

# 复合材料的热损伤 – FTIR 光谱与短梁剪切强度数据之间的关联性

## 便携式无损分析

### 应用简报

#### 作者

Alan Rein and John Seelenbinder

Agilent Technologies,  
Connecticut, USA



#### 摘要

安捷伦是复合材料产业联盟的成员，但其重点开发的产品与其他大多数联盟成员有所不同。安捷伦目前生产基于傅立叶变换红外光谱 (FTIR) 技术的便携式手持无损检测分析仪。安捷伦已与飞机制造商携手，将此项先进技术广泛应用于高端复合材料分析。

出于强烈的使命感，安捷伦对由各种物理和化学外力导致的复合材料降解过程进行了深入研究。以下示例介绍了安捷伦在 CCM 开展的一系列实验工作，包括研究复合材料热暴露的物理效应与 FTIR 分子分析的关联性。



**Agilent Technologies**

## 简介

中等模量的碳纤维树脂复合材料在飞机制造业中的应用范围在逐渐扩大。相应的，对于可以评估环境外力对复合材料所施加影响的无损检测工具这一需求也在不断增加。环境外力包括中高温、紫外线或化学品，例如脱漆剂、液压流体、航空发动机燃料和除冰液。许多种环境外力可能会使复合材料中的树脂组分受损，从而削弱了复合材料的整体强度，最终发生断裂或分层剥离。中等模量的碳纤维树脂复合材料在飞机制造业中的应用范围在逐渐扩大。相应的，对于可以评估环境外力对复合材料所施加影响的无损检测工具这一需求也在不断增加。环境外力包括中高温、紫外线或化学品，例如脱漆剂、液压流体、航空发动机燃料和除冰液。许多种环境外力可能会使复合材料中的树脂组分受损，从而削弱了复合材料的整体强度，最终发生断裂或分层剥离。

傅立叶变换红外光谱 (FTIR) 是一项可以评估复合材料树脂状态的技术，传统方法是将样品取下然后送往实验室进行 FTIR 分子分析。根据飞机制造商的建议，安捷伦开发出了 4100 ExoScan FTIR 光谱仪，它是一种高性能、手持式 FTIR 光谱仪。该型光谱仪的设计目的是让分析人员能够直接在现场对样品进行分析，无需破坏样品即可完成复合材料树脂的评估过程。

## 使用 FTIR 分析复合材料的热损伤

在与特拉华大学复合材料研究中心的合作过程中，将 4100 ExoScan 系统用于检测碳纤维环氧树脂复合材料暴露在热应力条件下时的变化。具体目标就是确定当温度升高时，手持式 FTIR 光谱仪能否检测到复合材料分子结构的变化，然后再确定光谱的变化是否与复合材料的物理强度变化相关联。其中一项极具挑战性的工作就是要确定用于检测复合材料表面的 FTIR 系统的信息，能否提供指示大体积复合材料物理效应的信息。

美国氰特公司 (Cytec) 的 977/IM7 环氧/碳纤维复合材料试样由 CCM 工作人员制备，然后单独在 350 到 550 F 之间的温度下暴露 15 分钟。使用 4100 ExoScan FTIR 光谱仪进行检测，以  $8\text{ cm}^{-1}$  的分辨率测量试样上不同点位的光谱图；每次分析耗时约 30 秒。再以短梁剪切 (SBS) 测试方法，测定七个重复样品在各温度下的层间剪切强度。结果表明红外光谱 (IR) 的测量结果与 SBS 测得的相对强度是相关的。

当温度升高时，出现了  $1680\text{ cm}^{-1}$  和  $1720\text{ cm}^{-1}$  的羰基强吸收带，说明环氧树脂被氧化了。另外，指纹区中的其它谱带也能说明环氧骨架发生了降解。

碳纤维环氧树脂复合材料由于温度升高而发生解体分层前，可以观察到其强度已经下降。

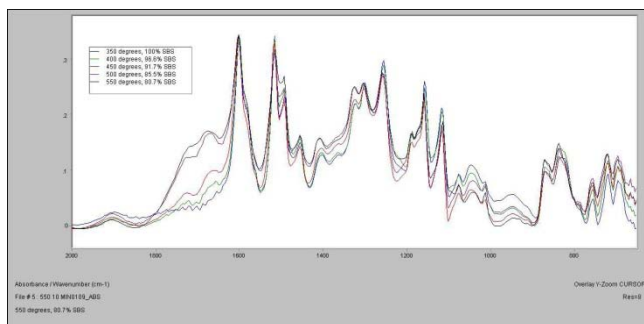


图 1. 977-3 复合材料光谱图的变化为温度的函数。复合材料中的碳纤维组分对红外光具有强烈的散射作用；但是仍然可以轻松测量树脂组分。

如图 2 中所示，可以看出随着温度的升高，SBS 强度在不断下降。这种衰减是由树脂降解所引发，而 FTIR 也可以检测出此类衰减，如下图中所示。因此，FTIR 检测结果与 SBS 强度之间应当存在关联。

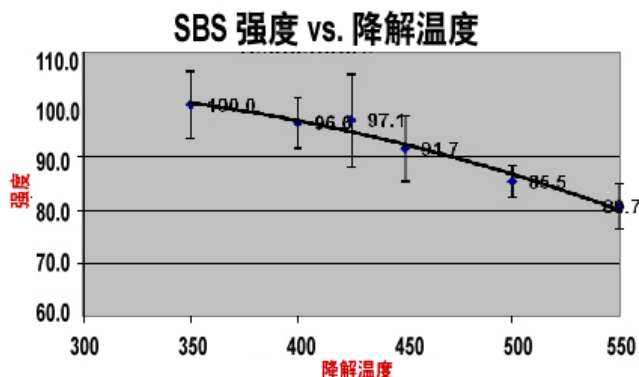


图 2. SBS 强度随着温度的升高而减弱

使用偏最小二乘法确定相对 SBS 强度与由 4100 ExoScan 所测 FTIR 光谱之间的关联性。以 Savitsky-Golay 一阶导数和均值中心化方法对数据进行预处理，使用交叉验证方法得出实际值与预测值的关联度为 0.95。

运用以上相关性，对几个单独的样品进行结果预测。独立验证组的结果列于表 1 中。得到的平均误差为 1.89%，其远低于短梁剪切数据本身的标准差（3% 到 8%）。这表明 FTIR 可以准确地预测碳纤维环氧树脂复合材料由于高温暴露所引发的强度衰减。

表 1. 独立验证组结果

温度 (°F)	实际相对 SBS	预期 SBS	误差率
350	100	103	3.0
350	100	99.9	0.1
400	96.6	96.8	0.2
400	96.6	95.4	1.2
450	91.7	92.8	1.1
450	91.7	94.3	2.6
500	85.5	82.3	3.2
500	85.5	86.3	0.8
550	80.7	80.6	0.1
550	80.7	87.3	6.6
平均误差率			1.89%

## 总结与展望

在这个简短的项目中，展示了手持式 FTIR 用于检测复合材料热损伤，以及将此损伤与强度物理变化（如 SBS 测量结果所示）建立关联的强大能力。虽然 FTIR 是一项完全无损的测量方法，但是本研究中的数据结果却能有效地与大体积复合材料的强度变化相互关联。

安捷伦计划与 CCM 合作开展更多项目，进一步发掘 4100 ExoScan FTIR 在测量复合材料损伤，以及了解复合材料、金属和陶瓷材料表面性质等领域的潜力。在其他一些正在进行的项目中，已经成功地将 4100 ExoScan 系统应用于检测可影响粘合或涂覆过程的表面污染物，以及确认镀膜、底漆和涂层的厚度、均匀性和物理构造是否正确等等。安捷伦同时也非常关注此项技术能否在 CCM 其他行业联盟成员的问题和项目发挥中发挥作用。

除了4100 ExoScan FTIR，安捷伦还提供有4200 FlexScan FTIR。4100 ExoScan和4200 FlexScan均能实现简单、手持式的FTIR分析，只是规格稍有不同。4200 FlexScan与4100 ExoScan的光学部件是相同的，但是光学部件和电子部件通过电缆相连接。这使得手持部件的体积更小，同时仍然能够提供多种应用所需的光谱性能。4200 FlexScan配有一个3磅重的光度头，并与一个4磅重的电池和电子包相连接。虽然规格有所不同，但是两种系统（包括软件）的使用方法是完全相同的。4100 ExoScan是以完整的紧凑型封装提供，而4200 FlexScan由于尺寸更小，更适合在狭小空间内使用。



[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

© 安捷伦科技公司，2008–2011  
2011年5月1日出版  
出版号 5990-7798CHCN



**Agilent Technologies**