

非接触式激光测微法测定碳纤维单丝拉伸应变及模量*

费又庆^{1,2}, 宁晓魏^{1,2}, 欧阳婷^{1†}

(1.湖南大学 材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410082;

2.湖南大学 汽车车身先进设计制造国家重点实验室, 湖南 长沙 410082)

摘要:本研究在常规强伸仪上引入了非接触式激光测微模块直接测量单丝碳纤维拉伸时标记物的微小位移,使得新测试系统可以同时准确地测量碳纤维单丝的强度、模量和断裂应变,而无需常规方法中复杂的系统校正.通过对碳纤维 T300 试样的测试可知,激光测微法的准确性和稳定性优于常规测试方法,并且能清晰地检测到碳纤维在受力过程中存在的非虎克行为.结果表明,激光测微法中标记物作为纤维变形的载体成为准确测量的关键标记,应选择有较好遮光性的材料并且垂直于纤维轴粘贴,标记的测量边最好为线性,在保证一定测量范围的前提下尽可能减小标记尺寸.

关键词:碳纤维;模量;激光测微法;单丝

中图分类号:TB302.3;TQ342

文献标志码:A

Non-contact Measurement of Tensile Strain and Modulus for Single Filament of Carbon Fibers by Laser Micrometry Method

FEI Youqing^{1,2}, NING Xiaowei^{1,2}, OUYANG Ting^{1†}

(1.College of Materials Science and Engineering, Hunan University, Changsha 410082, China; 2.State Key Laboratory of Advanced Design and Manufacturing for Vehicle Body, Hunan University, Changsha 410082, China)

Abstract: A non-contact laser micrometer was introduced to a conventional single filament tensile testing instrument to directly measure small displacement of stiff fiber samples, allowing strength, modulus and strain of single filaments to be measured simultaneously and accurately. Complicated system corrections were eliminated by using this laser micrometry method. Experimental results obtained from T300 carbon fibers agreed well with the data provided by manufacturer in term of accuracy, a nonlinearity in modulus for the carbon fiber sample was observed during extension, further indicating that laser micrometry method is capable of measuring strain and modulus directly and accurately, especially for high modulus materials. The markers attached to the fiber specimen appeared to be the key to accurate measurements, the effects of the shape, size and material of markers were experimentally studied. It is showed that markers should be opaque with straight parallel sides and perpendicular to the fiber axis.

Key words: carbon fiber; elastic moduli; the laser micrometry method; single filament

* 收稿日期:2016-04-03

基金项目:中央高校基本科研业务费专项资金资助项目(531107022124);湖南大学汽车车身先进设计制造国家重点实验室课题(734215002), State Key Laboratory of Advanced Design and Manufacturing for Vehicle Body of Hunan University(734215002)

作者简介:费又庆(1963—),男,内蒙古人,湖南大学教授

† 通讯联系人, E-mail:oyt@hnu.edu.cn

碳纤维具有轻质、高强、高模、高导热、高导电、低热膨胀等一系列特性,被广泛用于航天、航空、运动器材、高档工业产品等领域.精确测量碳纤维的力学性能是研究其结构与性能的基础,目前,碳纤维的力学性能可以通过束丝或者单丝拉伸获得,束丝测试虽然简单、方便,但束丝测试结果是一束纤维的平均值,不能准确反应每根碳纤维的性能,单丝拉伸法能够对每根纤维的性能进行表征,这对于研究碳纤维结构与性能的关系,以及进一步了解碳纤维复合材料的力学性能有重要意义^[1].

常规碳纤维单丝测试方法能够较为准确地获得力值,而断裂伸长却很难精确地测量.原因是碳纤维属于高模量小应变的脆性材料,单丝直径在微米级,伸长率很小(0.5%~2.0%),因此单丝的断裂伸长会因多种因素产生较大测量误差.比如:仪器在拉伸过程中自身发生变形,胶黏剂与纤维之间的滑移等^[2-4].在常规测试方法中虽然可以通过测量系统柔量对结果进行部分校正^[5],但其过程不仅繁琐,准确性也不能完全保证.

非接触式测试法可直接测量纤维的变形,是较理想的解决方案.Nicholson^[6]等采用视频法^[7]跟踪金刚石包覆纤维上标记物的运动成功测得纤维的应变,但由于未能将应力数据与应变数据同步,没有得到模量.雷振坤^[8]等通过数字散斑相关的方法测定了碳纤维(T300)以及芳纶纤维(Kevlar29)单丝的断裂伸长及模量,结果非常接近厂家提供的数据.但是记录有效的视频图像或者光信号需要苛刻的光照环境,其测量精度和重复性需要进一步完善.Redder^[9]等通过激光散斑干涉法^[3]测量纤维上的干涉光斑的位移得到了金属、SiC 和碳纤维三种纤维拉伸时的伸长并绘制了应力-应变图,测试结果明显优于常规测试方法.但激光干涉法需要试样表面有足够的粗糙度和反射性才能保证较高的测试精度,并且大应变时标记容易变形,对结果产生影响.因此,到目前为止非接触测试技术没有广泛应用于单丝纤维测试.

非接触式激光测微法在物体几何尺寸的测量中有着广泛的应用^[10],可以实现很精密的尺寸测量.但激光测微法在高模量纤维微小变形测量中的应用目前并未见报道,因此,本研究将激光测微仪引入常规的纤维强伸仪,通过激光测微法直接测量纤维的变形,并分析激光测微法与常规测试方法在模量测试中的优劣.此外,还考察了系统的稳定性与重复性和标记种类对本方法测试结果的影响,以期

为科研和生产提供一种准确、高效的单丝性能测试方法.

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验所用纤维材料为东丽公司生产的 PAN 系 T300 碳纤维,其主要性能参数见表 1.

表 1 碳纤维样品的主要性能参数

Tab.1 Some properties of carbon fiber sample

应力/GPa	模量/GPa	应变/%	密度/(g·cm ⁻³)	直径/ μ m
3.53	230	1.5	1.76	7

1.2 试样制备

从碳纤维样品束丝中随机抽取单丝置于跨距 18 mm 纸卡上,如图 1 所示,用粘结剂将纤维两端固定,待粘结剂固化后,在纤维上粘结两个标记.实验使用了两种标记物:(a)宽约 6 mm,高约 1 mm 的纸片;(b)直径约 1 mm 的环氧树脂球.

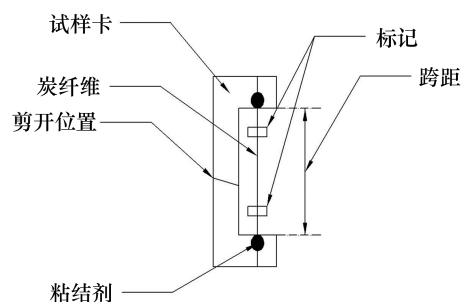


图 1 试样卡示意图

Fig.1 Schematic illustration of specimen card

1.3 测量系统和方法

本研究在常规单纤维强伸仪的基础上,引入了非接触式激光测微模块对纤维的拉伸变形进行非接触式精密测量.为了实现激光测微模块与强伸仪的实时通信与协同工作,对原数据采集与控制系统进行了必要的升级和改造.改造后的单丝强伸仪仍以等速拉伸模式加载,力传感器精度 0.05 CN,量程 100 CN,激光测微仪量程 0.3~30 mm,精度为 2 μ m,重复测量精度 1.5 μ m.激光测微仪的测量原理如图 2 所示,由高亮度 LED 激光源发出光束通过分散模组和光学镜头变成均匀的平行光,另一侧放置高速线性 CCD(Charge-coupled Device,即电荷耦合元件,可将光学信号转换成数字信号)接收器连续接受激光信号.当平行光束照射在目标物上时由于目标物的遮挡将成像于线性 CCD 上,通过解析实时

获得的 CCD 数据,可选择图像边界上的任意两段作为信号输出.另外,该激光测微仪的接收端还配有显示系统可供实验人员实时观察测量范围内目标物的状态.

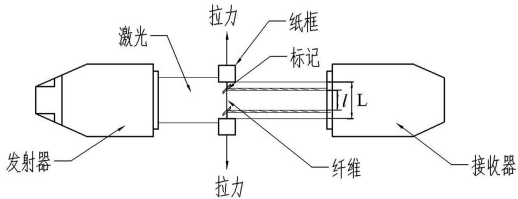


图 2 激光测微法原理

Fig.2 Schematic of LM method

将带有标记的试样装入强伸仪,选择两标记内侧之间的距离 l 作为输出信号(图 2),启动强伸仪拉伸纤维,两标记内侧之间的距离 l 随着纤维的伸长而变化,通过数据采集系统同步采集力值 F 及标记内侧之间的距离 l 的数据.将纤维初始受力状态时两标记之间的距离定义为标记初始长度 l_0 .由拉伸过程中标记的距离 l 与标记初始距离 l_0 计算可得到应变;由拉伸力值 F 与纤维的截面积 A 计算得到纤维的拉伸应力 σ ,软件实时描绘应力-应变图.纤维样品拉伸断裂后,对获得的应力-应变曲线的线性拟合得到纤维在拟合区间的杨氏模量 E 值,计算公式为^[5]:

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon} = \frac{\Delta F}{A} \times \frac{l_0}{l_2 - l_1} \times 1000$$

式中: E 为弹性模量, GPa; ΔF 为模量计算部分变化的强力值, N; A 为纤维截面积, μm^2 ; l_1, l_2 分别为应力-应变图上模量计算起点与终点对应的标记间距, mm; l_0 为标记初始间距, mm.

2 结果与分析

2.1 激光测微法与常规测试法对比分析

图 3 是碳纤维试样的典型应力-应变图,其中实线的应变通过激光测微法直接测量(纸片标记)获得,虚线通过常规方法获得,两条曲线来自于同一试样.从图中可看出通过激光测微法与常规测试法所得应力-应变图趋势基本一致,但两种方法所得曲线有一定的差异,即在相同的应力下,激光测微法测得的应变小于常规测试法.其主要原因是常规测试法中所测伸长包括了仪器的变形,夹具与纸框的滑移,胶黏剂的变形^[2-4].而激光测微法通过直接测量纤维上两标记点的相对运动,基本排除了这些影响,因此能更准确地测量纤维在拉伸过程中的变形.

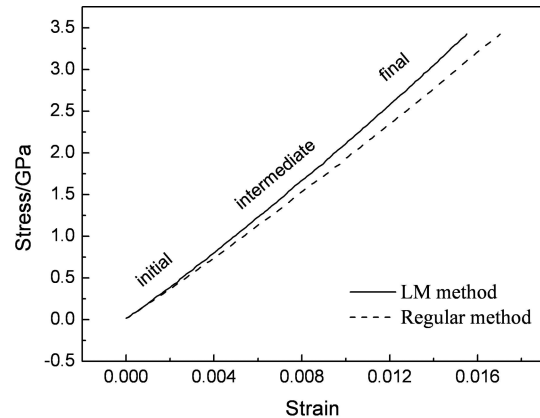


图 3 典型 T300 碳纤维应力应变图

Fig.3 Typical stress-strain curves of the fiber sample

表 2 对激光测微法与常规测试法所测 25 根碳纤维试样的平均值进行了比较,可知激光测微法所得模量比常规测试法要高,并且与供应商所提供的参数有较好的一致性,激光测微法所测得的数据变异系数为 3.9%,较常规测试方法波动更小.因此通过激光测微法可以减小常规测试方法中应变测量的误差,能够快速、准确地测量高模量纤维材料的模量.

由于图 3 中激光测试系统所得碳纤维的应力-应变曲线表现出一定的非线性行为,将所得 25 个试样的曲线按断裂应变 ϵ 分三个区间进行分析(即 $0 \sim 1/3\epsilon$ 段, $1/3\epsilon \sim 2/3\epsilon$ 段, $2/3\epsilon \sim \epsilon$ 段).分段计算所得的模量随应变的变化趋势如图 4 所示,可以清晰地观察到碳纤维的模量随应变的增加而增加,可见碳纤维存在非虎克行为.这种现象已经在单向碳纤维树脂基复合材料和单丝拉伸测试中被观察到,并且当碳纤维被周期性拉伸时,非虎克行为是可逆的,证明碳纤维的非虎克行为不是因为内部结构的局部破坏或者塑性变形引起的,而与材料内部结构

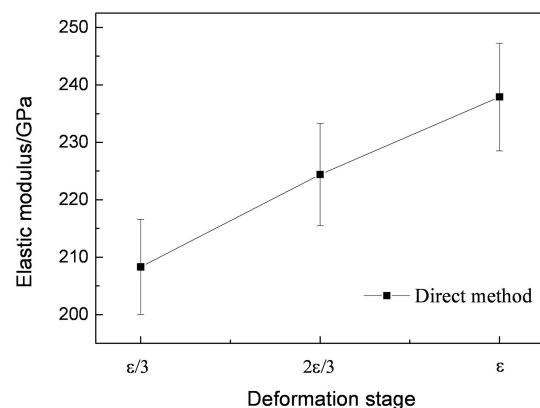


图 4 模量在初始部分、中部和尾部的变化

Fig.4 Elastic modulus of the carbon fibers at initial, intermediate and final deformation stages

的可逆变化相关^[11-13].由于碳纤维由各向异性的乱层石墨结构所组成,石墨微晶沿纤维轴方向的取向程度成为影响其模量高低的主要因素,在拉伸过程中石墨微晶发生偏转使其沿纤维轴向取向,导致模量增加,这已通过X射线衍射研究得到证实^[12-13].由于碳纤维有拉伸硬化的性质,所以计算模量时应变取值范围会对实验结果造成影响^[11].为了摒除实验开始与结束时的仪器误差,本研究中模量值取 $1/3\epsilon \sim 2/3\epsilon$ 区间线性段拟合值.

表2 激光测微法与常规测试方法所得力学参数

Tab.2 Mechanical properties of T300 PAN carbon fibers determined by regular and LM methods

测试方法	应力/GPa	应变/%	模量/GPa	模量变异系数/%
激光测微法	3.3	1.5	224	3.9
常规方法	3.3	1.6	201	4.4

2.2 测试的影响因素

2.2.1 系统可靠性与稳定性实验

激光测微法与常规测试方法同时记录仪器空载时的运动情况,将两种方法的位移数据进行对比,拉伸速度 1 mm/min .图5为测试系统空载时典型的位移-时间结果,由图可知,两种方法得到的曲线都很平直,波动较少,激光测微法所测数据与常规方法有较好的一致性.以常规方法的位移作为基准,将两种方法的空载位移做差,得到两种方法的位移差值(δ)随时间(t)的变化,如图6,可知激光测微仪所测数据与常规方法所测数据吻合很好,10组数据差值波动在 $\pm 2\text{ }\mu\text{m}$ 以内,属于激光测微仪精度范围,并且10组测试的位移差变化趋势基本一致,有着良好的重复性,证明激光测微系统能稳定可靠运行.

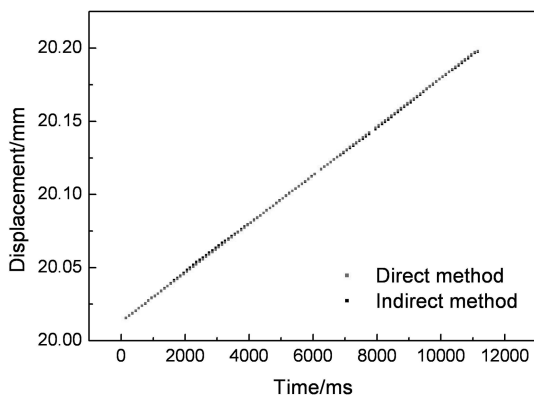


图5 空载时夹具的位移-时间图

Fig.5 The displacement-time curves

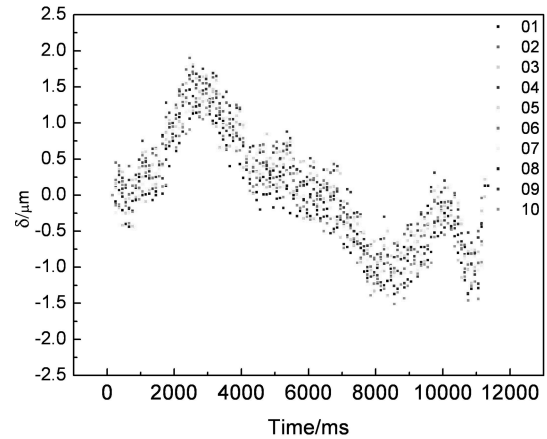


图6 空载时夹具的位移差值-时间图

Fig.6 The displacement difference-time curves

2.2.2 激光测微法的标记种类

激光测微法中标记物的作用与视频引伸法和激光干涉法等非接触测量方法类似,起着传递纤维变形的作用,因此标记的种类与制作对实验结果的准确性与稳定性需要进一步探讨.本文对比了纸片标记和树脂小球标记对测试结果的影响,见表3.

表3 纸片标记与树脂标记对激光测微法实验结果的影响

Tab.3 Effects of marking material on mechanical properties of carbon fibers obtained from LM method

标记材料	应力/GPa	应变/%	模量/GPa	模量变异系数/%
纸片	3.3	1.5	224	3.9
树脂小球	3.3	1.5	228	7.5

由表3可知两种标记所测数据与供应商所提供数据(表1)基本一致,纸片标记所得模量为 224 GPa ,略低于树脂标记的 228 GPa ,但纸片标记测量稳定性较好.原因在于在非接触测试系统中激光测微仪为线测量,为了准确选取测量段,测量时需要通过激光测微仪附带的显示系统调整纤维状态,使其激光光幕处于同一平面.而本实验的碳纤维直径在 $7\text{ }\mu\text{m}$ 左右,超出显示器所能分辨的范围,因此在显示屏上难以观察到纤维,需要通过标记来确定纤维所在位置.

测试开始前需要选取标记测量段,红色实线为激光测量范围,如图7所示,当标记粘贴有一定偏差或者出现斜向夹持等现象时,纸片标记较宽,纤维位置难以确定,可能导致试样测量段与实际标记段出现偏差,对实验结果造成影响.而树脂标记较小,能较准确地确定纤维所在位置,因此选择的测量段与实际标记段更为接近,并且在显示器上通过树脂

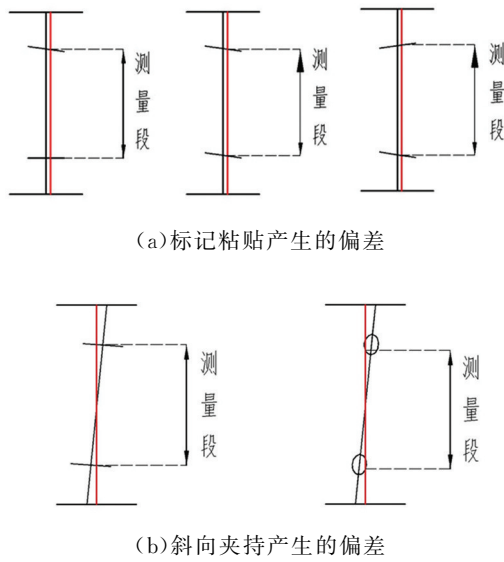


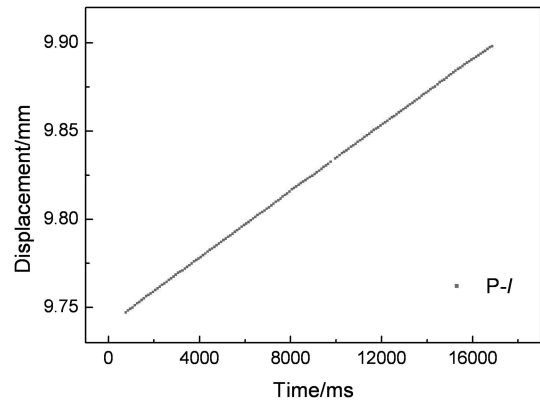
图 7 标记所引起的测量误差

Fig.7 Possible sources of measurement errors

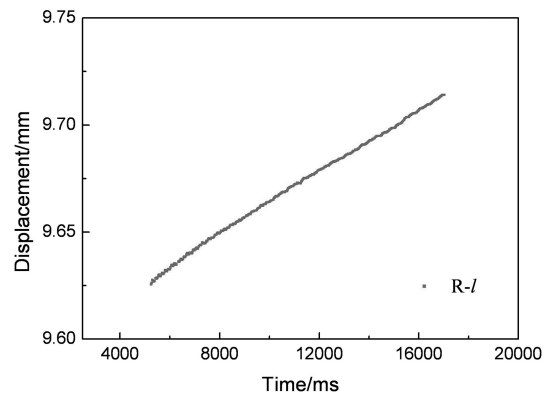
标记更容易观察到纤维试样的放置状态,有助于在实验前调整试样放置状态使试样拉伸方向与测量方向重合,因此树脂标记所测模量值略高于纸片标记.

在测试过程中,当标记粘贴有偏差导致测量段与标记段不符或者试样斜向夹持时,标记可能产生偏转,这使得测量段位移包括了纤维变形以外的额外伸长,导致标记段运动的位移变化呈现出非线性,如图 8 所示.原因是激光测微法为线测量,对于纸片标记其测量边为线型且标记较宽,当标记发生偏转时或者有微小震动时对测试结果的影响较小(图 8(a)),而树脂小球虽然有助于确定纤维位置,但是由于测量边为弧形且尺寸较小,当标记发生偏转时或者有微小震动时对测试结果影响显著(图 8(b)).其次可能由于树脂小球对光有一定的散射和透过性,对 CCD 的成像质量有一定的影响,使得测量结果出现波动,因此纸片标记所测数据的稳定性优于树脂标记.

树脂标记有助于在实验开始前确定测量段,但是却容易受其他测量因素影响,造成测试结果波动较大,而纸片标记,虽然在确定测量段时存在一定困难,但对测量结果的影响似乎不大,并且在测试过程中受其他因素影响较小,测试结果较稳定.由上可知,标记应有较好的遮光性且垂直于纤维轴粘贴,两标记应在同一平面且与激光光幕垂直.此外,为了保证实验的准确性与重复性,标记测量边最好为线型,在保证标记物有一定宽度的前提下尽可能减小其尺寸.



(a) 纸片标记段的位移



(b) 树脂球标记段的位移

图 8 标记段位移-时间图

Fig.8 Displacement-time curve of mark movement

3 结 论

本研究在常规强伸仪上引入了非接触式激光测微模块,通过对原数据采集与控制系统的改造和升级,实现了激光测微仪与常规纤维强伸仪的稳定工作与实时通信,并且成功地将激光测微法应用于高刚性纤维小变形的测量.对 25 根 T300 碳纤维进行拉伸测试,激光测微法得到平均模量为 224 GPa,与供应商所提供的数据 230 GPa 基本一致,并且所测数据的稳定性和准确性均优于常规测试方法.同时在实验中清晰地观察到了碳纤维的拉伸硬化现象,证明激光测微法可直接、准确地测得单丝纤维的断裂应变和模量.研究表明在激光测微法中标记物作为纤维变形的载体成为准确测量的关键,标记应选择有较好遮光性的材料并且垂直于纤维轴粘贴,标记的测量边最好为线性,在保证一定测量范围的前提下尽可能减小标记尺寸.

参考文献

- [1] KANT M, PENUMADU D. Dynamic mechanical characterization for nonlinear behavior of single carbon fibers[J]. *Composites Part A: Applied Sciences & Manufacturing*, 2014, 66: 201–208.
- [2] STONER E G, EDIE D D, DURHAM S D. An end-effect model for the single filament tensile test[J]. *Material Science*, 1994, 29(24): 6561–6574.
- [3] ANWANDER M, ZAGAR B G, WEISS B, *et al.* Non-contacting strain measurements at high temperatures by the digital laser speckle technique [J]. *Experimental Mechanics*, 2000, 40(1): 100–105.
- [4] 姚江薇, 于伟东. 碳纤维单丝强伸实验的影响因素[J]. *材料科学与工程学报*, 2005, 23(6): 811–813.
YAO Jiangwei, YU Weidong. Factors on the tensile test of single carbon fibers[J]. *Journal of Materials Science & Engineering*, 2005, 23(6): 811–813. (In Chinese)
- [5] ASTM C1557–03 Standard test method for tensile strength and young's modulus of fibers [S]. West Conshohocken: ASTM, 2003.
- [6] NICHOLSON E D, BAKER T W, REDMAN S A, *et al.* Young's modulus of diamond-coated fibers and wires [J]. *Diamond and Related Materials*, 1996, 5(6/8): 658–663.
- [7] CHU T C, RANSON W F, SUTTON M A. Application of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics [J]. *Experimental Mechanics*, 1985, 25(3): 232–244.
- [8] 雷振坤, 亢一澜, 王怀文, 等. 单纤维细丝微力学性能实验研究[J]. *实验力学*, 2005, 20(1): 73–76.
LEI Zhenkun, KANG Yilan, WANG Huaiwen, *et al.* Micromechanical tensile characterization of single fiber[J]. *Journal of Experimental Mechanics*, 2005, 20(1): 72–76. (In Chinese)
- [9] REDER C, LOIDL D, PUCHEGGER S, *et al.* No-contact strain measurements of ceramic and carbon single fibers by using the laser speckle method[J]. *Composites Part A: Applied Sciences & Manufacturing*, 2003, 34(11): 1029–1033.
- [10] 李慧鹏, 王军, 张军, 等. 一种新型非接触式线径测量系统[J]. *仪器仪表学报*, 2004, 25(S1): 209–211.
LI Huipeng, WANG Jun, ZHANG Jun, *et al.* A novel noncontact measurement system for the diameter of wires[J]. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 2004, 25(S1): 209–211. (In Chinese)
- [11] 童元建, 禹凡, 王宇, 等. 碳纤维拉伸模量准确测试研究[J]. *高科技纤维与应用*, 2014, 39(3): 21–24.
TONG Yuanjian, YU Fan, WANG Yu, *et al.* Investigation of accurate testing of tensile modulus for carbon fiber[J]. *Hi-Tech Fiber & Application*, 2014, 39(3): 21–24. (In Chinese)
- [12] SHIOYA M, HAYAKAWA E, TAKAKU A. Non-hookean stress-strain response and changes in crystallite orientation of carbon fibers[J]. *Materials Science*, 1996, 31(17): 4521–4532.
- [13] LOIDL D, PETETLIKA H, MULLER M, *et al.* Elastic moduli of nanocrystallites in carbon fibers measured by in-situ X-ray microbeam diffraction [J]. *Carbon*, 2003, 41(3): 563–570.