



# LATVIJAS UNIVERSITĀTE

FIZIKAS, MATEMĀTIKAS UN OPTOMETRIJAS FAKULTĀTE  
MATERIĀLU MEHĀNIKAS INSTITŪTS

**Olga Bulderberga**

## **BOJĀJUMU VIZUĀLĀS INDIKĀCIJAS SISTĒMAS IZSTRĀDE UN TĀS ĪPAŠĪBU IZPĒTE POLIMĒRU KOMPOZĪTMATERIĀLU STRUKTŪRĀM**

PROMOCIJAS DARBA KOPSAVILKUMS

Doktora grāda iegūšanai fizikas un astronomijas zinātnes nozarē  
Apakšnozare: Materiālu fizika

Rīga, 2021

Promocijas darbs izstrādāts Latvijas Universitātes Materiālu mehānikas institūtā, laika posmā no 2013. gada līdz 2020. gadam.

Darbs sastāv no ievada, 3 nodaļām, secinājumiem un literatūras saraksta.

Darba forma: disertācija Fizikas un astronomijas zinātnes nozarē, Materiālu fizikas apakšnozarē.

Darba zinātniskais vadītājs: Dr. Sc. Ing., LU MMI vadošais pētnieks, **Andrejs Aņiskevičs**

Darba recenzenti:

- 1) **Māris Knite**, Dr.habil.phys, Profesors, Rīgas Tehniskā universitāte;
- 2) **Jānis Vārna**, Profesors, Lulea Tehnoloģiskā Universitāte, Zviedrija;
- 3) **Mikhail Zheludkevich**, Profesors, Ķīles Universitāte, Vācija;

Promocijas darba aizstāvēšana notiks 2021. gada 26. februārī, 15:00, Latvijas Universitātes Fizikas un astronomijas zinātņu nozares promocijas padomes atklātā sēdē.

Ar promocijas darbu un tā kopsavilkumu var iepazīties Latvijas Universitātes Bibliotēkā Rīgā, Raiņa bulvārī 19.

LU Fizikas un astronomijas zinātņu nozares promocijas padomes

priekšsēdētājs

Dr. Phys Andris Jakovičs

sekretāre

Annija Stūrmane

ISBN

© Latvijas Universitāte, 2021

© Olga Bulderberga, 2021

# Anotācija

Darbā tiek piedāvāts jauns koncepts tehniskā stāvokļa monitoringam kompozītmateriāla elementiem to izgatavošanas, transportēšanas un ekspluatācijas laikā. Koncepta realizācijai tika izstrādāta 'Bojājumu Vizuālās Indikācijas Sistēma' (BVIS). Šī sistēma sastāv no auduma pamatnes, kas piesūcināta ar krāsvielu mikrokapsulu maisījumu, krāsu aktivatoru un aizsarg adhezīvu uz polimēra bāzes. Adhezīvs notur mikrokapsulas uz virsmas un aizsargā tās no apkārtējo faktoru ietekmes. BVIS darbības princips ir šāds: no pieliktās ārējas slodzes mikrokapsulu apvalks tiek sabojāts, to saturs nonāk kontaktā un ķīmiskās reakcijas rezultātā notiek krāsu izmaiņa. Šādi pieliktās slodzes vieta var tikt vizuāli identificēta.

BVIS tika pētīts dažādos līmeņos. Mikro līmenī tika noteiktas individuālo mikrokapsulu fizikālās un mehāniskās īpašības. Mezo līmenī BVIS tika pētīts kā vesels elements. Tika izstrādāta BVIS izgatavošanas tehnoloģija, kas būs derīga dažādiem pielietojumiem, kā arī tika novērtēta BVIS izturība. Makro līmenī tika pētītas BVIS kompozītu struktūras. Pētījuma gaitā tika izstrādāti divi BVIS tehnoloģijas varianti: ar BVIS kā ārējo un kā iekšējo slāni. Pārbaudot BVIS funkcionalitāti tika noteikta:

- iespējamība pielīmēt BVIS kā ārējo slāni un pēc lietošanas to noņemt.
- kā BVIS ietekmē kompozīta mehāniskās īpašības, ja tas ir novietots kā iekšējais slānis.
- BVIS krāsu izmaiņas kinētika pēc pieliktās slodzes, uzglabāšanas temperatūras ietekme uz BVIS un BVIS izturību.

Piedāvātais BVIS koncepts ļaus samazināt ar stikla šķiedrām armēto kompozītmateriālu tehniskā stāvokļa pārbaudes laiku, vienkāršos lielu virsmu pārbaudi bez aparatūras. Šādi tiks paaugstināta ekspluatēšanas drošība un vienkāršots polimēru kompozītu iekšējās struktūras tehniskā stāvokļa monitoringa process.

Olgas Bulderbergas izstrādātais darbs ir prezentēts disertācijas veidā Fizikas un astronomijas zinātnes nozarē, Materiālu fizikas apakšnozarē.

Darba rezultāti ir publicēti 3 recenzētos zinātniskos rakstos, kas indeksēti Scopus datu bāzē, 8 starptautiskos konferenču materiālos. Darba autore prezentēja rezultātus 14 starptautiskajās konferencēs un līdzautorībā pieteica 2 patentus. Darbs sastāv no ievada, 3 nodaļām un secinājumiem. Literatūras sarakstā ir 146 zinātniskas literatūras un interneta avoti.

Atslēgvārdi: bojājuma vizuālā indikācija, polimēra kompozīts, tehniskā stāvokļa monitorings, mikrokapsulas.

## Saturs

Anotācija .....	3
Ievads .....	5
Problēmas formulējums .....	5
Darba mērķis un uzdevumi .....	6
Pētījuma koncepts .....	6
Rezultātu aprobācija.....	7
1 Mikrokapsulas bojājumu vizualizēšanai .....	10
1.1 Mikrokapsulu fizikālās īpašības .....	11
1.2 Mikrokapsulu mehāniskās īpašības .....	12
1.3 1. nodaļas galvenie rezultāti .....	15
2 Bojājumu vizuālās indikācijas sistēma .....	16
2.1 Vizuālās reakcijas mērīšanas procedūra.....	16
2.2 BVIS izgatavošanas tehnoloģija ārējam slānim .....	18
2.3 BVIS izgatavošanas tehnoloģija iekšējam slānim.....	19
2.4 2. nodaļas galvenie rezultāti .....	20
3 Modeļa kompozīts ar integrēto BVIS .....	21
3.1 Kompozīta modelis ar BVIS kā ārējo slāni .....	21
3.2 Modeļa kompozīts ar BVIS kā iekšējo slāni .....	25
3.3 3. nodaļas galvenie rezultāti .....	31
Galvenie secinājumi .....	31
Aizstāvamās tēzes .....	34
Izmantotā literatūra .....	35

# Ievads

Pateicoties specifiskām īpašībām un izcilajām mehāniskajām īpašībām, polimēra kompozītmateriāli, it īpaši ar stikla šķiedrām armētie polimēri, ir plaši izmantoti aviācijas, kosmosa, automobiļu un vēja enerģijas nozarēs, kā arī laivu un kuģu būvē. Šādas kompozītmateriālu konstrukcijas tiek pakļautas lielām slodzēm un tām ir lielas izmaksas, tāpēc ir svarīgs un aktuāls regulārs tehnisks uzraudzības process un bojājumu diagnostika. Nesagraujošās testēšanas metodes tādiem materiāliem ir labi izpētītas, bet vizuālā pārbaude joprojām paliek kā visātrākā, vislētākā un visvairāk izmantotā metode. Tomēr, ņemot vērā, ka pēc bojājumiem kompozīti nereti savu formu nemaina un slodzes pielikšanas vieta ir grūti detektējama, vizuālās pārbaudes procesam ir nepieciešami daži uzlabojumi. It īpaši bojājumu veidiem, kas raksturoti, kā tikko redzami, jo neliels iespiedums uz virsmas var izraisīt ievērojamu atslāņošanos, vai citus iekšējus bojājumus [1]. Pateicoties salīdzinoši vieglai izgatavošanai (vienkāršā sajaukšana bez polimēra ķīmiskās modificēšanas), ar mikrokapsulām pildītam polimēram ir priekšrocības salīdzinot ar citām metodēm, piem., sensoru integrēšanu vai sarežģītu nanotehnoloģiju pieeju izmantošanu. Šī pieeja tika aprakstīta vairākos patentos un patentu pieteikumos, kur tiek ierosināts izmantot ar krāsām pildītas kapsulas. Visos gadījumos, kad materiāls ir pakļauts slodzei, kapsulas pārsprāgst un atbrīvo krāsvielu, tādējādi norādot struktūras bojājuma vietu.

## Problēmas formulējums

Mikrokapsulu pielietojums materiālu tehniskās uzraudzības procesā ir plaši aprakstīts zinātniskajā literatūrā. Tomēr nav pietiekoši daudz pētījumu, kuros ir noteiktas šādu mikrokapsulu mehāniskās un fizikālās īpašības, kā arī to ilgzinātība dažādu ārējo faktoru ietekmē [2]. Katram mikrokapsulu pielietojuma gadījumam ir nepieciešama kompleksā izpēte, sākot ar atsevišķu mikrokapsulu un beidzot ar sistēmu kopumā.

Šī darba ietvaros tika mēģināts izstrādāt nesagraujošās testēšanas metodi, integrējot mikrokapsulas kompozītmateriālā. Tika pētītas gan mikrokapsulu īpašības, gan sistēmas ‘mikrokapsulas un kompozītmateriāls’ dažādu faktoru ietekmē. Turpmākajam darbam tika izvēlēta **divu komponentu krāsviela** – krāsu veidotājs (mikroiekapsulēta krāsa) un krāsas attīstītājs. Mikroiekapsulēšana nodrošina, ka komponentes nonāks kontaktā tikai pārsniedzot noteiktu pieliktu slodzi, kura sabojās mikrokapsulas čaulu.

Virsmas krāsai jābūt neitrālai un jāatšķiras no virsmas krāsas pēc bojājuma, tāpēc leiko krāsviela ir atbilstošā izvēle.

Piedāvātai nesagraujošās testēšanas metodei polimēra kompozītmateriāliem jābūt **pieejamai** (aprīkojums netiek izmantots), **saprotamai** (nav nepieciešams speciālais algoritms un datu apstrāde), **ātrai** (krāsas izmaiņai jānotiek pēc iespējas ātrāk pēc materiālu bojājuma) un

**vienkāršai** (nav nepieciešama specializēta apmācība, lai identificētu bojāto vietu).

Darbā piedāvātā bojājumu vizuālās indikācijas sistēma (BVIS) atbilst iepriekš izvirzītiem nosacījumiem un ietver:

1. Krāsu veidotāju – mikroekapsulētu leiko krāsvielu.
2. Krāsas attīstītāju (iekapsulētā vai neiekapsulētā veidā).
3. Pamatni – audumu, kas būs pārklāts ar divu komponentu krāsvielu (krāsu veidotāju + krāsas attīstītāju).
4. Vielu vai metodi, kas noturēs krāsvielu uz pamatnes virsmas.

## **Darba mērķis un uzdevumi**

**Vispārējais darba mērķis** bija **uzlabot ekspluatēšanas drošību un vienkāršot nesagraujošas testēšanas meto**di priekš polimēra kompozītmateriāliem konstrukcijās.

**Specifiskais darba mērķis** bija **izstrādāt bojājumu vizuālās indikācijas sistēmu un pārbaudīt to**.

Šim nolūkam tika formulēti šādi uzdevumi.

T1: *Izstrādāt un izpētīt mikrokapsulas priekš BVIS.*

Bezkrāsainas mikrokapsulas ar krāsvielu tika sintezētas laboratorijā un salīdzinātas ar industriāli ražotām. Mikrokapsulām priekš BVIS tika noteiktas fizikālās un mehāniskās īpašības. Spēja mainīt krāsu tika novērtēta pie dažādiem faktoriem, piemēram, ultravioletā starojuma, augstas temperatūras.

T2: *Izstrādāt un optimizēt BVIS izgatavošanas tehnoloģiju.*

Tika izstrādāta tehnoloģija krāsvielu uzklāšanai uz auduma pamatnes. BVIS verifikācijai tika izstrādāta vizuālās reakcijas mērīšanas procedūra.

T3: *Izgatavot modeļa kompozītu ar integrētu BVIS.*

Kompozītmateriāls ar integrētu BVIS tika prezentēts kā divi prototipi: a) BVIS kā atsevišķs slānis, kas var būt izvietots uz esošas konstrukcijas virsmas, b) BVIS integrēts kompozītmateriālā ar vakuuma maisa metodi.

T4: *Pārbaudīt modeļa kompozītu ar integrētu BVIS.*

Modeļa kompozīts tika testēts dažādos veidos. Piemēram, BVIS kā ārējais slānis tika pārbaudīts uz iespēju būt pielīmētam pie polimēru virsmas un noņemtam no tās. Stiepes eksperimentā tika noteikta BVIS ietekme uz kompozīta mehāniskām īpašībām, kad BVIS ir integrēts kā iekšējais slānis. Priekš abiem prototipiem tika noteikta vizuālā reakcija uz pielikto slodzi, krāsu izmaiņas kinētika, un ilgturība.

## **Pētījuma koncepts**

Pētījuma koncepta pamatā ir piedāvātā BVIS konsekventa un multidisciplinārā izpēte dažādos struktūras līmeņos, sākot no mikro līdz makro. Darba koncepts ir parādīts 0.1. attēlā.

- **Mikro līmenis**

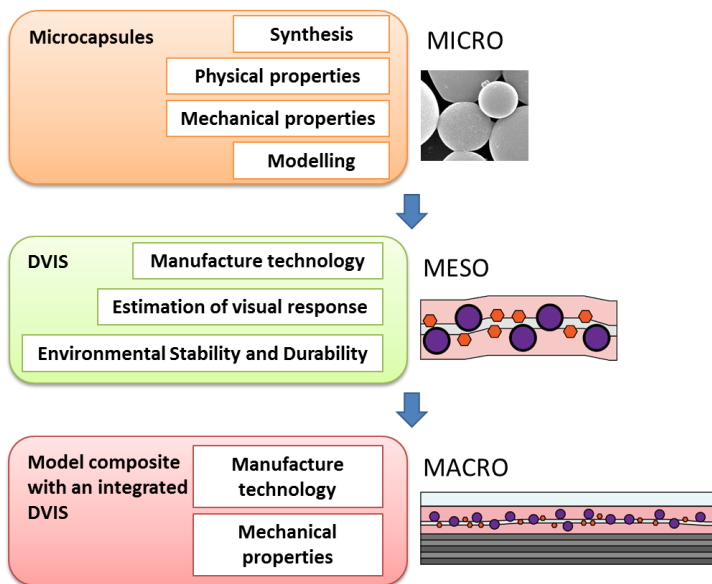
Mikrokapsulas kā BVIS sastāvdaļa pētītas mikro līmenī. Sākot ar mikrokapsulas sintēzi, izmēra noteikšanu un virsmas morfoloģiju. Tālāk atsevišķām mikrokapsulām tika noteiktas mehāniskās un fizikālās īpašības.

- **Mezo līmenis**

BVIS tika pētīts kā atsevišķs objekts mezo līmenī. Dažādiem pielietojumiem tika izstrādātas BVIS izgatavošanas tehnoloģijas. DVIS kvalitatīvajām (kā krāsu izvēle) un kvantitatīvajām (nepieciešamā mikrokapsulu daudzuma noteikšana) raksturojumam tika izstrādāta vizuālās reakcijas novērtēšanas metodika uz pielietoto slodzi. BVIS izmantošanai dažādos pielietojumos tika novērtēta BVIS ilgizturība un stabilitāte apkārtējo faktoru ietekmē.

- **Makro līmenis**

Makro līmenī tika pētīts kompozītmateriāls ar integrētu BVIS. Tika izstrādāta šādu kompozītmateriālu izgatavošanas tehnoloģija un noteikta BVIS ietekme uz kompozīta mehāniskām īpašībām. BVIS efektivitāte tika novērtēta uz struktūrām ar dažādu stingrību.



0.1. att. Darba koncepts paredz izpēti mikro līmenī (mikrokapsulas), mezo līmenī (BVIS) un makro līmenī – kompozīta struktūra ar integrēto BVIS.

## Rezultātu aprobācija

Darba rezultāti ir publicēti 3 recenzētos zinātniskos rakstos, kas indeksēti Scopus datu bāzē un 8 starptautiskos konferenču materiālos, kā arī ir pieteikti 2 patenti. Rezultāti bija prezentēti 22 starptautiskās zinātniskās konferencēs, 14 no tiem prezentēja darba autore. Darba ietvarā apkopotie rezultāti tika iegūti

piedaloties 3 zinātniskajos projektos un 2 individuālajos grantos. Pētījums tika veikts Latvijas Universitātes Materiālu mehānikas institūtā (līdz 2016. gadam Polimēru mehānikas institūts). Dažādās darba daļas, kas noveda pie šiem rezultātiem, autore veica sadarbībā ar kolēģiem no šādām laboratorijām:

- Biomedicīnas un kompozītmateriālu institūts, Nacionālā pētniecības padome, Neapole, Itālija;
- Materiālu un keramikas tehnoloģijas katedra, Aveiro Universitāte, Portugāle;
- Kompānija SMALLMATEK, Aveiro, Portugāle;
- Kompānija SYNPO, Pardubice, Čehija;
- Fizikāli ķīmisko problēmu institūts; Baltkrievijas valsts universitāte.

### ***Zinātniskie raksti***

1. Aniskevich A., Kulakov V., Bulderberga O., Knotek P., Tedim J., Maia F., Leisis V., Zeleniakiene D. “Experimental characterisation and modelling of mechanical behaviour of microcapsules”, *Journal of Materials Science*, 2020, Vol. 55 – P. 13457–13471.
2. Bulderberga O., Aniskevich A., Vidinejevs, S. “A Glass-Fiber-Reinforced Composite with a Damage Indication Function”, *Mechanics of Composite Materials*. Springer US -2016. –Vol. 52(2) – P. 155-162.
3. Vidinejevs S., Strekalova O.<sup>1</sup>, Aniskevich A. and Gaidukov S. “Development of a composite with an inherent function of visualization of a mechanical action”, *Mechanics of Composite Materials*. Springer US - 2013. –Vol. 49 – P. 77-84.

### ***Patentu pieteikumi***

1. Vidinejevs S., Bulderberga O., Aniskevics A. “Permanently attachable and detachable chromatic system for visual identification of shock” (P-18-97, 20.06.2020).
2. Vidinejevs S., Aniskevics A, Strekalova O. “Method of making an impact-indicating coating on a surface of an article made of composite materials” (EP 2 537 666 A1, 26.12.2012).

### ***Starptautisko konferenču tēzes***

1. Bulderberga O., Aniskevich A. “Damage visual indication system for polymer composite structures”. *Proceedings of the 22nd International Conference on Composites Materials (ICCM-22)*, August 11-16, 2019, Melbourne, Australia. DOI 10.5281/zenodo.3375420.
2. Aniskevich A., Kulakov V., Bulderberga O., Knotek P., and Zeleniakiene D. “Experimental characterization and modelling of mechanical behavior of microcapsules in composites”. *Proceedings of the 22nd International Conference on Composites Materials (ICCM-22)*, August 11-16, 2019, Melbourne, Australia. DOI 10.5281/zenodo.3375396.

---

<sup>1</sup> Olga Bulderberga



3. Bulderberga O., Starkova O., Glaskova-Kuzmina T., Knotek P., and Aniskevich A. "Polymer composite with inherent function of damage visualization: mechanical properties of microcapsules". Proceedings of the 18th European Conference on Composite Materials- ECCM18, Athens, Greece, 24-28th June 2018, Code 155810.
4. Bulderberga O., Aniskevich A. "Polymer composite material with inherent function of damage visual indication". Proceedings of the 21st International Conference on Composites Materials (ICCM-21), Xi'an, China, August 20-25, 2017. ICCM International Conferences on Composite Materials, Volume 2017, August 2017, Code 138793.
5. Bulderberga O., Aniskevich A., Vidinejevs S. "GFRP Composite with Damage Visualization Capability". Proceedings of the 17th European Conference on Composite Materials- ECCM17, Munich, Germany, 26-30th June 2016, Excerpt from ISBN 978-3-00-053387-7, PO-6-06.
6. Zeleniakiene D., Leisis V., Griskevicius P., Bulderberga O., Aniskevich A. "A Numerical Simulation of Mechanical Properties of Smart Polymer Composite with Microcapsules for Damage Sensing Applications". Proceedings of the 17th European Conference on Composite Materials- ECCM17, Munich, Germany, 26-30th June 2016, Excerpt from ISBN 978-3-00-053387-7, PO-3-02.
7. Strekalova O., Aniskevich A., Vidinejevs S. "GFRP composite with damage indicating layer". 14th Baltic Polymer Symposium 2014, BPS 2014; Laulasmaa; Estonia; 24 - 26 September 2014; Code 113706. Proceedings of the Estonian Academy of Sciences, Vol. 64, Issue 1 S, 2015, p. 79.
8. Strekalova O., Vidinejevs S., Aniskevich A. "Polymer composite layer with damage indication ability". Proceedings of the Fourth International Conference on Self-Healing Materials-ICSHM2013, Ghent, Belgium, June 16-20, 2013/ N. D. Belle et al (eds.), Magnel Laboratory for Concrete Research, Ghent, Belgium, 2013, P. 713-716.

### ***Starptautiskās konferences***

Pilns saraksts ar 22 prezentācijām ir pieejams disertācijā.

### ***Zinātniskie projekti***

1. Latvian Council of Science project LZP-2018/1-0084, DUROCAPS, "Durability and environmental stability of microcapsule-filled polymer composites with smart-interaction capability", 08.2018 - 07.2021, Project Leader: A. Aniskevich.
2. Horizon-2020, MSCA, RISE, project SMARCOAT, GA 645662 "Development of Smart Nano and Microcapsulated Sensing Coatings for improving of Material Durability/Performance", 01.01.2015 - 31.12.2018.
3. Latvia state research programme "Innovative materials and smart technologies for environmental safety, IMATEH", 07.2014 - 12.2017.

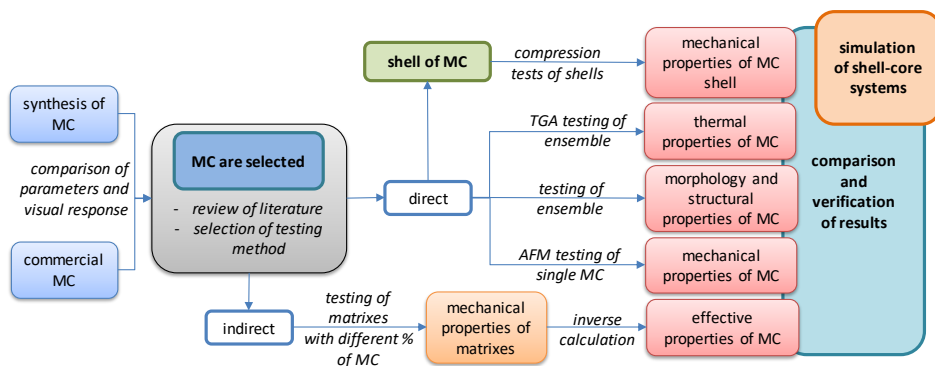
## Individuālie granti

1. Italian government Bursaries for foreign and I.R.E. students 2013-2014, research project “Composites with damage indication function”. Institute for composites and biomedical material, National research council, Naples, Italy, 03.2014. - 08.2014.
2. Research Grant under the FP7 Project “Smart Intelligent Aircraft Structures”. Department of Materials and Ceramic Engineering, University of Aveiro, Portugal, 11.2013 - 02.2014.

## 1 Mikrokapsulas bojājumu vizualizēšanai

Darba ietvarā tika pētītas tikai mononukleāras mikrokapsulas. Šādas mikrokapsulas ir mikrona izmēra ( $>1 \mu\text{m}$ ) un tām ir sfēriska forma. Mikrokapsulu struktūrā var atšķirt divas daļas: kodols, kas satur aktīvo vielu un čaula, kas pastāvīgi vai īslaicīgi aizsargā kodolu no ārējās vides.

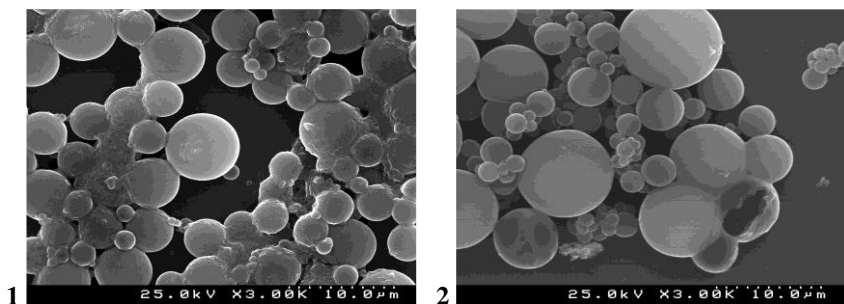
Lai mikrokapsulas izmantotu kā galveno BVIS funkcionālo un strukturālo elementu bojājumu vizuālās indikācijas sistēmā, ir nepieciešams mikrokapsulas rūpīgi izpētīt. Mikrokapsulu pētījuma shēma darba ietvarā ir parādīta 1.1. attēlā.



1.1. att. Mikrokapsulu pētījuma shēma.

Laboratorijā tika izgatavotas mikrokapsulas no diviem dažādiem čaulas materiāliem, izmantojot *in situ* polimerizācijas procesu [3]. Mainot ķīmisko komponentu daudzumu, tika iegūtas mikrokapsulas ar dažādiem parametriem, kā izmērs un čaulas biezums. Kopumā tika sintezētas un notestētas 7 mikrokapsulu modifikācijas ar čaulu no poliuretāna un 6 mikrokapsulu modifikācijas ar čaulu no melamīna-formaldehīda. Mikrokapsulu morfoloģiskā analīze tika veikta ar skenējošo elektronisko mikroskopu (SEM) (Hitachi SU-70). Salīdzinājumam tika izvēlētas industriāli ražotas mikrokapsulas [4], kas tiek izmantotas paškopējošā papīra ražošanā. Mikrokapsulas ar leiko krāsvielu un mikrokapsulas ar krāsas attīstītāju uz ūdens bāzes dispersijas veidā piegādāja *Papierfabrik August Koehler Ag., Vācija*. Mikrokapsulu čaula tām izgatavota no melamīna-formaldehīda un to nominālā koncentrācija dispersijā pēc svara bija  $\approx$

40 % (ražotāja dati). Salīdzinot trīs veidu mikro kapsulas pēc tādiem parametriem kā virsmas gludums, sfēriskā forma un neliela izmēra variācija, tālākam darbam tika izvēlētas industriālās mikro kapsulas. Industriālo mikro kapsulu SEM fotogrāfija ir parādīta 1.2. attēlā.



1.2. att. Industriālās mikro kapsulas ar leiko krāsvielu (1) un ar krāsas attīstītāju (2).

## 1.1 Mikro kapsulu fizikālās īpašības

Tika pētītas divu veidu industriālās mikro kapsulas: mikro kapsulas ar leiko krāsvielu (MK-krāsa) un mikro kapsulas ar krāsas attīstītāju (MK-aktivators). Izvēlētajām mikro kapsulām tika veikti zemāk minētie testi un definētas fizikālās īpašības.

### *Mikro kapsulu izmērs un čaulas biezums*

Mikro kapsulas tika pētītas, izmantojot SEM (Hitachi S - 4100). Izmantojot bojātu mikro kapsulu mikroattēlus, tika izmērīts čaulas biezums. Vidējais čaulu biezums  $h = 0.10 \pm 0.01 \mu\text{m}$  bija noteikts no 6 dažādu čaulu mērījumiem.

MK-krāsas un MK-aktivatora izmēru izkliede bija noteikta, izmantojot daļiņu izmēra analizatoru (Coulter LS – 230) balstīto uz dinamiskas gaismas izkļiedes metodes. Lai pārbaudītu rezultāta pareizību, daļiņu izmēra analizatora mērījumu rezultāti tika salīdzināti ar rezultātiem, kas iepriekš iegūti no mikroskopa attēla. Veicot datu apstrādi, tika secināts, ka mikro kapsulām ir acīmredzams sadalījums pēc lieluma. Vidējais MK-krāsas diametrs bija  $D = 7 \pm 0.5 \mu\text{m}$  un MK-aktivatora  $D = 2 \pm 0.2 \mu\text{m}$  (abi rezultāti iegūti no mikroattēliem).

### *Krāsvielas proporcija – krāsu veidotājs/krāsas attīstītājs*

Tā kā MK-aktivators šim pētījumam tika īpaši mikro kapsulēts, ražotājam nebija informācijas par optimālo komponentu attiecību. Tāpēc optimāla krāsu veidotāja un krāsas attīstītāja proporcija, kas nodrošina vislielāko krāsu izmaiņu, tika definēta eksperimentāli. Divu veidu audumi tika pārklāti ar MK-krāsas un MK-aktivatora maisījumiem, sajauktiem dažādās proporcijās (no 1:1 līdz 1:10) un pakļauti ārējai slodzei. Palielinot MK-aktivatora daudzumu maisījumā, bija

iespējams novērot intensīvāku vizuālo atsauksmi uz pielikto slodzi. Salīdzinot rezultātus starp 1:1 un 1:2 proporciju vizuālām atsauksmēm, starpība nebija tik pamanāma, tāpēc turpmākajā darbā tika izmantota proporcija 1:1.

### ***Termogravimetriskā analīze***

Mikrokapsulu izmantošanai kompozītmateriālos bija nepieciešams noteikt, vai tās paliek stabilas pie paaugstinātas temperatūras, jo daudzu kompozītmateriālu sagatavošana vai izmantošana notiek pie augstām temperatūrām. Izmantojot termogravimetrisko analizatoru Q500 (TA Instruments), tika mērīta mikrokapsulu svara izmaiņa atkarībā no temperatūras paaugstināšanās. Pēc straujas svara izmaiņas pie 100 °C, kas var būt izskaidrota ar ūdens iztvaikošanu no dispersijas, mikrokapsulas paliek stabilas līdz 350 °C, kad sadalās čaulas materiāls. Papildus tika noteikta temperatūra, pie kuras mikrokapsulas vēl nodrošina krāsas izmaiņu. Laba un stabila vizuālā reakcija tika novērota līdz 150 °C, jo mikrokapsulas pildviela - kristālvioletais laktons augstās temperatūrās nav stabils.

## **1.2 Mikrokapsulu mehāniskās īpašības**

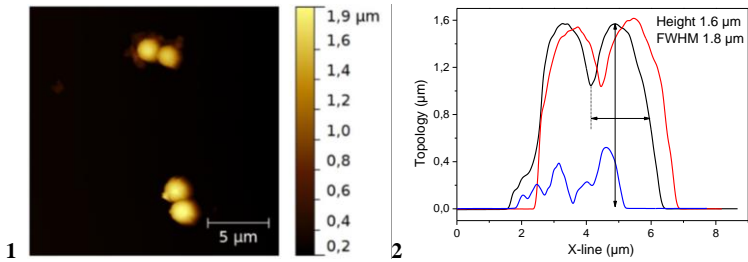
Šī darba ietvarā mikrokapsulu testēšanai un slodzes-pārvietojuma līknes noteikšanai bija izvēlēta nanoindentēšanas metode ar atomspēka mikroskopu. Reissnera (*Reissner*) teorija tika izmantota datu apstrādei. Pola normālais pārvietojums  $d$  pie punkta slodzes ar spēku  $F$  ir dots kā

$$d = \frac{\sqrt{3(1-\nu^2)}}{4} \cdot \frac{FR}{Eh^2}, \quad (1)$$

kur  $E$  ir elastības modulis,  $h$  čaulas biezums,  $R$  mikrokapsulas rādiuss un  $\nu$  Puasona koeficients.

### ***Individuālās mikrokapsulas testēšana***

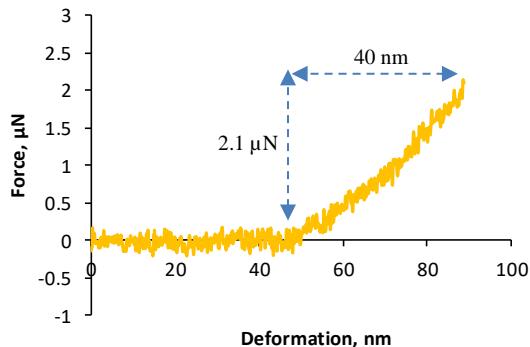
Izzāvētas mikrokapsulas topoloģija tika pārbaudīta ar atomspēka mikroskopu uz vizlas substrāta. Pēc žāvēšanas atdalītās mikrokapsulas saglabāja sākotnējo, gandrīz sfērisko, formu ar augstumu 1.6 μm un platumu 1.8 μm, sk. 1.3. attēlu.



**1.3. att. Mikrokapsulu topoloģiskais attēls (1) un mikrokapsulu atbilstošais topoloģiskais profils (2).**

Atomspēka mikroskopija tika veikta, izmantojot ICON iekārtu (Bruker) ar SCANASYST-AIR zondi un rezonanses frekvenci 70 kHz,  $k = 0.4$  N/m. Mērījumi veikti Peak Force QNM režīmā. Pētāmās mikrokapsulas tika uzpildinātas uz substrāta un ar rotāciju vienmērīgi sadalītas pa virsmu un izžāvētas gaisā [5].

Nanoindentēšanas mērījumi veikti pie istabas temperatūras ar iekārtu NEXT AFM (NT-MDT, Krievija). Indentors bija dimanta Berkoviča (*Berkovich*) uzgalis, kuru veido trīspusēja piramīda  $30^\circ$  pusleņķī ar uzgaļa virsmas nominālo liekuma rādiusu ne mazāku kā 30 nm, un atsperes konstanti  $10.2 \pm 0.3$  kN/m. Nanoindentācija tika izmantota, lai novērtētu maksimālo spēka slodzi, kas nepieciešama čaulas pārrāvumam un elastības moduļa kvantitatīvai noteikšanai. Vidējā čaulas sabrukšanas slodze tika noteikta kā  $107 \pm 10$   $\mu$ N.



**1.4. att. Nanoindentēšanas līkne mazā deformācijas režīmā.**

Aprēķins bija veikts, izmantojot lineārās daļas nanoindentēšanas līknes, kas tika iegūta mazo deformāciju režīmā. Spēka vērtība 2.1  $\mu$ N un deformācijas vērtība 40 nm ir iegūtas no 1.4. attēla, čaulas biezums  $h = 0.103$   $\mu$ m bija noteikts no SEM attēliem. Aprēķinos bija izmantots Puasona koeficients  $\nu = 0.3$  [6]. Pie mikrokapsulas pola elastības modulis bija aprēķināts, izmantojot Reisnera vienādojumu mazām sfērām (1) [7], kur mikrokapsulas elastības modulis ir

$$E = 0.43 \cdot \frac{FR}{dh^2}, \quad (2)$$

un  $d$  ir puse no nomērītās deformācijas,  $h$  ir čaulas biezums,  $R$  ir kapsulas rādiuss un  $F$  ir pieliktā slodze.

Individuālās mikrokapsulas ar diametru  $D = 1.5 \mu\text{m}$  elastības modulis  $E = 1.6$  GPa noteikts, izmantojot (2) vienādojumu. Līdzīga procedūra veikta 10 individuālām mikrokapsulām un vidējais elastības modulis bija aprēķināts kā  $E = 1.7 \pm 0.2$  GPa.

### ***Mikrokapsulu čaulas materiāla testēšana***

Elastības modulis tika noteikts čaulas materiālam, ko izmanto mikrokapsulu industriālā ražošanas procesā, un čaulas materiālam, kas bija sintezēts laboratorijā. Rezultātā iegūtas trīs dažādas elastības moduļa vērtības. Var pieņemt, ka materiāla mehāniskās īpašības ir tieši atkarīgas no ražošanas metodes.

### ***Sistēmas čaula-kodols simulācija***

Pieņemot, ka tukšā sistēma un sistēma, kas pildīta ar šķidrumu, slodzē uzvedas atšķirīgi, tika notestētas divas sistēmas, kas simulē mikrokapsulas: galda tenisa bumbiņa un slēgta cilindriskā čaula. Tika noteikts, kā saspiešanas laikā mainījās objekta tilpums, ņemot vērā, ka tilpuma izmaiņas ir proporcionālas šķērsriezuma laukuma izmaiņām un apkārtmērs bija nemainīgs. Rezultātā tika noteikts, ka sākotnējā slodzes posmā deformācija ir atkarīga tikai no čaulas materiāla īpašībām. Turklāt, palielinoties slodzei, deformācija ir atkarīga no pildvielas īpašībām. Tas apstiprina atšķirību starp elastības moduļa vērtību, kas iegūta čaulas materiālam, un vērtību, kas iegūta, mērot individuālo mikrokapsulu.

### ***Mikrokapsulu efektīvais elastības modulis pielietojot dažādus modeļus***

Individuālās mikrokapsulas mehāniskās īpašības, iegūtas ar atomspēka mikroskopu, neatspoguļo mikrokapsulu reālo uzvedību BVIS, kur mikrokapsulas ir izmantotas lielā daudzumā un tām ir izmēru izkliede. Mikrokapsulu efektīvais elastības modulis var tikt aprēķināts, pielietojot empīriskus vienādojumus un izmantojot matricas un ar mikrokapsulām pildītas matricas mehānisko īpašību vērtības, kas tika iegūtas eksperimentāli mikrokapsulu tilpuma daļai [8].

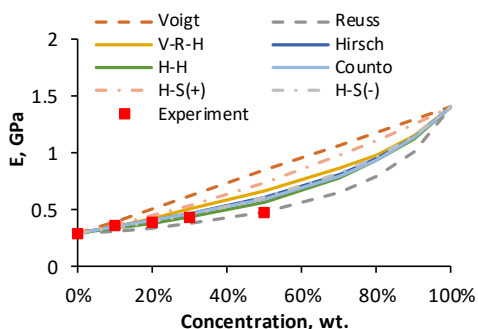
Tika izgatavotas un stiepē testētas plānas plēves ar mikrokapsulu saturu no 5 līdz 50%. Trīs veidu epoksīda sveķi uz ūdens bāzes un divu veidu poli(vinila acetāts) (PVAc) tika izmantoti kā matricas materiāli. Šiem paraugiem tika noteikta stiprības un elastības moduļa atkarība no mikrokapsulu koncentrācijas. Eksperimentālo datu apstrādei izmantoti vairāki empīriskie modeļi, ņemot vērā to ierobežojumus. Paraugos ar matricu no epoksīda sveķiem novērota vāja saikne starp pildvielu un matricu. Šajā gadījumā analītisko modeļu izmantošanas

nosacījumi netika izpildīti un mikro kapsulu efektīvo elastības moduli nebija iespējams noteikt pareizi, tāpēc vidējās elastības moduļa vērtības, kas iegūtas pie dažādām mikro kapsulu koncentrācijām PVAc matricā, tika izmantotas mikro kapsulu efektīvā elastības moduļa aprēķināšanai.

Eksperimenta rezultātā noteiktās vidējās elastības moduļa vērtības PVAc matricām, kas pildītas ar mikro kapsulām, ir attēlotas 1.1. tabulā. Šie dati tika izmantoti mikro kapsulu efektīvā elastības moduļa prognozēšanai, izmantojot dažus analītiskos modeļus (sk. 1.5 attēlu).

**1.1. tab. Eksperimentālo datu kopsavilkums: ar mikro kapsulām pildītās PVAc matricas vidējās elastības moduļa vērtības atkarība no mikro kapsulu koncentrācijas.**

Koncentrācija, wt. %	0	10	20	30	50
<i>E</i> vid, GPa	0.29	0.35	0.38	0.43	0.47
Standartnovirze	0.04	0.02	0.02	0.03	0.04



**1.5. att. Ar mikro kapsulām pildītās PVAc matricas vidējā elastības moduļa vērtības atkarība no mikro kapsulu koncentrācijas (■) un līknes, kas iegūtas ar dažādiem analītiskajiem modeļiem.**

Pielāgojot eksperimentālos rezultātus starp augšējo un apakšējo intervālu, kas iegūti ar Reusa (*Reuss*) un Voigta (*Voigt*) modeļiem, noteikta efektīvā elastības moduļa vērtība  $E = 1.4 \pm 0.2$  GPa.

### 1.3 1. nodaļas galvenie rezultāti

- Bojājumu vizuālās indikācijas sistēmai izvēlētas mononukleāras mikro kapsulas ar sfērisko formu.
- Pēc laboratorijā sintezēto un komerciāli pieejamo mikro kapsulu salīdzināšanas ar SEM analīzi, komerciālās mikro kapsulas izvēlētas kā piemērotākās BVIS, pamatojoties uz formas regularitāti, virsmas gludumu un atlikušā materiāla neesamību.

- Vidējais MK-krāsas diametrs  $D = 7 \pm 0.5 \mu\text{m}$ , vidējais MK-aktivatora diametrs  $D = 2 \pm 0.2 \mu\text{m}$ , un vidējais čaulas biezums  $h = 0.10 \pm 0.01 \mu\text{m}$  noteikts, izmantojot SEM iegūtos attēlus.
- Tika noteikts, ka MK-krāsas un MK-aktivatora optimālā proporcija ir 1:1. Ar šo attiecību vizuālā reakcija pēc mikrokapsulu bojājumu un komponentu ķīmiskās reakcijas bija visspilgtākā.
- Termogravimetriskā analīze parādīja, ka mikrokapsulas ir stabilas līdz 350 °C, bet stabila vizuālā reakcija pēc mikrokapsulu bojājumiem tika novērota līdz 150 °C.
- Mikrokapsulu čaulas materiāla mehāniskās īpašības tika noteiktas, pārbaudot tīra melamīna-formaldehīda materiāla paraugus. Eksperiments parādīja, ka mehāniskās īpašības ir atkarīgas no paraugu sintēzes veida.
- Individuālai mikrokapsulai ar nanoindentāciju uz atomspēka mikroskopa tika noteikta vidējā slodze  $107 \pm 10 \mu\text{N}$ , kas nepieciešama mikrokapsulas plīsumam.
- Izmantojot Reisnera analītisko modeli, vidējais elastības modulis līdzīga izmēra mikrokapsulām tika noteikts kā  $E = 1.7 \pm 0.2 \text{ GPa}$ .
- Noteiktas mehāniskās īpašības polimēru plēvēm, kas pildītas ar mikrokapsulām dažādā koncentrācijā. Rezultātā iegūta elastības moduļa atkarība no mikrokapsulu koncentrācijas plēvēs.
- Mikrokapsulu efektīvā elastības moduļa vērtība tika definēta kā  $E = 1.4 \pm 0.2 \text{ GPa}$ , izmantojot analītiskos modeļus, piemēram, Reusa un Voigta modeļus, Hašinu-Štrikmanu, Counto, Hiršu u.c.

## 2 Bojājumu vizuālās indikācijas sistēma

### 2.1 Vizuālās reakcijas mērīšanas procedūra

Šajā darbā galvenais krāsvielu izmantošanas iemesls bija vizualizēt bojājumu vietu. Tāpēc BVIS izstrādes, testēšanas un optimizācijas posmos bija jāizstrādā procedūra vizuālās reakcijas kvantitatīvai novērtēšanai. Pētījumā vizuālās reakcijas kvantitatīvai novērtēšanai tika izmantotas divas metodes: attēlu datu analīze *Adobe® Photoshop®* programmatūrā un ar algoritmu *Mathcad®* programmatūrā (tālāk tekstā attiecīgi *Photoshop* un *Mathcad*). Sākumā bija izstrādāts *Mathcad* algoritms un pielāgots BVIS vizuālās reakcijas novērtēšanai. Datu apstrādes procedūra *Photoshop* bija izstrādāta vēlāk kā ātrāka un lietotājam vieglāka. Abu datu apstrādes procedūru rezultāti labi korelēja savā starpā.

#### *Attēlu datu analīze ar Photoshop*

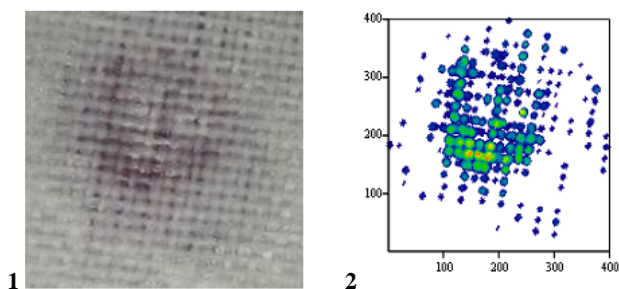
Datu apstrādei programmā *Photoshop* izvēlēts RGB (sarkanā, zaļā, zilā) krāsu režīms. Tās ir pamatkrāsas - jebkura krāsa ir RGB kombinācija dažādās attiecībās. Krāsas tiek noteiktas intervālā no 0 līdz 255. Kad katras krāsas vērtība



ir 255, tiek novērota baltā krāsa. Ja krāsa ir vienāda ar 0, iegūtā krāsa ir melna. Datu apstrādei programmā *Photoshop* nepieciešams skenēt paraugus pirms un pēc slodzes. Paraugu skenējums pirms slodzes tika izmantots kā fons un pēc slodzes kā pētāmais objekts. Kvantitatīvai novērtēšanai tika izvēlēts parametrs *Mean*, kas raksturo attēla vidējo spilgtuma vērtību. Tika izmērīta atšķirība starp sākuma attēlu (pirms slodzes) un eksperimentālo attēlu (ar vizuālo reakciju). Šeit *Mean* ir vidējais attēla spilgtuma līmenis, ko iegūst, reizinot katru spilgtuma līmeni ar vairākiem līmeņiem un pēc tam dalot to ar kopējo spilgtuma līmeņu skaitu. Jo augstāka ir vidējā vērtība, jo lielāks ir attēla gaišums [9].

### **Attēlu datu analīze ar *Mathcad* algoritmu**

Analizējot attēlu ar *Mathcad*, attēls tiek parādīts kā matrica, kur katrs matricas elements ir viens pikselis, proti, katram pikselim ir noteikta vērtība. Pielietojot *Mathcad* rakstīto algoritmu, kas izstrādāts Latvijas Universitātes Materiālu mehānikas institūtā [10], katra pikseļa vērtība tiek salīdzināta ar fona vērtību, kur krāsu izmaiņas nav novērojamas. Pēc datu apstrādes iegūtais signāla sadalījums - attēls "Colour Response" attēlo "tīro" signālu un visa attēla laukuma signāla sadalījumu divās dimensijās. Attēli pirms datu apstrādes un "tīrā" signāla sadalījums ir parādīti 2.1. attēlā.



**2.1. att. Attēls pirms datu apstrādes (1) un signāla sadalījums divās dimensijās pēc datu apstrādes (2).**

Summārā signāla vērtība virs fona - *Integral Color Response (ICR)* tiek aprēķināta kā

$$ICR = \sum_{i=1}^{rows} \left( \sum_{j=1}^{cols} CR_{i,j} \right). \quad (3)$$

Šī vērtība tiek parādīta kā attēla apstrādes rezultāts un to var tālāk izmantot bojājumu vizuālās indikācijas kvantificēšanai.

## 2.2 BVIS izgatavošanas tehnoloģija ārējam slānim

Tā kā BVIS ārējai lietošanai nav strukturāls elements, par pamatu BVIS tika izvēlēts neilona audums. Neilona audums, izmantojot gumijas veltni, tika piesūcināts uz teflona pamatnes ar divu komponentu (Mk-krāsa un aktivators) maisījumu tilpuma attiecībās 2:1. Pēc impregnēšanas neilona audumu vismaz 5 stundas žāvēja istabas temperatūrā, lai atbrīvotos no liekā šķidrums. Lai nodrošinātu DVIS ražošanas metodes atkārtojamību, šī procedūra tika atkārtota piecas reizes. Pirms un pēc auduma žāvēšanas audumu nosvēra un salīdzināja mikrokapsulu blīvumu vērtības uz auduma. Rezultātā uz neilona auduma tika noteikts krāsvielas blīvums  $40 \text{ g/m}^2 \pm 3\%$ .

### *Slodzes izvēle testēšanai*

Laminēšanas process tika izvēlēts kā metode, kas krāsvielu notur uz auduma pamatnes virsmas. Tādējādi BVIS izskats un barjeras īpašības tika uzlabotas. Laminēšana ir "draudzīgāka" tādām manipulācijām, kā piemēram, transportēšana un fiksēšana. Salīdzinot dažāda biezuma plēves laminētu BVIS, tika pamanīts, ka, palielinot plēves biezumu, palielinās arī vizuālās reakcijas iegūšanai nepieciešamā slodze. Turpmākai nelaminēto BVIS paraugu izpētei 400 N slodze eksperimentāli tika definēta kā minimālā, lai iegūtu kontrolētu vizuālo reakciju.

### *Krāsu izvēle*

Krāsvielas krāsas izvēlei, lai nodrošinātu labāku vizuālās reakcijas uztveri pēc pielietotās slodzes, tika izgatavoti un pārbaudīti BVIS paraugi ar sarkanās, zaļās, zilās un melnās krāsas mikrokapsulām. Spiedes testam tika izvēlētas slodzes vērtības 400, 500 un 600 N. Pēc datu apstrādes tika noteikts, ka ar vienādu pielikto slodzi ir iegūtas atšķirīga spilgtuma vizuālās reakcijas ar dažādām krāsām. Paraugi ar zilu un zaļu krāsvielu mikrokapsulās uzrādīja spilgtāku vizuālo reakciju pēc slodzes, salīdzinot ar citām krāsām.

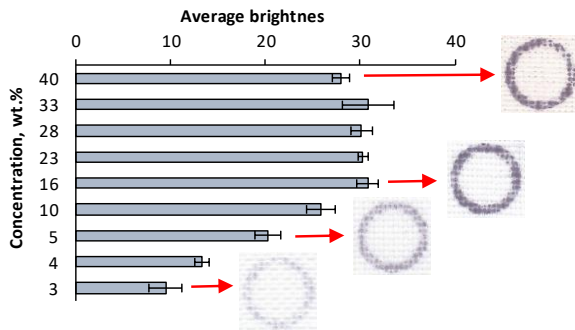
### *Mikrokapsulu koncentrācijas izvēle maksimālai vizuālai reakcijai*

Tā kā papīra ražošanā sākotnēji tika izmantotas krāsvielas ar blīvumu aptuveni  $2 \text{ g/m}^2$ , bet pēc neilona auduma piesūcināšanas tika iegūts krāsvielu blīvums  $40 \text{ g/m}^2$ , varētu ieteikt, ka krāsvielas daudzums uz neilona bija ar pārpalikumu.

Lai noteiktu minimālo mikrokapsulu daudzumu BVIS uz neilona pamatnes, kas nodrošina maksimālu vizuālo reakciju pie pieliktās slodzes, tika sagatavoti BVIS paraugi ar mikrokapsulu koncentrāciju no 2.7% līdz 40% un pārbaudīti spiedē ar 400 N slodzi. Pēc kompresijas testa 2.2. attēlā ir parādīti četri BVIS paraugi ar atšķirīgu mikrokapsulu koncentrāciju.

Rezultāts parādīja, ka mikrokapsulu koncentrācijas samazināšanās līdz 16% BVIS paraugos uz neilona pamata, pievienojot ūdeni dispersijai pirms neilona auduma impregnēšanas, neietekmēja vizuālās reakcijas spilgtumu.

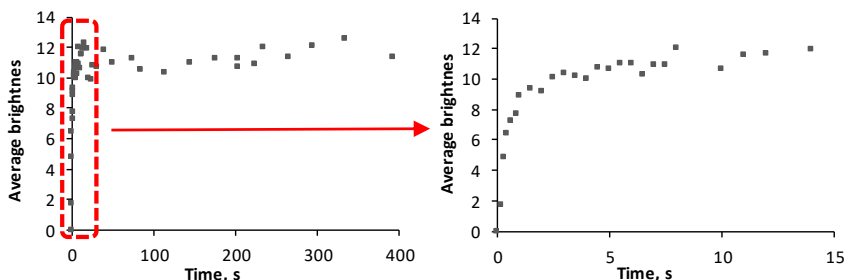
Tādējādi ir saprātīgāk izmantot ~ 20% mikrokapsulu koncentrāciju BVIS ražošanā uz neilona pamatnes; slānis ir vieglāks, un ražošanas izmaksas ir zemākas.



**2.2. att. BVIS paraugs uz neilona pamatnes pēc pieliktās slodzes; vizuālā reakcija atkarībā no mikrokapsulu koncentrācijas.**

### *Krāsas izmaiņas kinētika pie dažādām temperatūrām*

BVIS paraugi tika pārbaudīti, lai novērtētu krāsas izmaiņu laikā pie dažādām temperatūrām. Laminētie paraugi tika pakļauti slodzei, sabojājot mikrokapsulas. Uzreiz pēc pieliktās slodze tika uzņemtas fotoattēlu sērijas, sākot no 5 fotoattēliem sekundē līdz 1 fotoattēlam/min. Tipiska vizuālās reakcijas līkne atkarība no laika pie slodzes parādīta 2.3. attēlā. Tika noteikts, ka temperatūra diapazonā no -20 līdz +38 °C neietekmē krāsu maiņas kinētiku pie slodzes. Visiem paraugiem maksimālā vizuālā reakcija tika sasniegta 10-15 sekunžu laikā, un spilgtums praktiski nemainījās.



**2.3. att. Vizuālās reakcijas izmaiņa atkarībā no laika pie slodzes.**

## **2.3 BVIS izgatavošanas tehnoloģija iekšējam slānim**

BVIS izmantošanai iekšējam slānim kā pamats tika izvēlēts stikla šķiedras audums. Stikla šķiedru audums *Aeroglass plain*, 130 g/m<sup>2</sup> (Havel Composites CZ sro, Čehija) tika piesūcināts ar trīs sastāvdaļu maisījumu: MC krāsu, aktivatora dispersijām un HALWEDROL UV 20/40 W

epoksīdmodificētu poliuretāna akrila emulsiju (Koninklijke DSM NV, Nīderlande) tilpuma attiecībās 6: 3: 2. Pēc impregnēšanas audumu vismaz 5 stundas žāvēja istabas temperatūrā un pēc tam 30 minūtes no abām pusēm apstaroja ar ultravioleto gaismu.

Šajā darbā epoksīda modificēts poliuretāna-akrila polimērs (turpmāk adhesīvs) tika izvēlēts divu iemeslu dēļ:

- var tikt izmantota kā viela, kas notur krāsvielu uz pamatnes virsmas,
- izolē iekapsulēto krāsvielu un aktivatora daļiņas no sveķu cietinātāja sārmainās vides, ja izgatavo kompozītu ar epoksīda matricu [11].

### ***Epoksīda modificēts poliuretāna-akrila polimērs***

Tā kā maisījuma izgatavošanai bija zināma tikai krāsvielas un attīstītāja attiecība 2:1, tika izgatavoti maisījumi ar dažādām adhesīva koncentrācijām, krāsvielas un attīstītāja attiecībai paliekot nemainīgai. Stikla šķiedru paraugi tika viendabīgi piesūcināti ar krāsvielu, attīstītāju un adhesīva maisījumu, izmantojot komponentu attiecības 6:3:0.2, 6:3:0.5, 6:3:1, 6:3:1.5, 6:3:2, 6:3:2.5, 6:3:3, un 6:3:4. Izžāvēti audumi tika apstaroti ar ultravioletu starojumu 30 minūtes no abām pusēm, lai nodrošinātu adhesīva polimerizāciju. BVIS paraugus ar dažādu adhesīva daudzumu pārbaudīja ar kvazistatiskiem kompresijas testiem. Izmantojot datu apstrādei digitālo attēlu analīzi, eksperimentāli tika noteikts, ka intensīvākā vizuālā reakcija uz pielikto slodzi tika iegūta, izmantojot komponentu attiecību 6:3:2.

### ***Adhesīva polimerizēšana ar ultravioleto starojumu***

Pēc tam, kad tika noteikta adhesīva attiecība maisījumā, bija jānosaka adhesīva polimerizācijas procesa ilgums. Šim nolūkam ar maisījumu impregnētie un izžāvēti paraugi tika pakļauti ultravioletā starojuma iedarbībai ar SVD-120A dzīvsudraba-kvarca lampu no 5 līdz 45 minūtēm ar 5 minūšu intervālu. Iedarbības ātrums, mērot viļņu garuma diapazonā no 280 līdz 320 nm, bija 10.5 W/m<sup>2</sup>. BVIS paraugus ar dažādu apstarošanas laiku pārbaudīja kvazistatiskos kompresijas testos. Katram apstarošanas laikam tika veikti 5 mērījumi ar nemainīgu slodzi. Izmantojot digitālo attēlu analīzi, tika novērtēts vizuālās reakcijas vidējais spilgtums atkarībā no apstarošanas laika, un 15 minūtes bija noteikts kā minimālais apstarošanas laiks.

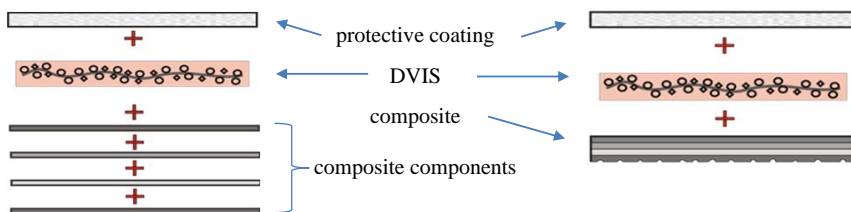
## **2.4 2. nodaļas galvenie rezultāti**

- Bojājumu vizuālās indikācijas sistēma (BVIS) tika izstrādāta 2 pielietojumiem: kā ārējais un kā iekšējais slānis.
- Tika noteikts, ka BVIS izgatavošanai ir iespējams izmantot divas krāsvielu kombinācijas: (1) mikrokapsulu maisījums ar leiko krāsu un mikrokapsulas ar krāsas aktivatoru, (2) mikrokapsulu maisījums ar leiko krāsu un aktivatora daļiņām.

- Izstrādāta kvantitatīvās novērtēšanas procedūra vizuālai reakcijai uz pielikto slodzi. Tā ietver sevī divus digitālo attēlu analīzes algoritmus programmatūrā *Adobe® Photoshop®* un *Mathcad®*. Šie algoritmi ļauj novērtēt vizuālās reakcijas relatīvās izmaiņas, kas iegūtas pie slodzes.
- BVIS ražošanas tehnoloģijas laboratorijas apstākļos tika izstrādātas abiem pielietojumiem. Tie ietvēra pamatnes izvēli, impregnēšanas un žāvēšanas metodes, kā arī krāsvielas fiksēšanas metodi uz pamatnes. Tika noteikta minimālā mikrokapsulu koncentrācija, kas nodrošina maksimālo vizuālo reakciju pie slodzes.
- Tika novērtēti BVIS ekspluatācijas raksturlielumi. BVIS saglabāja iespēju mainīt krāsu temperatūras intervālā no -20 līdz +38 °C.
- Tika novērtēta krāsu maiņas kinētika BVIS paraugiem. Tika noteikts, ka maksimālā vizuālā reakcija tika sasniegta 10-15 sekunžu laikā un pēc tam spilgtums praktiski nemainījās. Temperatūra pārbaudītajā intervālā neietekmē krāsu maiņas kinētiku pie slodzes.
- Spilgtākā vizuālā reakcija pie slodzes tika iegūta mikrokapsulām, kas saturēja zilās un zaļās krāsas, salīdzinot ar BVIS paraugiem ar sarkano un melno krāsu.

### 3 Modeļa kompozīts ar integrēto BVIS

Šajā darbā kompozītmateriāls ar integrēto BVIS tika prezentēts ar divām modeļiem: a) BVIS, kā iekšējais slānis, kas ir integrēts kompozītā ar vakuuma maisa metodi, b) BVIS kā atsevišķs slānis, kas tika novietots uz esošās konstrukcijas vai elementa virsmas. Modeļu koncepts ir parādīts 3.1. attēlā.



**3.1. att. Kompozīta koncepts ar integrēto BVIS: BVIS ir integrēts kompozītmateriālā tā veidošanas laikā (pa kreisi), BVIS ir izvietots uz esoša elementa virsmas (pa labi).**

Izgatavošanas tehnoloģijas un mehānisko un fizikālo īpašību pārbaude ir aprakstīta turpmāk abiem modeļu kompozītu veidiem.

### 3.1 Kompozīta modelis ar BVIS kā ārējo slāni

BVIS kā ārējais slānis var būt izgatavots un ilgu laiku uzglabāts neizmantojot pie minimāliem uzglabāšanas nosacījumiem (izvietots uz līdzenās virsmas un netiek pakļauts ārējai slodzei). Šajā gadījumā BVIS “gaidīšanas

laiks” pirms lietošanas varētu būt mēneši vai pat gadi. Pastāv iespēja padarīt BVIS gatavu tūlītējai lietošanai pēc nepieciešamības, tas ir, izgatavot BVIS preprega veidā.

### ***BVIS izgatavošana preprega veidā***

Tika izstrādāta tehnoloģija BVIS kā preprega sagatavošanai. Izvēlētais audums tika piesūcināts ar komponentu maisījumu (krāsviela, aktivators, adhezīvs) un polimerizēts. Epoksīdsveķi un cietinātājs tika sajaukti atbilstošā proporcijā. Papildus šim maisījumam tika pievienots acetons 5 un 20 % pēc masas, lai aizkavētu sacietēšanas procesa sākumu. BVIS prepregu izgatavošanai tika izmantoti divu veidu epoksīdsveķi, kas piemēroti manuālai kompozītmateriālu salikšanai:

- LH 289 epoksīdsveķi un H 289 cietinātājs, kas sacietē pie istabas temperatūras, proporcijā 100:33 (Havel Composites CZ s.r.o.).
- augstas temperatūras epoksīdsveķi EL160 un EL160 cietinātājs (lietošanai darba temperatūrā līdz 170 °C), proporcijā 100:35 (Easy Composites Ltd.).

BVIS tika piesātināts ar epoksīda saistvielu un iefīts polietilēntereftalātā (PET) plēvē.

### ***BVIS preprega uzglabāšanas laika noteikšana***

BVIS prepregam tika novērtēts uzglabāšanas ilgums pie zemām temperatūrām. Efektivitāti noteica iespēja prepregam būt pielīmētam pie plastikāta kompozītmateriāla un saglabāt triecienu indikācijas spēju. Eksperimentam tika sagatavoti 5 BVIS preprega paraugi ar 2 veidu epoksīda saistvielām: vieni ar acetona, otri bez acetona. Paraugus ievietoja ledusskapī (+2 °C) un saldētavā (-18 °C). Sākot ar pirmo dienu, gabali no preprega parauga tika nogriezti un pielīmēti pie pamatnes. Ja līmētais gabals nākamajā dienā palika piestiprināts pie pamatnes, tika uzskatīts, ka prepregu varētu turpināt veiksmīgi uzglabāt. Iepriekš minētā preprega pārbaude tika veikta katru dienu pirmās 10 dienas, pēc tam nākamās 10 dienas - ik pēc 3-4 dienām un pēc tam reizi nedēļā. Uzglabāšanas perioda beigās tika noteikts, kad prepregs pārstāja turēties pie pamatnes. Eksperimentāli tika noteikts, ka prepregi ar pievienotu acetona vai bez tā, kā arī abu veidu saistvielu sastāvi saglabāja spēju pielīmēties pie pamatnes apmēram 20 dienas neatkarīgi no uzglabāšanas temperatūras. Pievienojot acetona, spēja pielīmēties pie pamatnes tika pagarināta līdz 43 dienām, ja uzglabāja -18 °C temperatūrā. Šajā gadījumā acetona daudzums 5 vai 20% no kopējās masas neietekmēja rezultātu.

Uz virsmas pielīmētajam un sacietējušajam BVIS prepregam tika noteikts, kā tas saglabā bojājumu vizualizācijas funkciju vismaz 7 gadus, uzglabājot to laboratorijas apstākļos.

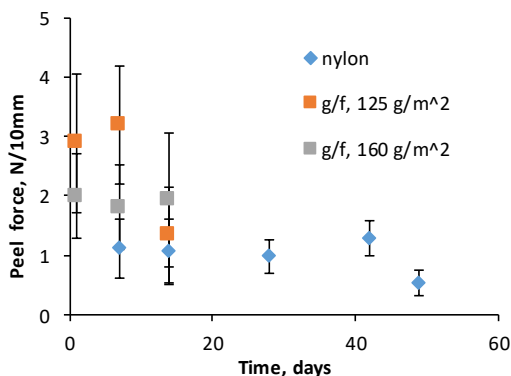
### ***BVIS preprega atraušanas pretestība***

Tā kā BVIS ir vienreiz lietojams produkts, bija svarīgi ne tikai noteikt, cik ilgi prepregs saglabā spēju tikt pielīmēts pie virsmas, bet arī bija svarīgi

noteikt, vai pēc lietošanas to ir iespējams noņemt no virsmas, nenodarot kaitējumu objekta integritātei. Lai kvantitatīvi noteiktu DVIS prepregu adhēzijas jeb atraušanas spēju, tika izmantots ASTM D 6862 testa analogs. Pārbaudēm tika izvēlēts 90° atraušanas leņķis, jo atraušanas spēks parasti sasniedz augstāko vērtību šajā leņķī [12]. Izmantojot BVIS preprega izgatavošanas tehnoloģiju, tika sagatavoti trīs veidu audumu paraugi ar 15.5 mm platumu un vismaz 20 cm garumu un ievietoti saldētavā temperatūrā -18 °C. Darbā izmantoti audumi:

- Stīch Ply A (AIRTECH Europe Sarl.) neilons ar blīvumu 88 g/m<sup>2</sup>.
- Stikla šķiedras audums (Valmierca SSR), blīvums 125 g/m<sup>2</sup>.
- Stikla šķiedras audums (Valmierca SSR), blīvums 160 g/m<sup>2</sup>.

Noteiktos laika intervālos paraugi tika izņemti no saldētavas un pielīmēti pie pamatnes. Paraugus uzglabāja 24 stundas +45 °C temperatūrā, lai sacietētu saistviela, un pēc tam paraugus kondicionēja istabas temperatūrā un pakļāva atraušanas testam. Universālā elektromehāniskā testēšanas mašīna Zwick 2.5 bija aprīkota ar speciāli izgatavotu satvērēju, lai nostiprinātu paraugu un nodrošinātu atraušanu 90 ° leņķī. Atraušanas ātrums bija 2 mm/s. Testā tika mērīts atraušanas spēks atkarībā no parauga uzglabāšanas laika saldētavā. Rezultāti BVIS paraugiem izgatavotiem uz dažādu audumu pamatnes ir parādīti 3.2 attēlā.



**3.2. att. Atraušanas spēks atkarībā no parauga uzglabāšanas laika saldētavā BVIS paraugiem izgatavotiem uz neilona un stikla šķiedras audumu pamatnes.**

Testi apstiprināja iepriekšējo eksperimentu rezultātus par BVIS prepregu ar neilona auduma pamatni uzglabāšanas laiku. Atraušanas spēks sāka samazināties pēc 45 dienām. Prepregiem ar stikla šķiedras auduma pamatni, it īpaši stikla šķiedras audumam ar blīvumu 125 g/m<sup>2</sup>, bija mazāks uzglabāšanas laiks, nekā prepregam ar neilona auduma pamatni, taču tam bija nepieciešams lielāks atraušanas spēks. Tas varētu būt tāpēc, ka dzijas šķērsošanas vietās esošie dobumi varētu būt vairāk piepildīti ar epoksīda sveķu saistvielu nekā neilonā. Šie punkti var darboties kā mehāniska saķere ar pamatnes virsmu [13].

Nepieciešamais atraušanas spēks prepregam no stikla šķiedru auduma bija 2-3 reizes lielāks (200-300 N/m) nekā prepregam no neilona auduma (100 N/m). Bet tomēr šīs atraušanas spēka vērtības ir mazākas, nekā atraušanas spēks, kas nepieciešams dažāda tipa audumiem uz poliestera šķiedru pamatnes (740 N/m), kur pēc atraušanas uz materiāla virsmas ir palicis daudz šķiedru un liels skaits stīgu [12]. Tāds, relatīvi neliels, atraušanas spēks ļauj noņemt BVIS prepregu (pēc bojājuma vizuālas indikācijas) no pārbaudītās vietas bez jebkādam sekām: materiāla augšējā slāņa integritāte netiek sabojātā un materiāla virsma paliek gluda, bez šķiedru un līmju atliekām.

### ***Pamatnes ietekme uz BVIS vizuālo reakciju***

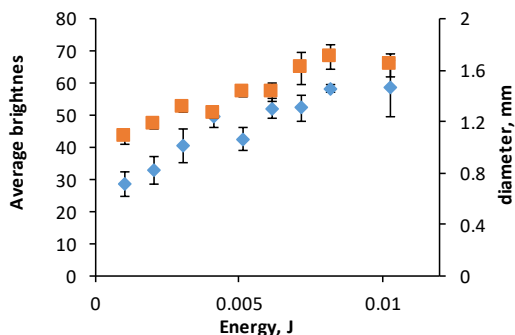
Tika veikti vairāki testi, lai novērtētu, kā pamatne ietekmē BVIS vizuālo reakciju uz pielikto slodzi. Testiem BVIS bija laminēts ar 100 μm biezu aizsargslāni. Triecienu imitēja ar tērauda lodītes brīvo kritienu. Kvantitatīvai vizuālās reakcijas novērtēšanai pēc ietekmes un rezultātu salīdzināšanai, kā arī attēlu apstrādē, tika izmantots *Photoshop* parametrs 'Mean'.

Testā Nr.1 tika noteikta BVIS vizuālā reakcija, ja tā ir novietota uz dažādām pamatnēm. Tika testētas šādas pamatnes: a) linolejs b) poliuretāna putas c) politetrafluoretilēns - Teflons. No kontrolēta augstuma tika nomestas trīs tērauda lodītes ar masu 5, 8 un 130 g. Vizuālās reakcijas spilgtumu ietekmēja substrāta izvēle. Izmantojot pamatni ar zemāku stingrību, lodītes enerģija tika absorbēta, savukārt bojāto mikrokapsulu laukums ir lielāks stingrākām pamatnēm.

Testā Nr.2 tika noteikta vizuālā reakcija pie dažāda lieluma lodīšu kritieniem. Izvēlētai Teflona pamatnei tika izmantotas lodītes ar masu 5, 8 un 130 g. Visām lodītēm bija konstanta enerģija  $E_p = 0.03$  J. Pēc datu apstrādes tika noteikts, ka lodīšu izmērs neietekmēja BVIS vizuālās reakcijas spilgtumu.

Testā Nr.3 tika noteikta pieliktās enerģijas ietekme uz vizuālo reakciju. BVIS tika novietota uz Teflona pamatnes, pa kuru meta 1 g lodīti ar enerģijas palielinājumu. Rezultātā tika iegūta vizuālās reakcijas un indentācijas laukuma atkarības no pieliktās enerģijas (sk. 3.3. attēlu). Pieliktās enerģijas palielināšanās izraisa vizuālās reakcijas diametra un vidējā spilgtuma palielināšanos.





**3.3. att. Attēla vidējā spilgtuma vērtība atkarība no pieliktās enerģijas (♦) un indentācijas laukuma atkarība no pieliktās enerģijas (■) BVIS testētam un Teflona pamatnes ar 1g lodīti.**

## 3.2 Modeļa kompozīts ar BVIS kā iekšējo slāni

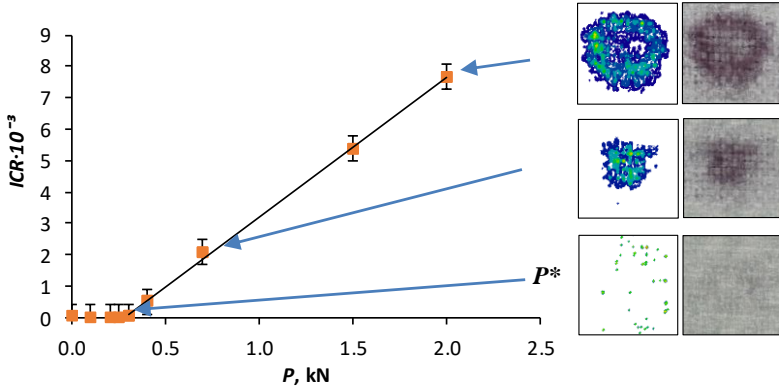
### *Kompozītmateriāla ar integrētu BVIS bojājumu vizualizācijas sliekšnis*

Kompozītmateriāla ar integrētu BVIS jutības sliekšņa regulēšanai tika piedāvāts izmantot epoksīdsveķu pārklājumus ar dažādiem biežumiem. BVIS pamatnei bija izvēlēts neilona audums Stitch Ply A (AIRTECH Europe Sarl) ar blīvumu 88 g/m<sup>2</sup>. Kompozīts tika izgatavots, izmantojot vakuuma maisa metodi. Slāņi tika ieklāti šādā secībā: bezkrāsains neilona sadales tīkls aizsargpārklājuma veidošanai, BVIS, divas slodzi nesošas vienvirziena stikla šķiedras, kas savienotas ar tīklu, kam virsmas blīvumu 500 g/m<sup>2</sup> (Havel Composites).

BVIS un vienvirziena stikla šķiedras tika iepriekš piesūcināti ar epoksīdsveķiem, izmantojot veltni. Paraugu izgatavošanai izmantoti LH 289 epoksīdsveķi uz bisfenola A bāzes ar viskozitāti 500-900 MPa·s at 25 °C un cietinātājs H 289 (Havel Composites CZ s.r.o.) proporcijās 100:33. Kompozītmateriāla paraugu plāksnes presēšana un turpmāka sacietēšana tika veikta vakuumā pie 0.4 bāriem 40-60 °C temperatūrā 20 stundas. Šāda paraugu izgatavošanas tehnoloģija tika izmantota, izgatavojot paraugus ar aizsargslāņa biežumu  $z$  līdz 0.5 mm. Paraugiem ar aizsargslāņiem, biežākiem par 1 mm, tika izmantots tāds pats slāņu salikums, bet aizsargslānis tika izgatavots atsevišķi un tam biežums svārstījās no 1 līdz 4.5 mm. Aizsargslāņa biežums bija noteikts, mērot parauga šķērsgriezumu mikroskopā netālu no pieliktās slodzes vietas.

Lai noteiktu vizuālās reakcijas sliekšņa atkarību no aizsargpārklājuma biežuma, tika veiktas kvazistatiskās kompresijas testu sērijas, izmantojot sfērisku indentoru. Paraugi ar noteikto biežumu tika notestēti ar slodzi no 50 līdz 2000 N, izmantojot Zwick 2.5 universālo testēšanas iekārtu ar konstantu indentācijas ātrumu 0.4 mm/min. Katram aizsargslāņa biežumam tika noteikta minimālā slodze, kas izraisīja vizuālo reakciju paraugā. Vizuālā reakcija tika noteikta apstrādājot attēlus. Rezultātā tika noteikta sakarība starp summāro vizuālo

reakciju ICR (*integral colour response*) un indentācijas slodzi  $P$  katram noteiktam aizsargslāņu biezumam. Lineārās aproksimācijas krustojums ar abscisu asi bija definēts kā vizualizācijas sliekšnis  $P^*$  dotajam aizsargslāņa biezumam. Korelācija starp vizuālo reakciju IRC un pielikto slodzi  $P$  aizsargslāņim ar biezumu  $d = 1.26 \pm 0.05$  ir parādīta 3.4. attēlā.

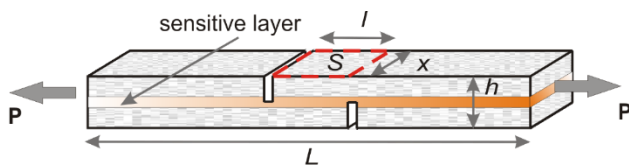


**3.4. att. Korelācija starp vizuālo reakciju IRC un pielikto slodzi  $P$  aizsargslāņim ar biezumu  $d = 1.26 \pm 0.05$ . Attēli pirms un pēc datu apstrādes un  $P^*$  ir vizualizācijas sliekšnis.**

Analizējot datus, kas bija iegūti testējot paraugus ar atšķirīgu aizsargslāņu biezumu, varēja noteikt korelāciju starp slodzes vizualizācijas sliekšni  $P^*$  un aizsargslāņa biezumu  $d$ . Eksperimenta laikā bija novērotas neatgriezeniskās deformācijas aizsargslāņiem ar biezumiem  $3 < d < 4.5$  mm. Papildus vizuālai reakcijai uz aizsargslāņa virsmas parādījās iespiešanās.

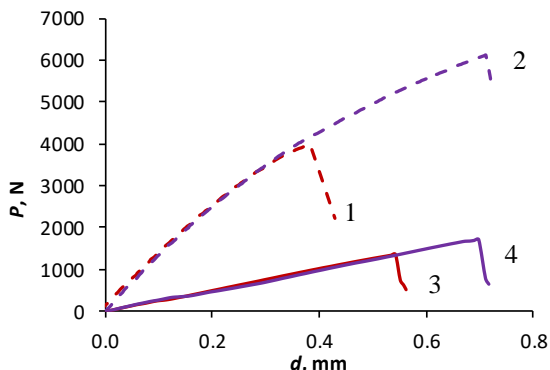
### **Integrētā BVIS ietekme uz kompozītmateriāla mehāniskām īpašībām**

Kā BVIS pamatne tika izmantots stikla šķiedras audums *Aeroglass plain*,  $130 \text{ g/m}^2$ . Kompozītmateriāla izgatavošanai tika izmantotas vienvirziena stikla šķiedras *UD*,  $511 \text{ g/m}^2$ , *LH 288* epoksīdsveķi un cietinātājs *H 284* proporcijā 100:23 (visās komponentēs no Havel Composites CZ s.r.o., Čehija) un iepriekš izgatavota BVIS. Ar vakuuma maisa metodi tika izgatavotas divas paraugu plāksnes  $20 \times 30$  cm ar integrētu BVIS un bez tās. Plāksņu biezumi bija  $h = 2.3$  un  $1.9$  mm. Paraugā bez BVIS, tā tika aizvietota ar to pašu stikla šķiedru audumu, kas bija izmantots kā BVIS pamatne. Kompozīta plāksnes tika turētas 20 stundas  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  temperatūrā vakuuma krāsnī un pēc tam 72 stundas  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  temperatūrā krāsnī. No plāksnēm tika izgriezti vienvirziena armēti 6 slāņu paraugi ar garumu  $L = 120$  mm un platumu  $x = 25$  mm. Paraugos tika izveidoti divi iegriezumi, lai pārbaudītu starpslāņu bīdes izturību. Paraugu ģeometrija ir parādīta 3.5. attēlā. Paraugiem ar integrēto BVIS tika veikti dziļi iegriezumi, lai sasniegtu BVIS. BVS sasniegšanu apstiprināja krāsas maiņa. Tika pārbaudīti paraugi ar attālumu starp iegriezumiem  $l$  no 5 līdz 21 mm.



**3.5. att. Shematisks paraugu attēlojums ar iegriezumiem starpslāņu bīdes testiem.**

Starpslāņu bīdes izturība tika noteikta ar kvazistatiskiem stiepes testiem, izmantojot universālo testēšanas iekārtu Zwick 2.5 ar testēšanas ātrumu 2 mm/min un pie temperatūras  $22 \pm 2$  °C. Bīdes stiprība plaknē tika aprēķināta kā maksimālā pieliktās slodzes attiecība pret parauga sabrukuma vietas laukumu  $\tau^* = P/(lx)$ . Sabrukuma vieta bija starp iegriezumiem. Tipiska spēks-pārvietojums līkne, kas iegūta testējot paraugu bez integrētās BVIS un ar BVIS ar attālumu starp iegriezumiem  $l = 10$  un  $20$  mm ir parādīta 3.6. attēlā.



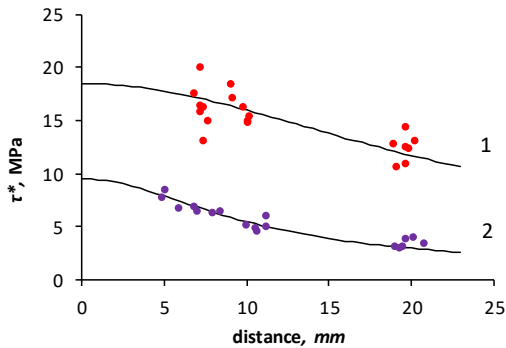
**3.6. att. Tipisks spēks-pārvietojums līkne, kas iegūta testējot paraugu bez integrētās BVIS (--) un ar BVIS (—), ar attālumu starp iegriezumiem  $l = 10$  (1, 3) un  $20$  mm (2, 4).**

Konkrētā parauga ar noteiktu attālumu starp iegriezumiem  $l$  starpslāņu bīdes stiprība  $\tau^*$  ir bīdes sprieguma maksimālā vērtība, kas iegūta stiepē un ir atkarīga no spriegumu koncentrācijas pie iegriezumiem. Kompozītmateriāla starpslāņu bīdes stiprība  $\tau_{\max}$  tiek uzskatīta par ekstrapolāciju gadījumam, kad  $l = 0$  un tika definēta kā

$$\tau_{\max} = \tau^* \theta \cot \theta, \quad (4)$$

kur  $\tau^* = P/(lx)$  ir bīdes stiprība,  $P$  ir stiepes slodze,  $\theta = (2l/h)k$ ,  $k = \sqrt{G_{xz}/(2E_x)}$ ,  $G_{xz}$  ir bīdes modulis, un  $E_x$  ir elastības modulis.

Ekspierimentāli un analītiski iegūtas paraugu bīdes stiprības vērtības kā funkcijas no attālumiem starp iegriezumiem un  $\tau^* = f(l)$  līknes, kas iegūtas ekstrapolācijas rezultātā no vienādojuma (4) ir parādītas 3.7. attēlā.



**3.7. att. Paraugu bīdes stiprība  $\tau^*$  atkarībā no attāluma starp iegriezumiem  $l$ , paraugiem bez BVIS (1) un ar BVIS (2): eksperiments (●) un aprēķins (—).**

Ekstrapolējot  $\tau^* = f(l)$  līkni līdz  $l = 0$ , tika noteikta  $\tau_{max}$  vērtība. Rezultātā, vērtības  $\tau_{max} = 9.5$  un  $18.5$  MPa tika noteiktas paraugam ar integrēto BVIS un bez tās. Ir svarīgi paturēt prātā, ka aprakstītais eksperiments bija pirmais mēģinājums novērtēt integrētās DVIS ietekmi uz kompozīta mehāniskajām īpašībām. Materiāla vispārējā uzlabošana, piemēram, ekspluatācijas drošības paaugstināšana un strukturālā nesagraujošās testēšanas metodes vienkāršošana, ietver sevī citu mehānisko īpašību pasliktināšanos. Tādēļ ir nepieciešams apzināt īpašību saikni un meklēt kompromisu.

### ***Krāsu izmaiņas kinētika slodzes pielikšanas vietā pie istabas temperatūras***

Krāsu izmaiņas kinētika tika mērīta paraugiem pēc kvazistatiskiem stiepes eksperimentiem ar paraugu sabrukšanu pēc kvazistatiskiem spiedes eksperimentiem bez paraugu sabrukšanas. Pirmajā gadījumā, pēc paraugu ar integrēto BVIS sabrukšanas, krāsu izmaiņa tika reģistrēta ar foto metodi. Uzreiz pēc sabrukšanas paraugs tika izņemts no satvērējiem un bīdes laukuma vieta tika fotografēta ar laika intervālu 5 s pirmās minūtes laikā un palielinot intervālu līdz 10 min pēc 30-150 min no parauga sabrukšanas brīža. Pastrādājot attēlus ar *Photoshop*, tika noteikts parametrs *Mean*. Tieši pēc materiāla sabrukuma krāsu izmaiņa netika novērota, tāpēc pirmais attēls tika izmantots kā references  $RGB_0$ . Vizuālā reakcija tika aprēķināta kā starpība starp *Mean* no references attēla un attēla uzņemta pēc laika. Otrajā gadījumā tika novērtēta krāsu izmaiņas kinētika paraugiem, testētiem ar sfērisko indenteru spiedē. Šo eksperimentu laikā paraugos nenotika sabrukšana.

Priekš BVIS, kas tiek izmantota kā materiāla bojājumu indikators, bija nepieciešams noteikt laiku, kad krāsu izmaiņa sasniegs savu maksimālo vērtību, proti, vizuālā reakcija būs visspilgtākā. Fracionētā konversija (*Fractional conversion*)  $\alpha$  tika izmantota, lai novērtētu spilgtuma izmaiņu pēc bojājumiem. Parametrs  $\alpha$  kvantitatīvi raksturo cietās fāzes reakcijas, t.i., reakcijas, kurās iesaistīti cietie reaģenti vai produkti. Vērtība  $\alpha$  tika aprēķināta no

$$\alpha(t) = N_t / N_0, \quad (5)$$

kur  $N_0$  un  $N_t$  reaģentu daudzums sākuma stadijā un noteiktā laikā  $t$  pēc reakcijas sākuma.

Izvēlēta laukuma vidējā spilgtuma vērtība  $RGB$  tika noteikta references attēlam ar laiku  $t = 0$  un katram laikam  $t$ , kad tika uzņemta bilde. Krāsu izmaiņas vērtība aprēķināta kā starpība starp references attēla spilgtuma vērtību  $RGB_0$  pie laika  $t = 0$  un pie noteikta laika  $RGB_t : \Delta RGB(t) = RGB_0 - RGB_t$ . Līdzīgā spilgtuma starpība noteikta attēla fonam, lai izslēgtu nekontrolējamu apgaismojuma nestabilitāti un nejaušas kļūdas, ko rada iekārtas  $\Delta RGB_{bgr} = RGB_0^{bgr} - RGB_t^{bgr}$ . Krāsu izmaiņas vērtība pēc reakcijas, ņemot vērā gadījuma kļūdas, tika novērtēta kā starpība starp divām spilgtuma vērtībām un tā vidējo novirzi iekārtas nestabilitātes dēļ  $\Delta RGB^*(t) = RGB_0 - RGB_t - \Delta RGB_{bgr}$ .

Laika momentā, kad krāsu izmaiņa sasniedza piesātinājumu un spilgtums praktiski nemainījās, tika aprēķināts vidējais spilgtums, kas atbilst reakcijas beigām,  $\Delta RGB_{max}$ , t.i., pie  $\alpha = 1$ .

Tādējādi parametra  $\alpha$  vērtība reakcijas laikā tika noteikta kā

$$\alpha(t) = \frac{\Delta RGB^*(t)}{\Delta RGB_{max}}. \quad (6)$$

Lai aprakstītu vizuālās reakcijas veidošanās procesu, tika izvēlēts vienpakāpes kodola modelis, ar to saprotot nelielu reaģenta daudzumu pārvēršanas procesu par stabilu daļiņu [14]. Šajā darbā potenciālie kodoli tiek uzskatīti par krāsu aktivatoru daļiņām. Pēc mikrokapsulu sabrukšanas notiek leiko krāsvielas izplatīšanās vai difūzija uz slāņa. Pirmās kārtas diferenciālvienādojums var aprakstīt kodolu veidošanās ātrumu kā  $dN / dt = k_1 (N_0 - N)$ .

Vienādojuma risinājums ir

$$N(t) = N_0 [1 - \exp(-k_1 t)], \quad (7)$$

kur  $N(t)$  ir aktivatoru daļiņu daudzums, kas laika momentā  $t$  noteiktā vietā saskaras ar krāsu veidotāju un izraisa krāsu izmaiņas  $\Delta RGB(t)$ , un  $N_0$  ir reaģenta daudzums, proti, potenciālo centru kopējais skaits, kur ir iespējama krāsu izmaiņa.

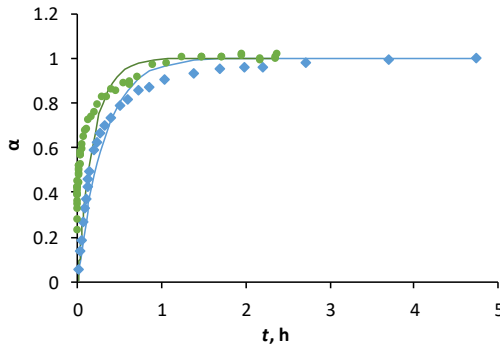
Tika pieņemts, ka gadījumā, ja  $\Delta RGB(t) \rightarrow \Delta RGB_{max}$ , visas potenciālās aktivatoru daļiņas piedalās reakcijā un  $N(t) \rightarrow N_0$ . Tāpēc parametru  $\alpha$  var aprakstīt ar (8) vienādojumu

$$\alpha = 1 - \exp(-k_1 t). \quad (8)$$

Parametrs  $\alpha$  kā reakcijas laika  $t$  funkcija ir parādīts 3.8. attēlā. Redzams, ka vienādojums (8) neapraksta sakarību  $\alpha(t)$  pilnībā. Lai iegūtu precīzāku eksperimentālo datu aprakstu, piemērotāks ir šāds vienādojums

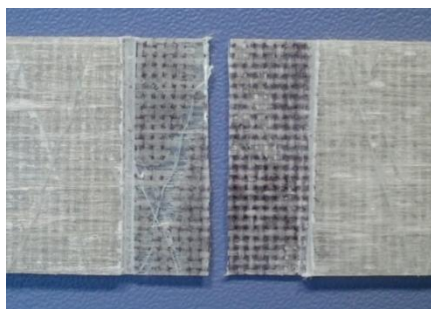
$$\alpha = 1 - \exp(-k_1 t^n), \quad (9)$$

kur  $n$  vērtība tiek noteikta empīriski [14].



**3.8. att. Frakcionētā konversija atkarībā no reakcijas laika  $t$  pēc kvazistatiskiem stiepes eksperimentiem ar paraugu sabrukšanu ( $\blacklozenge$ ) un kvazistatiskiem spiedes eksperimentiem bez paraugu sabrukšanas ( $\bullet$ ). Eksperimentālie punkti ( $\blacklozenge, \bullet$ ) un aproksimācijas ar (8) vienādojumu (—).**

Lai praktiski izmantotu BVIS, ir jānosaka laiks, kad vizuālā reakcija pieliktās slodzes ietekmē sasniedz maksimālo vērtību. Tāpēc kinētiskais vienādojums (8) ir piemērots, lai aprakstītu krāsas izmaiņas, kad  $\alpha$  ir tuvu 1. Pēc sakarības  $\alpha(t)$  aproksimācijas pēc kvazistatiskās stiepes testiem līdz parauga sabrukšanai un kvazistatiskās spiedes testiem bez sabrukšanas tika noteikts, ka reakcijas ātruma konstantes ir attiecīgi  $k_1 = 2.72$  un  $5.47$ . Attēlā 3.8 var redzēt, ka parametrs  $\alpha$  sasniedza piesātinājumu, proti, maksimālā vizuālā reakcija novērota pēc 1.5 st. pēc spiedes testa un pēc 3.5 st. pēc testiem stiepē. Tāda atšķirība parametra  $\alpha$  vērtībā varētu būt izskaidrojama ar to, ka spiedes vietā mikrokapsulu koncentrācija nemainās. Savukārt pēc stiepes un paraugu sabrukšanas samazinājās mikrokapsulu un aktivatoru daļiņu koncentrācija BVIS laukuma vienībā. Paraugs pēc kvazistatiskas stiepes eksperimenta, kad paraugs ir sabojāts, ir parādīts 3.9. attēlā. Kā redzams, abās parauga daļās ir palikušas mikrokapsulu un aktivatoru daļiņas.



**3.9. att. Paraugs ar integrēto BVIS pēc sabrukšanas stiepes.**

### **3.3 3. nodaļas galvenie rezultāti**

- Tika izstrādāts un prezentēts kompozītmateriāla modelis ar diviem pielietojumiem: a) BVIS kā iekšējais slānis, kas integrēts kompozītā, b) BVIS kā atsevišķs slānis, kas tika novietots uz esošās konstrukcijas vai elementa virsmas.
- BVIS kā atsevišķs slānis tika izgatavots preprega veidā. Tika noteikti tā ekspluatācijas parametri: auduma veids, uzglabāšanas laiks un nosacījumi, kā arī iespēja noņemt BVIS pēc pielietojuma.
- Izmantojot BVIS uz dažādām virsmām, tika novērtēta vizuālā reakcija pēc pieliktās slodzes. Vizuālā reakcija ir atkarīga no izmantojamās virsmas - uz stingrākas virsmas ir novērota intensīvāka vizuālā reakcija. Pie konstantas enerģijas dažāda izmēra lodītes izraisīja vienādu vizuālo reakciju pēc laukuma. Palielinot enerģiju, palielinājās indentācijas laukums un palielinājās vizuālās reakcijas vidējais spilgtums.
- Priekš BVIS kā iekšējam slānim tika noteikta korelācija starp vizuālās reakcijas sliekšni un epoksīdsveķu aizsargslāņa biezumu.
- Tika novērtēta integrētā BVIS ietekme uz kompozītmateriāla mehāniskām īpašībām. Noteikts, ka BVIS, kas integrēts kompozītmateriālā, divreiz samazina starpslāņu bīdes stiprību.
- Tika nomērīta krāsu izmaiņas kinētika slodzes pielikšanas vietā pie istabas temperatūras. Maksimālā vizuālā reakcija bija sasniegta pēc 2-3 st., atkarībā no slodzes pielikšanas veida – kvazistatiskās spiedes testā bez parauga sabrukšanas un kvazistatiskās stiepes testā līdz parauga sabrukšanai.
- Krāsu izmaiņas kinētika pēc bojājuma tika aprakstīta ar pirmās kārtas reakcijas diferenciālvienādojumu. Iegūtās reakcijas ātruma konstantes vērtības ļauj prognozēt reakcijas gaitu istabas temperatūras apstākļos.

## **Galvenie secinājumi**

**Tika izstrādāta un pārbaudīta bojājumu vizuālās indikācijas sistēma polimēru kompozītmateriāliem.**

## Darba ietvarā **izpildīti visi plānotie uzdevumi.**

Tika izstrādās un izpētītas BVIS mikrokapsulas. Izmantojot eksperimentālas un analītiskās modeles tika noteiktas to fizikālas un mehāniskās īpašības. Izmantojot *in situ* polimerizācijas procesu, izgatavotas mikrokapsulas ar poliuretāna un melamīna-formaldehīda čaulām. Mainot sintēzes parametrus un ķīmisko komponentu daudzumu, tika iegūtas mikrokapsulas ar dažādiem izmēriem un čaulas biežumiem. Laboratorijā sintezētas mikrokapsulas salīdzinātas ar komerciāli pieejamām industriālām mikrokapsulām izmantojot skenējošā elektroniskā mikroskopa attēlus. Analizējot attēlus un salīdzinot trīs veidu mikrokapsulas pēc tādiem parametriem, kā virsmas gludums, sfēriskā forma un neliela izmēra variācija, lielā materiāla klātbūtne, tālākam darbam tika izvēlētas industriālās mikrokapsulas. Mikrokapsulu izmēra analīzei tika izmantota dinamiskas gaismas izkliedes metodi, kā arī optiskais un skenējošais elektroniskais mikroskops. Mikrokapsulas mēdz aglomerēties, tāpēc pirms mērīšanas ir nepieciešama papildu disperģēšana ar ultraskaņu. Attēlu apstrāde ImageJ manuālajā režīmā ļāva iegūt visprecīzākos rezultātus. Čaulas biežums tika noteikt izmantojot manuāli bojāto mikrokapsulu SEM attēlus. Neskatoties uz mikrokapsulu stabilitāti līdz +350 °C, kas noteikta ar termogravimetrisko analīzi, stabila vizuālā reakcija uz pielietoto slodzi tika novērota diapazonā no -20 līdz +150 °C.

Izmantojot nanoindentēšanas metodi ar atomspēka mikroskopu tika noteiktas individuālas mikrokapsulas mehāniskās īpašības. Pielietojot Reisnera vienādojumu mazām sfērām noteikts mikrokapsulas elastības modulis. Šī vērtība ļabi korelēja ar efektīvā elastības moduļa rezultātiem, kas iegūti izmantojot dažādus analītiskos modeļus no kompozītmateriālu mehānikas (Reusa un Voigta modeļus, Hašinu-Štrikmanu, Counto, u.c.) ,un kas tiek izmantoti sfērisko pildvielu saspiešanas aprakstam polimēra matricā. Tomēr elastības moduļa vērtības, kas iegūtas, mērot tikai čaulas materiālu tiešā veidā, nevar būt salīdzināts ar iepriekšējiem rezultātiem, jo tieši ražošanas metode lielā mērā ietekmēja materiāla īpašības.

Tika izstrādāta un optimizēta izgatavošanas tehnoloģija BVIS kā iekšējam un kā ārējam slānim. Tika pārbaudīts, vai BVIS ražošanā ir iespējams izmantot divas krāsvielu kombinācijas: mikrokapsulas ar leiko krāsvielu, kas sajauktas ar krāsas attīstītāju mikrokapsulās vai kā mikrodalīņas. Bojājuma vizuālās reakcijas kvantitatīvai novērtēšanai tika salīdzinātas un izmantotas divas metodes. Attēlu datu analīze pēc Adobe® Photoshop® un Mathcad® programmatūrās izveidotiem algoritmiem. Kontrolējot auduma blīvumu pēc impregnēšanas ar mikrokapsulām, tika izstrādāta optimālā impregnēšanas procedūra. Lai padarītu BVIS vieglāku un samazinātu ražošanas izmaksas, mikrokapsulu daudzumu var samazināt divas reizes, salīdzinot ar nominālo suspensijas koncentrāciju. Mikrokapsulu fiksāciju uz auduma nodrošināja pievienotais epoksīda modificēts poliuretāna-akrila polimērs, kas tika polimerizēts ar dzīvsudraba-kvarca lampu ar parametriem 280-320 nm un 10.5 W/m<sup>2</sup> un apstarošanas laiku vismaz 15 minūtes.



Tika noteikts ka BVIS kā atsevišķs slānis pēc pielietojuma var tikt noņemts no pētāmās virsmas, nesabojājot to, un aizvietots ar jaunu. Noteiktais atraušanas spēks BVIS prepregam no stikla šķiedru auduma bija 2-3 reizes lielāks (200-300 N/m) nekā prepregam no neilona auduma (100 N/m), bet vismaz divreizi mazāks par spēkiem, kas nepieciešams lai noņemtu palīg slāņus, ko izmanto armēto kompozītu ražošanas procesā.

BVIS kompozītmateriālā struktūrā ļauj indicēt bojājumus, kas izraisīti spiedes vai bīdes rezultātā. Tika izpētīta krāsu izmaiņas kinētika slodzes pielikšanas vietā. Vizuālā reakcijā tika novērota uzreiz pēc slodzes pielikšanas (ātrāk kā 1 sek.) un sasniedza savu maksimumu 2-3 stundu laikā. Krāsu izmaiņas kinētika pēc bojājuma tika aprakstīta ar pirmās kārtas reakcijas diferenciālvienādojumu. Iegūtās reakcijas ātruma konstantes vērtības ļauj prognozēt reakcijas gaitu istabas temperatūras apstākļos.

BVIS integrētais kompozītmateriālā divreiz samazina starpslāņu bīdes stiprību. Šāds ievērojams nesošas konstrukcijas stiprības samazinājums ir jākompensē, piemēram, pievienojot oglekļa nanocaurules vai citas nanodaļiņas. Tomēr, daudzos gadījumos, ātrā nesagraujošās testēšanas metode var būt svarīgāka nekā materiāla sākotnēji zināmās stiprības samazinājums.

**Darba zinātniskā novitāte** definēta sekojoši:

- BVIS koncepts pirmoreiz tika pielietots strukturālajiem kompozītmateriāliem un tika prezentēts divos veidos: kā ārējais un iekšējais slānis.
- BVIS tika izpētīts no mikro līdz makro līmenim un tika izstrādātas izgatavošanas tehnoloģijas BVIS gan kā iekšējam, gan ārējam slānim.
- BVIS kā ārējam slānim tika notestēta iespēja tikt pielīmētam pie virsmas un noņemtam no tās pēc izmantošanas.
- BVIS kā iekšējam slānim tika notestēta ietekme uz kompozīta mehāniskajām īpašībām, kad BVIS ir integrēts kompozītmateriālā.
- Tika noteikta krāsu izmaiņas kinētika pēc pieliktās slodzes, uzglabāšanas temperatūras ietekme un BVIS ilgizturība.

Rezultātu **praktiskajam pielietojumam**, tika izstrādāts un prezentēts modeļa kompozīts ar integrētu BVIS ar diviem pielietojumiem: a) BVIS kā atsevišķs slānis, kas var būt izvietots uz esošas konstrukcijas virsmas vai elementa, b) BVIS, kas integrēts kompozītmateriālā ar vakuuma maisa metodi.

Piedāvātās **BVIS** Tehnoloģiju gatavības līmenis atbilst **TRL 4** – “*Technology validated in lab*” [15]. Visi eksperimentu laikā iegūtie dati un zināšanas var tikt pielietoti **turpmākajā darbā šādiem mērķiem**:

- Izmantot eksperimentu laikā iegūtos datus kompozītmateriālu struktūras ar integrēto BVIS modelēšanā.
- Izstrādāt un notestēt kompozītmateriālu ar integrēto BVIS un nanodaļiņām saistvielā, tādejādi kompensējot zudumus mehāniskajās īpašībās.

Šī pētījuma nozīmīgais rezultāts ir tāds, ka **BVIS var uzlabot ekspluatācijas drošību un vienkāršot polimēru kompozītu strukturālo nesagraujošās testēšanas metodes procesu konstrukcijās**. Piedāvāto BVIS konceptu var

pielietot kā vienu no nesagraujošās testēšanas metodēm, bet to var arī attiecināt uz plašāku jēdzienu - tehniskās uzraudzības procesu. BVIS norāda uz esošo problēmu, bet, pielietojot citas nesagraujošās testēšanas metodes, var veikt problēmas detalizāciju. Piedāvātais bojājumu vizuālās indikācijas sistēmas koncepts ar stikla šķiedrām armētiem polimēru materiāliem ļaus samazināt pārbaudes laiku, vienkāršos pārbaudi, jo netiks izmantotas speciālas iekārtas, un veicinās kompozītmateriālu drošu ekspluatāciju dažādos pielietojumos. Tiek nodrošināta iespēja savlaicīgi veikt atjaunošanu vai nomaiņu. Bet kopumā BVIS kā ārējais slānis var veikt sensora funkciju, fiksējot pielikto slodzi jebkuram objektam, un BVIS koncepts nav limitēts tikai ar kompozītmateriālu struktūrām.

## **Aizstāvamās tēzes**

1. Mikrokapsulu efektīvais elastības modulis var tikt noteikts izmantojot Reusa un Voigta analītiskus modeļus gadījumā kad starp mikrokapsulām un matricu ir laba saikne.
2. Tika nodemonstrēta izstrādātās bojājumu vizuālas indikācijas sistēmas efektivitāte polimēru kompozītu struktūrām. BVIS kā atsevišķs slānis var tikt izvietots uz esošas konstrukcijas virsmas un noņemts pēc izmantošanas, nesabojājot struktūras integritāti. BVIS kā iekšējais slānis ļauj indicēt kompozītmateriāla struktūras bojājumus, kas izraisīti spiedes vai bīdes rezultātā.
3. Tika parādīta BVIS vizuālas indikācijas efektivitāte. Vizuāla reakcija uz pielikto slodzi ir novērojama pēc dažām sekundēm neatkarīgi no parauga temperatūras diapazonā  $-20$  to  $+150$  °C. Krāsu izmaiņas kinētika pēc bojājuma var tikt aprakstīta ar pirmās kārtas reakcijas diferenciālvienādojumu. Pēc iegūtām reakcijas ātruma konstantes vērtībām ir iespējams prognozēt reakcijas gaitu istabas temperatūras apstākļos.

## Izmantotā literatūra

1. Sun, X.C. and S.R. Hallett, *Barely visible impact damage in scaled composite laminates: Experiments and numerical simulations*. International Journal of Impact Engineering, 2017. **109**: p. 178-195.
2. Zheng, X., Wang, Q., Li, Y., Luan, J., & Wang, N., *Microcapsule-Based Visualization Smart Sensors for Damage Detection: Principles and Applications*. Advanced Materials Technologies, 2019. **1900832**.
3. *Chemical Based Microencapsulation Technologies*. Microencapsulation innovations (available - <http://www.microencapsulationinnovations.com>).
4. *Microcapsules for a range of different applications and industries*. Koehler Innovative Solutions (available - <https://www.koehlerinnovative.com>).
5. Kucerova, J., et al., *PEGylation of magnetic poly(glycidyl methacrylate) microparticles for microfluidic bioassays*. Materials Science and Engineering: C, 2014. **40**: p. 308-315.
6. Keller, M.W. and N.R. Sottos, *Mechanical Properties of Microcapsules Used in a Self-Healing Polymer*. Experimental Mechanics, 2006. **46**(6): p. 725-733.
7. Fery, A. and R. Weinkamer, *Mechanical properties of micro- and nanocapsules: Single-capsule measurements*. Polymer, 2007. **48**(25): p. 7221-7235.
8. Bourkas, G., et al., *Estimation of Elastic Moduli of Particulate Composites by New Models and Comparison with Moduli Measured by Tension, Dynamic, and Ultrasonic Tests*. Advances in Materials Science and Engineering, 2010. **2010**: p. 1-13.
9. ADOBE® PHOTOSHOP. *Help and tutorials*.
10. Vidinejevs, S., et al., *Smart polymeric coatings for damage visualization in substrate materials*. Journal of Intelligent Material Systems and Structures, 2012. **23**: p. 1371-1377.
11. Vidinejevs, S., et al., *Development of a composite with an inherent function of visualization of a mechanical action*. Mechanics of Composite Materials, 2013. **49**(1): p. 77-84.
12. Buchmann, C., et al., *Analysis of the removal of peel ply from CFRP surfaces*. Composites Part B, 2016. **89**: p. 352-361.
13. Kanerva, M. and O. Saarela, *The peel ply surface treatment for adhesive bonding of composites: A review*. International Journal of Adhesion and Adhesives, 2013. **43**: p. 60-69.
14. Braun, M., D. Dollimore, and A. Halway, *Reactions of Solid Bodies*. Mir, 1983.
15. *Technology readiness levels*. HORIZON 2020, Work Programme 2018-2020 (available - [https://ec.europa.eu/research/participants/data/ref/h2020/other/wp/2018-2020/annexes/h2020-wp1820-annex-ga\\_en.pdf](https://ec.europa.eu/research/participants/data/ref/h2020/other/wp/2018-2020/annexes/h2020-wp1820-annex-ga_en.pdf)).