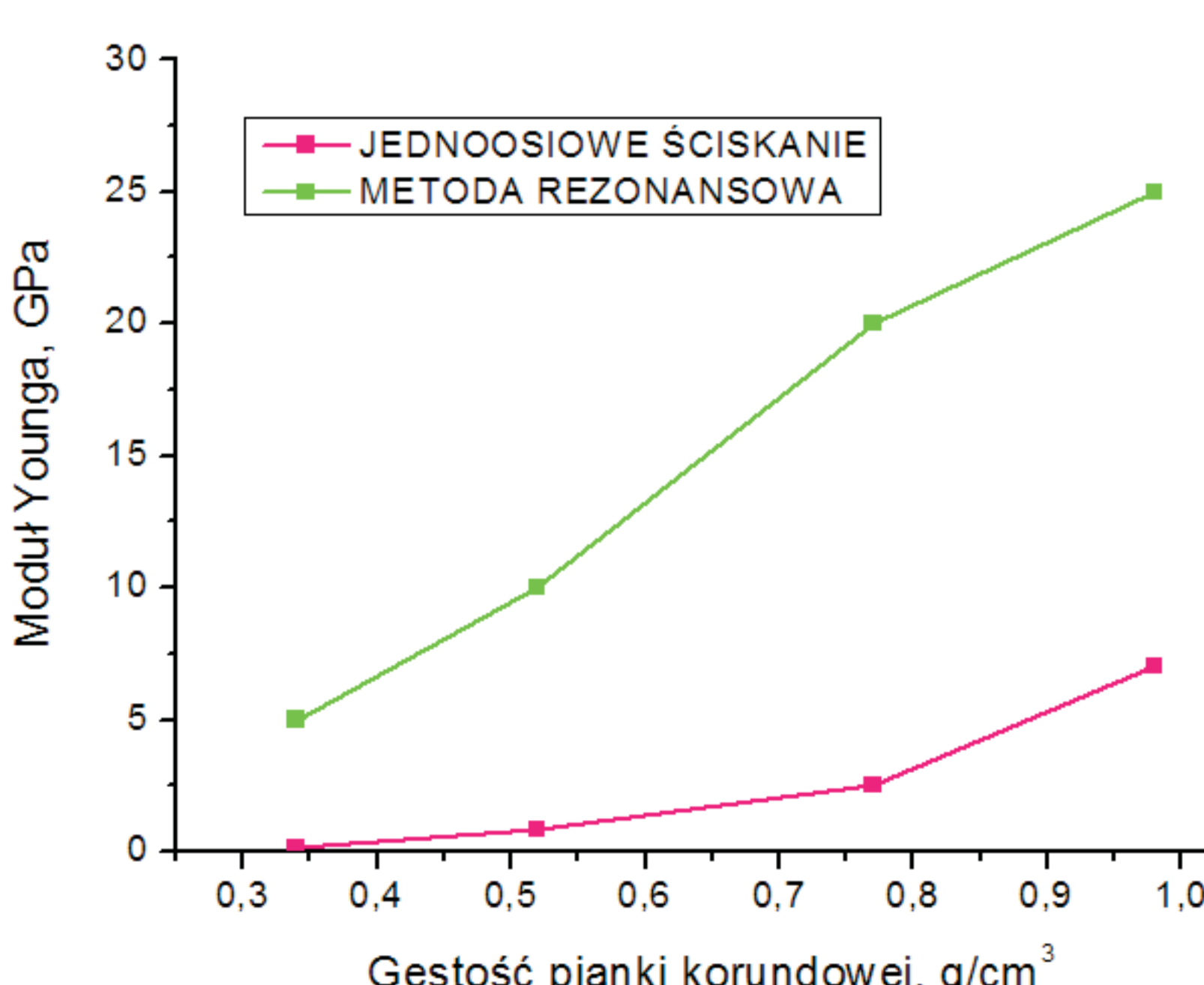
$$\nu = \frac{E}{2G} - 1$$

Rys. 5a. Wyznaczenie właściwości sprężystych materiałów przez system RFDA basic.
Fig. 5a. Determination the elastic properties of materials by using the RFDA basic system.



Rys. 5b. Rzut ekranu wyników pomiaru właściwości sprężystych kompozytu pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa na osnowie pianki o porowatości 92%.
Fig. 5b. The print screen of the RFDA basic measurement of the alumina foam/tri-functional epoxy resin composite elastic properties with 92% porosity of alumina preform.

Moduły sprężystości podłużnej Younga pianek korundowych (Rys.6) oraz otrzymanych kompozytów wyznaczono także na podstawie przebiegu krzywych naprężenie ścisające – odkształcenie z nachylenia prostoliniowych odcinków w zakresie odkształceń liniowo – sprężystych. Moduły Younga kompozytów obliczono również na podstawie reguły mieszania:



Rys. 6. Moduły Younga pianek korundowych wyznaczone na podstawie przebiegu krzywych naprężenie ścisające – odkształcenie oraz za pomocą metody rezonansowej.
Fig. 6. Young's modulus of the alumina foams based on the compressive strength- strain curves and determined with the resonance method.

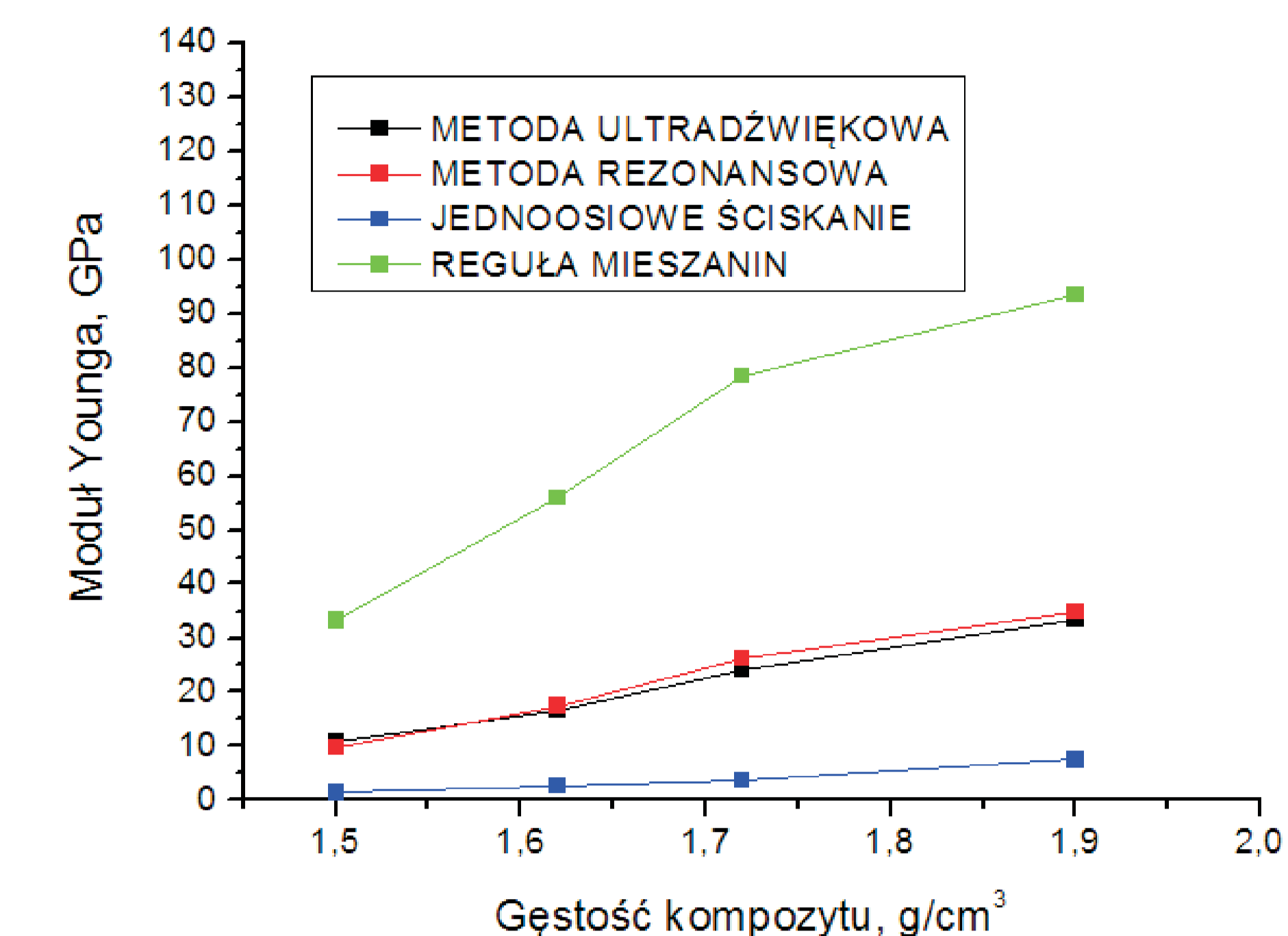


Tabela 3. Wartości modułów Younga kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa otrzymane eksperymentalnie za pomocą metody ultradźwiękowej i rezonansowej oraz na podstawie próby jednoosiowego ściskania i obliczone z reguły mieszania.
Table 3. Young's modulus of the alumina foam/epoxy resin composites obtained by several experiments: ultrasonic velocity, impulse excitation of vibration measurements and based on the compression stress-strain curves and using the mixing rule.

Gęstość kompozytu, ρ [g/cm ³]	Moduł Younga wyznaczony metodą rezonansową, E [GPa]	Moduł Younga wyznaczony metodą ultradźwiękową, E [GPa]	Moduł Younga wyznaczony przy ściskaniu, E [GPa]	Moduł Younga wyznaczony z reguły mieszania, E [GPa]
1,90	34,9	33,3	7,50	93,56
1,72	26,2	24,1	3,69	78,48
1,62	17,5	16,5	2,50	55,87
1,50	9,8	10,9	1,35	33,25

Tabela 4. Wartości modułów Kirchhoffa i współczynników Poissona kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa wyznaczone za pomocą metody rezonansowej i ultradźwiękowej.
Table 4. Kirchoff's modulus and Poisson's ratio values of the alumina foam/tri-functional epoxy resin composites obtained by using the impulse excitation of vibration and ultrasonic velocity measurements.

Gęstość kompozytu, ρ [g/cm ³]	Moduł Kirchhoffa wyznaczony metodą rezonansową, G [GPa]	Współczynnik Poissona, ν [-]	Moduł Kirchhoffa wyznaczony metodą ultradźwiękową, G [GPa]	Współczynnik Poissona, ν [-]
1,90	14,5	0,21	13,8	0,21
1,72	10,6	0,23	9,7	0,24
1,62	7,1	0,24	6,7	0,24
1,50	3,9	0,25	4,4	0,25

Wnioski Conclusions

- Wytworzenie pianek korundowych o różnych parametrach geometrycznych przeznaczonych jako osnowy do infiltracji trójfunkcyjną żywica epoksydową pozwoliło na otrzymanie kompozytów o większej wytrzymałości na ściskanie oraz zginanie przy jednocześnie małej gęstości.
- Wartości modułów Younga kompozytów, uzyskane metodami dynamicznymi były kilkakrotnie wyższe od wartości modułów otrzymanych metodami statycznymi. Mogło to być związane ze zjawiskami relaksacyjnymi zachodzącymi w próbce podczas pomiaru, a co za tym idzie pojawianiem się mikropęknięć podczas ściskania próbek kompozytów. Moduły Younga obliczone na podstawie reguły mieszania nie pokrywają się z wynikami otrzymanymi na drodze eksperymentalnej.
- Obliczone wartości współczynników Poissona kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa wykazały, iż sposób odkształcenia się kompozytów pod wpływem przyłożonego obciążenia podyktowany był zachowaniem się materiału ceramicznego pełniącego funkcję osnowy.

- Preparation of the alumina foams with different geometrical parameters designed as a preforms for infiltration with tri-functional epoxy resin allowed to obtain composites with improved mechanical properties and low density at the same time.
- Young's modulus values of the composites obtained from dynamic methods are much higher than values obtained from static method. This may be related to the relaxation phenomena occurring in the sample during the measurement and the features appearance during compression of composite samples. Calculated Young's modulus based on the rule of mixtures were not coincide with the results obtained experimentally.
- Calculated Poisson's ratio values of the alumina/tri-functional epoxy resin composites showed that character of the strain of them was caused by behavior of the ceramic material as the matrix of composites.

Przykłady zastosowania w lotnictwie Examples of application in aviation

Możliwości zastosowania w lotnictwie pianek ceramicznych i kompozytów wytworzonych przez infiltrację metalu lekkiego lub polimeru do pianki ceramicznej:
-pianki Al₂O₃ - pochłaniacze dźwięku, bariery termiczne
-kompozyty Al₂O₃/żywica epoksydowa- elementy o podwyższonej wytrzymałości na ściskanie i zwiększonej termoodporności

Possibility of aerospace applications of ceramic foams and composites fabricated by light metal infiltration into ceramic foams:
- Al₂O₃ foams - sound absorbers, thermal barriers
- Al₂O₃/epoxy resin composites – elements with high compressive strength and high thermal resistance

Wskaźniki realizacji celów projektu Indicators of the project

Referaty

- J. Ligoda, R. E. Śliwa, M. Potoczek: „*Thermal and acoustic properties of ceramic foam/epoxy composites manufactured by the infiltration process*”, International Conference on Composites/Nano Engineering (ICCE-22), Malta, 13-17 July 2014.
- M. Potoczek, R. E. Śliwa.: „*Pianki ceramiczne wytworzone metodą "gel-casting" przeznaczone do infiltracji polimerami*”, VII Międzynarodowa Konferencja Naukowo-Techniczna, Kraków, 7-10 września 2014.
- J. Ligoda, R. E. Śliwa, M. Potoczek: „*Thermal and mechanical properties of ceramic - polymer composites with an interpenetrating network structure*”, 9th AIRTEC 2014 International Congress, 28-30 October 2014, Frankfurt, Germany.
- M. Potoczek, R. E. Śliwa.: „*Elastic modulus of ceramic foams designed for metal-ceramic interpenetrating composites*”, 9th AIRTEC 2014 International Congress, 28-30 October 2014, Frankfurt, Germany.
- J. Ligoda, R. E. Śliwa, M. Potoczek., „*Właściwości mechaniczne kompozytów pianka korundowa/trójfunkcyjna żywica epoksydowa o strukturze infiltrowanej*”, IX Seminarium Naukowe Zintegrowane Studia Podstaw Deformacji Plastycznej Metali PLASTMET' 2014, 25-28 listopada 2014 r., Łańcut.

Publikacje

- J. Ligoda, R. E. Śliwa, M. Potoczek: Zgłoszenie artykułu: „*Flammability and acoustic absorption of alumina foam/tri-functional epoxy composites manufactured by the infiltration process*”, Composites Part B