

复合材料真空袋成型加压点的光纤光栅监测及优化

卢少微^{1,2} 马克明^{1,2} 熊需海^{1,2} 王晓强^{1,2} 贾彩霞^{1,2}

(¹ 沈阳航空航天大学辽宁省通用航空重点实验室, 辽宁 沈阳 110136)
(² 沈阳航空航天大学航空航天工程学部, 辽宁 沈阳 110136)

摘要 光纤光栅对复合材料固化过程中的应变和温度具有非常高的灵敏度。提出了利用双光纤光栅传感器监测复合材料真空袋成型固化过程的温度/应变变化, 获得凝胶点信息, 从而优化加压时机。实验结果表明, 光纤光栅和动态力学分析法(DMTA)确定的凝胶点信息(凝胶温度/时间)非常一致, 扫描电子显微镜(SEM)表明加压点优化后制备的复合材料具有最佳界面, 中心层未出现分层情况。该方法可实现对复合材料固化工艺的监测与优化。

关键词 传感器; 光纤光栅; 复合材料; 真空袋成型; 凝胶点; 加压点

中图分类号 TQ320; TP212.14 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201441.0806001

Monitoring and Optimizing the Pressured Point of Composite Vacuum Bag Molding Process with Fiber Bragg Grating sensors

Lu Shaowei^{1,2} Ma Keming^{1,2} Xiong Xuhai^{1,2} Wang Xiaoqiang^{1,2} Jia Caixia^{1,2}

¹Liaoning Key Laboratory of General Aviation, Shenyang Aerospace University,
Shenyang, Liaoning 110136, China

²Department of Aerospace, Shenyang Aerospace University, Shenyang, Liaoning 110136, China

Abstract Fiber Bragg grating (FBG) sensor is sensitive to strain and temperature during composite curing process. A new method is raised to monitor the temperature and strain with double FBG sensors during composite vacuum bag molding process. The gel point and pressured point are obtained and optimized. The experimental results show that the gel temperature and time obtained by FBG sensors and dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) are very consistency, and the composite manufactured under optimum pressured point has excellent interface performance and no delamination in the middle layer from scanning electron microscopy (SEM). This method can realize monitoring and optimizing of composite vacuum bag molding process.

Key words sensors; fiber Bragg grating; composite; vacuum bag molding process; gel point; pressured point

OCIS codes 160.6060; 280.5475; 060.2370

1 引 言

树脂基复合材料在固化过程中, 会随着固化温度、固化压力等外界环境变化产生明显的物理和化学变化, 其中树脂体系粘度、温度以及复合材料内应力是最重要的固化工艺参数, 对复合材料结构和性能具有重要影响。近年来对复合材料固化过程监测及智能控制成为新的研究热点。凝胶点/凝胶时间是评估复合材料预浸料固化工艺性的重要指标, 为

保证复合材料制备过程中加压时基体树脂的流动充分并均匀浸润纤维, 同时又不至于因流动性太大而损失树脂, 加压时机的选择常以凝胶时间为主要参考依据。

目前, 复合材料固化过程监测方法主要有两种, 即静态固化监测和实时动态固化监测。静态监测主要通过示差扫描量热法 (DSC)^[1]、红外光谱 (IR)^[1-2] 技术分析固化参数, 由于获得的结果不是

收稿日期: 2013-12-10; 收到修改稿日期: 2014-02-28

基金项目: 国防基础科研项目(A352010006)、工信部民机专项、航空科学基金(2013ZA54002)、辽宁省高等学校优秀人才支持计划(LJQ2011018)

作者简介: 卢少微(1973—), 男, 博士, 副教授, 主要从事光纤智能材料与结构健康监测等方面的研究。

E-mail: shaowei9132@sina.com

直接在复合材料上实时获得,因此不能反映固化成型过程中的实际变化。动态监测是利用动态介电分析 (DDA)^[3] 技术,或将应变片^[4]、热电偶^[5] 等各种传感器埋入复合材料结构中,对固化过程中的温度、应力等参数进行实时监测,但由于上述各类传感器体积比较大,与复合材料的相容性较差,因此会对监测结果产生一定影响。

布拉格光纤光栅 (FBG) 传感器具有质量轻、直径小、传感灵敏度高、易于埋入复合材料中且与基体材料兼容性好等诸多优点^[6-9],因此,将 FBG 传感器埋入到复合材料内部,对复合材料固化温度、内应力等多种参数进行监测,具有极大的优势。目前国内学者针对复合材料固化过程的光纤光栅监测已展开了广泛的研究^[10-14],但是针对复合材料预浸料真空袋成型工艺加压时机的选择还没有开展专门的研究。本文利用双光纤光栅传感器实时在线监测预浸料在确定的固化工艺制度下到达凝胶点的温度和时间,对加压点进行优选,实现了预浸料真空袋成型复合材料的性能优化。

2 原理与实验

FBG 光栅是通过周期性调制单模光纤芯区折射率 n 形成的,当宽带光在 FBG 中传输时会产生耦合,满足下列反射条件的光被反射:

$$\lambda_B = 2n_{\text{eff}}\Lambda_B, \quad (1)$$

式中 λ_B 为光栅的反射中心波长, n_{eff} 为有效折射率, Λ_B 为光栅周期。当 FBG 光栅受应变 ($\Delta\epsilon$) 和温度 (ΔT) 作用时, FBG 中心波长漂移可用下式表示^[15]:

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = (1 - P_\epsilon)\Delta\epsilon + (\alpha_A + \alpha_n)\Delta T = K_\epsilon\Delta\epsilon + K_T\Delta T, \quad (2)$$

式中 K_ϵ 和 K_T 分别表示 FBG 传感器的应变和温度传感系数, $1 - P_\epsilon = 0.78$, $\alpha_A + \alpha_n = 6.27 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 。

根据上述原理,裸 FBG 传感器对温度和应变敏感。裸 FBG 光栅被悬空封装在毛细钢管内,形成 FBG 温度传感器,其不受应变 ($\Delta\epsilon$) 作用,只对温度 (ΔT) 敏感,此时 $\Delta\lambda_B/\lambda_B = (\alpha_A + \alpha_n)\Delta T$,利用温度标定实验可以得到温度传感系数 K_T 。将裸 FBG 与封装 FBG 并排放置在复合材料层间,此时裸 FBG 对应变/温度均敏感,通过封装 FBG 温度传感器测量温度 (ΔT) 后,代入 (2) 式将温度对中心波长 λ_B 的影响去除,此后可以得到 $\Delta\epsilon$ 。FBG 温度传感器的结构如图 1 所示。利用油浴对 FBG 温度传感器进

行标定,其中心波长-温度关系如图 2 所示。

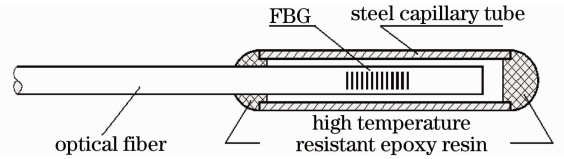


图 1 毛细钢管封装的 FBG 温度传感器

Fig. 1 Fiber Bragg grating (FBG) temperature sensor packaging with capillary tube

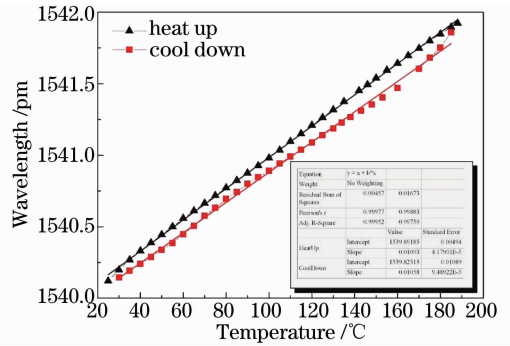


图 2 FBG 温度传感器的温度标定曲线

Fig. 2 Temperature correction of FBG sensor

预浸料铺层时光栅温度传感器与光栅应变传感器同时埋入复合材料内部中心层,如图 3 所示。将埋入两种类型光栅的复合材料预成型体放入真空烘箱内,按图 4 厂家提供的固化制度固化成型(真空度 -0.1 MPa)。利用光纤光栅同步监测复合材料真空袋成型固化过程的温度/应变信息,获得凝胶点(温度/时间)。

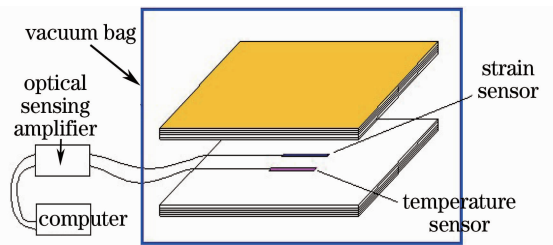


图 3 嵌入 FBG 传感器复合材料固化监测示意图

Fig. 3 Diagram of composite cure monitoring with FBG sensors

将碳/双马树脂复合材料预浸料切成面积为 $30 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ 的长方形小块,在动态力学分析法 (DMTA) (DMA Q800, 美国 TA 仪器公司) 上用单悬臂梁模式测量三层预浸料,测试预浸料试样在 $140 \text{ } ^\circ\text{C}$ 恒温条件下动态力学性能的变化,预浸料试样测试的自由长度为 5 mm ,测试频率为 1 Hz ,采用应变控制方式。根据 DMTA 法可确定凝胶点(温度/时间),从而优化加压点。采用扫描电子显微镜

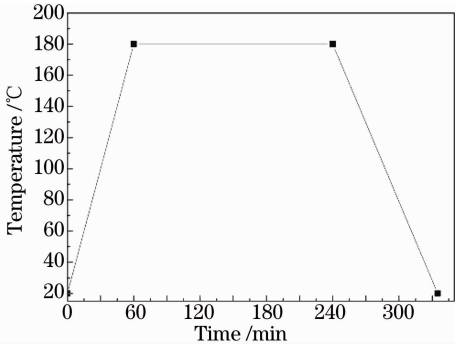


图 4 复合材料真空袋成型固化制度

Fig. 4 Solidification rule for composite vacuum bag molding

(SEM, QUANTA 800, 荷兰 FEI) 对不同固化条件下(加压点)复合材料的断口形貌进行观察,扫描环境为低真空 10^{-3} Pa,测试电压为 20 kV,扫描前对试样进行喷金处理。

3 实验结果与讨论

3.1 复合材料真空袋成型凝胶点(温度/时间)的光纤光栅监测及分析

碳/双马树脂复合材料的真空袋成型内部温度和应变实时监测曲线如图 5 所示,可见温度传感器监测的预浸料中心层温度变化趋势与固化制度趋于一致,但中心层温度稍低于外部温度。从应变传感器监测的应变变化趋势可见,在升温过程中,内部应变增加,由于计算应变时已经扣除了温度导致的光栅应变,因此此时应变增加来源于此阶段预浸料内树脂基体的流动粘滞力。在固化时间到达 40 min,中心层温度到达 137 °C 时,应变开始呈现下降趋势,后期趋于稳定,转折点为 137 °C / 40 min,表明预浸料内树脂基体已经开始凝胶,该参数与复合材料预浸料的恒温 DMTA 所测凝胶点数据基本一致(如图 6 所示),表明用 FBG 监测复合材料内部

树脂基体的流动情况具有很高的精确度,并且实时连续。

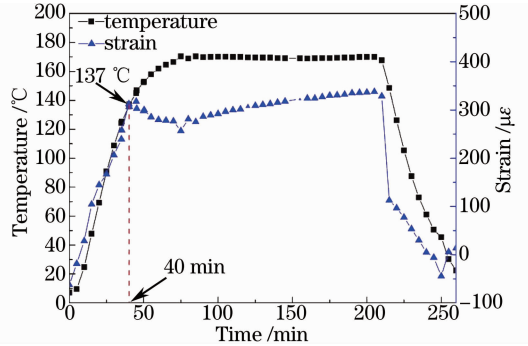


图 5 复合材料真空袋成型固化监测曲线

Fig. 5 Curing monitoring curves for composite vacuum bag molding

3.2 DMTA 法分析复合材料的凝胶点(凝胶温度/时间)

碳/双马树脂预浸料在 140 °C 下恒温固化 DMTA 曲线如图 6(a)所示,在采用 DMTA 等温测试复合材料预浸料的工艺过程中,预浸料动态力学性能变化分三个阶段:1) 储能模量 E' 快速下降至一低模量平台,损耗因子 $\tan\delta$ 和损耗模量 E'' 先增大后减小,峰值对应 E'' 快速下降区域,该阶段可认为是预浸料在升温作用下的软化过程;2) E' 先缓慢增长,这是体系形成离子络合物阶段,紧接着 E' 呈线性快速增大,增长幅度跨越两个数量级,这期间 E'' 出现一个小峰, $\tan\delta$ 持续下降;3) 体系开始玻璃化转变,各参数的变化趋于缓慢,在 E' 与 $\tan\delta$ 曲线上能观察到一个转变峰。在 DMTA 测试中可将 $\tan\delta$ 对应的时间定为凝胶时间,根据 $\tan\delta$ 曲线可确定不同固化温度下预浸料的凝胶时间[如图 6(b)],固化温度为 140 °C 时,复合材料预浸料的凝胶时间为 40 min,这与 FBG 光栅监测获得的凝胶点数据 137 °C / 40 min 基本一致。

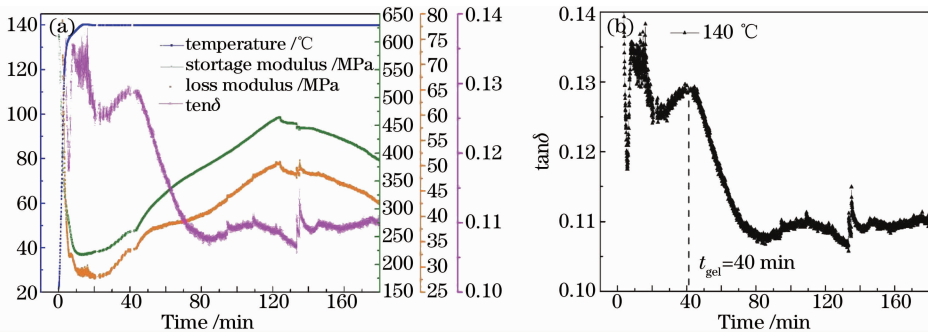


图 6 复合材料预浸料在 140 °C 下恒温固化。(a) DMTA 曲线; (b) $\tan\delta$ 所对应的凝胶化时间

Fig. 6 Composite curing curves under 140 °C. (a) Dynamic mechanical thermal analysis (DMTA);

(b) gel time corresponding to $\tan\delta$

3.3 不同加压点下真空袋法成型复合材料 SEM 分析

复合材料固化过程要选定合适的加压点,就需要同时确定预浸料固化工艺条件下的凝胶温度和时间。采用二次铺层工艺制备复合材料时,预浸料第一次铺层固化加压点分别定为 137 °C/40 min(根据光纤光栅监测曲线确定)和 140 °C/40 min(根据 DMTA 法确定),第二次铺层后按复合材料的固化制度进行固化(如图 4 所示),最终制备的碳/双马树脂复合材料如图 7 所示。



图 7 真空袋工艺制备的碳/双马树脂复合材料

Fig. 7 Composite manufactured with vacuum bag molding

采用 SEM 研究不同加压点下复合材料两次铺层固化后界面结合状况(如图 8 所示)。复合材料预浸料第一次铺层加压点为 137 °C/40 min 时,最终固化后复合材料中心层基本看不出两次铺层痕迹;而第一次铺层加压点为 140 °C/40 min 时,最终制备复合材料在其中心层出现明显的分层缺陷。产生分层的原因在于第一次固化工艺中温度选择过高,导致第一次铺层固化后树脂基体的固化度较高,第二次铺层固化后中心层两边的树脂基体不能完全粘合成一个整体,固化期间的固化收缩和固化结束后由于降温引起的收缩不匹配,导致中心层出现缺陷。可见光纤光栅法确定的加压点要优于 DMTA 法确定的加压点。

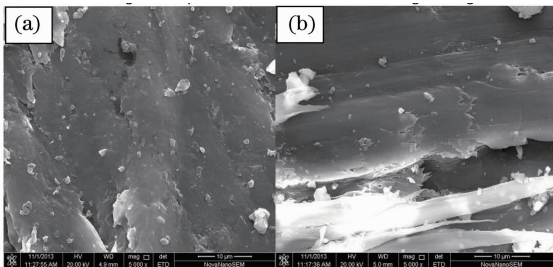


图 8 复合材料在不同加压点时 SEM 图像。

(a) 137 °C/40 min; (b) 140 °C/40 min

Fig. 8 SEM image of composites manufactured under different pressured points. (a) 137 °C/40 min; (b) 140 °C/40 min

4 结 论

采用 FBG 光栅和 DMTA 对碳/双马树脂复合材料真空袋固化工艺进行研究。结果表明,采用 FBG 光栅实时在线监测复合材料预浸料固化工艺具有快速、精确的优势,同时可确定复合材料固化过程中应变情况,监测获得的碳/双马树脂复合材料凝胶点为 137 °C/40 min,与恒温 DMTA 法确定的预浸料达到凝胶点时间基本一致。通过 SEM 界面观察法,复合材料预浸料第一次铺层的固化工艺采用 137 °C/40 min,固化后复合材料具有最佳的微观性能,中心层不会出现分层情况。采用 137 °C/40 min 作为碳/双马树脂复合材料的加压点可获得具有最佳性能的复合材料。

参 考 文 献

- Hardis R, Jessop J L P, Peters F E, *et al.*. Cure kinetics characterization and monitoring of an epoxy resin using DSC, Raman spectroscopy, and DEA[J]. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2013, 49: 100-108.
- Cossins S, Connell M, Cross B, *et al.*. *In situ* near-IR cure monitoring of a model epoxy matrix composite [J]. *Applied Spectroscopy*, 1996, 50(7): 900-905.
- Choi J H, Kim I Y, Lee D G. Development of the simple dielectric sensor for the cure monitoring of the high temperature composites [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003, 132(1-3): 168-176.
- Liu C W, Zhao X G, Yu X H, *et al.*. A study of the thermal cure of new trifunctional phenylethynyl terminated imide oligomers with reduced cure temperatures [J]. *Polymer Degradation and Stability*, 2013, 98(1): 230-240.
- Leprince J G, Hadis M, Shortall A C, *et al.*. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins [J]. *Dental Materials*, 2011, 27(2): 157-164.
- Zhou Li, Liang Dakai, Zeng Jie, *et al.*. Mechanism and experimental research on performance degeneration of fiber Bragg grating affected by temperature [J]. *Chinese J Lasers*, 2012, 39(4): 0405007.
周 丽, 梁大开, 曾 捷, 等. 温度影响光纤光栅传感器性能退化机理及实验研究 [J]. *中国激光*, 2012, 39(4): 0405007.
- Zhou Yabin, Zeng Jie, Zhang Qianyun, *et al.*. Measurement of the thermal diffusivity of carbon composite by water-heat balance method [J]. *Chinese J Lasers*, 2013, 40(11): 1108001.
周雅斌, 曾 捷, 张倩韵, 等. 基于光纤传感水热平衡法测量碳纤维圆筒结构的热扩散系数 [J]. *中国激光*, 2013, 40(11): 1108001.
- Wang Zhenbao, Yang Pengling, Shao Bibo, *et al.*. Fiber Bragg grating for simultaneous measurement of strain and temperature [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2013, 50(10): 100602.
王振宝, 杨鹏翎, 邵碧波, 等. 应力和温度同时测量的光纤布拉格光栅双参数传感器 [J]. *激光与光电子学进展*, 2013, 50(10): 100602.
- Lu Shaowei. Damage monitoring of the double-notched carbon fiber reinforced polymers with surface bonded chirped fiber Bragg grating sensor [J]. *Chinese J Lasers*, 2012, 39(11): 1105004.
卢少微. 外贴啁啾光栅监测带双缺口复合材料静态拉伸损伤 [J]. *中国激光*, 2012, 39(11): 1105004.
- Ito Y, Minakuchi S, Mizutani T, *et al.*. Cure monitoring of

- carbon-epoxy composites by optical fiber-based distributed strain-temperature sensing system[J]. *Advanced Composite Materials*, 2012, 21(3): 259–271.
- 11 Lu Shaowei, Gao Yu, Zhang Haijun, *et al.*. Monitoring of the resin transfer molding process using fiber Bragg gratings sensors [J]. *Polymer Materials Science and Engineering*, 2013, 29(1): 119–122.
卢少微, 高禹, 张海军, 等. 树脂传递模塑成型的光纤光栅监测[J]. *高分子材料科学与工程*, 2013, 29(1): 119–122.
- 12 Lu Shaowei, Zhang Haijun, Gao Yu, *et al.*. Monitoring the effect of post-cure on the performance of RTM processing composites[J]. *Journal of Optoelectronics • Laser*, 2012, 23(6): 1120–1125.
卢少微, 张海军, 高禹, 等. 后固化对树脂传递模塑成型复合
- 材料性能影响监测[J]. *光电子 • 激光*, 2012, 23(6): 1120–1125.
- 13 Kim H S, Yoo S H, Chang S H. *In situ* monitoring of the strain evolution and curing reaction of composite laminates to reduce the thermal residual stress using FBG sensor and dielectrometry[J]. *Composites Part B: Engineering*, 2013, 44(1): 446–452.
- 14 Marin E, Robert L, Triollet S, *et al.*. Liquid resin infusion process monitoring with superimposed fibre Bragg grating sensor [J]. *Polymer Testing*, 2012, 31(8): 1045–1052.
- 15 Park S, Park T, Han K. Real-time monitoring of composite wind turbine blades using fiber Bragg grating sensors[J]. *Advanced Composite Materials*, 2011, 20(1): 39–51.

栏目编辑:张浩佳