



中华人民共和国国家标准

GB/T 28891—2012/ISO 15024:2001

纤维增强塑料复合材料 单向增强材料 I 型层间断裂韧性 G_{IC} 的测定

Fibre-reinforced plastic composites—Determination of mode
I interlaminar fracture toughness G_{IC} for unidirectionally
reinforced materials

(ISO 15024:2001, IDT)

2012-11-05 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 仪器设备	5
6 试样	6
7 试样数量	8
8 状态调节	8
9 试验步骤	8
10 G_{IC} 的计算	9
11 精密度	13
12 试验报告	14
附录 A (规范性附录) 加载块或琴式铰链的制备和粘接	15
附录 B (资料性附录) 推荐的试验准则	16
附录 C (资料性附录) 推荐的试验结果表	18
参考文献	21

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 15024:2001《纤维增强塑料复合材料 单向增强材料 I 型层间断裂韧性 G_{Ic} 的测定》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 17200—2008 橡胶塑料拉力、压力、弯曲试验机 技术要求(ISO 5893:2002, IDT)。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国纤维增强塑料标准化技术委员会(SAC/TC 39)归口。

本标准起草单位：北京玻璃钢研究设计院、中国飞机强度研究所。

本标准主要起草人：彭兴财、杨胜春、张力平、仙宝君、梁家铭。

纤维增强塑料复合材料 单向增强材料

I 型层间断裂韧性 G_{IC} 的测定

1 范围

本标准规定了用双悬臂梁(DCB)试样测定单向纤维增强塑料复合材料的 I 型层间断裂韧性(临界能量释放率) G_{IC} 的方法。

本标准适用于碳纤维增强和玻璃纤维增强的热固性和热塑性复合材料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(idt ISO 291:1997)

ISO 1268(所有部分) 纤维增强塑料 试验板制备方法(Fibre-reinforced plastics—Methods of producing test plates)

ISO 4588:1995 胶粘剂 金属表面预处理指南(Adhesives—Guidelines for the surface preparation of metals)

ISO 5893 橡胶和塑料试验机拉伸、弯曲和压缩型(恒速转动) 技术指标(Rubber and plastics test equipment—Tensile, flexural and compression type(constant rate of traverse)—Description)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

I 型层间断裂韧性 mode I interlaminar fracture toughness

临界能量释放率 critical energy release rate

G_{IC}

在 I 型张开载荷下,单向纤维增强聚合物基复合材料层合板对分层裂纹起始及扩展的阻抗。

注:用 J/m^2 来计量。

3.2

I 型裂纹开裂 mode I crack opening

由垂直施加于双悬臂梁试样分层平面的载荷而引起的裂纹开裂模式,如图 1 所示。

3.3

NL 点 NL point

载荷位移曲线上的线性偏离点,如图 2 所示。

3.4

VIS 点 VIS point

在试样边缘目测到的分层起始点,在图 2 中的载荷位移曲线上标出。

3.5

5%/MAX 点 5%/MAX point

试样加载时,下列两种情况中首先出现的点:

- a) 从初值(C_0)处的柔度增加至 5%的点($C_{5\%}$),如图 2 所示;
- b) 最大载荷点,如图 2 所示。

3.6

PROP 点 PROP point

在载荷-位移曲线上,嵌入物顶端或裂纹发生器以外的,分层长度非连续增加的点,不考虑裂纹被终止的点,如图 2 所示。

3.7

分层-阻力曲线 delamination-resistance curve

R-曲线 R-curve

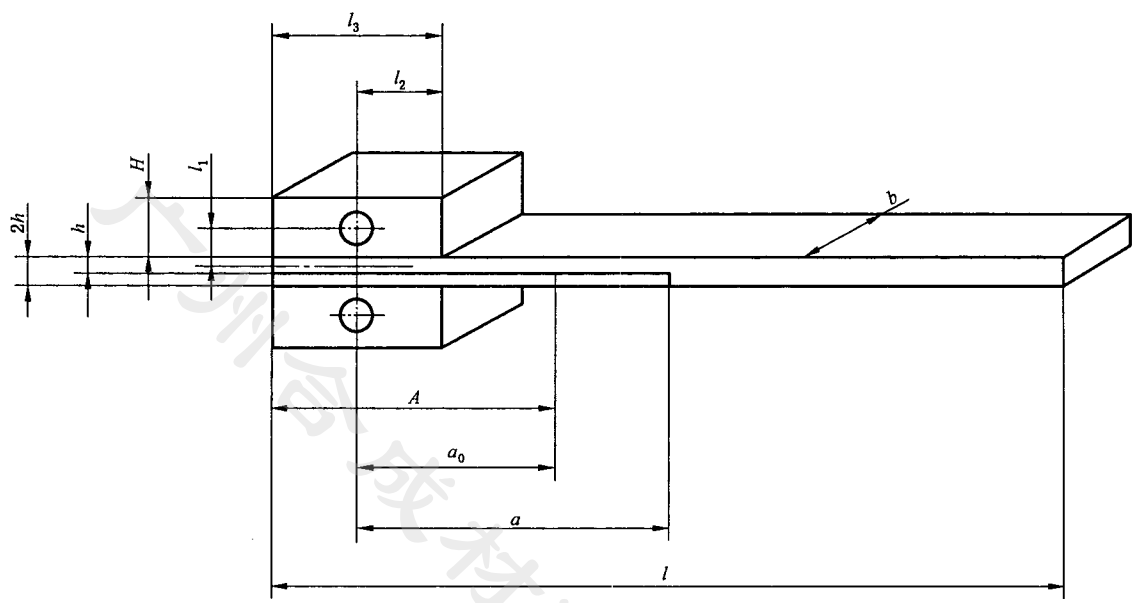
G_{Ic} 的交绘图,对于 I 型裂纹开裂的初始以及随后的扩展值作为分层长度的函数(见第 10 章)。

4 原理

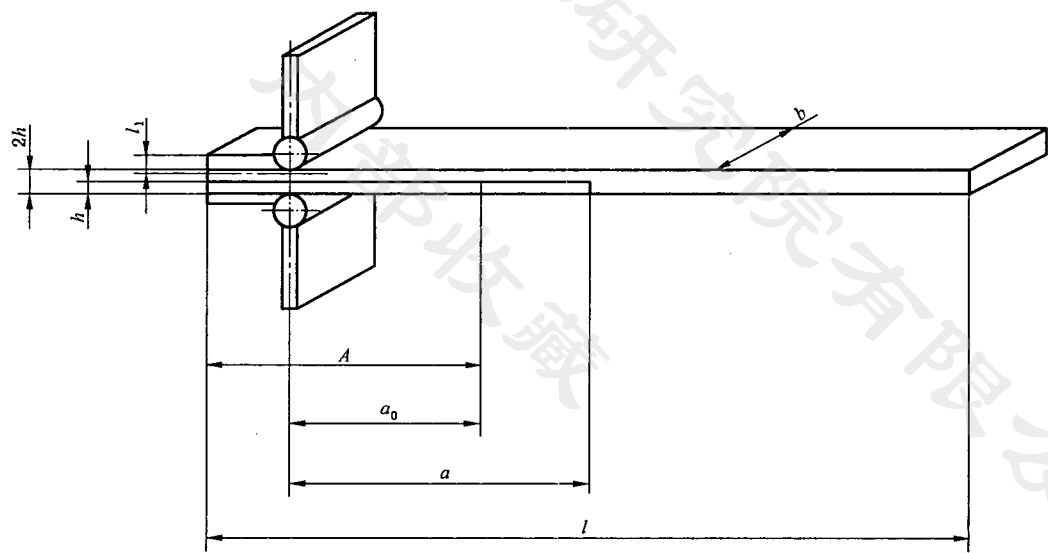
I 型双悬臂梁试样(DCB),如图 1 所示,用来测定纤维增强塑料复合材料的临界能量释放率 G_{Ic} 或层间断裂韧性。本测试方法仅限于 0° 单向铺层(参见附录 B.1)。对于 I 型断裂韧性, G_{Ic} 值在裂纹出现以及随后的扩展过程中衰减。分层-阻力曲线或 R-曲线是以 G_{Ic} 作为分层长度的函数为基础来绘制的。

本测试方法的目的是测定被测复合材料裂纹开始扩展时的初值。分层一般发生在复合材料结构中不同铺层方向层的层间。然而,在 DCB 测试方法中,分层裂纹在相同的 0° 单向层间增长,因此在初始分层裂纹形成后会引发纤维桥接。纤维桥接是 DCB 测试中的人为现象,不代表被测的复合材料。在大分层长度情况下, G_{Ic} 达到恒定值之前,纤维桥接是导致 R-曲线上升的主要因素。

在恒定速率下,通过加载块或琴式铰链使裂纹扩展载荷垂直于分层平面而施加到 DCB 试样。在双悬臂梁试样的中间层预埋一层薄的、无粘性的薄膜作为初始分层,如图 3 所示。对试样进行加载,一旦裂纹从嵌入物前端处发生扩展,立即卸载。此时的裂纹称为试样的预制裂纹。监视分层稳定增长的起始,记录分层从开始及扩展的读数。R-曲线是由嵌入物和 I 型预制裂纹的初始值及其扩展来绘制的。在某些规定的环境下(见 9.2.7),可以采用一个可选的楔形块预制裂纹方法,但不推荐使用。



a) 采用加载块的分层起始



b) 采用琴式铰链的分层起始

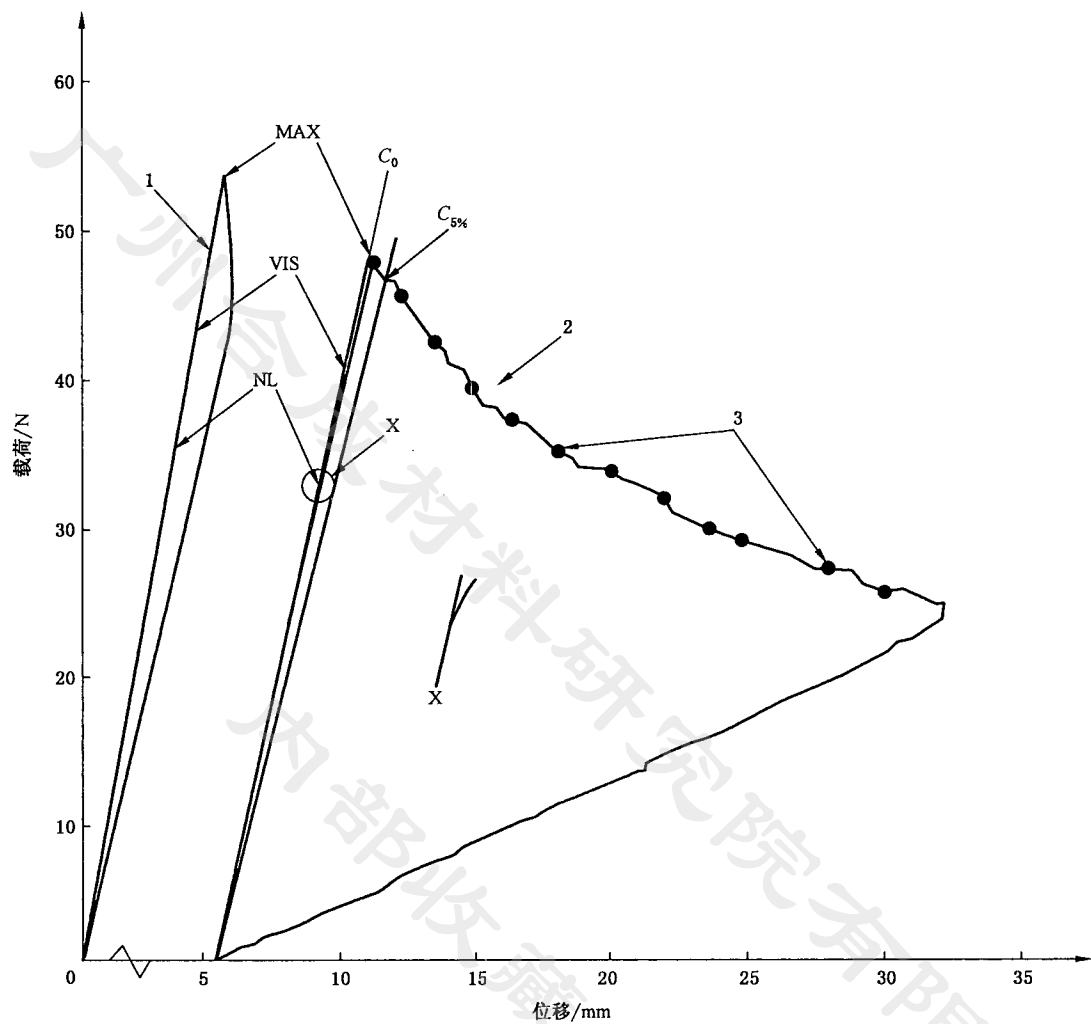
说明：

- | | |
|------------------|---|
| b —— 试样宽度； | l_1 —— 插销孔中心(琴式铰链轴心)到试样中面的距离； |
| $2h$ —— 试样厚度； | l_2 —— 插销孔中心(琴式铰链轴心)到加载块(或琴式铰链)边缘的距离； |
| a_0 —— 初始分层长度； | l_3 —— 加载块长度； |
| a —— 总分层长度； | H —— 加载块厚度； |
| A —— 嵌入物长度； | l —— 试样长度。 |

注 1：可选择的加载装置：a)加载块；b)琴式铰链。

注 2：纤维方向平行于长度 l 方向。

图 1 带有初始分层的双悬臂梁(DCB)试样的几何形状



说明：

1——卸载后的初始裂纹；

2——裂纹扩展；

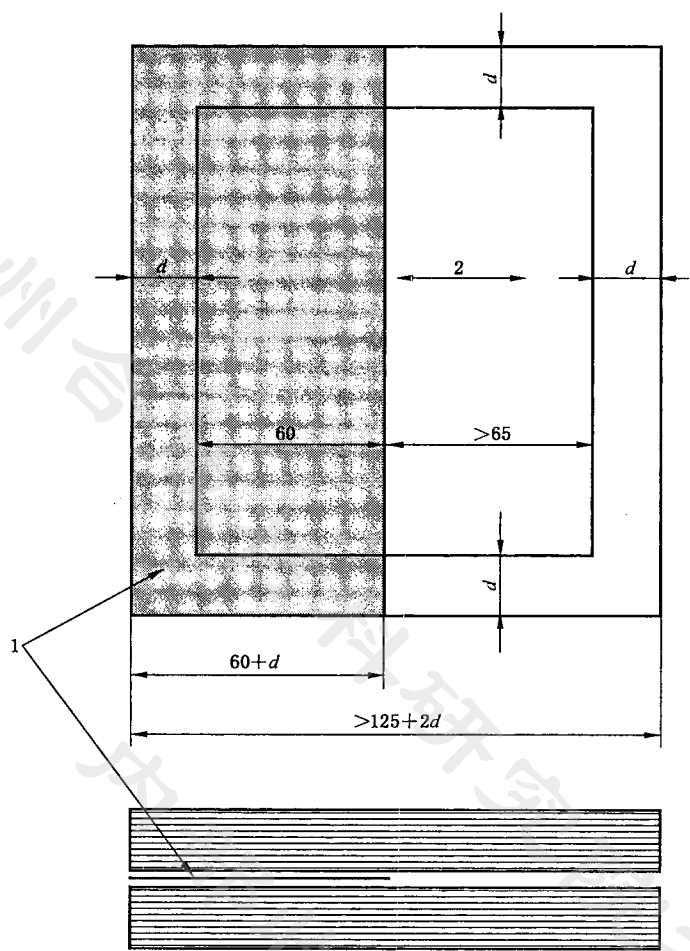
3——裂纹扩展标记。

DCB 测试的载荷-位移曲线显示：(1)在卸载后从嵌入物开始；(2)通过裂纹扩展和卸载后产生的 I 型预制裂纹再开始。

注：图中显示 5% 值出现在最大载荷值之后，重新加载后的曲线明显有 5 mm 的偏移。

图 2 DCB 测试的载荷-位移曲线

单位为毫米



说明：
1——嵌入薄膜；
2——纤维方向；
 d ——初步剪裁加工要求的边界余量。

图 3 试板制备实例(包含层合板结构、嵌入薄膜的尺寸和位置)

5 仪器设备

5.1 测试仪器

5.1.1 概要

拉伸试验机应符合 ISO 5893,具体要求见 5.1.2~5.1.5。

5.1.2 试验速度

试验机应具有 9.2.1 和 9.3.1 所要求的恒定的位移速率,按 ISO 5893 的规定。

5.1.3 夹具

试验机应配备能将载荷传递到嵌入加载块中的插销或能夹持琴式铰链柄头的夹具。在任何情况

下,试样端部都必须能够灵活转动。夹具的轴心必须与试验机的轴心一致。

5.1.4 载荷和位移测定

载荷传感器应被校准,它的最大允许误差为 $\pm 1\%$ 。通常通过横梁的移动来校正任何有效的载荷-变形,使得位移测定的误差不大于指示值的 $\pm 1\%$ 。

5.1.5 记录装置

试验机应能连续地测量并记录载荷和位移。

5.2 加载块和琴式铰链

加载块或琴式铰链用于对试样加载,如图 1 所示,其宽度至少应与试样宽度一致。对于如图 1a) 中所示的加载块, l_3 的最大值为 15 mm。加载块插销孔应在 l_3 的中点处。

5.3 测量仪器

5.3.1 千分尺或类似量具,精度为 0.02 mm 或更高,用于测量试样的厚度。测量时,千分尺应具有能与被测表面匹配的接触面(如平面对平面、抛光的表面,半球面对不规则的表面)。

5.3.2 游标卡尺或类似量具,精度为 0.05 mm 或更高,用于测量试样的宽度。

5.3.3 直尺,精度为 1 mm,用于测量试样的长度和对试样边缘做标记以监测裂纹扩展。

5.4 移动式显微镜(可选)

移动式显微镜用于测量分层长度。如使用,显微镜应有 0 mm~200 mm 的行程,放大倍数不大于 70 倍,读数精度为 0.05 mm。

5.5 无粘性嵌入薄膜

用作嵌入物的无粘性高分子薄膜,其厚度不超过 13 μm 。对于固化温度低于 180℃ 的环氧树脂基复合材料,推荐使用聚四氟乙烯(PTFE)薄膜。对于固化温度高于 180℃ 的复合材料(例如聚酰亚胺或双马来酰亚胺复合材料),推荐使用聚酰亚胺薄膜(参见 B. 2)。

5.6 辅助装置

5.6.1 干燥器:用于存放状态调节后的试样,包含合适的干燥剂,如硅胶或者无水氯化钙。

5.6.2 脱模剂:当用聚酰亚胺薄膜作为无粘性嵌入薄膜时,推荐使用聚四氟乙烯(PTFE)型脱模剂(参见 B. 2)。

5.6.3 胶粘剂:双组分室温固化型,如腈基丙烯酸酯或环氧树脂胶粘剂,用于试样与加载块或琴式铰链的粘接(见附录 A)。

5.6.4 溶剂:有机溶剂,如丙酮或乙醇(见附录 A)。

5.6.5 砂纸(研磨纸):500 目或者更细(见附录 A)。

5.6.6 白色液体:水溶性的打字机修改液。

6 试样

6.1 试板制备

试板应采用 ISO 1268 规定的合适制备方法进行制备。对于纤维体积含量为 60% 的碳纤维增强复合材料,推荐的厚度为 3 mm,而对于纤维体积含量为 60% 的玻璃纤维增强复合材料,推荐的厚度为 5 mm。

应采用偶数层的单一方向铺层(参见 B.1),铺叠时应将无胶的薄膜嵌入层合板的厚度中心处。为了模拟一个尖裂纹并对层合板各单层的影响最低,嵌入物厚度不应超过 13 μm。嵌入物的材料和制备参见 B.2。

如果使用聚酰亚胺薄膜,薄膜应在嵌入层合板之前用脱模剂涂覆或喷涂。薄膜应在涂覆脱模剂之前切割成合适的尺寸。含有硅的脱模剂会穿透各单层而污染层合板,烘烤薄膜有利于防止硅在复合材料层间中迁移。薄膜涂覆脱模剂后,在 130 ℃条件下烘烤 30 min,该过程需进行两次。应小心操作,避免脱模剂的涂层被损坏和擦除。

图 3 给出了试板构成的实例,试板切割和加工时需要考虑嵌入物的位置。

6.2 试样制备

6.2.1 标准试样

试样由试板经机械加工而得到,试样的轴线与试板的纤维方向平行。试样应做标记以追溯其在试板上的初始位置,试样的结构形式见图 1,标准试样的尺寸和公差见表 1。试样表面不得采用机械加工以满足厚度要求。

单个试样的厚度和宽度与该组试样平均值的偏差不应超过±1%。

表 1 标准试样的尺寸和公差 单位为毫米

尺寸	碳纤维	玻璃纤维	公差
宽度 b	20	20	±0.5
最小长度 l	125	125	—
厚度 $2h$	3	5	±0.1

6.2.2 可选试样

可以根据试样的拉伸弹性模量和预计的层间断裂韧性值而采用其他的试样厚度。试样厚度的选取原则参见 B.3,并基于预计的层间断裂韧性值而不必进行位移修正。

也可采用宽度在 15 mm~30 mm 之间的试样,允许增加试样的长度,但不推荐缩短试样的长度,因为它会缩短检测的最大分层长度,并减少分析用的数据点。

6.3 试样的检查和测量

试样加工完后,检查并剔除产生扭曲、翘曲和切割损伤的试样。检查试样的切割边是否足够平滑,以满足 B.4 和 B.5 的裂纹长度检测要求。

测量每个试样长度 l ,精确到毫米。沿着长度方向上间隔均匀的 3 个点,测量试样宽度 b ,精确到 0.02 mm。沿试样中心线测量上述 3 点的厚度 $2h$,精确到 0.02 mm。最后在中心接近边缘的 2 个附加点上测量试样厚度,以检查试样的厚度均匀性。

记录每次测量的厚度、宽度和平均值,核对其值是否在表 1 给出的范围内,同时核对试样尺寸变化是否在表 1 给出的范围内。剔除不符合要求的试样。

测量试样两个侧边嵌入物的长度,取平均值,如果两个侧边嵌入物的长度相差超过 1 mm,应在报告中注明。每个嵌入物尖端至加载块或琴式铰链最近端的最小距离为 45 mm。

6.4 加载点的连接

将用于加载的加载块或琴式铰链与含有嵌入物的试样端部表面粘接,如图 1。加载夹具应与试样

平行和相互对齐,并在胶接处用夹板固定。加载块或琴式铰链的粘接要求见附录 A。

6.5 分层长度的测量

为了测量分层长度,应沿着试样边缘每间隔 5 mm 做标记,并延伸到至少超过嵌入物尖端 55 mm 处。另外,在开始的 10 mm 和最后的 5 mm 处每间隔 1 mm 做标记。

7 试样数量

试样的数量至少为 5 个。无效试样(见 9.3.6)应剔除,并用备用试样代替。

8 状态调节

试样粘接加载块或琴式铰链后,应按树脂供应商推荐的干燥温度和干燥时间进行干燥处理。干燥处理后,试样应在干燥器中保存,保存时间不超过 24 h。

注:由于聚合物基复合材料的层间断裂韧性对水分很敏感,为了得到含有相同吸湿量试样的基准数据,要求进行状态调节。因此,本标准中推荐的状态调节为干燥处理,参见 B.6。

9 试验步骤

9.1 试验准备

9.1.1 试验应在 GB/T 2918 规定的标准条件(温度 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,相对湿度 $50\% \pm 5\%$)下进行。

9.1.2 将试样安装到试验机的夹具中。如有可能,对试样端部进行支撑,以保持试样垂直于加载方向。

9.1.3 试验准备的更多要求参见 B.4。

9.2 初始加载

9.2.1 以 $1\text{ mm/min} \sim 5\text{ mm/min}$ 的恒定速率对试样加载。

9.2.2 连续记录载荷和位移值。记录分层的位置,精确至 $\pm 0.5\text{ mm}$ (参见 B.5)。

9.2.3 加载期间,在试样边缘目测到分层起始时(VIS,图 2),在载荷-位移曲线上标注此点,或记录载荷-位移的数据值。

注 1:如果很难观察到分层扩展的起始,推荐改善照明条件,或降低试验速度。

9.2.4 当嵌入物外的分层裂纹长度到 $3\text{ mm} \sim 5\text{ mm}$ 后停止加载。如果观察到嵌入物处的分层出现不稳定扩展(参见 B.7),继续加载,直至嵌入物外的分层裂纹长度到 $3\text{ mm} \sim 5\text{ mm}$,并在报告中注明。如果分层长度超出 $3\text{ mm} \sim 5\text{ mm}$,应在报告中注明。

9.2.5 以低于 25 mm/min 的恒定速率卸载。

9.2.6 卸载后,在试样两个侧边对预制裂纹的尖端做标记。如果两个标记的位置相差超过 2 mm ,或试样从夹具上脱落,应在报告中注明。

注 2:两标记位置之间相差超过 2 mm ,说明加载不对称。

9.2.7 如果 R-曲线显示断裂韧性随分层长度出现明显降低的异常情况(见图 8),可用楔形预制裂纹替代预加载过程。不推荐使用楔形预制裂纹(参见 B.8),因为楔形开裂难以产生合适的预制裂纹,如果使用应在报告中注明。另外,预制裂纹不一定总是出现在试样的中面。如果预制裂纹偏离试样中面,则试验结果无效,同时应在报告中注明。

9.3 重新加载

9.3.1 与初始加载一样,在 $1\text{ mm/min} \sim 5\text{ mm/min}$ 之间选取一个恒定速率对试样重新加载,在达到

最终分层长度之前,不能停止加载或者卸载(见 9.3.3)。记录载荷位移值,包括卸载过程。在试样侧边标记分层位置,其精度在 $\pm 0.5\text{ mm}$ 之内。

9.3.2 在试样侧边观测到从预制裂纹处的分层扩展时,记录该点的载荷和位移值(VIS,图 2)。

9.3.3 连续加载,当分层长度在第一个 5 mm 范围内,尽可能多地记录载荷位移值,如每 1 mm 记录一次;接下来每 5 mm 记录一次载荷位移值,直到从预制裂纹尖端开始的分层至少扩展 45 mm ;最后 5 mm 分层长度范围内,每 1 mm 记录一次。直到从预制裂纹尖端开始的分层总长度达到 50 mm (见图 2)。

9.3.4 以低于 25 mm/min 的恒定速率卸载。

9.3.5 卸载后,在试样两个侧边对分层裂纹尖端的位置进行标记。如果两侧边标记位置相差超过 2 mm ,需在报告中注明。

注 3: 两标记位置之间相差超过 2 mm ,说明加载不对称。

9.3.6 如果卸载后试样出现永久变形,则应在报告中注明。如果分层偏离试样的中面,则试验结果无效。在此情况下,必须用备用试样重新试验。

10 G_{Ic} 的计算

10.1 试验结果解释

从载荷-位移曲线图以及由分层扩展值得到的 R 曲线,可以确定几个不同的 G_{Ic} 起始值。以下与 G_{Ic} 值对应的点,从每个试样起始薄膜和 I 型预制裂纹的试验中得出。这些起始值如图 7 的 R 曲线所示,确定如下:

NL 点——沿载荷-位移曲线的初始直线部分画一条直线,其线性偏离点或非线性(NL)的起始点即为 NL 点(图 2 中的 NL),该点的获取方法参见 B.9。

VIS 点——在试样侧边第一次目测到嵌入物尖端或 I 型预制裂纹出现分层的点(图 2 中的 VIS)。记录该点对应的载荷和位移值以用于计算。可以采用移动显微镜(5.4)检测 VIS 点。

5%/MAX 点——试样第一次加载过程中的载荷和位移值。对于 5% 值,画一条直线得到初始柔度 C_0 ,并忽略任何加载系统引起的偏差,然后以柔度等于 $1.05C_0$ 画一条新的直线,以该直线与载荷-位移曲线的交点的载荷和位移来计算 G_{Ic} 。若交点的位移大于最大载荷点的位移,则用最大载荷及其对应的位移来计算 G_{Ic} 。

PROP 点——裂纹扩展期间,每一个分层长度对应的测量值(图 7 和 8 中的 PROP),但裂纹终点数据除外。PROP 点的最小数据为 15 个。如果采用较少的数据点,将影响统计结果,应在报告中注明。

10.2 数据处理

10.2.1 概述

方法 A(见 10.2.2)或方法 B(见 10.2.3)将用于数据简化,两种方法将给出等效的结果。分析所需要的数据如下:

- 初始分层长度 a_0 ;
- 总分层长度 $a(a=a_0+\text{测量的分层长度增量})$;
- 载荷 p ;
- 载荷线位移 δ ;
- 载荷线柔度 $C, C=\delta/p$;
- 试样宽度 b ;
- 试样厚度 $2h$ 。

10.2.2 方法 A:修正的梁理论(CBT)(仲裁法)

将柔度的立方根 $C^{1/3}$ [使用加载块时,应为 $(C/N)^{1/3}$,其中 N 为加载块修正系数,下文有定义] 作为再加载数据中分层长度 a 的函数绘制坐标图来建立二者之间的关系(见图 4)。通过数据拟合直线的外推产生与 X 轴的截距 Δ 。

如果得到的截距 Δ 为正值,则取 $\Delta=0$,并在报告中注明。VIS 和 PROP 点可用于线性拟合,但不应用于确定 NL 或 5%/MAX 点。当绘制的图形如图 4 所示时,如果 VIS 点无法确定或明显位于由 PROP 点所定义的范围之外,则该点不参与线性拟合,并在报告中注明。

临界能量释放率 G_{IC} 按式(1)计算:

$$G_{IC} = \frac{3p\delta}{2b(a + |\Delta|)} \times F \text{ 或 } G_{IC} = \frac{3p\delta}{2b(a + |\Delta|)} \times \frac{F}{N} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- F ——大位移修正系数;
- N ——加载块修正系数。

计算所有初始点和扩展点对应的 G_{IC} 值。对于嵌入物,以加载线与嵌入物尖端之间的距离(图 1 中的 a_0)作为初始分层长度;对于预制裂纹,以加载线与预制裂纹尖端之间的距离(图 1 中的 a)作为初始分层长度。

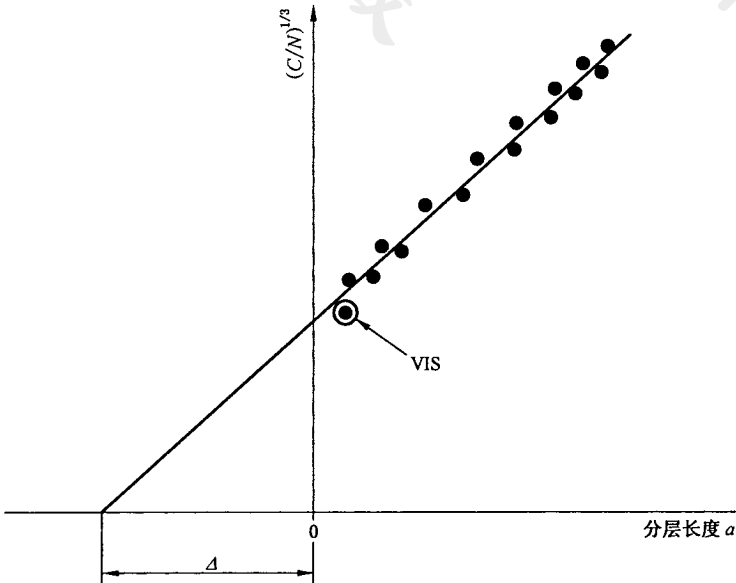
大位移修正系数 F 适用于所有的试样,如果 $\delta/a > 0.4$,则修正系数的影响很显著。大位移修正系数 F 和加载块修正系数 N 分别按式(2)和式(3)计算,对于琴式铰链,取 $N=1$ 。

$$F = 1 - \frac{3}{10} \left(\frac{\delta}{a} \right)^2 - \frac{2}{3} \left(\frac{\delta l_1}{a^2} \right) \dots\dots\dots(2)$$

$$N = 1 - \left(\frac{l_2}{a} \right)^3 - \frac{9}{8} \left[1 - \left(\frac{l_2}{a} \right)^2 \right] \frac{\delta l_1}{a^2} - \frac{9}{35} \left(\frac{\delta}{a} \right)^2 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- l_1 ——插销孔中心或琴式铰链轴心到试样中面的距离;
 - l_2 ——插销孔中心到加载块边缘的距离(见图 1)。
- 若大位移修正系数 F 小于 0.9,应在报告中注明。



注: 该 VIS 点不参与线性拟合(见 10.2.2)。

图 4 在修正梁理论方法中用线性拟合测定 Δ

10.2.3 方法 B:改进的柔度校准方法(MCC)

将用宽度归一化的柔度立方根 $(bC)^{1/3}$ [如果使用加载块,应为 $(bC/N)^{1/3}$]作为再加载数据中用厚度归一化的分层长度 $a/2h$ 的函数绘制坐标图来建立二者之间的关系(见图 5)。直线的斜率定义为 m 。

临界能量释放率 G_{Ic} 按式(4)计算:

$$G_{Ic} = \frac{3m}{2(2h)} \times \left(\frac{p}{b}\right)^2 \times \left(\frac{bC}{N}\right)^{2/3} \times F \dots\dots\dots (4)$$

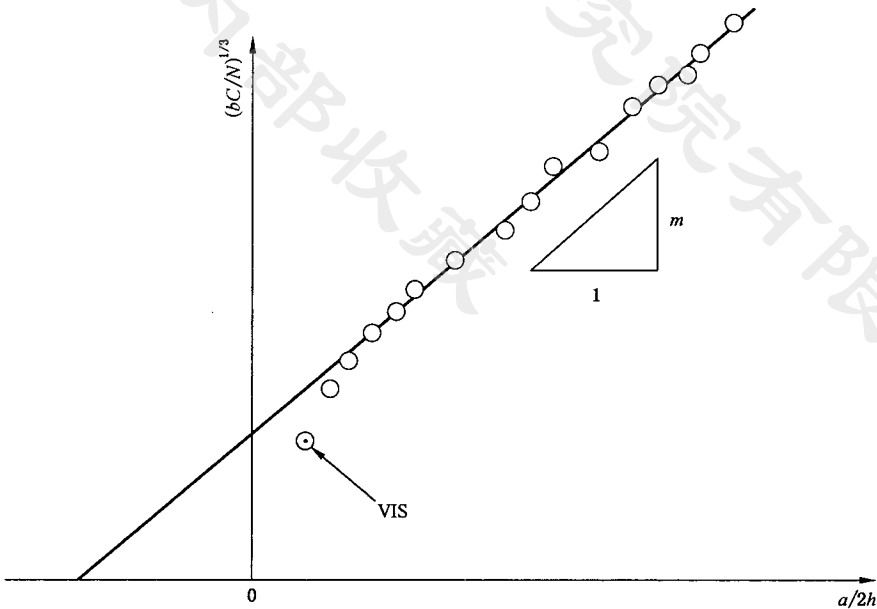
式中 F 和 N 分别由式(2)与式(3)中给出,计算所有裂纹起始点和扩展点对应的 G_{Ic} 值。

用显微镜(参见 B.5 中描述)在水平方向上测量分层长度(图 6 中 x)时,分层长度 x 可用于绘制图 4 和图 5,并计算 G_{Ic} 。此时,大位移修正系数 F 等于 1。但是,如果用加载块代替琴式铰链,则需要采用式(3)的修正系数 N 来计算 G_{Ic} 。

10.3 数据记录表,数据图和统计计算

所有从起始薄膜、I 型预制裂纹和 PROP 值得到的对应的 NL、VIS 和 5%/MAX 点的结果,都用于绘制分层-阻抗曲线(R-曲线)和每个试样的 G_{Ic} -分层长度 a 曲线(见图 7 和图 8)。当需要从试验中得到材料特征值时,需有 5 个试样(见第 7 章),并计算对应于每个 VIS、NL 和 5%/MAX 点的 G_{Ic} 的算术平均值、标准差 σ 和离散系数 CV 。

单个试验结果表格将用于记录从嵌入物(NL、VIS 和 5%/MAX 点对应的值)或 I 型预制裂纹(NL、VIS、5%/MAX 和 PROP 点对应的值)得到的每个试样的试验数据。推荐的试验结果表格参见表 C.1。



注: 该 VIS 点不参与线性拟合(见 10.2.3)。

图 5 改进的柔度校准方法(MCC)中用线性拟合确定的斜率 m

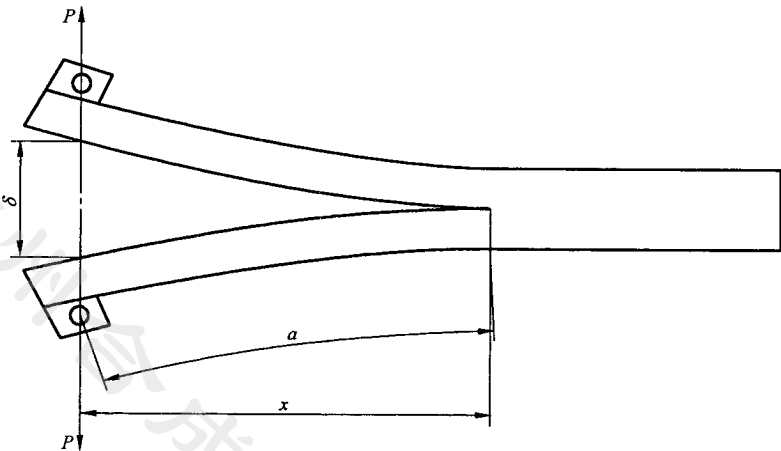
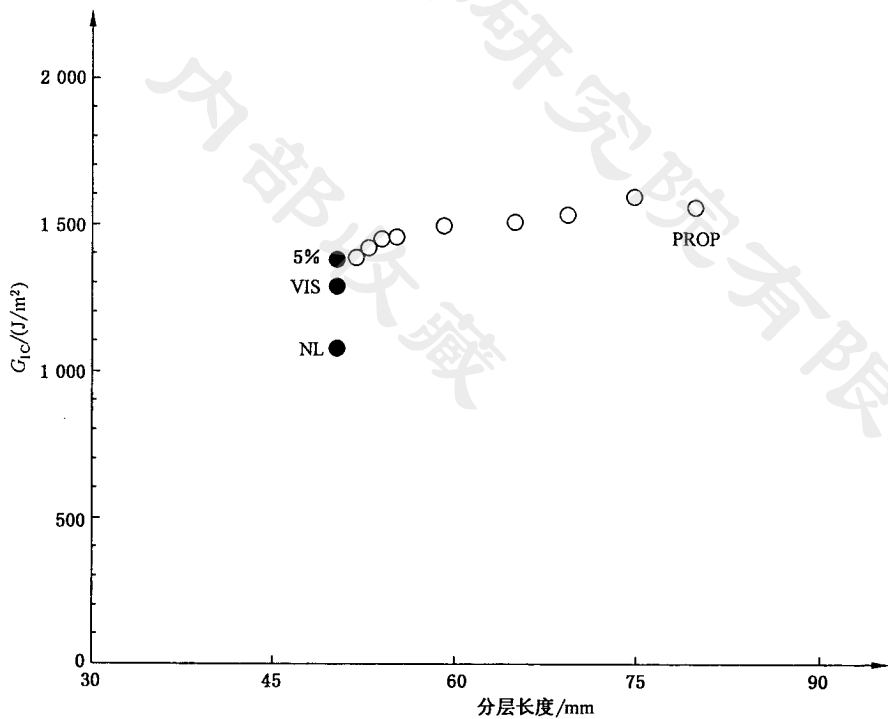
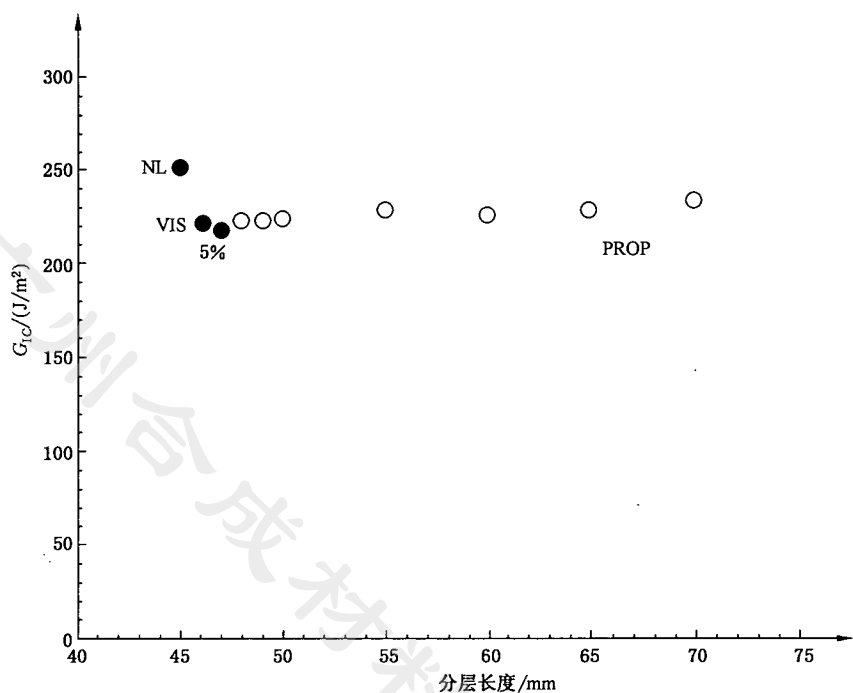


图 6 DCB 试样在加载时,沿水平方向上测量的分层长度 x ,沿固定在试样上的刻度尺方向测量的分层长度 a



注：NL、VIS、5%、扩展值和 PROP 在第 3 章中定义。仅给出初始加载值。

图 7 典型的分层-阻力曲线(R-曲线),分层阻抗随分层长度增加而增加



注：NL、VIS、5%、扩展值和 PROP 在第 3 章中定义。仅给出初始加载值。

图 8 非典型的分层-阻力曲线(R-曲线), 分层阻抗随分层长度增加而降低

11 精密度

表 2 给出的材料和精密度数据,按本标准由两次国际循环试验得出。初始值引用 NL 值,对于碳纤维增强环氧材料(CFRE),初始值与 VIS 值相同。对于碳纤维增强热塑性复合材料(CFRT),NL 点在 VIS 点之前出现。试验过程对方法进行了改进,即在初始预制裂纹产生后没有卸载,而是连续试验。所有试验均得到了典型的 R-曲线(如图 7)。

表 2 ASTM D5528 中的精密度数据

材料	实验室数量	每个实验室 测试数量	嵌入物	G_{IC} 平均值 KJ/m ²	s_r	(CV) _r %	s_R	(CV) _R %
CFRE	3	3	13 μm 聚酰亚胺	0.085	0.015	17.6	0.014	16.5
CFRT	9	5	7.5 μm 聚酰亚胺	1.182	0.126	10.8	0.111	9.4
CFRT	9	5	13 μm 聚酰亚胺	1.262	0.132	10.5	0.110	8.7

注：这些结果都选自于 ASTM D 5528 首次发布的数据。应该注意到,ASTM 标准的数据仅限于碳纤维增强材料,对于其他的材料,其偏差可能更大。重复性和再现性的精密度测量在 ASTM D 5528 定义为：
重复性——相同材料在某一实验室的试验结果(同一操作者使用相同的试验设备在短时间内得到),如果其标准差大于材料的 r 值,则试验结果的重复性是不可信的,其中, $r=2.8s_r$, s_r 是每个实验室的标准差的平均值。
再现性——对于相同的材料,如果两个不同的试验室得到的平均结果之间的标准差,或者在同一个实验室由不同的操作者采用不同的设备而得到的平均结果之间的标准差大于该材料的 R 值,则说明试验结果不可信,其中 $R=2.8s_R$, s_R 是从所有实验室得到的 G_{IC} 平均值的标准差。

12 试验报告

试验报告应包含以下内容:

- a) 引出本标准,指出分析方法。
- b) 标示测试材料所必需的详细信息(如,层合板制造商,纤维材料,聚合物材料,最高固化温度 T_{mc} ,固化时间 t_c)。
- c) 试样数量,试验日期和试验室。
- d) 每个试样在试板上的位置。
- e) 每个试样的平均厚度、平均宽度、沿长度方向的最大厚度偏差和长度,使用的嵌入物材料及其厚度和长度,如果嵌入物长度两侧边尺寸的测量值相差超过 1 mm,需注明。
- f) 初始嵌入薄膜和脱模剂类型。
- g) 试验环境条件和状态调节环境条件。
- h) 使用的加载装置的类型(加载块或琴式铰链)、几何尺寸及表面处理方法,与试样粘接的胶粘剂(如果使用)。
- i) 预制裂纹的类型(I型或楔形开口),如果在预制裂纹形后试样与夹具脱离,需注明。
- j) 嵌入物或 I 型预制裂纹试验所采用的加载和卸载速率。
- k) 试验(卸载)后,从试样两个侧边的加载线测量的嵌入物的分层长度,如果测量的分层长度相差超过 2 mm,需注明。
- l) 如果采用 CBT 方法,则记录归一化柔度立方根 $(C/N)^{1/3}$ -分层长度 a 曲线用线性拟合得到的与 X-轴的截距 Δ ,以及线性拟合的相关系数 r^2 。如果线性拟合不包含 VIS 值,需注明。
- m) 如果采用 MCC 方法,则记录宽度归一化的修正柔度立方根 $(bC/N)^{1/3}$ -以厚度归一化的分层长度 $a/2h$ 曲线经线性拟合得到斜率 m ,以及线性拟合的相关系数 r^2 。如果线性拟合不包含 VIS 值,需注明。
- n) 每个试样的载荷-位移曲线。
- o) 每个试样 G_{Ic} 值的表格和 G_{Ic} (对应的所有点的值在 10.1 定义)-分层长度 a 曲线(R-曲线),包括大位移修正系数和加载块修正系数。如果大位移修正系数 F 小于 0.9,需注明。
- p) 对应于 VIS、NL 和 5%/MAX 点的各组数值的平均值和离散系数。
- q) $(C_{5\%/MAX} - C_0) \times 100 / C_0$ 值,例如,初始柔度 C_0 与 MAX 或 5%点处柔度变化的百分比,两者都适用。
- r) 任何与本标准规定的偏离(例如,试样的尺寸和纤维方向)。
- s) 试验时可能影响试验过程和试验结果的异常现象(例如,预制裂纹或分层与试样中面的偏离、纤维桥接、卸载或嵌入物粘接后的永久变形)。
- t) 如果可能,材料特性结果(如纤维和空隙率)。

附 录 A

(规范性附录)

加载块或琴式铰链的制备和粘接

加载块或琴式铰链与试样首先都应被轻微地打磨。测试过程中使试样分层的载荷是非常低的,所以仅使用砂纸打磨或喷砂处理。加载块和琴式铰链与试样在打磨之后应用溶剂进行清理。如果发生胶接层失效,需查阅 ISO 4588 得到精密的工序。块或铰链与试样的粘结应在表面处理后立即进行。在先前类似样品的测试中,已发现腈基丙烯酸酯胶粘剂可以满足大多数情况。或者说,刚性的、室温固化的胶粘剂都可被使用。表面处理和胶粘剂的种类都应在报告中注明。

附录 B
(资料性附录)
推荐的试验准则

B.1 样品的铺层准则

本标准只规定了 0° 单向铺层。该铺层显示出非常小的互反曲面的弯曲。因此,板的弯曲刚度参数满足 $(D_{12})^2 / (D_{11} D_{22})$ 比率远小于 1 的条件。多向铺层不满足这种条件,由此显示出互反曲面的弯曲的重要性。此外,多向铺层会导致裂纹的分叉远离试样的中面,因此不推荐使用。

B.2 初始嵌入薄膜材料和制备准则

建议使用聚合物薄膜作为初始薄膜,以避免使用铝薄膜产生的折叠或卷曲问题。环氧基复合材料的固化温度低于 180℃ 时,推荐使用聚四氟乙烯 (PTFE) 薄膜。复合材料 (例如聚酰亚胺或双马来酰亚胺复合材料) 的固化温度超过 180℃ 时,推荐使用聚酰亚胺薄膜。

B.3 试样厚度准则

如果可能,试样厚度选择按式 (B.1):

$$2h > 8.28 \left(\frac{G_{IC} a_0^2}{E_{11}} \right)^{1/3} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- 2h —— 试样厚度;
- G_{IC} —— 预判的最大断裂韧性;
- a_0 —— 初始分层长度 (对于加载块 $a_0 = A - l_3 + l_2$);
- E_{11} —— 试样沿纤维方向上的拉伸弹性模量。

应用本准则要求要对测试材料的 G_{IC} 值有预先认识,如果有效的话,刊登文献上的试样结果和数据将被使用。用本准则确定试样厚度会产生一个趋近于 1 的大位移校正系数。

B.4 试验准备

当第一次测试材料或实验人员对观察初始分层没有经验的情况时,推荐制备不少于一个的备用试样 (最少为 6 个代替 5 个)。

测力传感器和载荷范围选择小于 500 N。

在状态调节后,沿试样边缘涂上一薄层的水溶性打字机修正液 (白色墨水),有助于观察分层的生长。一些修正液使用的溶剂对有些复合材料种类有害,因此,在使用前最好对液体的成分进行检查。

分层增长可以用肉眼或者使用移动式显微镜观察。更多细节见 B.5。

对于透明层合板,在整个宽度方向做标记,要好于在侧边做标记,可以更好地观察内部的分层长度。

B.5 自动测量分层长度

通过在移动式显微镜上安装一个位移传感器来自动测量分层长度。按照 6.5 中的规定对试样进行

划线标记,将移动式显微镜放在第一个标记处,记录显微镜指示的位置。当分层前沿通过显微镜的网格线时,分层长度与显微镜的位置一致。然后将显微镜移动至下一个标记处,记录分层长度 x 。重复以上步骤,直到测试结束。

B.6 状态调节准则

GB/T 2918 规定试验前的状态调节条件和测度中所用的条件,是典型实验室环境。GB/T 2918 允许温度为 +23 °C 和 +27 °C,以及相应的湿度;如果同意,20 °C 也可以使用。试样在上述三种温度放置 88 h 后,会吸收相当大的水分(吸湿取决于基体材料)。高温干燥后的试验结果与 GB/T 2918 的规定相比是不同的。因此,推荐样品经高温干燥后以最小含水量进行测试(环氧干燥温度为 70 °C 时在干燥器最多放置一天)。

B.7 不稳定的分层扩展

大多数纤维增强层合板的分层扩展是不稳定的,即使在显微镜下观察其扩展速度都是无规律的。不稳定分层扩展的特点是初始阶段没有明显出现或者很缓慢的扩展;接着是迅速的,几乎是瞬间的出现分层扩展。在载荷位移曲线上呈现出几乎是垂直位移坐标轴的急剧下降。在不稳定分层扩展期间通常不能记录到分层长度值。在不稳定分层扩展停止后(没有分层增长),继续加载,载荷随着分层扩展不断增加,并产生一个(局部)最大载荷。

B.8 楔形块预制裂纹的准则

如需选择某一载荷引导预制裂纹方法(见第 4 章和 9.2.7),推荐使用楔形开口。在距薄膜尾端 5 mm 处夹紧试样,楔形块的宽度至少应与试样宽度相等,开口角应尽可能小,且楔形块不接触分层裂纹的顶端。采用手推、轻敲楔形块端部或用合适工装将楔形块装进试样,使楔形块距夹紧处 2 mm ~ 3 mm。通常楔形块的预制裂纹会超出夹紧处几毫米,但超出应尽可能短,以保证能获得至少 50 mm 的分层长度。

B.9 NL 点的获取

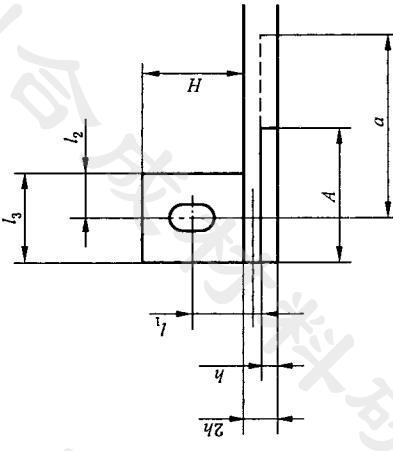
从二种典型材料(碳-纤维/环氧和碳-纤维/PEEK)的 X-射线图像上可以看出,试样内部初始薄膜处的分层在接近 NL 点并在 VIS 点之前发生。NL 点往往对应最低,最保守的层间断裂韧性值。然而,在载荷位移曲线上难以再现 NL 点,因为变异系数超过 10% 是常见的,但是,一般记录在一个 X-Y 坐标记录器的图纸上的载荷-位移函数的模拟信号图要比在测试中通过一个数据采集装置自动记录的数据点获得的拟合曲线得到较少变异的结果。在载荷位移曲线上从一个限定的载荷开始进行线性拟合绘制,这样可以避免由于使用一致的准则引起的非线性直线偏差,例如绘图仪追踪的中点,可以得到更一致的结果。

附 录 C
(资料性附录)
推荐的试验结果表

推荐的试验结果表见表 C. 1。

杭州合成材料研究院有限公司
内部收藏

表 C.1 推荐的试验结果表

I 型 DCB 实验结果表, 共 2 页 第 1 页					纤维	树脂		
试样标识	试样编号		试验时间					
实验室	试验人员		纤维厂商					
层合板厂商	树脂厂商							
试样长度 l /mm	载荷传导							
平均厚度 $2h$ /mm	块厚度 H /mm							
厚度最大偏差 $\Delta(2h)$ /mm	块长度 l_3 /mm							
试样宽度 b /mm	块/铰链宽度/mm							
嵌入物材料	表面处理							
嵌入物厚度/ μm	胶粘剂							
嵌入物长度 A /mm	状态调节温度 T_d /($^{\circ}\text{C}$)							
脱模剂	状态调节时间 t_d /h							
预制裂纹长度 a_0 /mm	试验温度 T /($^{\circ}\text{C}$)							
最大固化温度 T_{mc} /($^{\circ}\text{C}$)	相对湿度/%							
固化时间 t_c /h	加载/卸载速率/(mm/min)							
最大分层长度 a_{max} /mm	l_1 和 l_2 距离/mm							
柔量变化/%	校正							
点	a /mm	载荷/ N				δ /mm	试板中试样和嵌入物的位置	最小初始值:
NL(嵌入物)								G_{Ic} CBT/(J/m ²)
5%/MAX(嵌入物)								G_{Ic} MCC/(J/m ²)
VIS(嵌入物)								
NL(预制裂纹)								
5%/MAX(预制裂纹)								
VIS(预制裂纹)								
数据点								
数据点								
数据点								

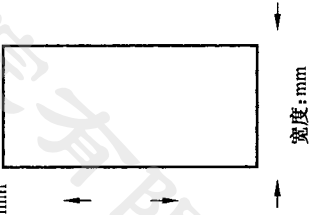
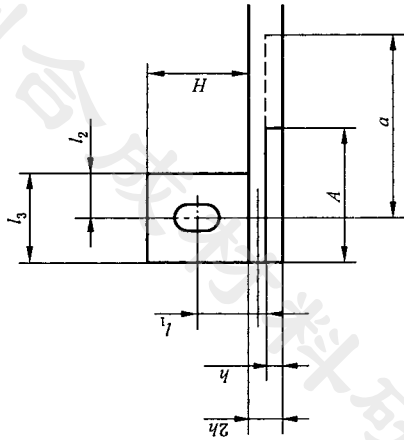


表 C.1 (续)

I 型 DCB 实验结果表 共 2 页 第 2 页					纤维		树脂			
试样标识		试样编号								
实验室		试验人员			试验日期					
层合板厂商		树脂厂商			纤维厂商					
方法 A(CBT)					两边嵌入物长度的差距 ≤ 1 mm?			是/否		
拟合直线的斜率					两边预制裂纹的差距 ≤ 2 mm?			是/否		
拟合直线与 y 轴的截距 Δ/mm					预制裂纹到嵌入物 3~5 mm?			是/否		
校正系数					两边的总分层长度的差距 ≤ 2 mm?			是/否		
方法 B(MCC)					试样在预制裂纹后移动?			是/否		
拟合直线的斜率					VIS 参与线性拟合?			是/否		
拟合直线与 y 轴的截距					测试过程中分层长度稳定增长?			是/否		
m					所有校正系数 ≥ 0.9 ?			是/否		
校正系数					载荷线位移/ $a < 4$?			是/否		
					参考 ISO 4588?			是/否		
点		F	N	F/N	C/N	$(C/N)^{1/3}$	$(bC/N)^{1/3}$	$a/2h$	δ/a	核对完成?
NL(嵌入物)										
5%/MAX(嵌入物)										
VIS(嵌入物)										
NL(预制裂纹)										
5%/MAX(预制裂纹)										
VIS(预制裂纹)										
数据点										
数据点										
数据点										
数据点										

参 考 文 献

- [1] ASTM D 5528 Standard Test Method for Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites
- [2] S. HASHEMI, A. J. KINLOCH, J. G. WILLIAMS: "Corrections Needed in Double Cantilever Beam Tests for Assessing the Interlaminar Failure of Fibre-composites", *Journal of Materials Science Letters*, 8, pp. 125-129 (1989).
- [3] R. A. NAIK, J. H. CREWS Jr., K. N. SHIVAKUMAR: "Effects of T-Tabs and Large Deflections in DCB Specimen Tests" in: *Composite Materials—Fatigue and Fracture* (T. K. O'Brien ed.), ASTM STP 1110, American Society for Testing and Materials, pp. 169-186 (1991).
- [4] P. FLUELER, A. J. BRUNNER: "Crack Propagation in Fibre-Reinforced Composite Materials Analysed with In-situ Microfocal X-ray Radiography and Simultaneous Acoustic Emission Monitoring" in: *Composites Testing and Standardization ECCM-CTS* (P. J. HOGG, G. D. SIMS, F. L. MATTHEWS, A. R. Bunsell, A. MASSIAH eds.) European Association for Composite Materials, pp. 385-394 (1992).
- [5] T. DE KALBERMATTEN, R. JAGGI, P. FLUELER, H. H. KAUSCH, P. DAVIES: "Microfocus Radiography Studies During Mode I Interlaminar Fracture Toughness Tests on Composites", *Journal of Materials Science Letters*, 11, pp. 543-546 (1992).
- [6] T. K. O'BRIEN, R. H. MARTIN: "Results of ASTM Round Robin Testing for Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Composites Materials", *ASTM Journal of Composites Technology and Research*, 15, No. 4, pp. 269-281 (1993).
- [7] A. J. BRUNNER, S. TANNER, P. DAVIES, H. WIRNICH: "Interlaminar Fracture Testing of Unidirectional Fibre-Reinforced Composites: Results from ESIS Round-Robins" in: *Composites Testing and Standardisation ECCM-CTS 2* (P. J. Hogg, K. Schulte, H. Wittich eds.), Woodhead Publishing, pp. 523-532 (1994).
- [8] M. HOJO, K. KAGEYAMA, K. TANAKA: "Prestandardization study on mode I interlaminar fracture toughness test for CFRP in Japan", *Composites*, 26, No. 4, pp. 243-255 (1995).
- [9] P. DAVIES: "Uncertainty in the determination of initiation values of G_{IC} in the Mode I interlaminar fracture test", *Applied Composite Materials*, Vol. 3, pp. 135-140 (1996).
- [10] R. M. JONES, "Mechanics of Composite Materials", Taylor & Francis, Philadelphia, Second edition (1999).
-