

基于数字图像相关方法的石墨高温杨氏模量测试

封伟强, 王伟, 孟松鹤, 许承海, 解维华

(哈尔滨工业大学 复合材料与结构研究所, 哈尔滨 150080)

摘要: 目的 为了得到石墨在高温环境下的杨氏模量, 为飞行器热防护系统和高温热结构的设计提供可靠的技术保障。方法 基于数字图像相关(DIC)方法和通电电阻加热技术, 建立一套测量材料在高温环境下力学性能的测试系统。利用该系统, 测量高温下石墨试样的表面应变场和应力-应变曲线, 计算相应温度下的杨氏模量。在1400℃实验环境下, 采用基于DIC与高温引伸计的方法同时测量超高温陶瓷试件的拉伸应变数据, 并进行比较验证。结果 在1400℃实验环境下, 采用基于DIC与高温引伸计方法测得超高温陶瓷的应变-时间曲线吻合良好, 方差为 1.3×10^{-7} 。1200~1900℃高温环境下, 石墨的杨氏模量随温度的升高呈线性增长趋势。结论 采用基于DIC方法准确有效, 该方法可方便快速地实现对石墨材料在高温环境下杨氏模量的测量。另外, 该方法也可应用于其他导电材料杨氏模量的测试。

关键词: 石墨; 高温应变场; 数字图像相关方法; 杨氏模量; 应力-应变曲线

DOI: 10.7643/issn.1672-9242.2016.03.003

中图分类号: TJ06 **文献标识码:** A

文章编号: 1672-9242(2016)03-0018-07

Measurement of High-temperature Young's Modulus on Graphite Based on Digital Image Correlation

FENG Wei-qiang, WANG Wei, MENG Song-he, XU Cheng-hai, XIE Wei-hua
(Center for Composite Materials, Harbin Institute of Technology, Harbin 150080, China)

ABSTRACT: Objective To obtain the Young's modulus of graphite in high-temperature environment, and provide reliable technical guarantee for the design of aircraft thermal protection systems and high-temperature structure. **Methods** Combining the digital image correlation (DIC) method and energized resistance heating technology, this paper established a test system for measuring mechanical properties in high-temperature environment. Using this system, this paper obtained the surface strain field and stress-strain curve of graphite at different temperatures, and calculated Young's modulus of graphite in high-temperature environment. The tensile strain data of Ultra High Temperature Ceramic specimens were measured using DIC and high tempera-

收稿日期: 2016-01-25; 修订日期: 2016-02-22

Received: 2016-01-25; Revised: 2016-02-22

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(11472092); 国家重点基础研究发展计划(2015CB655200)

Foundation: Supported by National Natural Science Foundation of China(11472092) and National Key Basic Research Development Program(2015CB655200)

作者简介: 封伟强(1990—), 男, 河北人, 硕士研究生, 主要研究方向为复合材料力学性能测试。

Biography: FENG Wei-qiang (1990—), Male, from Hebei, Master graduate student, Research focus: mechanical properties of composite materials.

通讯作者: 孟松鹤(1969—), 男, 内蒙古人, 教授, 博导, 主要研究方向为超高温防热材料的测试与表征。

Corresponding author: MENG Song-he (1969—), Male, from Inner Mongolia, Professor, Doctoral tutor, Research focus: testing and characterization of ultra-high temperature thermal protect materials.

ture extensometer method simultaneously at 1400 °C in the experimental environment, and comparison and verification were conducted. **Results** The strain-time curves of UHTC measured by DIC and high-temperature extensometer method at 1400 °C in the experimental environment were in good agreement, with a variance of 1.3×10^{-7} . In high-temperature environments with temperatures of 1200 ~ 1900 °C, the Young's modulus of graphite increased linearly with the increase of temperature. **Conclusions** The method based on DIC was accurate and effective, and this method could easily and quickly achieve the measurement of the Young's modulus of graphite material in high-temperature environment. Moreover, the method could also be applied to measure the Young's modulus of other conductive materials.

KEY WORDS: graphite; high-temperature strain field; digital image correlation method; Young's modulus; stress-strain curve

近年来, 随着我国航空航天工业的迅速发展, 各种再入飞行器和高超声速飞行器的飞行速度越来越快, 其所处的服役环境也越来越复杂^[1]。高超声速飞行器以高马赫数飞行时, 其表面温度可达上千度, 因此对热防护系统的设计和可靠性评估非常重要^[2]。

数字图像相关 (Digital Image Correlation) 测量方法是 20 世纪 80 年代初提出的一种非接触的变形测量方法。它使用相机分别记录下被测试件表面变形前后的灰度信息, 然后通过软件处理图像信息, 以得到所需的应变场^[3]。DIC 方法具有实验设备和过程简单、能实现全场测量、对测量环境和隔振要求低等优点^[4], 被广泛用于各个学科的研究^[5]。如 S.Mallon 等^[6]运用此方法对正交编织玻璃纤维增强复合材料的动态断裂行为进行了研究, N.S.Ha 等人^[7]用该方法对人造仿生甲壳虫尾翼进行了模态分析, 其他国内外学者对该方法在高温实验中的应用也进行了大量的研究工作^[8-11]。另外, 研究人员对误差影响因素分析、散斑制作改进算法和提高测量精度等方面进行了许多尝试和改进^[12-17]。

文中针对等静压石墨材料, 采用数字图像相关方法测量了其在 1200~1900 °C 高温环境下的单轴拉伸变形信息, 结合载荷数据可得到石墨材料在高温环境下的应力-应变曲线, 进而计算得到不同温度下的杨氏模量。

1 实验

1.1 高温实验系统

为了测量待测材料的高温力学性能, 文中将数字图像相关 (Digital Image Correlation) 方法和电阻通电加热技术相结合, 建立了一套高温力学性能测试系统, 如图 1 所示。该系统由硬件和软件两个

子系统组成, 硬件子系统主要由高温力学实验机、Point Gray 公司的 CCD 相机、图形采集卡、光源和分析计算机组成; 软件子系统主要包括 Vic-Snap 图像采集软件和 Vic-2D 分析软件。

公式 (1) 为普朗克 (M. Planck) 辐射定律描述的光谱辐射力的表达式, 黑体的光谱辐射力随温度的升高急剧增长。另外, 高的光谱辐射力大部分处于红光以及红外波段, 这样会影响测量的准确度, 为了消除这些干扰, 在相机镜头上加设蓝光带通滤镜, 只允许波段在 425~475 nm 内的蓝光通过, 同时使用两个蓝色 LED 灯补强照明亮度, 如图 1 所示。

$$E_{b\lambda} = \frac{c_1 \lambda^{-5}}{e^{c_2/(\lambda T)} - 1} \quad (1)$$

式中: $E_{b\lambda}$ 为光谱辐射度, W/m^3 ; λ 为波长, m ; e 为自然对数的底; T 为黑体的热力学温度, K ; c_1 为第一辐射常数, $3.742 \times 10^{-16} W \cdot m^2$; c_2 为第二辐射常数, $1.4388 \times 10^{-2} m \cdot K$ 。

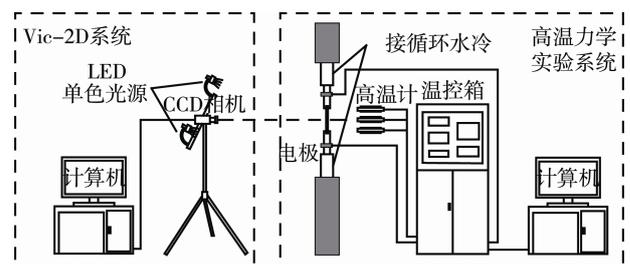


图 1 高温力学性能测试系统

Fig.1 High-temperature mechanical performance test system

1.2 数字图像相关方法原理

数字图像相关 (DIC) 测量法的基本原理是以初始图像为基准, 以感兴趣的像素点为中心选取一个正方形图像子区, 并通过追踪对比该图像子区在变形后图像 (或目标图像) 中的位置得到图像子区中心点的位移矢量^[18], 按同样的方法对参考图像中

感兴趣区域内的多个像素点进行同样的相关计算即可获得该计算区域的位移场。在实际分析计算时,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唯一识别。这就要求被测物体表面必须覆盖有随机分布的散斑图,在实验过程中散斑随试件表面协同变形,承载了试件的变形信息。实践证明,由于散斑的质量对数字图像相关法的位移测量精度有很大的影响,因此制作高质量的散斑图在整个实验过程中尤为重要。试件散斑如图2所示。

为了表征图像子区在变形前后两幅散斑图像的相似程度,定义了如式(2)所示的相关函数^[19]:

$$C_{f,g(\vec{P})} = \sum_{x=-M}^M \sum_{y=-M}^M \left[\frac{f(x,y) - f_m}{\left\{ \sum_{x=-M}^M \sum_{y=-M}^M [f(x,y) - f_m]^2 \right\}^{1/2}} - \frac{g(x',y') - g_m}{\left\{ \sum_{x=-M}^M \sum_{y=-M}^M [g(x',y') - g_m]^2 \right\}^{1/2}} \right]^2 \quad (2)$$

$$f_m = \frac{1}{(2M+1)^2} \sum_{x=-M}^M \sum_{y=-M}^M [f(x,y)]^2 \quad (3)$$

$$g_m = \frac{1}{(2M+1)^2} \sum_{x=-M}^M \sum_{y=-M}^M [g(x',y')]^2 \quad (4)$$

$$\vec{P} = (u, u_x, u_y, v, v_x, v_y)^T \quad (5)$$

式中: $f(x,y)$ 为参考图像子区中坐标点 (x,y) 的灰度; $g(x',y')$ 为目标图像子区中点 (x,y) 的灰度; M 为计算子区大小表征值; f_m, g_m 分别为变形前后图像子区的灰度平均值; \vec{P} 为待定参数矢量。

1.3 散斑制备技术

为了获得较为可靠的散斑,实验前用高标号砂纸将试件标距区表面进行适度打磨,并清洗干净,采用高温耐火涂料手工制作散斑。具体做法是将氧化铝粉末和胶体按照质量比 3:1 混合均匀制成耐火涂料,用细毛刷蘸取涂料并对准试件,保持一定的距离,用手指拨动毛刷使涂料飞溅到试件表面,操作时注意控制毛刷和试件的距离以及拨动的力度,即可形成大小适中、分布均匀且非重复的散斑。上述制作过程可重复,直至散斑效果理想为止。一般散斑的大小范围较为宽泛,但如果散斑太大,某一分析子区可能为纯黑或者纯白区域,不利于 VIC-2D 软件分析;如果散斑太小,则相机的分辨率不足以呈现试件表面形貌。因此理想的散斑应在

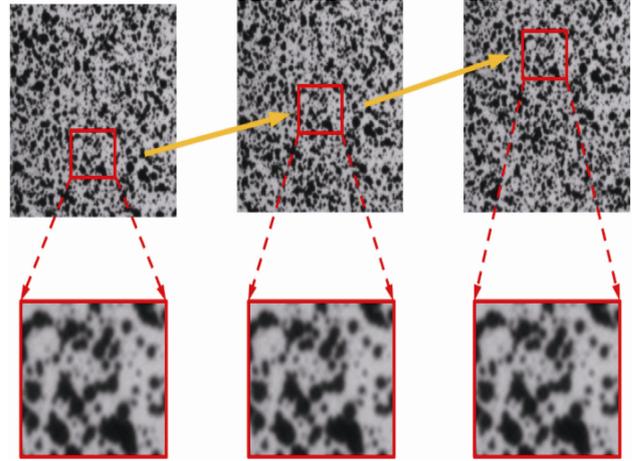


图2 试件散斑

Fig.2 Speckles on specimens

保证采集到的图像中有至少 3~4 个像素点的前提下尽可能小^[20]。已制作好散斑的石墨材料高温拉伸板状试件如图3所示。

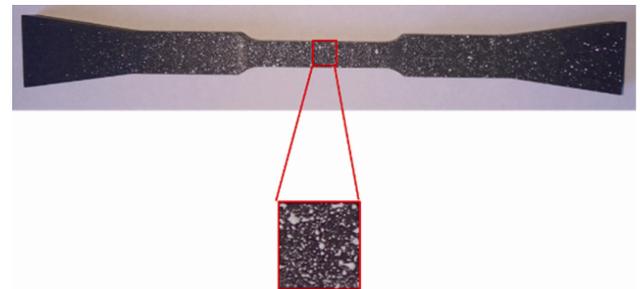


图3 石墨材料高温拉伸板状试件

Fig.3 Graphite material sheet-like tensile specimens at high temperature

为了考察这种散斑的温度适用范围,事先分别采集了散斑在不同温度下的图像。首先将散斑已干燥完成的石墨试件装载进实验舱,将夹具装载完毕,预加 200 N 拉伸载荷,使试件与电极之间紧密接触,避免通电时因接触不良导致打火;然后使用真空机械泵抽取实验舱内空气,使其内部气压降至 5 Pa 以下,尽量减少高温时石墨被氧化对图像采集的影响,使用红外高温计通过实验舱窗口对石墨试件标距段的表面温度进行实时监测,使用温控设备进行实时控温;接通电源开始进行升温,使用 CCD 相机采集下不同温度下散斑的分布图像,如图4所示。

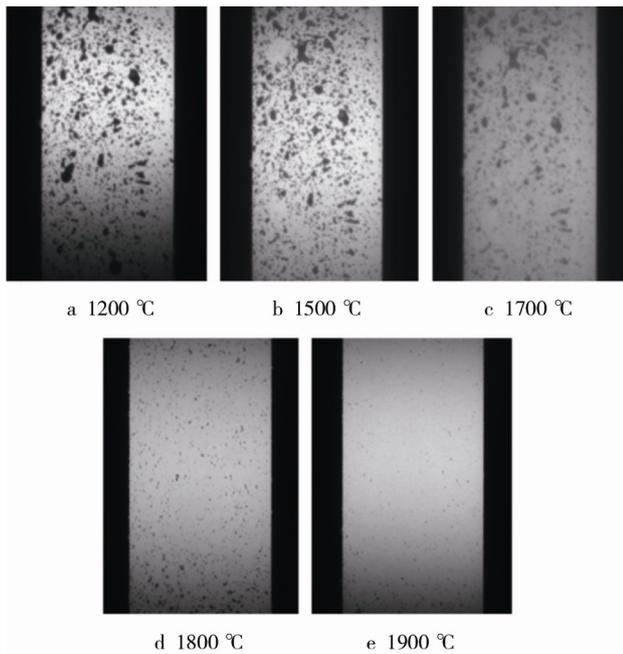


图 4 不同温度下散斑的分布图像

Fig.4 Images of speckle distribution at different temperatures

通过观察对比发现，在 1700 °C 以下散斑性能良好，基本不会脱落；在 1800 °C 左右试件表面的散斑开始剥离，个别附着不牢的散斑首先脱落；若温度继续升高，散斑迅速剥离，大约到 1900 °C 时大尺寸散斑基本已剥离，仅剩小尺寸散斑可辨识。因此，此种方法制备的散斑可用于 1900 °C 以下的实验环境。

经过分析，散斑在高温下剥离的可能原因：升温引起的热膨胀导致试件和散斑的热变形不匹配；材料高温下发生氧化、热解；散斑点厚度及尺寸不均匀造成附着力度略有偏差。

结合以上原因，针对于不同材料制作高温散斑，应充分考虑到材料和散斑在高温下的特性，采取可靠的工艺加以改进，得到质量高、性能可靠的散斑，这需要在今后的研究工作中加以改进。

1.4 实验步骤

高温拉伸实验过程主要分为三段，1200 °C 实验过程如图 5 所示。首先是预加载阶段（图 5 阶段 I），室温下以 10 N/s 的加载速度将载荷加至 200 N，保证在接下来的通电加热和保温过程中试件与上下主电极之间的良好接触，防止出现打火现象；然后是升温阶段（图 5 阶段 II），保持 200 N 预载的同时，将试件温度升至目标温度，红外比色计与控温软件配合可以实现 20 °C/s 的升温速率；最后是高温加载阶

段（图 5 阶段 III），试件温度达到目标温度后，即开始以 1 mm/min 的速率对试件进行加载，同时使用 CCD 相机进行试件表面散斑图像的采集。

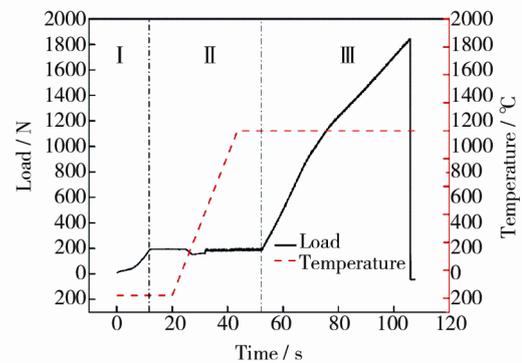


图 5 高温拉伸实验过程

Fig.5 Schematic diagram of high-temperature tensile testing

2 结果与讨论

2.1 准确性验证

该实验选用的 CCD 相机为 Point Gray 公司的 500 万像素相机，最大分辨率为 2448(H)×2048(V)，像素大小为 4.40 μm×4.40 μm，最大 FPS 为 30 FPS，快门速度 0.02 ms ~ 10 s，镜头为 Schneider Kreuznach Xeonplan f/2.8-50mm。

DIC 方法为非接触式变形测量方法，为验证此种方法测量高温应变的准确性，采用高温引伸计这种接触式变形测量系统进行验证，在 1400 °C 实验环境下使用 DIC 和引伸计同时测量了超高温陶瓷试件的拉伸应变数据，如图 6 所示。两种方式测得 1400 °C 实验环境下超高温陶瓷的应变-时间曲线如图 7 所示，可以看出，两种测量手段得到的应变-时间曲线吻合良好，方差为 1.3×10^{-7} ，足以表明 DIC 方法测量高温应变的准确性。

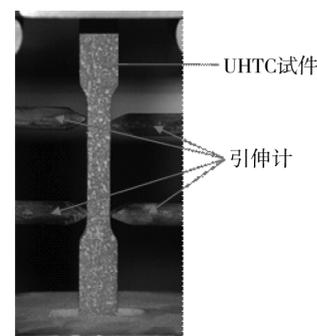


图 6 引伸计测量超高温陶瓷应变

Fig.6 Strain measurement of UHTC by Extensometers

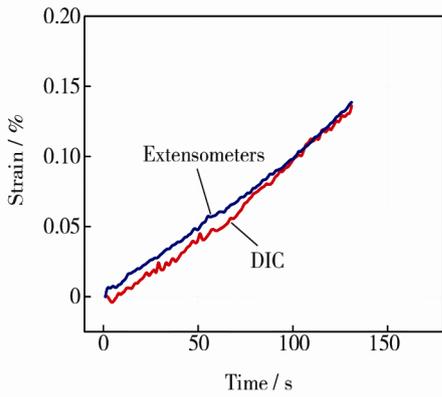


图7 1400 °C时两种方法测得的应变数据
Fig.7 Strain measured by two methods at 1400 °C

2.2 石墨杨氏模量测试

选取的石墨材料为等静压制备，密度为 1.8 g/cm³。标距区尺寸为 30 mm×6 mm×5 mm，按照上述方法在试件表面制作高温散斑。

为得到石墨在不同温度下的杨氏模量，分别进行了 1200, 1500, 1700, 1800, 1900 °C的拉伸实验。利用 DIC 方法分别得到的上述 5 种温度时试件表面的竖向应变场如图 8 所示。石墨材料是一种脆性材料，在其断裂前变形都很小，采集到的变形场图像信息会受到噪声干扰，另外高温下散斑也会有一定的剥离现象，都可能导致应变云图的起伏甚至缺失。

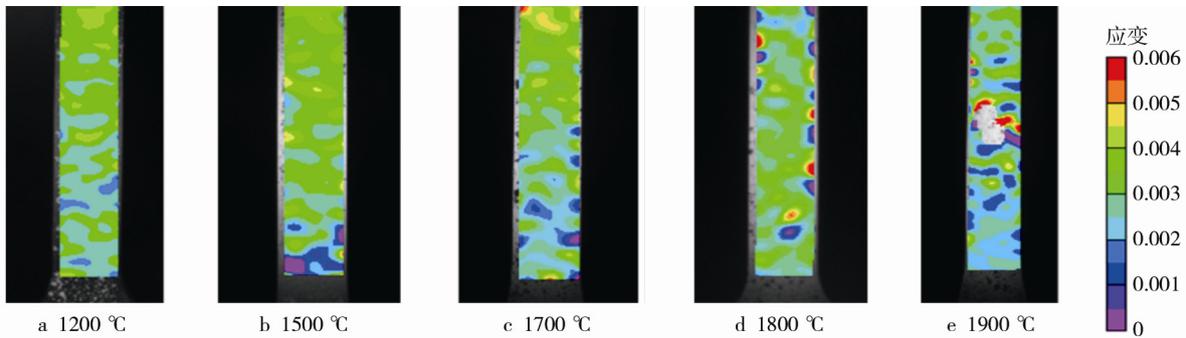


图8 不同温度下试件表面竖向应变场

Fig.8 The surface vertical strain field at different temperatures

由高温力学试验机和 DIC 方法分别输出试件标距段的载荷和应变数据，然后根据时间轴的对对应关系绘制出应力-应变曲线。不同实验温度下的石墨试件的应力-应变曲线如图 9 所示，经过线性拟合后得到石墨在不同实验温度下的杨氏模量。使用该法测得石墨在不同温度下的杨氏模量如图 10 所示，可见石墨的杨氏模量随温度的升高呈线性增长趋势。

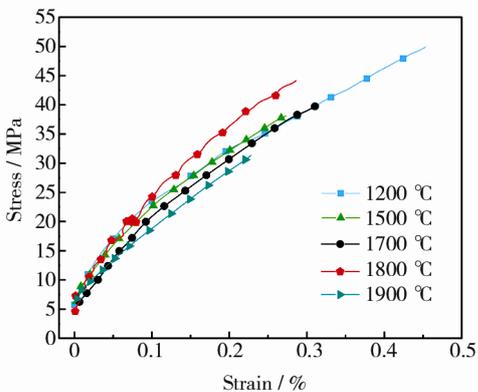


图9 不同温度下石墨材料的应力-应变曲线

Fig.9 Stress-strain curves of graphite at different temperatures

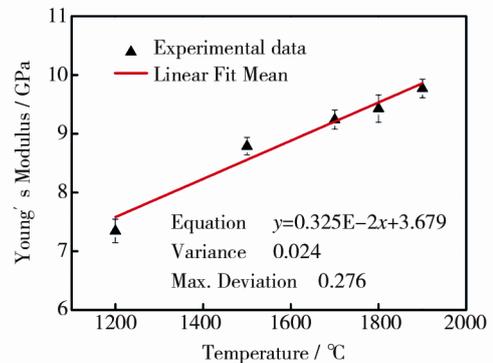


图10 不同温度下石墨材料杨氏模量

Fig.10 Elastic modulus of graphite at different temperatures

2.3 误差分析和改进措施

由于该实验采用 VIC-2D 商业软件进行分析，故不考虑算法本身的误差，仅考虑实验过程中设备、环境和操作等因素引起的测量误差，其可能的影响因素为：高温散斑的质量直接影响软件的运算结果；温度升高导致试件本身的热膨胀引起的变形测量误差；试件升温产生的红光对图像采集有一定影响；实验舱内空气在高温下导致试件表面氧化，

对图像采集有影响; 各种环境噪声对 CCD 相机的数据采集引起随机误差。

针对上述影响因素, 为降低测量误差, 对应提出以下改进措施: 制作分布均匀、对比度高、颗粒大小适中的高质量散斑; 在试件升温至目标温度后保持一段时间, 待热膨胀变形稳定后再开始正式加载, 消除热膨胀引起的误差; 在镜头前加装蓝色带通滤镜, 消除高温产生的红外干扰, 同时为弥补光照不足, 增加两台蓝光 LED 灯进行补光, 调整镜头光圈大小, 使其既有充足的进光量, 又不会曝光过度; 用机械泵抽取实验舱内空气使压强降至 5 Pa 以下, 提高实验舱真空度, 降低空气的影响; 选取较小的加载速率, 将相机三脚架的各个节点固定牢固, 降低试验机和其他设备的振动对 CCD 的不利影响。

3 结语

1) 将 DIC 方法与通电加热技术结合搭建了一套高温测试系统, 可实现高温下导电材料杨氏模量的测量。

2) 对比 DIC 方法和高温引伸计测得的应变数据, 说明了文中所提出的测量方法有效、准确。

3) 使用文中方法分别测量了等静压石墨不同温度下的应变场, 绘制了相应的应力-应变曲线, 进一步计算得到了石墨在 1200~1900 °C 温度范围内的杨氏模量随温度升高的线性增长规律。

4) 由于通电加热的特性, 该系统还可适用于其他导电材料如 C/C 复合材料在 1900 °C 以下的高温力学性能测试, 为飞行器热防护系统及高温热结构设计提供了数据支持。

参考文献:

- [1] 王伟. 数字图像相关方法在热结构材料高温变形测试中的应用[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2014.
WANG Wei. The Application of Digital Image Correlation Method on High Temperature Deformation Test of Thermal Structure Material[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2014.
- [2] 潘兵, 吴大方, 高镇同, 等. 1200 °C 高温热环境下全场变形的非接触光学测量方法研究[J]. 强度与环境, 2010, 38(1): 52—59.
PAN Bing, WU Da-fang, GAO Zhen-tong, et al. Study of Non-contact Optical Metrology for Full-field Deforma-

tion Measurement at 1200 °C[J]. Structure & Environment Engineering, 2010, 38(1): 52—59.

- [3] 席涛, 熊宸, 孔繁羽, 等. 基于时序变形预测的数字图像相关加速方法[J]. 实验力学, 2014, 29(6): 711—718.
XI Tao, XIONG Chen, KONG Fan-yu, et al. Accelerating Digital Image Correlation Method Based on the Timing of Deformation Prediction[J]. Journal of Experimental Mechanics, 2014, 29(6): 711—718.
- [4] 唐翊翔. 基于数字图像的高温变形场与温度场的测量[D]. 长春: 吉林农业大学, 2014.
TANG Hong-xiang. The Measurement of Deformation Field and Temperature Field under High-temperature Based on Digital Image Process[D]. Changchun: Jilin Agricultural University, 2014.
- [5] 周晓峰. 基于散斑数字图像相关的平面全场应变测量方法及应用[D]. 广州: 华南理工大学, 2012.
ZHOU Xiao-feng. Method and Application of In-plane Strain Measurement Based on Speckle Digital Image Correlation[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2012.
- [6] MALLON S, KOOHBOR B, KIDANE A, et al. Fracture Behavior of Prestressed Composites Subjected to Shock Loading: A DIC-based Study[J]. Experimental Mechanics, 2015, 55(1): 211—225.
- [7] HA N S, VANG H M, GOO N S. Modal Analysis Using Digital Image Correlation Technique: An Application to Artificial Wing Mimicking Beetle's Hind Wing[J]. Experimental Mechanics, 2015, 55(5): 989—998.
- [8] BLABER J, ADAIR B S, ANTONIOU A. A Methodology for High Resolution Digital Image Correlation in High Temperature Experiments[J]. Review of Scientific Instruments, 2015, 86(3): 035111(6pp).
- [9] HOLZWEISSING M J, KANAGARAJAH P, MAIER H J. Digital Image Correlation at High Temperatures for Fatigue and Phase Transformation Studies[J]. Journal of Strain Analysis, 2014, 49(4): 204—211.
- [10] LYONS J S, LIU J, SUTTON M A. High-temperature Deformation Measurements Using Digital-image Correlation[J]. Experimental Mechanics, 1996, 36(1): 64—70.
- [11] PAN Bing, WU Da-fang, WANG Zhao-yang, et al. High-temperature Digital Image Correlation Method for Full-field Deformation Measurement at 1200 °C [J]. Measurement Science and Technology, 2011, 22(1): 015701(11pp).
- [12] GUO Xiang, LIANG Jin, TANG Zheng-zong, et al. High-temperature Digital Image Correlation Method for Full-field Deformation Measurement Captured with Filters at 2600 °C Using Spraying to Form Speckle Patterns[J]. Optical Engineering, 2014, 53(6): 063101(12pp).
- [13] GRANT B M B, STONE H J, WITHERS P J, et al. High-temperature Strain Field Measurement Using Digital Image Correlation[J]. Journal of Strain Analysis, 2009, 44(4): 263—271.

- [14] PAN Bing, WU Da-fang, GAO Jian-xin. High-temperature Strain Measurement Using Active Imaging Digital Image Correlation and Infrared Radiation Heating[J]. *Journal of Strain Analysis*, 2014, 49(4): 224—232.
- [15] SU Yun-quan, YAO Xue-feng, WANG Shen, et al. Improvement on Measurement Accuracy of High-temperature DIC by Grayscale-average Technique[J]. *Optics and Lasers in Engineering*, 2015, 75: 10—16.
- [16] CHEN Guang, DING Ke-qin, FENG Qi-bo. Research on High-accuracy Two-dimensional Digital Image Correlation Hardware Measurement Systems Used in the Engineering Practice[J]. *Optical Metrology and Inspection for Industrial Applications III*, 2014, 9726: 92760L(6pp).
- [17] BERKE B R, LAMBROS J. Ultraviolet Digital Image Correlation (UV-DIC) for High Temperature Applications[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2014, 85(4): 045121(9pp).
- [18] 潘兵, 吴大方, 夏勇. 数字图像相关方法中散斑图的质量评价研究[J]. *实验力学*, 2010, 25(2): 120—129.
- PAN Bing, WU Da-fang, XIA Yong. Evaluation of the Quality of Speckle Patterns with Digital Image Correlation Method[J]. *Journal of Experimental Mechanics*, 2010, 25(2): 120—129.
- [19] 潘兵, 吴大方, 高镇同. 基于数字图像相关方法的非接触高温热变形测量系统[J]. *航空学报*, 2010, 31(10): 1960—1967.
- PAN Bing, WU Da-fang, GAO Zhen-tong. A Non-contact High-temperature Deformation Measuring System Based on Digital Image Correlation Technique[J]. *Acta Aeronautica Et Astronautica Sinica*, 2010, 31(10): 1960—1967.
- [20] 白晓虹. 数字图像相关(DIC)测量方法在材料变形研究中的应用[D]. 沈阳: 东北大学, 2011.
- BAI Xiao-hong. Application of Digital Image Correlation Method in Study of Material Deformation[D]. Shenyang: Northeastern University, 2011.