

Материаловедение

УДК 539.422.52

DOI 10.31242/2618-9712-2021-26-3-155–168

Исследование термоокислительного старения полимерного композиционного материала с использованием метода акустической эмиссии

А.А. Брянский*, О.В. Башков, Д.П. Малышева

Комсомольский-на-Амуре государственный университет, Комсомольск-на-Амуре, Россия

*bryansky.aa@yandex.ru

Аннотация. Представлены результаты исследования влияния условий термоокислительного старения на процесс разрушения полимерного композиционного материала (ПКМ) на основании регистрируемых параметров акустической эмиссии (АЭ). Объектом исследования выступили образцы, вырезанные из плиты стеклопластика. Плита была изготовлена методом вакуумной инфузии с применением связующего Derakane 411-350 и 9 слоев стеклоткани Ст-62004. Старение образцов выполнялось выдержкой в муфельной печи в течение 96 ч при температурах 60, 100, 120 и 200 °С. Механические испытания проведены методом трехточечного статического изгиба. АЭ регистрировалась на программно-аппаратном комплексе, разработанном в КнАГУ. Выполнена двухэтапная кластеризация частотных составляющих спектров сигналов зарегистрированной АЭ самоорганизующейся картой Кохонена по методике, ранее разработанной и апробированной авторами. Дана характеристика типов повреждений структуры ПКМ по центроидам полученных кластеров. На основании накопления кластеров в ходе механических испытаний описана кинетика процесса разрушения в зависимости от условий термоокислительного старения. Установлено негативное влияние повышенных температур на деградацию полимерной матрицы, приводящее к снижению способности эффективного распределения внутренних напряжений матрицей по объему ПКМ за счет нарушения адгезии с армирующим материалом.

Ключевые слова: полимерный композиционный материал, стеклопластик, старение, разрушение, акустическая эмиссия, кластеризация.

Благодарности. Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 21-19-00896.

Введение

Увеличивающееся потребление полимерных композиционных материалов (ПКМ) в промышленности, особенно в таких областях как самолетостроение и возобновляемые источники энергии, ставит актуальной проблему диагностики ответственных деталей и конструкций из ПКМ [1]. Сложная структура композиционных материалов может приводить к образованию специфических повреждений в условиях непредвиденных нагрузок, что существенно сказывается на их функциональности [2, 3].

В условиях эксплуатации изделия из ПКМ зачастую подвергаются воздействию различных окислителей, в том числе и кислорода из воздуха, при различных температурах. Оценить влияние

тех или иных внешних условий на изменение свойств и поведение ПКМ возможно с использованием методов неразрушающего контроля и разрушающих испытаний [4, 5].

Метод акустической эмиссии (АЭ) известен как метод неразрушающего контроля и наиболее часто используется для регистрации эволюции структурных дефектов в механически нагруженных конструкциях и их деталях [6]. Данный метод позволяет получить информацию о природе образующегося и развивающегося дефекта в детали, а также о его развитии в условиях продолжительной или повторяющейся нагрузок [7].

АЭ генерируется развивающимися повреждениями при изменении внутренней структуры материала и представляет собой упругие колебания,

создаваемые в материале при перераспределении напряжений в процессе распространения упругой волны. В ПКМ данные изменения обусловлены зарождением, ростом и раскрытием трещин в полимерной матрице, изломом волокон и нарушением адгезии между матрицей и волокнами [2, 8–10].

Одной из важных задач, решаемых при использовании метода АЭ, является приведение в соответствие зарегистрированного сигнала или группы сигналов специфическому источнику, генерирующему данные сигналы и формирующему механизм образования повреждений [10–12]. Для анализа сигналов АЭ, как правило, используется комплекс параметров, что вместе с недостатком или отсутствием характеристической информации о них из-за широкой вариативности свойств ПКМ (используемые материалы, структура) делает исследование каждого нового класса материалов нетривиальной задачей [9, 13]. Описание механизмов структурной деградации на основе параметров АЭ требует глубокого понимания связи между процессами разрушения материала и регистрируемыми сигналами АЭ [14].

Расчетные параметры сигналов АЭ выступают в виде дескрипторов событий АЭ, неся ту или иную характеристическую информацию. Таким образом, само по себе накопление событий АЭ используется для оценки интенсивности образования и роста дефектов как источников АЭ, а по значениям пиковой амплитуды, энергии и других параметров можно идентифицировать масштаб и природу развивающихся повреждений [2, 3, 15–18].

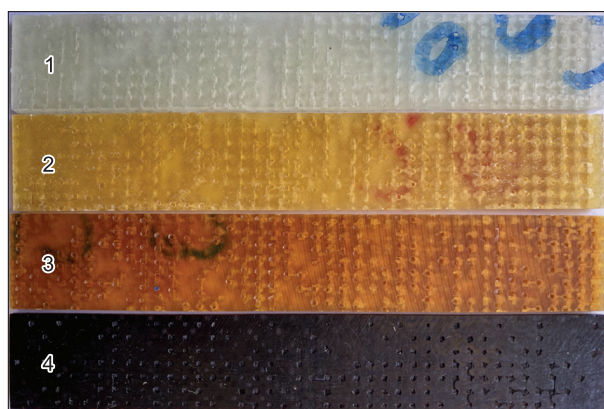


Рис. 1. Внешний вид образцов после термоокислительного старения при температурах выдержки, °С: 1 – 60; 2 – 100; 3 – 120; 4 – 200.

Fig. 1. Appearance of samples after thermo-oxidative aging at holding temperatures, °С: 1 – 60; 2 – 100; 3 – 120; 4 – 200.

Частотное представление сигналов содержит большое количество информации о природе образующихся дефектов в материале [11, 16, 19, 20]. Для характеристики сигнала АЭ может быть использован один или несколько частотных диапазонов. На основании данных параметров определяется, к какому процессу относится каждый зарегистрированный сигнал АЭ [9]. При частотном анализе на практике используются быстрое преобразование Фурье (БПФ) или вейвлет-преобразование, что позволяет добиться высокой точности идентификации природы зарегистрированного сигнала АЭ [3, 4, 21, 22].

Для статистического анализа и классификации данных АЭ необходимо определение наиболее важных (информативных) параметров среди их множества или же применение методов, позволяющих уменьшить их количество. Многие подходы определения информативно важных параметров, встречаемые в литературе, основаны на методе главных компонент [10, 14, 21, 23], методе полной связи (иерархическая кластеризация) [19] или выборе группы параметров (таких как частота, амплитуда, длительность и т. д.). Анализ часто основывается на опыте других исследователей.

Среди широко используемых подходов кластеризации данных АЭ стоит выделить алгоритм k-means [3, 24] и искусственные нейронные сети (ИНС). Самоорганизующаяся карта (СОК) нашла широкое применение для задач классификации параметров сигналов АЭ благодаря обучению без учителя и возможность обработки большого количества данных [9, 14].

Материалы и методы исследования

Для проведения исследования была изготовлена пластина стеклопластика на базе связующего Derakane 411-350 и 9 слоев стеклоткани Ст-62004 методом вакуумной инфузии. Из полученной пластины вырезаны образцы размерами 60 × 15 мм.

Старение образцов выполнялось методом термоокислительного старения в муфельной печи. Время выдержки составило 96 ч. Обработывались четыре группы по два образца при температуре 60, 100, 120 и 200 °С. Внешний вид образцов приведен на рис. 1.

Механическое испытание на трехточечный статический изгиб выполнялось на универсальной испытательной машине Instron 3382. Скорость нагружения для каждого испытания рассчитывалась согласно ГОСТ 56810-2015.

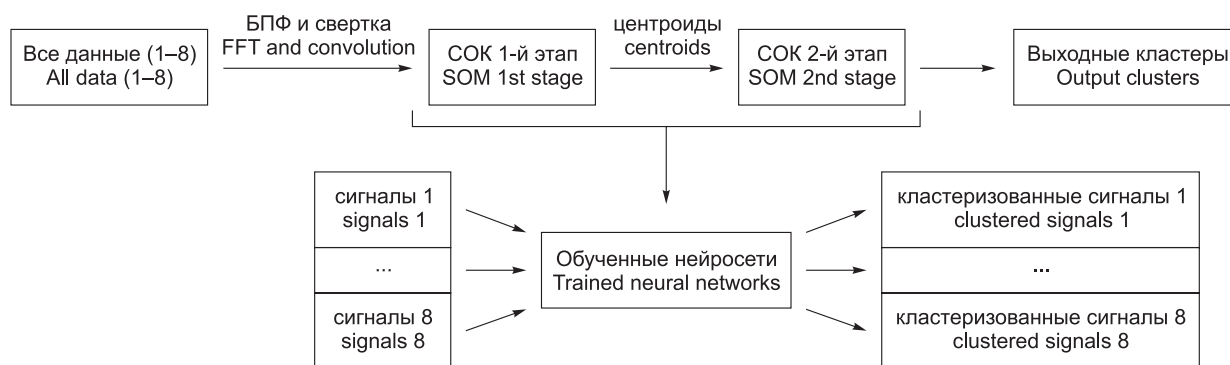


Рис. 2. Схема обработки выборок зарегистрированных сигналов АЭ.

Fig. 2. Scheme for the processing of the registered AE signals samples.

Регистрация АЭ проводилась на программно-аппаратном комплексе AE 2.1 Pro с использованием широкополосного датчика Globaltest GT301 (50–550 кГц). Обработка зарегистрированных сигналов АЭ выполнялась по схеме, приведенной на рис. 2, в среде MATLAB.

Идентификация природы повреждений, образующихся при приложении нагрузки изгибом в ПКМ, выполнялась по методике кластерного анализа, путем выделения характерных групп сигналов (кластеров). Кластеризация сигналов была реализована с использованием самоорганизующейся карты Кохонена (self-organizing map, SOM), так как данная нейронная сеть обучается без учителя, что позволяет сначала получить кластеры, а потом дать им характеристику [16]. Алгоритм кластеризации был основан на анализе сигналов по их частотным фурье-спектрам и выполнялся в два этапа. При большом числе зарегистрированных сигналов, превышающем 1000, количество кластеров на первой стадии кластеризации равнялось 100. На втором этапе центроиды, полученные в результате первого этапа кластеризации, объединялись до 25 кластеров и менее. Выбор большого количества выходных кластеров обоснован тем, что помимо регистрации отдельных событий, возникающих в результате единичных актов локальных повреждений и разрушений материала, возможно совместное смешанное образование дефектов структуры ПКМ различной природы [24]. Обучение нейронных сетей проводилось на суммарной выборке из всех сигналов каждого испытания. В дальнейшем обученные нейросети применялись для кластеризации выборок каждого испытания.

Центроиды полученных кластеров, на основании их частотного представления, соотносились с природой структурных дефектов материала.

Поскольку эффективность кластеризации зависит от количества параметров и их информативной ценности [21, 25, 26], размерность спектров снижалась сверткой. Алгоритм свертки, используемый в данной работе, основан на оценке распределения значений пиковых частот спектров, выделении небольших диапазонов колебания значений частот и выбора значений максимальной амплитуды в них.

Для зарегистрированных сигналов АЭ рассчитывались спектры Фурье, диапазон анализа которых ограничивался областью частот 20–450 кГц, определенной в ранних работах авторов [27]. Акустические шумы звукового диапазона подавлялись фильтром усилителя Olympus модели 5662B. Механические шумы испытательной машины были проанализированы и учтены. Анализ сигналов АЭ, регистрируемых при нагружении разных материалов с одинаковым уровнем механических нагрузок, показал, что испытательная машина не оказывает влияния на появление дополнительных шумов при заданном усилении предварительного усилителя 40 дБ. Для снижения влияния амплитуды сигналов выполнялись нормализация спектра и свертка [28]. Полученные спектры сигналов АЭ, зарегистрированных во всех экспериментах, подавались на вход предварительно обученной SOM первого этапа обработки данных. Далее, на основании результатов кластеризации центроидов первого этапа SOM схожие кластеры объединялись. Информация о числе сигналов АЭ в кластерах и характере их накопления в ходе механического испытания использовалась для анализа процесса разрушения материала.

Исследование структуры образцов проводили с помощью металлографического микроскопа Nikon ECLIPSE MA200. Испытанные образцы

распиливались по линии изгиба и подготавливали на шлифовально-полировальном оборудовании.

Результаты и их обсуждение

В результате обработки сигналов акустической эмиссии по схеме, приведенной на рис. 2, было получено 11 кластеров. Усредненные спектры (центроиды) выходных кластеров представлены на рис. 3.

Примеры усредненных спектров кластеров C1 и C11 и спектров сигналов АЭ, входящих в данные кластеры, представлены на рис. 4.

Характеристика кластеров, соответствующих какому-либо типу повреждения, производилась по значениям пиковых частот.

Повреждение полимерной матрицы – один из основных процессов образования повреждений в течение всего срока эксплуатации ПКМ [7]. При характеристике разрушения полимерной матрицы было использовано несколько масштабов ее повреждения в связи с тем, что рост разрушающей нагрузки сопровождался увеличением частоты регистрируемых сигналов АЭ одной природы, характерных повреждению матрицы, в условиях процесса расслоения [3, 29]. В работах [10, 22] микроповреждения матрицы соотнесены с пиковыми частотами до 50 кГц, в работах [21, 30] повреждения матрицы охарактеризованы пиковыми частотами ниже 125 кГц. При этом в работах [2, 10] частотный диапазон 50–150 кГц соотнесен

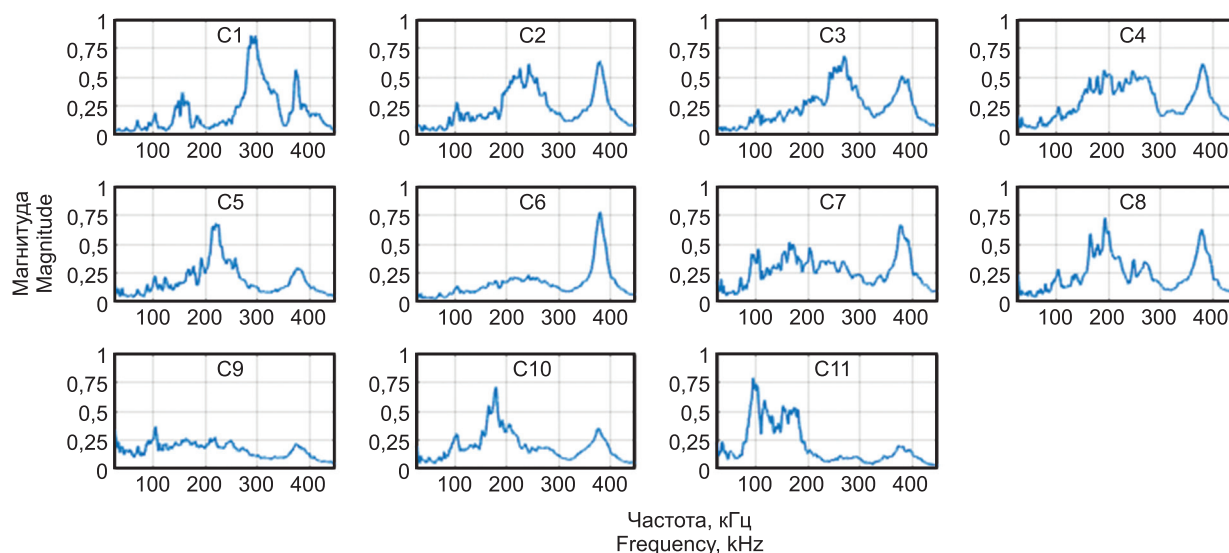


Рис. 3. Усредненные спектры кластеров с 1 по 11.

Fig. 3. Average spectra of the clusters from 1 to 11.

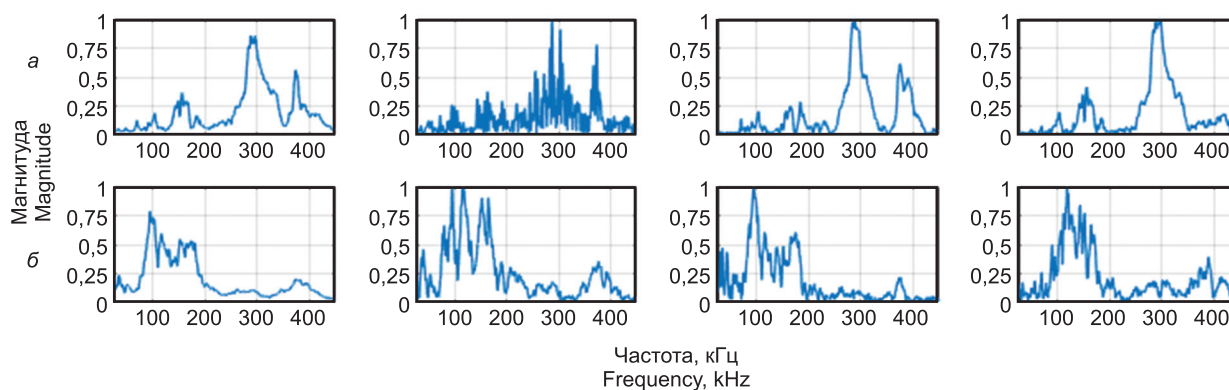


Рис. 4. Усредненные спектры кластеров и спектры входящих в них сигналов АЭ, выбранных случайным образом: а – кластер C1; б – кластер C11.

Fig. 4. Average spectra of the clusters and spectra of AE signals included in them and selected at random: а – cluster C1; б – cluster C11.

Таблица 1
Характеристика типов повреждений по частотам

Table 1
Characteristics of the damage types by frequency

Частоты, кГц Frequencies, kHz	Тип образующегося повреждения Type of the formed damage
25–100	Микроповреждения матрицы Matrix microdamages
130–150	Критические повреждения матрицы (межслоевые повреждения) Critical matrix damages (interlaminar damages)
150–220	Образование расслоений Delaminations
180–260	Скольжение волокон Fibers slip
270–310	Отклеивание волокон Fibers debonding
360–400	Излом волокон Fibers failure

с процессом образования расслоений, а в работах [10, 19] – с микроповреждениями матрицы. Различие в литературных данных по классификации повреждений привело к необходимости внесения корректировок в характеристические диапазоны пиковых частот. На основании качественного анализа данных по результатам повреждений образцов было принято считать диапазоны частот 25–100 кГц и 130–150 кГц характерными для оценки микроповреждений и межслоевых повреждений полимерной матрицы.

Образование расслоений характеризуется излучением сигналов АЭ с более высокими частотами в сравнении с повреждениями матрицы. В работах [2–4, 10, 11, 21, 22, 26, 31] нижняя граница частотного диапазона образования расслоений характеризуется частотой 150 кГц, а верхняя граница находится в диапазоне частот 200–250 кГц. На основании собственных наблюдений результатов испытаний для процесса образования расслоений был принят характеристический диапазон частот 150–220 кГц.

Образование расслоений, отклеивание и скольжение волокон, в силу общей природы (нарушение адгезии) зачастую принадлежат общему или пересекающимся диапазонам частот. Для скольжения волокон был принят диапазон частот 180–260 кГц, а для отклеивания волокон – 270–310 кГц [2, 4, 10, 11, 22, 31]. Излому стекловолокон ПКМ

были сопоставлены сигналы АЭ, регистрируемые в диапазоне частот 360–400 кГц.

Характеристика диапазонов пиковых частот, используемая в данной работе, представлена в табл. 1. В табл. 2 дано описание полученных кластеров на основании их частотного диапазона.

На рис. 5 представлено количественное содержание кластеров в виде гистограмм для каждого типа образцов.

По количеству зарегистрированных событий, отнесенных к каждому кластеру, можно оценить преобладание того или иного типа повреждения для каждого из испытания. Для оценки процесса разрушения анализируется накопление каждого из кластеров. На рис. 6–9 приведены кривые накопления кластеров для испытания каждого из исследуемых образцов, совмещенные с графиками зависимости напряжений от времени. Кластеры с незначительным накоплением не отображены.

Для образцов, выдержанных при температуре 60 °С, среднее значение максимального напряжения составило 432 МПа, для образцов с температурой выдержки 100 °С – 421 МПа, для образцов с температурой выдержки 120 °С – 405 МПа и для образцов с температурой выдержки 200 °С – 395 МПа.

Увеличение времени выдержки ПКМ при критических температурах или в условиях воздействия агрессивной среды приводит к снижению прочности материала преимущественно за счет деградации полимерной матрицы, так как стекловолокно обладает большей стойкостью к неблагоприятным условиям. В связи с этим наибольшее внимание в анализе уделялось процессам разрушения в матрице.

При испытании образцов, выдержанных при температуре 60 °С (см. рис. 6), процесс разрушения большей частью сопровождается накоплением кластера 10 в течение всего испытания, что характеризуется межслоевыми повреждениями матрицы с незначительным по числу изломом волокон. Менее выражено накопление кластеров 6 и 8, характерных повреждению отдельных волокон и межслоевым повреждениям матрицы с изломом волокон соответственно. Выявленная кинетика образования повреждений проявляется преимущественно при испытании изгибом стеклопластика с малым числом используемых слоев стеклоткани. Из анализа можно сделать вывод об отсутствии влияния деградации матрицы, вызванной температурным воздействием, на характер разрушения ПКМ.

Характеристика кластеров по совокупным повреждениям

Table 2

Characteristics of the clusters by cumulative damage

Номер кластера Cluster Number	Частоты, кГц Frequencies, kHz	Описание Description
C1	270–340, 370–380	Отклеивание волокон, менее выражен излом волокон Fibers debonding, less pronounced fibers failure
C2	190–270, 365–395	Излом с выскальзыванием волокон, менее выражены межслоевые повреждения матрицы по типу расслоений Fibers failure with slipping, less pronounced interlaminar matrix damages by the type of delamination
C3	235–300, 360–400	Излом, отклеивание и скольжение стекловолокон Failure, debonding and fibers slipping
C4	145–290, 360–400	Излом стекловолокон с их отклеиванием и скольжением, межслоевые повреждения матрицы Fibers failure with debonding and slipping, interlaminar matrix damages
C5	190–250 (пик 220) 190–250 (peak 220)	Критические повреждения матрицы, образование расслоений Critical matrix damages, forming of delamination
C6	365–400 (пик 380) 365–400 (peak 380)	Излом стекловолокон Fibers failure
C7	90–275, 360–400 (пик 380) 90–275, 360–400 (peak 380)	Повреждения материала смешанной природы, преобладает излом стекловолокон Damage to material of mixed nature, predominantly fibers failure
C8	160–220, 245–280, 360–400 (пик 190) 160–220, 245–280, 360–400 (peak 190)	Межслоевые повреждения матрицы по типу расслоений, излом волокон Interlaminar matrix damages by the type of delamination, fibers failure
C9	25 (низкие 85–255, 370–380) 25 (low 85–255, 370–380)	Микроповреждения матрицы и не классифицируемые микроповреждения материала Matrix microdamages and unclassified microdamages to material
C10	160–220, 370–380, (пик 180) 160–220, 370–380, (peak 180)	Межслоевые повреждения матрицы по типу расслоений, незначителен излом волокон Interlaminar matrix damages by the type of delamination, slight fibers failure
C11	80–185 (пик 90–100) 80–185 (peak 90–100)	Повреждения матрицы по типу образования и роста трещин, межслоевые повреждения Matrix damages by the type of formation and growth of cracks, interlaminar damages

При испытании образцов, выдержанных при температуре 100 °С (см. рис. 7), наибольшее число событий содержат кластеры 4 и 8, активность которых существенно возрастает при достижении изгибного механического напряжения, равного 60–65 % от максимального напряжения. Кластеры 4 и 8 соответствуют повреждению волокон с межслоевыми поврежде-

ниями матрицы. Менее выражена активность кластеров 10 (межслоевые повреждения с незначительным изломом волокон), 6 (излом волокон), 9 (микроповреждения матрицы) и 5 (критические повреждения матрицы, образование расслоений), которые начинают накопление событий ближе к моменту разрушения образцов.

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМООКИСЛИТЕЛЬНОГО СТАРЕНИЯ

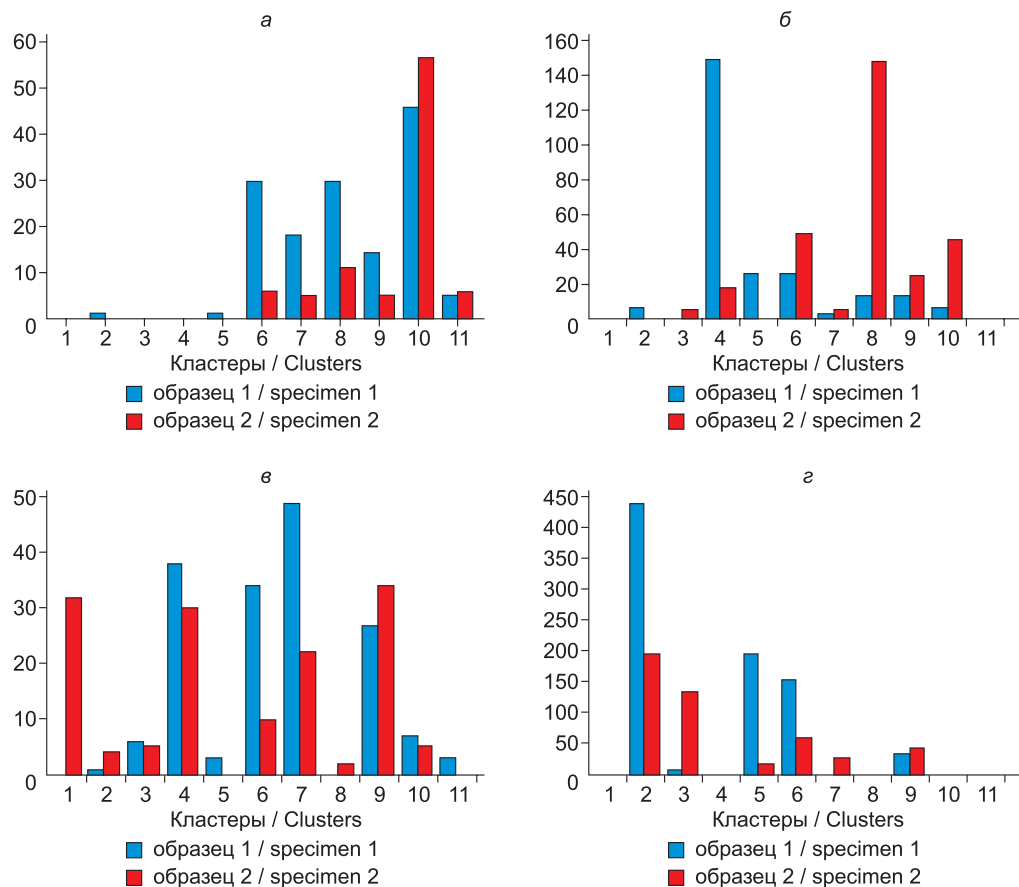


Рис. 5. Количество сигналов в каждом кластере, при температурах выдержки, °C:
а – 60; б – 100; в – 120; г – 200.

Fig. 5. Number of signals in each cluster, at holding temperatures, °C:
а – 60; б – 100; в – 120; г – 200.

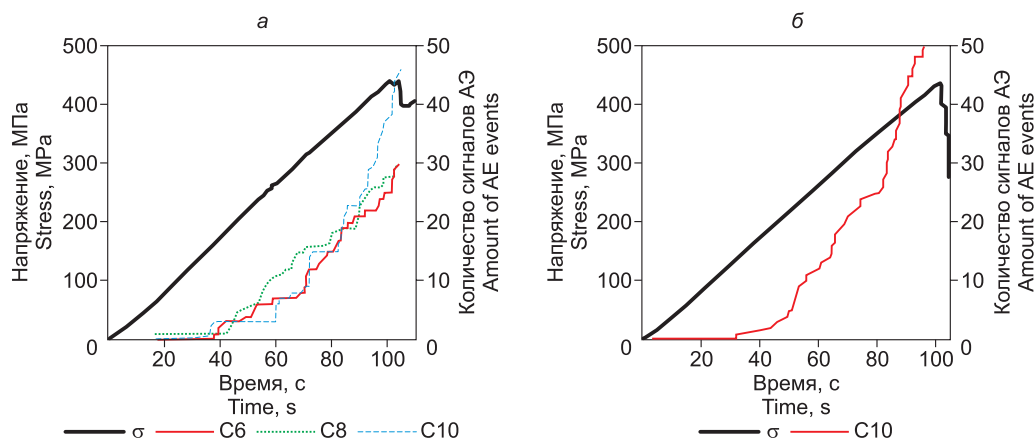


Рис. 6. Накопление кластеров в ходе испытания образцов (а – № 1; б – № 2), выдержанных при 60 °C.

Fig. 6. Accumulation of the clusters during testing of the samples (а – specimen 1; б – specimen 2) held at 60 °C.

В сравнении с образцами, выдержанными при 60 °C, регистрация отдельных повреждений практически отсутствует, а увеличение

числа комбинированных повреждений матрицы и волокон, отдельных микроповреждений матрицы указывает на достижение не-

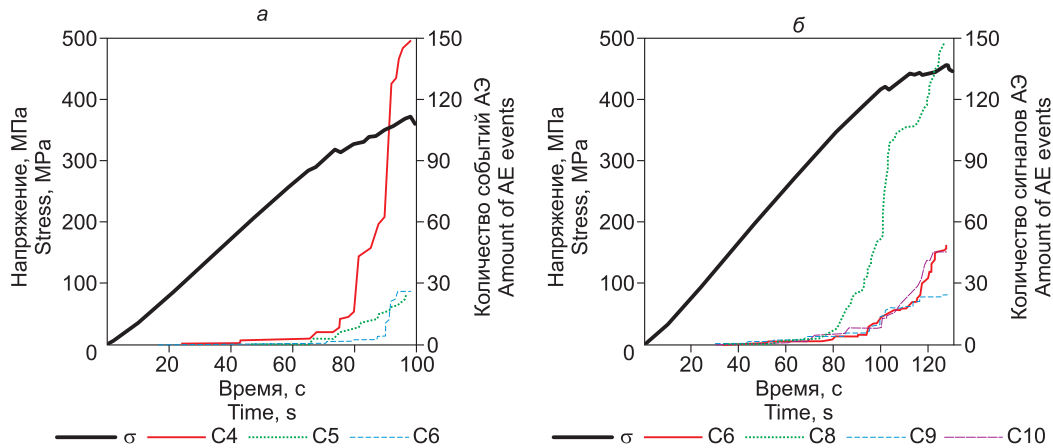


Рис. 7. Накопление кластеров в ходе испытания образцов (а – № 1; б – № 2), выдержанных при 100 °С.

Fig. 7. Accumulation of the clusters during testing of the samples (а – specimen 1; б – specimen 2) held at 100 °С.

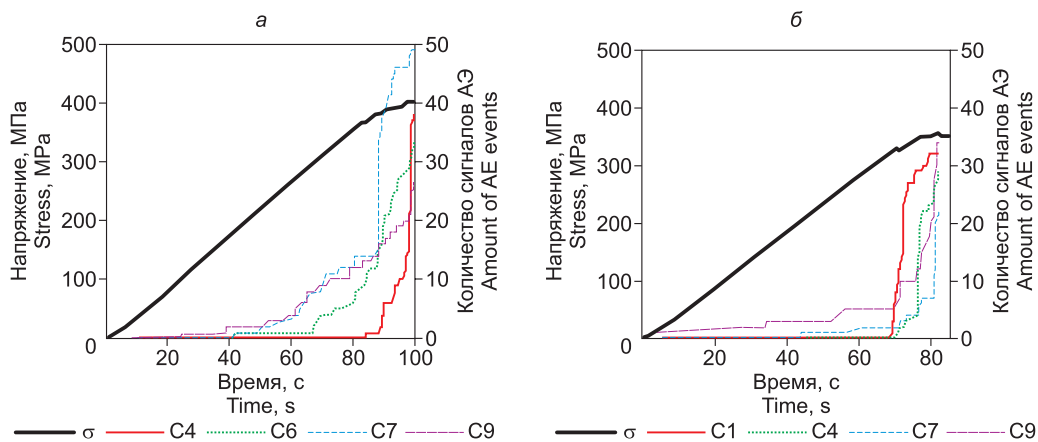


Рис. 8. Накопление кластеров в ходе испытания образцов (а – № 1; б – № 2), выдержанных при 120 °С.

Fig. 8. Accumulation of the clusters during testing of the samples (а – specimen 1; б – specimen 2) held at 120 °С.

большой степени деградации полимерной матрицы ПКМ.

При испытании образцов, выдержанных при температуре 120 °С (см. рис. 8), накопление повреждений приобретает более резкий характер. Наиболее крупными являются кластеры 7 (повреждения смешанной природы с преобладанием излома волокон) и 9 (микроповреждения матрицы). Менее выражены кластеры 4 (комплексное повреждение волокон, межслоевые повреждения матрицы), 1 (отклеивание волокон) и 6 (излом волокон).

При дальнейшем увеличении температуры термообработки до 200 °С помимо повреждений смешанной природы и отдельного излома волокон проявляется кластеры, характеризующие нарушение адгезии матрицы к волокнам (см. рис. 9). Дegradация матрицы начинает ска-

зываться на способности матрицы к распределению напряжений по объему наполнителя и может считаться критической.

При испытании образцов, выдержанных при температуре 200 °С (рис. 9), отмечается существенное увеличение числа зарегистрированных сигналов АЭ и постепенное накопление кластеров в течение эксперимента. Максимальное накопление наблюдается в кластере 2 (излом с выскальзыванием волокон, менее выражены межслоевые повреждения матрицы) и менее выражено в кластерах 5 (критические повреждения матрицы), 6 (излом волокон), 3 (излом, отклеивание и скольжение волокон) и 9 (микроповреждения матрицы).

На рис. 10 представлены результаты микроскопического исследования. Снимки производились в центре плоскости поперечного сечения в

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМООКИСЛИТЕЛЬНОГО СТАРЕНИЯ

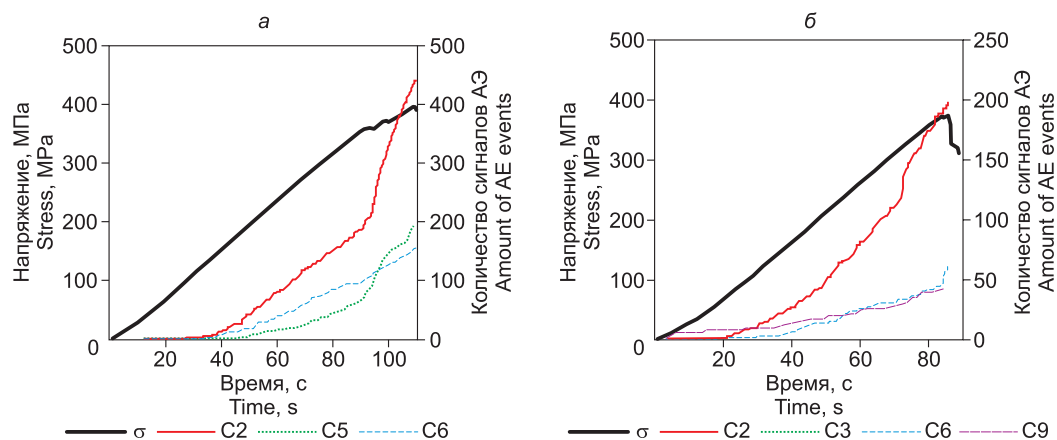


Рис. 9. Накопление кластеров в ходе испытания образцов (*a* – № 1; *б* – № 2), выдержанных при 200 °С.

Fig. 9. Accumulation of the clusters during testing of the samples (*a* – specimen 1; *б* – specimen 2) held at 200 °C.

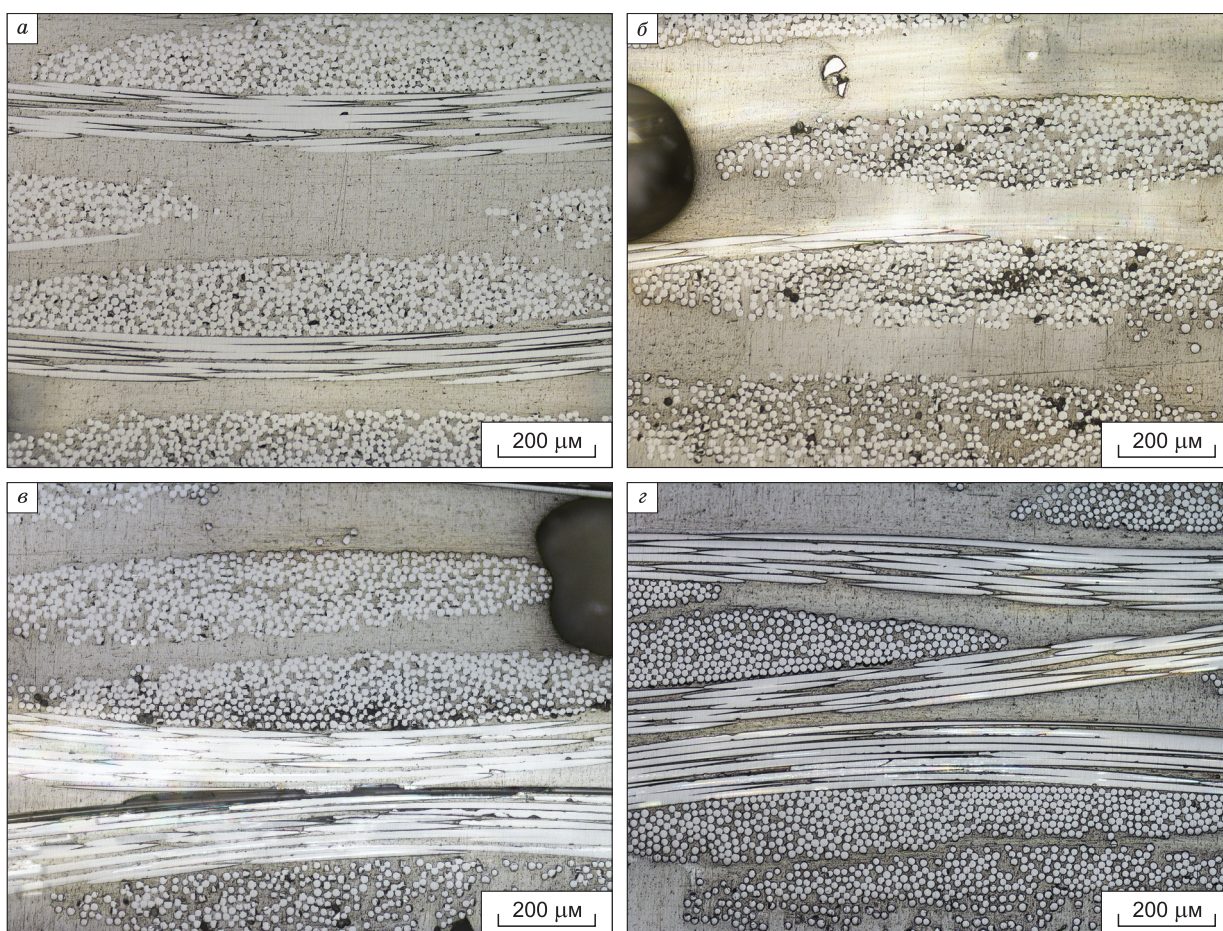


Рис. 10. Структура образцов в области разрушения при температурах, °С:
a – 60; *б* – 100; *в* – 120; *г* – 200.

Fig. 10. Structure of samples in the area of destruction at temperatures, °C:
a – 60; *б* – 100; *в* – 120; *г* – 200.

области разрушения с увеличением микроскопа 100 крат.

На полученных изображениях микроструктуры образцов (рис. 10) с температурой 100 °С и выше наблюдается деградация матрицы на границе со стекловолокнами. Явных повреждений, вызванных термоокислительным старением, при температуре 60 °С не наблюдаются. При температурах 100 °С и 120 °С видны повреждения матрицы по границам фазы волокно/матрица, которые впоследствии приводят к снижению способности матрицы связующего распределять напряжения в объеме ПКМ. При температуре 200 °С масштаб повреждений матрицы достигает уровня границ между матрицей и отдельными пучками стекловолокон, что сказывается на выскальзывании стекловолокон из мест их размещения и их разрушении при меньших напряжениях, чем в образцах с меньшей температурой термоокислительного старения.

На основании качественного описания характера повреждений по регистрируемым сигналам АЭ, подтвержденного микроскопическим анализом структурной деградации ПКМ, можно утверждать, что увеличение температуры выдержки ПКМ до 200 °С приводит к критическому разрушению матрицы и нарушению ее функции распределения напряжения по наполнителю в условиях приложения внешней нагрузки.

Выводы

На основании результатов применения метода кластеризации данных АЭ, зарегистрированной при механических испытаниях трехточечным изгибом образцов ПКМ, получена характеристика влияния повышения температуры эксплуатации на протекание процесса накопления структурных повреждений.

В условиях воздействия высокой температуры наибольшее негативное воздействие оказывается на матрицу ПКМ. При выдержке в условиях повышенной температуры до 100 °С деградация матрицы проявляется незначительно за счет увеличения микроповреждений матрицы. Однако в условиях выдержки при температурах свыше 120 °С значительно увеличивается доля повреждений по типу нарушения адгезии между матрицей и армирующим материалом, вызывая снижение прочности полимерной матрицы и ее неспособность к эффективному распределению внутренних напряжений по объему ПКМ.

Литература

1. *Kensche C.W.* Fatigue of composites for wind turbines // *International journal of fatigue*. 2006. Vol. 28, No. 10. P. 1363–1374. DOI:10.1016/j.ijfatigue.2006.02.040
2. *Saeedifar M. et al.* Clustering of interlaminar and intralaminar damages in laminated composites under indentation loading using Acoustic Emission // *Composites Part B: Engineering*. 2018. Vol. 144. P. 206–219. DOI: 10.1016/j.compositesb.2018.02.028
3. *Bohmann T., Schlamp M., Ehrlich I.* Acoustic emission of material damages in glass fibre-reinforced plastics // *Composites Part B: Engineering*. 2018. Vol. 155. P. 444–451. DOI:10.1016/j.compositesb.2018.09.018
4. *Ramesh C. et al.* Effect of hydrolytic ageing on Kevlar/polyester using acoustic emission monitoring // *Journal of Nondestructive Evaluation*. 2012. Vol. 31, No. 2. P. 140–147. DOI:10.1007/s10921-012-0129-9
5. *Shin P.S. et al.* Interfacial properties and water resistance of epoxy and CNT-epoxy adhesives on GFRP composites // *Composites Science and Technology*. 2017. Vol. 142. P. 98–106. DOI:10.1016/j.compscitech.2017.01.026
6. *Doan D.D. et al.* An unsupervised pattern recognition approach for AE data originating from fatigue tests on polymer-composite materials // *Mechanical Systems and Signal Processing*. 2015. Vol. 64. P. 465–478. DOI: 10.1016/j.ymssp.2015.04.011
7. *Philippidis T.P., Assimakopoulou T.T.* Strength degradation due to fatigue-induced matrix cracking in FRP composites: An acoustic emission predictive model // *Composites science and technology*. 2008. Vol. 68, No. 15–16. P. 3272–3277. DOI:10.1016/j.compscitech.2008.08.020
8. *Ohtsu M., Ono K.* Pattern recognition analysis of acoustic emission from unidirectional carbon fiber-epoxy composites by using autoregressive modeling // *Journal of Acoustic Emission*. 1987. Vol. 6. P. 61–71.
9. *Heidary H. et al.* Clustering of acoustic emission signals collected during drilling process of composite materials using unsupervised classifiers // *Journal of Composite Materials*. 2015. Vol. 49, No. 5. P. 559–571. DOI:10.1177/0021998314521258
10. *Zhou W., Zhang P., Zhang Y.* Acoustic emission based on cluster and sentry function to monitor tensile progressive damage of carbon fiber woven composites // *Applied Sciences*. 2018. Vol. 8, No. 11. P. 2265. DOI: 10.3390/app8112265
11. *Nazmdar Shahri M. et al.* Damage evaluation of composite materials using acoustic emission features and Hilbert transform // *Journal of Composite Materials*. 2016. Vol. 50, No. 14. P. 1897–1907. DOI:10.1177/0021998315597555
12. *Godin N., Reynaud P., Fantozzi G.* Challenges and limitations in the identification of acoustic emission signature of damage mechanisms in composites materials // *Applied Sciences*. 2018. Vol. 8, No. 8. P. 1267. DOI:10.3390/app8081267

13. Pineau P., Dau F. Subsampling and homogenization to investigate variability of composite material mechanical properties // *Computer methods in applied mechanics and engineering*. 2012. Vol. 241. P. 238–245. DOI:10.1016/j.cma.2012.06.003
14. Calabrese L., Campanella G., Proverbio E. Noise removal by cluster analysis after long time AE corrosion monitoring of steel reinforcement in concrete // *Construction and Building Materials*. 2012. Vol. 34. P. 362–371. DOI:10.1016/j.conbuildmat.2012.02.046
15. Rescalvo F.J. et al. Health monitoring of timber beams retrofitted with carbon fiber composites via the acoustic emission technique // *Composite structures*. 2018. Vol. 206. P. 392–402. DOI:10.1016/j.compstruct.2018.08.068
16. Crivelli D., Guagliano M., Monici A. Development of an artificial neural network processing technique for the analysis of damage evolution in pultruded composites with acoustic emission // *Composites Part B: Engineering*. 2014. Vol. 56. P. 948–959. DOI:10.1016/j.compositesb.2013.09.005
17. Roundi W. et al. Acoustic emission monitoring of damage progression in glass/epoxy composites during static and fatigue tensile tests // *Applied Acoustics*. 2018. Vol. 132. P. 124–134. DOI:10.1016/j.apacoust.2017.11.017
18. Ech-Choudany Y. et al. Unsupervised clustering for building a learning database of acoustic emission signals to identify damage mechanisms in unidirectional laminates // *Applied Acoustics*. 2017. Vol. 123. P. 123–132. DOI:10.1016/j.apacoust.2017.03.008
19. Sause M.G.R. On use of signal features for acoustic emission source identification in fibre-reinforced composites // *Journal of Acoustic Emission*. 2018. Vol. 35. P. 129–140.
20. Zhou W. et al. Cluster analysis of acoustic emission signals and deformation measurement for delaminated glass fiber epoxy composites // *Composite Structures*. 2018. Vol. 195. P. 349–358. DOI:10.1016/j.compstruct.2018.04.081
21. Karimi N.Z., Minak G., Kianfar P. Analysis of damage mechanisms in drilling of composite materials by acoustic emission // *Composite Structures*. 2015. Vol. 131. P. 107–114. DOI:10.1016/j.compstruct.2015.04.025
22. Gutkin R. et al. On acoustic emission for failure investigation in CFRP: Pattern recognition and peak frequency analyses // *Mechanical systems and signal processing*. 2011. Vol. 25, No. 4. P. 1393–1407. DOI:10.1016/j.ymssp.2010.11.014
23. Eaton M.J. et al. Principal component analysis of acoustic emission signals from landing gear components: an aid to fatigue fracture detection // *Strain*. 2011. Vol. 47. P. e588–e594. DOI:10.1111/j.1475-1305.2009.00661.x
24. De Oliveira R., Marques A.T. Health monitoring of FRP using acoustic emission and artificial neural networks // *Computers & structures*. 2008. Vol. 86. No. 3–5. P. 367–373. DOI:10.1016/j.compstruc.2007.02.015
25. Enoki M., Muto Y., Shiraiwa T. Evaluation of deformation behavior in LPSO-magnesium alloys by AE clustering and inverse analysis // *Journal of Acoustic Emission*. 2016. Vol. 33. P. S71–S71.
26. Sause M.G.R. Acoustic emission source identification in large scale fibre reinforced composites // *Journal of Acoustic Emission*. 2016. Vol. 33. P. S223–S223.
27. Брянский А.А., Башков О.В. Кластеризация сигналов акустической эмиссии при анализе кинетики накопления повреждений в полимерном композиционном материале // *Всероссийская конференция с международным участием «Актуальные проблемы метода акустической эмиссии» (АПМАЭ-2021)*. 2021. P. 124.
28. McCrory J.P. et al. Damage classification in carbon fibre composites using acoustic emission: A comparison of three techniques // *Composites Part B: Engineering*. 2015. Vol. 68. P. 424–430. DOI:10.1016/j.compositesb.2014.08.046
29. Hao W. et al. Acoustic emission monitoring of damage progression in 3D braiding composite shafts during torsional tests // *Composite Structures*. 2019. Vol. 208. P. 141–149. DOI:10.1016/j.compstruct.2018.10.011
30. Boominathan R. et al. Acoustic emission characterization of the temperature effect on falling weight impact damage in carbon/epoxy laminates // *Composites Part B: Engineering*. 2014. Vol. 56. P. 591–598. DOI:10.1016/j.compositesb.2013.09.002
31. Willems F., Benz J., Bonten C. Detecting the critical strain of fiber reinforced plastics by means of acoustic emission analysis // *Journal of Acoustic Emission*. 2016. Vol. 33. P. 261–270

Поступила в редакцию 20.05.2021

Принята к публикации 07.07.2021

Об авторах

БРЯНСКИЙ Антон Александрович, аспирант, Комсомольский-на-Амуре государственный университет, 681013, Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27, Россия,
<http://orcid.org/0000-0001-7992-0165>, M-4658-2016, bryansky.aa@yandex.ru;

БАШКОВ Олег Викторович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой, Комсомольский-на-Амуре государственный университет, 681013, Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27, Россия,
<http://orcid.org/0000-0002-3910-9797>, A-3441-2013, bashkov_ov@mail.ru;

МАЛЫШЕВА Дарья Павловна, аспирант, Комсомольский-на-Амуре государственный университет, 681013, Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27, Россия, <http://orcid.org/0000-0002-0738-9640>.

Информация для цитирования

Брянский А.А., Башков О.В., Малышева Д.П. Исследование термоокислительного старения ПКМ с использованием метода акустической эмиссии // Природные ресурсы Арктики и Субарктики. 2021, Т. 26, № 3. С. 155–168. <https://doi.org/10.31242/2618-9712-2021-26-3-155-168>

DOI 10.31242/2618-9712-2021-26-3-155-168

Investigation on thermooxidative aging of the polymer composite material by acoustic emission

A.A. Bryansky*, O.V. Bashkov, D.P. Malysheva

Komsomolsk-na-Amure State University, Komsomolsk-on-Amur, Russia

**bryansky.aa@yandex.ru*

Abstract. Results of the investigation on the effect of thermooxidative aging conditions on the destruction of polymer composite material (PCM) based on recordable parameters of acoustic emission (AE) are reported. The objects of investigation were the samples cut out of a fiberglass plate. The plate was made by vacuum infusion using the Derakane 411-350 binder and 9 layers of St-62004 glass fabric. Samples were aged by exposing in the muffle furnace for 96 hours at a temperature of 60, 100, 120 and 200 °C. Mechanical tests were carried out by three-point static bending. AE was recorded with the hardware and software complex developed at the Komsomolsk-na-Amure State University. Two-stage clusterization of the frequency components of the signal spectra of the detected AE was carried out using the Kohonen self-organizing map according to the procedure developed previously and tested by the authors. The types of damage of PCM structure are characterized over the centroids of the resulting clusters. The kinetics of destruction process is described on the basis of cluster accumulation during mechanical tests, depending on the conditions of thermooxidative aging. The negative effect of increased temperature on the degradation of the polymer matrix was determined, leading to a decrease in the ability of efficient distribution of internal strain in the matrix over the PCM volume due to distortion of the adhesion with reinforcing material.

Keywords: polymer composite material, fiberglass, aging, destruction, acoustic emission, clustering.

Acknowledgements. The research was carried out with financial support from the Russian Science Foundation (project number 21-19-00896).

References

1. Kensch C.W. Fatigue of composites for wind turbines // International journal of fatigue. 2006. Vol. 28, No. 10. P. 1363–1374. DOI:10.1016/j.ijfatigue.2006.02.040
2. Saeedifar M. et al. Clustering of interlaminar and intralaminar damages in laminated composites under indentation loading using Acoustic Emission // Composites Part B: Engineering. 2018. Vol. 144. P. 206–219. DOI: 10.1016/j.compositesb.2018.02.028
3. Bohmann T., Schlamp M., Ehrlich I. Acoustic emission of material damages in glass fibre-reinforced plastics // Composites Part B: Engineering. 2018. Vol. 155. P. 444–451. DOI:10.1016/j.compositesb.2018.09.018
4. Ramesh C. et al. Effect of hydrolytic ageing on Kevlar/polyester using acoustic emission monitoring // Journal of Nondestructive Evaluation. 2012. Vol. 31, No. 2. P. 140–147. DOI:10.1007/s10921-012-0129-9
5. Shin P.S. et al. Interfacial properties and water resistance of epoxy and CNT-epoxy adhesives on GFRP composites // Composites Science and Technology. 2017. Vol. 142. P. 98–106. DOI:10.1016/j.compscitech.2017.01.026
6. Doan D.D. et al. An unsupervised pattern recognition approach for AE data originating from fatigue tests on polymer-composite materials // Mechanical Systems and Signal Processing. 2015. Vol. 64. P. 465–478. DOI: 10.1016/j.ymssp.2015.04.011

7. *Philippidis T.P., Assimakopoulou T.T.* Strength degradation due to fatigue-induced matrix cracking in FRP composites: An acoustic emission predictive model // *Composites science and technology*. 2008. Vol. 68, No. 15-16. P. 3272–3277. DOI:10.1016/j.compscitech.2008.08.020
8. *Ohtsu M., Ono K.* Pattern recognition analysis of acoustic emission from unidirectional carbon fiber-epoxy composites by using autoregressive modeling // *Journal of Acoustic Emission*. 1987. Vol. 6. P. 61–71.
9. *Heidary H. et al.* Clustering of acoustic emission signals collected during drilling process of composite materials using unsupervised classifiers // *Journal of Composite Materials*. 2015. Vol. 49, No. 5. P. 559–571. DOI:10.1177/0021998314521258
10. *Zhou W., Zhang P., Zhang Y.* Acoustic emission based on cluster and sentry function to monitor tensile progressive damage of carbon fiber woven composites // *Applied Sciences*. 2018. Vol. 8, No. 11. P. 2265. DOI:10.3390/app8112265
11. *Nazmdar Shahri M. et al.* Damage evaluation of composite materials using acoustic emission features and Hilbert transform // *Journal of Composite Materials*. 2016. Vol. 50, No. 14. P. 1897–1907. DOI:10.1177/0021998315597555
12. *Godin N., Reynaud P., Fantozzi G.* Challenges and limitations in the identification of acoustic emission signature of damage mechanisms in composites materials // *Applied Sciences*. 2018. Vol. 8, No. 8. P. 1267. DOI:10.3390/app8081267
13. *Pineau P., Dau F.* Subsampling and homogenization to investigate variability of composite material mechanical properties // *Computer methods in applied mechanics and engineering*. 2012. Vol. 241. P. 238–245. DOI:10.1016/j.cma.2012.06.003
14. *Calabrese L., Campanella G., Proverbio E.* Noise removal by cluster analysis after long time AE corrosion monitoring of steel reinforcement in concrete // *Construction and Building Materials*. 2012. Vol. 34. P. 362–371. DOI:10.1016/j.conbuildmat.2012.02.046
15. *Rescalvo F.J. et al.* Health monitoring of timber beams retrofitted with carbon fiber composites via the acoustic emission technique // *Composite structures*. 2018. Vol. 206. P. 392–402. DOI:10.1016/j.compstruct.2018.08.068
16. *Crivelli D., Guagliano M., Monici A.* Development of an artificial neural network processing technique for the analysis of damage evolution in pultruded composites with acoustic emission // *Composites Part B: Engineering*. 2014. Vol. 56. P. 948–959. DOI:10.1016/j.compositesb.2013.09.005
17. *Roundi W. et al.* Acoustic emission monitoring of damage progression in glass/epoxy composites during static and fatigue tensile tests // *Applied Acoustics*. 2018. Vol. 132. P. 124–134. DOI:10.1016/j.apacoust.2017.11.017
18. *Ech-Choudany Y. et al.* Unsupervised clustering for building a learning database of acoustic emission signals to identify damage mechanisms in unidirectional laminates // *Applied Acoustics*. 2017. Vol. 123. P. 123–132. DOI:10.1016/j.apacoust.2017.03.008
19. *Sause M.G.R.* On use of signal features for acoustic emission source identification in fibre-reinforced composites // *Journal of Acoustic Emission*. 2018. Vol. 35. P. 129–140.
20. *Zhou W. et al.* Cluster analysis of acoustic emission signals and deformation measurement for delaminated glass fiber epoxy composites // *Composite Structures*. 2018. Vol. 195. P. 349–358. DOI:10.1016/j.compstruct.2018.04.081
21. *Karimi N.Z., Minak G., Kianfar P.* Analysis of damage mechanisms in drilling of composite materials by acoustic emission // *Composite Structures*. 2015. Vol. 131. P. 107–114. DOI:10.1016/j.compstruct.2015.04.025
22. *Gutkin R. et al.* On acoustic emission for failure investigation in CFRP: Pattern recognition and peak frequency analyses // *Mechanical systems and signal processing*. 2011. Vol. 25, No. 4. P. 1393–1407. DOI:10.1016/j.ymssp.2010.11.014
23. *Eaton M.J. et al.* Principal component analysis of acoustic emission signals from landing gear components: an aid to fatigue fracture detection // *Strain*. 2011. Vol. 47. P. e588–e594. DOI:10.1111/j.1475-1305.2009.00661.x
24. *De Oliveira R., Marques A.T.* Health monitoring of FRP using acoustic emission and artificial neural networks // *Computers & structures*. 2008. Vol. 86, No. 3-5. P. 367–373. DOI:10.1016/j.compstruc.2007.02.015
25. *Enoki M., Muto Y., Shiraiwa T.* Evaluation of deformation behavior in LPSO-magnesium alloys by AE clustering and inverse analysis // *Journal of Acoustic Emission*. 2016. Vol. 33. P. S71–S71.
26. *Sause M.G.R.* Acoustic emission source identification in large scale fibre reinforced composites // *Journal of Acoustic Emission*. 2016. Vol. 33. P. S223–S223.
27. *Bryansky A.A., Bashkov O.V.* Klasterizaciya signalov akusticheskoy e'missii pri analize kinetiki nakopleniya povrezhdenij v polimernom kompozicionnom materiale // *Vserossiyskaya konferenciya s mezhdunarodnym uchastiem «Aktual'nye problemy metoda akusticheskoy e'missii» (APMAE)-2021*. 2021. P. 124.
28. *McCrory J.P. et al.* Damage classification in carbon fibre composites using acoustic emission: A comparison of three techniques // *Composites Part B: Engineering*. 2015. Vol. 68. P. 424–430. DOI:10.1016/j.compositesb.2014.08.046
29. *Hao W. et al.* Acoustic emission monitoring of damage progression in 3D braiding composite shafts during torsional tests // *Composite Structures*. 2019. Vol. 208. P. 141–149. DOI:10.1016/j.compstruct.2018.10.011
30. *Boominathan R. et al.* Acoustic emission characterization of the temperature effect on falling weight impact damage in carbon/epoxy laminates // *Composites Part B: Engineering*. 2014. Vol. 56. P. 591–598. DOI:10.1016/j.compositesb.2013.09.002

31. *Willems F., Benz J., Bonten C.* Detecting the critical strain of fiber reinforced plastics by means of acoustic emission analysis // *Journal of Acoustic Emission*. 2016. Vol. 33. P. 261–270

About the authors

BRYANSKY, Anton Aleksandrovich, postgraduate student, Komsomolsk-na-Amure State University, 27 Lenina pr., Komsomolsk-on-Amur 681013, Russia,

<http://orcid.org/0000-0001-7992-0165>, M-4658-2016, bryansky.aa@yandex.ru;

BASHKOV, Oleg Viktorovich, Dr. Sci. (Eng.), professor, head of the department, Komsomolsk-na-Amure State University, 27 Lenina pr., Komsomolsk-on-Amur 681013, Russia,

<http://orcid.org/0000-0002-3910-9797>, A-3441-2013, bashkov_ov@mail.ru;

MALYSHEVA, Darya Pavlovna, postgraduate student, Komsomolsk-na-Amure State University, 27 Lenina pr., Komsomolsk-on-Amur 681013, Russia,

<http://orcid.org/0000-0002-0738-9640>.

Citation

Bryansky A.A., Bashkov O.V., Malysheva D.P. Investigation on thermooxidative aging of the polymer composite material by acoustic emission // *Arctic and Subarctic Natural Resources*. 2021, Vol. 26, No. 3. pp. 155–168. (In Russ.) <https://doi.org/10.31242/2618-9712-2021-26-3-155-168>