

文章编号: 1006-9941(2013)03-0330-04

SEM 与数字图像法分析复合推进剂细观破坏

李高春¹, 刘著卿², 张璇³, 邱欣¹, 隋玉堂¹

(1. 海军航空工程学院飞行器工程系, 山东烟台 264001; 2. 92155 部队, 海南三亚 572021; 3. 西安航天复合材料研究所, 陕西西安 710025)

摘要: 对复合固体推进剂拉伸变形破坏过程进行了原位扫描电镜观察, 采用数字图像相关方法分析了不同变形阶段电镜图片, 得到了推进剂细观表面变形场, 探讨其在拉伸过程中的细观破坏机理。研究表明, 数字图像相关方法与扫描电镜相结合为复合固体推进剂在细观尺度下的测量与破坏机理分析提供了新的途径, 也为推进剂细观数值模拟提供了实验依据。

关键词: 物理化学; 复合推进剂; 扫描电镜试验; 数字图像相关方法; 细观破坏

中图分类号: TJ55; V435; O64

文献标识码: A

DOI: 10.3969/j.issn.1006-9941.2013.03.011

1 引言

复合固体推进剂在构成上是多组分体系, 主要由高分子聚合物基体和掺入其中的大量固体氧化剂颗粒及金属燃料颗粒组成, 此外还有少量的附加组分^[1]。由于固体颗粒在基体中是一种机械混合, 在外界载荷作用下, 推进剂内部将发生不可逆的损伤, 包括基体分子链的断裂以及颗粒与基体界面的“脱湿”。

以往, 有关复合固体推进剂的力学性能研究大多基于对其宏观性能的认识, 主要特点是将细观结构非均匀的复合固体推进剂理想化为均质的弹性或粘弹性材料, 这种简化尽管在一定程度上能满足设计需要, 但难以揭示复合固体推进剂材料变形、损伤和破坏的物理机制。近年来, 国内外已经开始从推进剂细观层次出发研究其性能, 如采用扫描电镜研究推进剂在拉伸条件下细观形貌和细观损伤过程^[2], 或发展细观数值模型^[3-5]。这些研究从复合固体推进剂的内部组成相当于事物的“内因”出发, 更好地分析推进剂失效的实质。目前, 推进剂扫描电镜观察基本上是从图像上观察裂纹的演化规律, 只是简单定性描述破坏过程; 细观数值模拟结果只是从宏观力学性能间接地对其进行验证, 缺少细观试验的直接验证。

数字图像相关方法 (Digital Image Correlation Method; DICM) 是 20 世纪 80 年代由 Peter^[6] 等人提出的, 是一种非接触计算机辅助光学测量方法。其基本原理是通过数字图像处理变形前后的两幅图片, 经过相

关技术得到每一点的位移, 该方法具有全场、非接触、动态等特点。国内外已有学者利用数字图像相关方法对 PBX 材料的变形破坏过程及其损伤机理的进行了研究^[7-10], 但对复合推进剂细观破坏研究较少。本工作首先通过扫描电镜实时观察和研究了推进剂细观尺度的变形和破坏过程, 然后将 DICM 与扫描电镜结合, 将高倍扫描电镜照片作为散斑特征图, 编制了相应的数字图像相关方法分析程序, 实现了扫描电镜下细观变形场的测量, 并分析了其在拉伸过程中的细观破坏机理。

2 试验方法

2.1 DICM 基本原理

DICM 基本原理是利用图像采集系统获得数字图像, 然后采用数字图像处理与分析技术, 对物体表面不同状态下的数字化散斑图像上的几何点进行跟踪与匹配, 跟踪点的运动从而获得物体表面的变形信息, 如图 1 所示。给定物体变形前的图像 $f(i, j)$ 和变形后的图像 $g(i, j)$, 要求在变形后的图像中识别出对应于变形前的图像场中某一图像子区的那个图像子区。

在参考图像中取以某待求点 (i, j) 为中心的 $(2m + 1) \text{ pixel} \times (2m + 1) \text{ pixel}$ 大小的矩形参考图像子区, 在变形后的图像中取一变形图像子区, 则变形图像子区和参考图像子区具有一定的相关性, 可用相关系数表达。按照一定的搜索方法找到一个以 $(i + u, j + v)$ 为中心的变形图像子区, 这种相关性达到了最大值, 参考图像子区在变形后就一一对应于该变形图像子区, 根据两点的坐标差值即可以得到该点的位移信息。按同样的方法对参考图像中感兴趣的区域的多个像素点进

收稿日期: 2012-04-11; 修回日期: 2012-06-26

基金项目: 总装备部重点预研基金资助项目(9140A2801)

作者简介: 李高春(1978-), 男, 讲师, 主要从事细观损伤及宏观力学性能研究。e-mail: leespring@sohu.com

行同样的相关计算,即可获得计算区域的位移场。

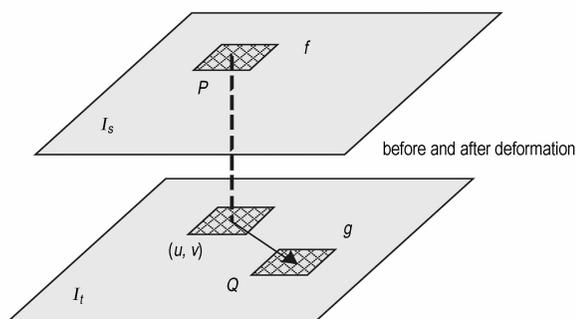


图1 数字图像相关技术原理示意图

Fig.1 The principle of DICM

相关公式是相关运算的关键,相关系数的选择有许多种,研究表明采用式(1)作为相关系数,单峰性好,易于图像子区的搜索。

$$c = \frac{\{\sum\sum[(f-\bar{f}) \cdot (g-\bar{g})]\}^2}{\sum\sum(f-\bar{f})^2 \cdot \sum\sum(g-\bar{g})^2} \quad (1)$$

式中, $f=f(i, j)$, $g=g(i+u, j+v)$ 分别为源点和目标点为中心散斑图的灰度值; \bar{f} 和 \bar{g} 为灰度平均值。

相关系数反映了两个子区间的相似程度,相关系数等于0为完全不相关,等于1为完全正相关。实际情况下,由于图像的畸变等多方面的因素,相关系数不可能等于1,一般认为相关系数取极大值时,二者是对应的,通过求解相关系数的极大值,实现变形量的提取。

2.2 试验过程

为了获得 DICM 分析所需的图片,对复合固体推进剂进行了原位拉伸电镜观察试验。试验采用飞利浦 Quanta400 扫描电子显微镜,试件为 20 mm × 10 mm × 2 mm 的长方体,加载使用 Deben 扫描电镜拉伸台,试验中以 0.4 mm · min⁻¹ 的速度拉伸试件。为了便于数字图像相关分析,拉伸过程中载荷增量依据变形情况而定,每施加一定载荷增量,对变形试件指定区域进行观察,实时观察拉伸过程的变形与失效过程,采集并存储相应的照片。

考虑 SEM 图片只是定性描述推进剂的破坏过程,为了定量分析推进剂的细观变形场,利用 DICM 对 SEM 下细观变形场进行测量。在这个过程中需要建立二者之间的接口。由于 DICM 处理的对象为图像,扫描电镜得到的结果也是图像,建立两者之间的联系主要在于保证图像的兼容。对于扫描电镜来说,一般可以将图像存储为 bmp、jpg、tiff 等几种格式,针对 DICM 处理的灰度图像,可以通过进行图形转换来解决^[11]。

3 结果及分析

3.1 SEM 结果分析

图 2a 为未受载荷条件下推进剂表面电镜图片,图 2b

~图 2f 分别为单向拉伸载荷条件下伸长率分别为 10%、20%、30%、40% 和 50% 时的推进剂表面原位电镜图片。由图 2 可以看出:随着复合推进剂在外界拉伸载荷的增加,在颗粒和基体界面产生微裂纹,进一步施加载荷微裂纹不断扩展。由于界面脱粘,颗粒在界面脱粘处不再承受载荷,而使其附近区域的基体在较大应力的作用下产生微裂纹。随着载荷的增加,将出现微裂纹的汇合,导致宏观裂纹的形成,进而使推进剂破坏。推进剂的细观破坏主要是在拉伸加载下,以颗粒和基体界面脱粘为主,很少出现颗粒断裂。

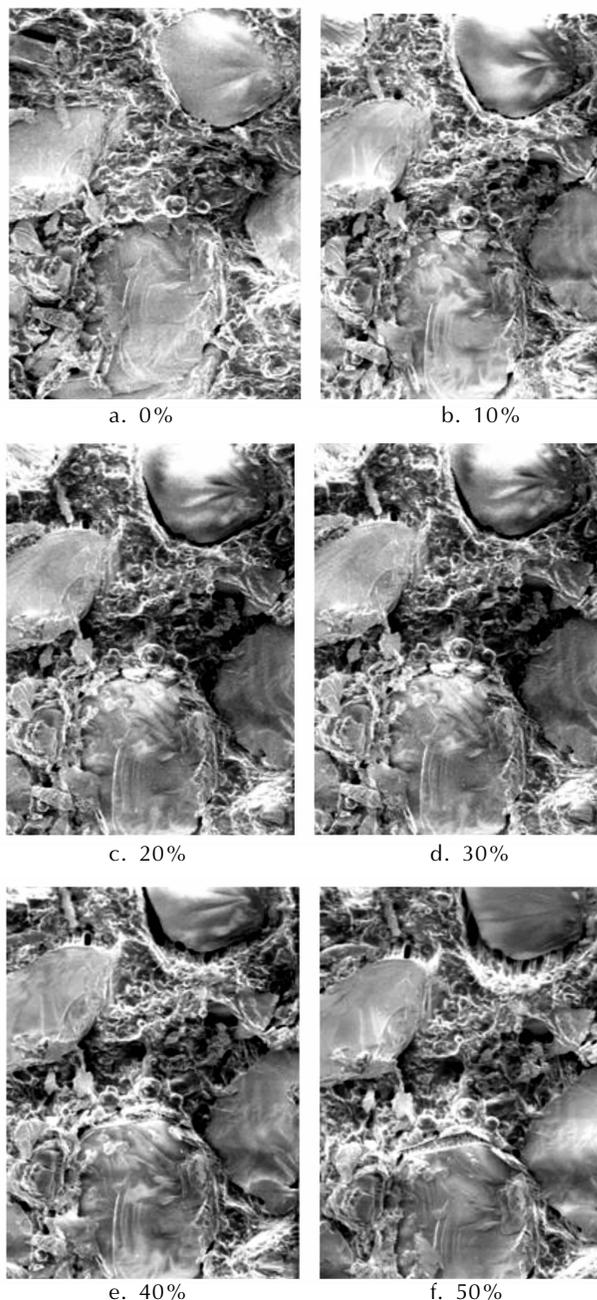


图2 不同载荷下拉伸过程的细观形貌(×200)

Fig.2 Micro structural appearance under tension (×200)

3.2 DICM 对 SEM 图片的适应性分析

原位扫描电镜图片定性描述了推进剂的变形破坏过程,为了获得定量的变形场,对不同变形阶段照片采用 DICM 进行处理,获得 SEM 细观变形场。在实际计算时,为获得精确可靠的匹配结果,所选择的图像子区应该足够大以包含充分多的灰度变化信息,从而确保该图像子区在变形后的图像中能被识别。这就要求被测物体表面必须覆盖有散斑图,该散斑场作为变形信息的载体与试样表面一起变形。图 3 给出了扫描电镜图片的灰度的直方图,由图 3 可见,电镜图片有一定的灰度分布,从而为利用数字图像相关方法进行处理奠定了基础。采用 Matlab 编制的数字图像相关方法计算程序,进行数字图像处理,图 4 给出了处理过程的网格点跟踪过程。

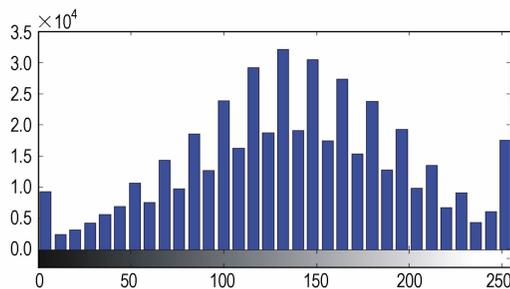


图 3 灰度值直方图

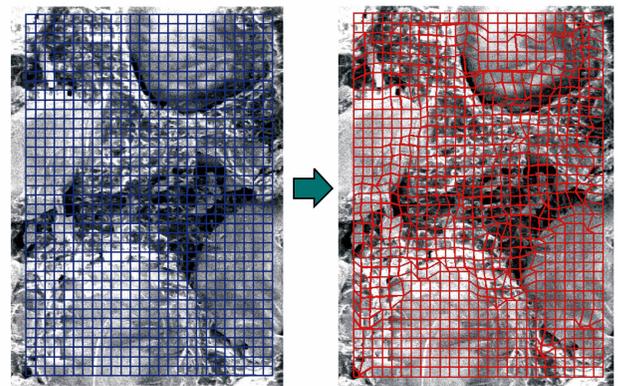
Fig.3 Histogram of gray

3.3 DICM 计算结果分析

计算所用图像大小为 540×760 pixels, 每个 pixels 单位代表 $0.63 \mu\text{m}$ 。图 5 给出了拉伸方向位移场,图中 x, y 轴为像素点坐标。从图 5 中可以看出,推进剂拉伸变形及演化过程。在加载的初始阶段,推进剂内部位移场较为均匀(图 5a),随外界位移增加,位移出现不连续性,在裂纹附近位移场出现阶跃;随外界位移继续增加,上述位移不连续性进一步扩大,在图像上表现为裂纹宽度的增加(图 5b、图 5c)。由推进剂内部的位移场可知,复合固体推进剂内由于基体和颗粒变形的不协调,从而造成基体和颗粒之间的脱粘。另外,由于颗粒的模量比较大,在拉伸过程中不会产生变形,也表明了从细观角度复合固体推进剂不能看作结构均匀的材料。

图 6 给出了位移矢量分布图,表明了推进剂在拉伸过程中各点的位移大小和运动方向。由图 6 可看出:上半部分整体向上移动,下半部分整体向下移动,在基体中间出现较大左右移动。总体上,基体变形要比颗粒上变形要大。由于推进剂界面脱粘的存在,改变了局部的位移矢量,表现为裂纹的张开和闭合效应,当位移场指向方向相反,表明裂纹进一步扩展,当位移指向方向相同,表明裂纹进一步闭合,位移矢量能够较

为直观地反映推进剂的变形特点。

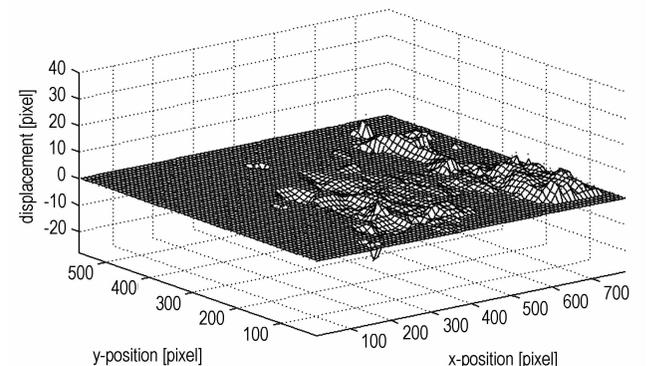


a. 参考计算网格

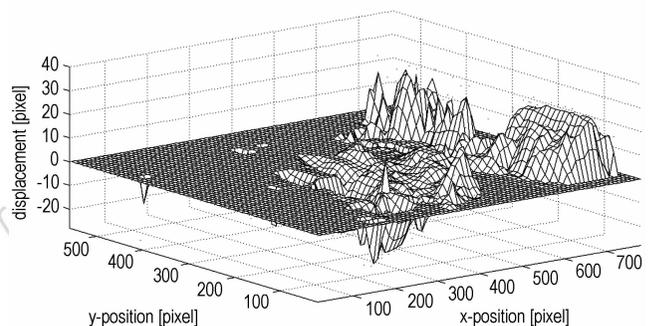
b. 变形后网格

图 4 DICM 跟踪过程

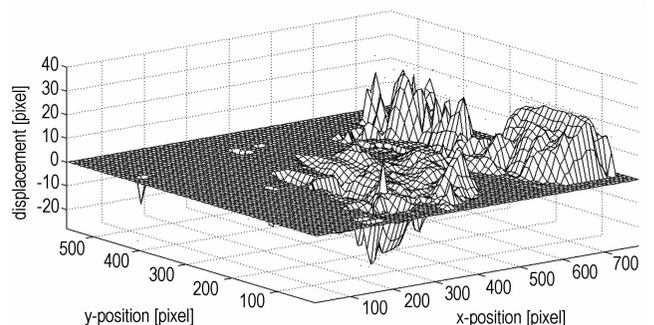
Fig.4 Process of DICM



a. 10%



b. 30%



c. 50%

图 5 拉伸方向位移场

Fig.5 Displacement field in tensile

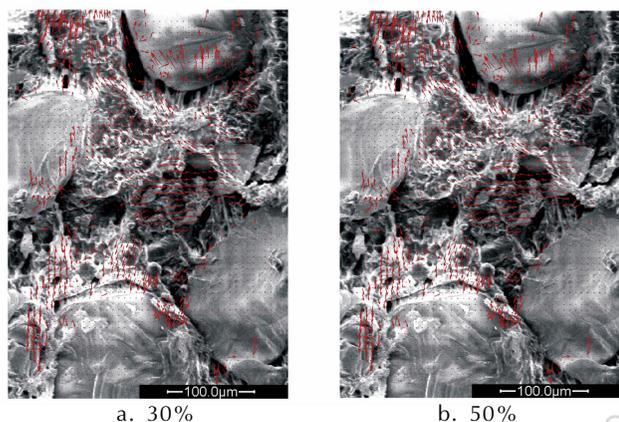


图6 位移矢量图

Fig.6 Displacement vector

4 结论

(1) 数字图像相关方法与原位扫描电镜结合,能较好地应用到复合推进剂表面的微观变形和破坏分析中,为研究推进剂的微观失效提供了有效的实验方法。该方法的优点是不仅为推进剂的微观尺寸测量提供了新的手段,也为从微观尺度下定量研究推进剂的破坏过程奠定了基础。

(2) 复合固体推进剂在微观尺度下是非均质材料,在拉伸破坏过程中,推进剂的主要破坏形式为颗粒与基体的界面脱粘,由于基体和颗粒变形的不协调,总体基体变形要比颗粒上变形要大。

参考文献:

- [1] 侯林法. 复合固体推进剂[M]. 北京: 宇航出版社, 1994.
HOU lin-fa. Composite solid propellant[M]. Beijing: Astronautics Press, 1994.
- [2] 曾甲牙. 丁羟推进剂拉伸断裂行为的扫描电镜研究[J]. 固体火箭技术, 1999, 22(4): 69-72
Jia-Ya Zeng. Study on the fracture behavior of HTPB propellant by means of SEM[J]. *Journal of solid rocket technology*, 1999, 22(4): 72-76.

- [3] 李高春, 邢耀国, 王玉峰, 等. 基于细观力学的复合固体推进剂模量预估方法[J]. 推进技术, 2007, 28(4): 441-444.
LI Gao-chun, XIN Yao-Guo. A micromechanical method of the effective modulus estimation for the composite propellant[J]. *Journal of Propulsion Technology*, 2007, 28(4): 441-444.
- [4] 刘著卿, 李高春, 邢耀国, 等. 复合固体推进剂微观损伤扫描电镜实验及数值模拟[J]. 推进技术, 2011, 32(3): 412-416.
LIU Zhu-Qing, LI Gao-Chun, XING Yao-Guo, et. al. Numerical simulation and SEM study on the microstructural damage of composite solid propellants[J]. *Journal of Propulsion Technology*, 2011, 32(3): 412-416.
- [5] 李高春, 邢耀国, 戢治洪, 等. 复合固体推进剂细观界面脱粘有限元分析[J]. 复合材料学报, 2011, 28(3): 229-235.
LI Gao-chun, XING Yao-guo, JI zhi-hong, et. al. Finite element analysis of micromechanical interfacial debonding in composite solid propellants[J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2011, 28(3): 229-235.
- [6] Peters W H Ranson W. F. Digital imaging techniques in experimental stress analysis[J]. *Optical engineering*, 1982, 21(3): 427-431.
- [7] 李明, 张珏, 李敬明, 温茂萍. 高聚物粘结炸药压缩破坏的细观力学实验研究[J]. 含能材料, 2005, 13(2): 79-83.
LI Ming, ZHANG Jue, LI Jing-ming, WEN Mao-ping. Experimental investigation to the damage localization of PBX mechanical failure at mesoscale[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials(Hanneng Cailiao)*, 2005, 13(2): 79-83.
- [8] Rae P J, Palmer S J, Goldrein H T. White-light digital image cross-correlation analysis of the deformation of composite materials with random microstructure[J]. *Optics and Lasers in Engineering*, 2004, 41: 635-648.
- [9] Tan H, Liu C, Huang Y, et al. The cohesive law for the particle/matrix interfaces in high explosives[J]. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2005, 53: 1892-1917
- [10] 周忠彬, 陈鹏万, 黄风雷. PBX材料宏观断裂行为的数字散斑相关法实验研究[J]. 高压物理学报, 2011, 25(1): 1-7.
ZHOU Zhong-Bin, CHEN Peng-Wan, HUANG Feng-Le An experimental study on the micro/macro fracture behavior of PBX using digital speckle correlation method[J]. *Chinese Journal of High Pressure Physic*, 2011, 25(1): 1-7.
- [11] 王怀文, 刘彩平, 鞠扬, 等. 扫描电镜下的数字散斑相关方法及其应用[J]. 实验力学, 2006, 21(2): 135-142.
WANG Huai-wen LIU Cai-Ping, JU Yang, et. al. Method and application of Digital Image Correlation under SEM[J]. *Experimental Mechanics*, 2006, 21(2): 135-142.

Mesoscale Failure in Solid Propellant by Coupling SEM and Digital Image Correlation Method

LI Gao-chun¹, LIU Zhu-qing², ZHANG Xuan³, QIU Xin¹, SUI Yu-tang¹

(1. Department of Aircraft Engineering, Naval Aeronautical and Astronautical University, Yantai 264001, China; 2. The 92155st Unit of PLA, Sanya 572021, China; 3. Xi'an Aerospace Composite Material Institute, Xi'an 710025, China)

Abstract: The tensile deformation and fracture behavior of composite solid propellant were observed by in-situ scanning electron microscopy. The obtained microscopy images under different phase were analyzed by Digital Image Correlation Method(DICM). The microscopic deformation field and failure characteristics of composite solid propellants were obtained. The results show that DICM coupling with SEM is a ideal approach to measure and study the failure of propellant on a grain scale and it can provide the experimental evidence for numerical simulation.

Key words: physical chemistry; composite propellant; scanning electron microscope; digital Image correlation method; mesoscale failure

CLC number: TJ55;V435; O64

Document code: A

DOI: 10.3969/j.issn.1006-9941.2013.03.011