

文章编号:1001-4888(2018)03-0343-09

# 基于数字图像相关方法的 $\text{TiO}_2/\text{PI}$ 纳米杂化薄膜低温力学性能研究<sup>\*</sup>

王浩<sup>1</sup>, 孙翠茹<sup>1,2</sup>, 张晓川<sup>3</sup>, 陈金龙<sup>1,2</sup>

(1. 天津大学 机械工程学院力学系, 天津 300350; 2. 天津市现代工程力学重点实验室, 天津 300350;

3. 天津商业大学 机械工程学院, 天津 300134)

**摘要:** 开展基于数字图像相关方法的材料低温变形测试技术的应用性研究, 对材料低温力学性能的研究工作具有重要意义。本文首先将数字图像相关方法与低温拉伸系统相结合, 建立了一套适用于测量低温环境下薄膜材料全场变形的测试系统。利用该系统测量了纯铜薄膜在  $-100^{\circ}\text{C} \sim 20^{\circ}\text{C}$  范围内的热变形, 实验结果与文献数据吻合良好, 验证了该系统具有较高可靠性与准确性。其次, 利用该系统对不同  $\text{TiO}_2$  含量的二氧化钛/聚酰亚胺( $\text{TiO}_2/\text{PI}$ )纳米杂化薄膜进行低温( $-60^{\circ}\text{C} \sim 18^{\circ}\text{C}$ )单轴拉伸实验, 获得了不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  纳米杂化薄膜低温应力—应变曲线、弹性模量及泊松比, 结果表明: 不同含量的  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜随温度降低, 其应力—应变曲线线性趋势加强, 弹性模量均有不同程度的提高, 随着  $\text{TiO}_2$  纳米颗粒的引入和含量的增加,  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜弹性模量也有明显提高; 而  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜泊松比随温度的下降和  $\text{TiO}_2$  颗粒的引入, 均有不同程度的降低, 但纯 PI 薄膜泊松比的降低随温度的下降并不显著。

**关键词:** 数字图像相关方法; 低温; 薄膜; 变形测量; 力学性能

**中图分类号:** O348.2      **文献标识码:** A      **DOI:** 10.7520/1001-4888-17-064

## 0 引言

随着微电子和微机械系统的快速发展, 聚酰亚胺及其纳米杂化薄膜材料凭借其优良介电性能、热稳定性、耐辐射性能等优点, 被广泛应用于低温超导工程及航空航天工程领域<sup>[1-3]</sup>。聚酰亚胺及其纳米杂化薄膜作为航天器热控系统外露热控涂层的主要基体材料, 直接暴露于航天器表面, 受到低温空间环境综合作用的威胁, 其力学性能可能会发生退化甚至失效<sup>[4]</sup>。低温超导磁体广泛应用聚酰亚胺及其改性薄膜进行匝间绝缘, 由温度降低引起的热应力和热变形易造成绝缘薄膜龟裂、剥落, 最终导致超导磁体整体失超<sup>[3]</sup>。上述低温工程中恶劣的低温服役环境对聚酰亚胺及其改性薄膜材料的低温力学性能有着更高的要求, 因此, 准确测量聚酰亚胺薄膜材料低温变形并明确其低温力学性能, 对低温结构的设计和防护具有重要意义。

材料低温变形传统测量方法有电测法和光测法<sup>[5,6]</sup>。电测法中应变片法和引伸计法等接触测量方法对试件尺寸有一定要求, 且所粘贴应变片或引伸计不能对试样原有力学行为产生较大影响, 显然不适用于测量薄膜材料变形。而基于干涉原理的移相干涉法、电子散斑干涉法等光测法以其光学非接触测量等优点, 可实现对薄膜材料的全场变形测量。Lee 等<sup>[7]</sup>采用移相干涉法测量了高温环境下金属氧化

\* 收稿日期: 2017-03-17; 修回日期: 2017-05-05

基金项目: 国家自然科学基金(11472187, 11602166); 国家重点基础研究发展计划(2014CB046805); 天津市自然科学基金(16JCYBJC40500)资助

通讯作者: 孙翠茹(1978—), 女, 博士, 副教授。主要研究领域: 光测实验力学、生物力学。Email: carry\_sun@tju.edu.cn

物薄膜的表面热变形及热膨胀系数。Dudescu 等<sup>[8]</sup>利用电子散斑干涉法测量了各向异性碳纤维层合板热膨胀系数。在聚酰亚胺及其纳米杂化薄膜低温力学性能研究方面,王正道等<sup>[9]</sup>通过图像采集系统记录低温单轴拉伸状态下预制于  $\text{SiO}_2/\text{PI}$  纳米杂化薄膜试样两端平行标线的标距变化,获得了该种薄膜低温下变形及力学性能。但上述光学测量方法仍有对实验环境要求苛刻如隔振、光路复杂等局限,不利于与低温系统结合。

数字图像相关(Digital Image Correlation, DIC)方法具有非接触、全场测量、对测量环境要求低等突出优点<sup>[10-12]</sup>,在薄膜等柔软材料于高低温环境下变形测量研究中具有巨大优势<sup>[13]</sup>。潘兵等<sup>[14]</sup>将数字图像相关法应用于测量高温环境下聚酰亚胺薄膜表面变形和热膨胀系数。然而,目前关于 DIC 方法测量薄膜材料变形行为的研究主要集中在室温及高温领域,低温领域少有文献报道,因此,有必要开展基于 DIC 方法的薄膜材料低温变形测试技术的应用性研究。

本文首先建立了适用于低温环境的 DIC 光学测试系统,将 DIC 方法应用于薄膜低温全场变形测量,并验证了该系统具有较高可靠性和准确性;其次,利用该系统对不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  纳米杂化薄膜在  $-60^\circ\text{C}$  至  $18^\circ\text{C}$  范围内进行单轴拉伸实验,获得了相应含量的该种薄膜低温应力—应变曲线、弹性模量及泊松比。

## 1 低温变形测量系统及其可靠性

### 1.1 低温变形测量系统

低温变形测量系统如图 1 所示,包括低温拉伸系统和数字图像相关光学测量系统。低温拉伸系统采用 Linkam TST350 张力冷热台,包括冷热台、拉伸系统、温控系统。冷热台为气密腔室,内设温度传感器和银台,银台两侧设置原位拉伸系统。温度控制方式为高温段由电阻丝加热银台,低温段从液氮瓶抽取液氮通过银台制冷,温度控制精度为  $0.1^\circ\text{C}$ 。温度场主要通过银台施加至薄膜试样,其次通过保温使低温下的冷热台内环境气体接近银台温度。冷热台上方设置光学石英玻璃窗,光学石英玻璃可避免由于采用普通玻璃的厚度变化和折射率变化所引起的位移测量误差<sup>[15]</sup>,从而减小成像畸变。DIC 光学测量系统中,图像采集设备为 Point Gray 工业 CCD(型号 GrasAS-50S5M-C),镜头为 Computer f/2.8-50mm 和 Schneider Xenoplan 1 : 1。降温达到预定温度,保温 3min 使试样受热均匀,然后由 CCD 采集试样表面散斑图像。设备降温前通过氮气将冷热台气密腔体内常温空气排出,同时,实验全程利用氮气吹扫窥视窗表面防止空气中水蒸气冷凝于窥视窗。

### 1.2 可靠性验证

本节通过测量纯铜薄膜于不同温度下的全场热变形,验证低温变形测量系统的可靠性及准确性。实验过程为:首先,将喷涂过人工散斑的铜薄膜试样水平无约束放置于冷热台的银台上,并确保试样与银台良好接触。光源均匀照明被测试样表面,调节 CCD 镜头的焦距和光圈使被测试样表面清晰成像。然后,将试样表面的初始温度降低至稍低于室温,采集该温度下的数字图像作为初始参考图像,温度以一定梯度逐渐降低至各目标温度。最后,在达到各目标温度且稳定 3min 后,记录相应温度下的被测试样表面的数字图像。

铜薄膜几何尺寸为  $20\text{mm} \times 15\text{mm} \times 0.05\text{mm}$ ,图 2 所示为铜薄膜温度  $-100^\circ\text{C}$  时拍摄的散斑图像(实际尺寸约为  $7.29\text{mm} \times 7.29\text{mm}$ )。以铜薄膜试样 1 为例,清晰成像时图像放大率为  $22.19\mu\text{m}/\text{pixel}$ ,以起始温度图像为参考图像,计算区域尺寸  $328\text{pixels} \times 328\text{pixels}$ ,图像子区大小  $41\text{pixels} \times 41\text{pixels}$ ,步长 5pixels,分析其余目标温度图像。图 3 为铜薄膜温度为  $-100^\circ\text{C}$  时,通过图像相关计算所得消除刚体平移及刚体转动后<sup>[14]</sup>的位移场,从中可以看出铜薄膜由于温度降低产生均匀收缩变形,因此可对热变形场进行平均拟合以计算平均热应变,得 X 和 Y 方向的热应变分别为  $-1857\mu\epsilon$  和  $-1961\mu\epsilon$ 。通过图 4 可以看出三组实验目标温度热应变与热性能研究中心手册(Thermal Properties Research Center USA, TPRC)<sup>[16]</sup>给出的应变数据具有较高一致性,三组实验平均应变测量最大相对误差为 7.8%,故该系统可以用于薄膜材料低温变形测量。

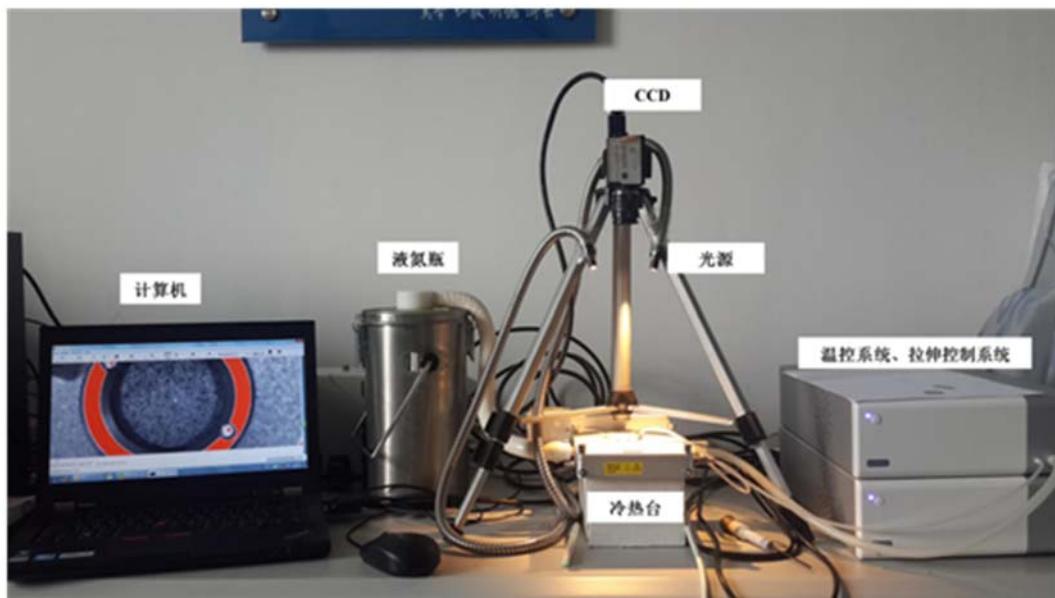
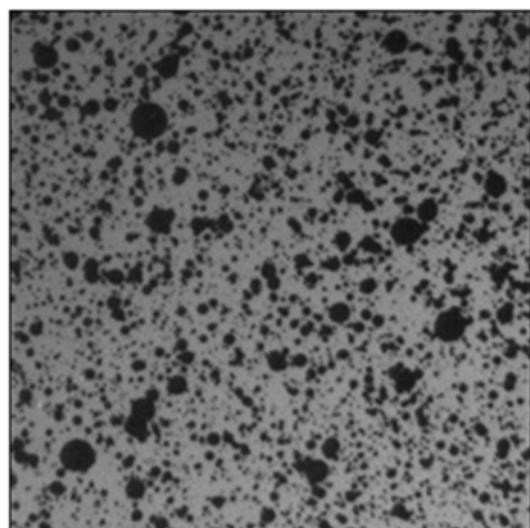
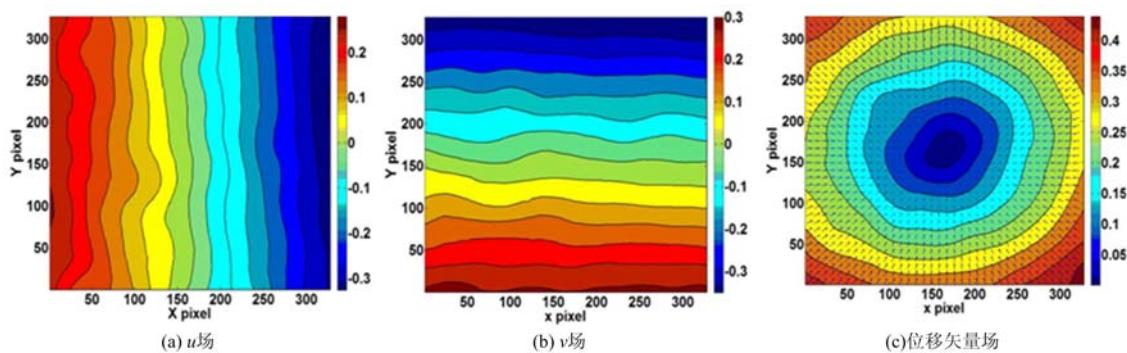


图 1 实验装置图

Fig. 1 Actual experimental set-up

图 2 铜薄膜温度为  $-100^{\circ}\text{C}$  时的散斑图像Fig. 2 Speckle image of pure copper at  $-100^{\circ}\text{C}$ 图 3 铜薄膜温度为  $-100^{\circ}\text{C}$  时的位移场及位移矢量场Fig. 3 Displacement field and displacement vector field of pure copper at  $-100^{\circ}\text{C}$

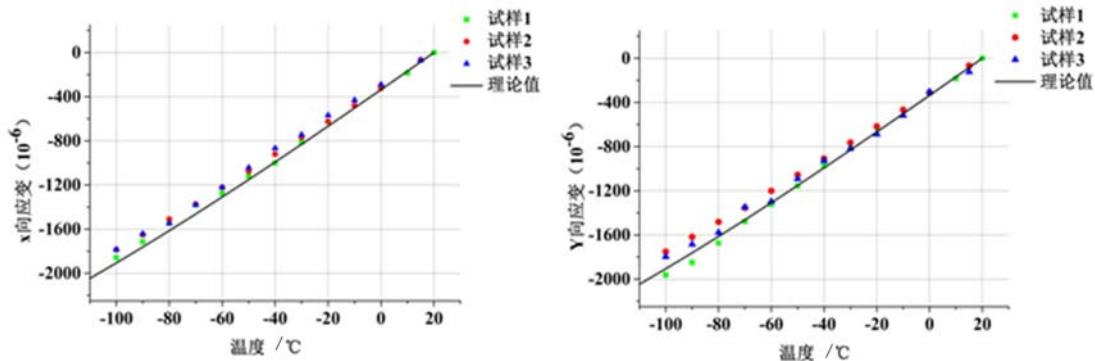


图4 铜薄膜在 $-100^{\circ}\text{C} \sim 20^{\circ}\text{C}$ 范围内X、Y向热应变与TPRC数据对比图

Fig. 4 Thermal strain of copper samples in X and Y direction and comparing with TPRC data in the temperature of  $-100^{\circ}\text{C} \sim 20^{\circ}\text{C}$

## 2 $\text{TiO}_2/\text{PI}$ 薄膜低温力学性能研究

### 2.1 低温薄膜单轴拉伸实验

测试试样 $\text{TiO}_2/\text{PI}$ 纳米杂化薄膜由哑铃型刀具切割成哑铃型标准试样,厚度由电动厚度测定仪测量,并在试样表面喷涂白色散斑。冷热台内银台两侧设置有微拉伸实验系统(最大载荷20N),由于薄膜尺寸较小且表面光滑,夹持易出现滑脱和损伤试件端部,因此采用在试样端部粘结柔软医用纱布后旋紧夹头的夹持方法。夹持时保证试样与银台充分接触,用鼠标在图像采集屏幕上画一条竖直线,使试样的成像边缘与竖直线保持平行,保证薄膜夹正。为评价喷漆在低温环境下对测试结果的影响,本文将同含量同厚度的喷涂白色散斑试样和不喷漆试样在相同实验环境( $-60^{\circ}\text{C}$ )和实验参数下进行连续拉伸,通过对比喷漆和不喷漆试样典型应力—应变曲线,评价低温环境下薄膜试样喷漆对试样力学性能产生的影响。然后,本文采用逐级加载的方式获得不同含量 $\text{TiO}_2/\text{PI}$ 纳米杂化薄膜于低温下的应力—应变曲线,其实验过程为:将试样夹持并施加微小预应力使试样紧绷并与银台完全接触,分别于室温( $18^{\circ}\text{C}$ )、 $0^{\circ}\text{C}$ 、 $-20^{\circ}\text{C}$ 、 $-40^{\circ}\text{C}$ 、 $-60^{\circ}\text{C}$ 以1N为增量逐级加载,在各级载荷下采集6张薄膜的数字图像,每种含量每一温度进行三组实验。

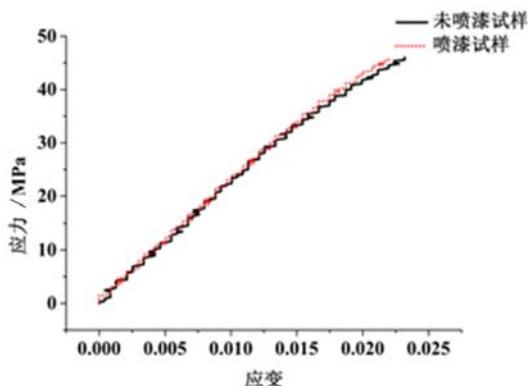


图5 喷漆试样与未喷漆试样典型拉伸曲线对比

Fig. 5 Comparison between typical tensile curves for the film samples with and without a speckle layer

试样变形,获得其应力—应变曲线。图6(a)为 $\text{TiO}_2$ 含量8%的 $\text{TiO}_2/\text{PI}$ 纳米杂化薄膜试样于 $-40^{\circ}\text{C}$ 、不同载荷下的散斑图像及计算区域,以微小预应力载荷下图像为初始图像,图像放大率为 $4.36\mu\text{m}/\text{pixel}$ ,计算区域尺寸为 $572\text{pixels} \times 642\text{pixels}$ ,图像子区大小为 $101\text{pixels} \times 101\text{pixels}$ ,步长为7pixels。图6(b)(c)为计算所得5N载荷下位移场及应变场。计算坐标以X轴水平向右为正,以Y轴向上为正,则 $u, v$ 场分布表明薄膜受到均匀拉伸,X向位移由左至右逐渐增大,中部位移接近0pixel;Y向位移由下

### 2.2 低温薄膜单轴拉伸实验结果与讨论

图5为相同含量相同厚度的喷漆和未喷漆试样于 $-60^{\circ}\text{C}$ 以 $8\mu\text{m}/\text{s}$ 的位移加载速度连续拉伸的典型应力—应变曲线,其应力为工程应力,应变为拉伸过程中试验机夹具位移除以夹具初始距离<sup>[13]</sup>。通过对比可以发现,低温下喷漆试样和未喷漆试样的应力—应变曲线几乎完全重合,故而可以认为低温下喷漆对该薄膜弹性段力学性能无影响。

本文选取 $\text{TiO}_2$ 含量为0%、8%、15%的 $\text{TiO}_2/\text{PI}$ 薄膜试样分别于室温( $18^{\circ}\text{C}$ )、 $0^{\circ}\text{C}$ 、 $-20^{\circ}\text{C}$ 、 $-40^{\circ}\text{C}$ 、 $-60^{\circ}\text{C}$ 以1N为增量逐级加载,通过数字图像相关方法计算得到不同载荷状态下

至上逐渐增大, 中部位移接近 0 pixel, 位移沿 Y 轴方向呈线性变化, 与原位拉伸实际情况相符, 同时应变场较为均匀且波动范围较小。

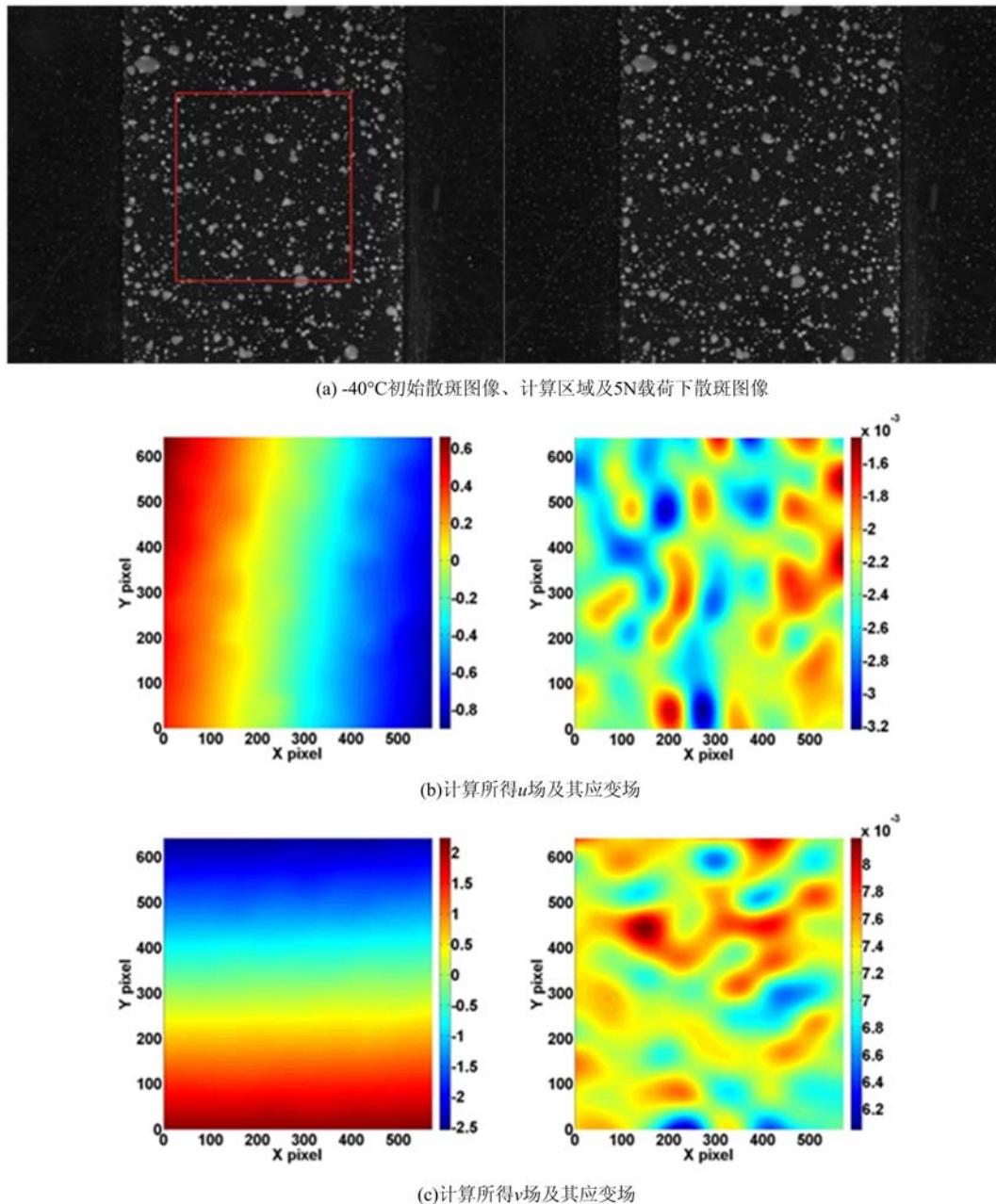
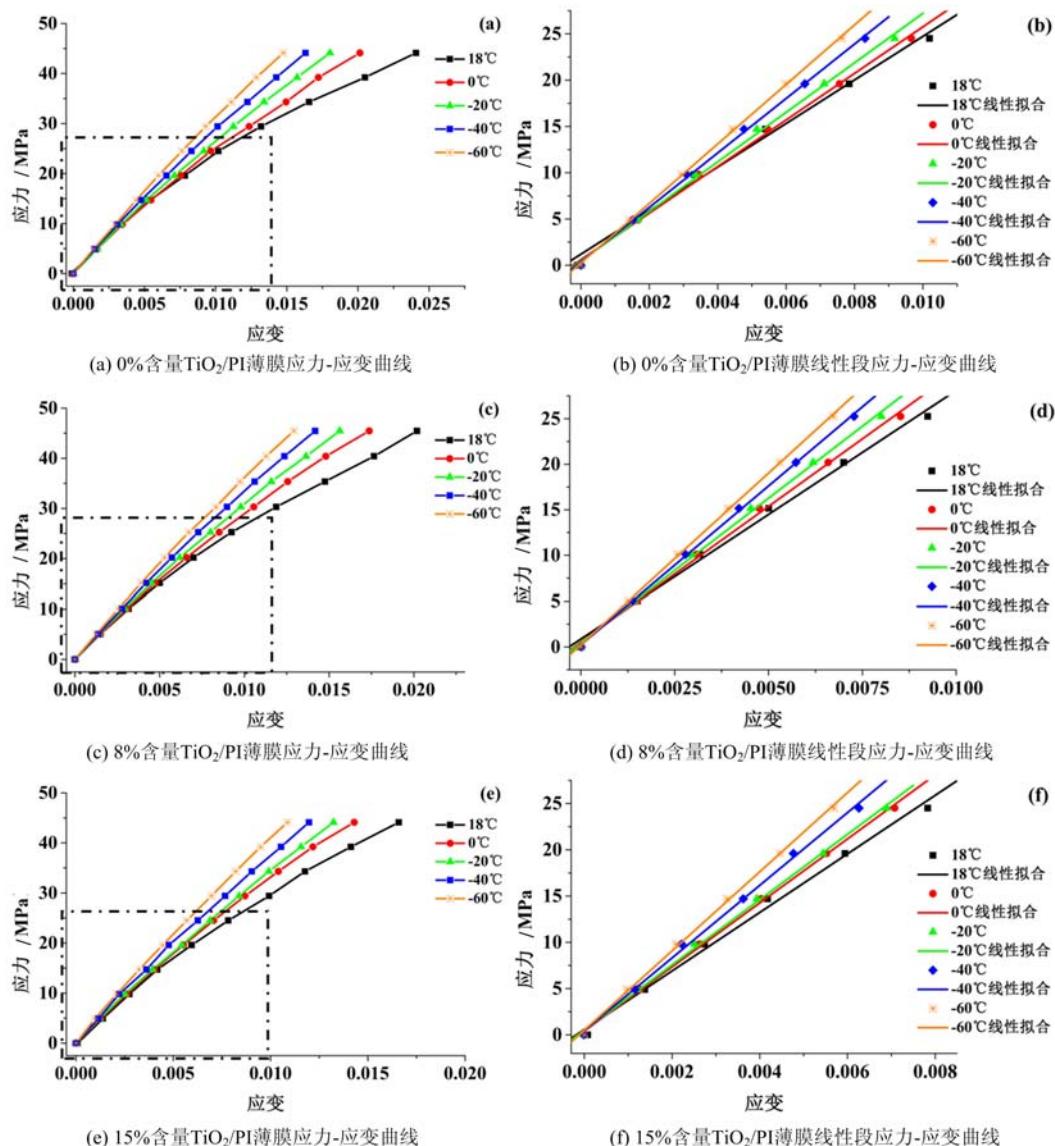


图 6  $-40^{\circ}\text{C}$  参考图像和 5N 载荷下散斑图像及其位移场和应变场

Fig. 6 The reference image with the calculation area and speckle image under 5N load at  $-40^{\circ}\text{C}$  and its displacement fields and strain fields

通过 DIC 方法计算得到各级载荷下计算区域应变的平均值, 结合拉伸载荷, 获得其应力—应变曲线及其横向应变—纵向应变曲线。图 7 为  $\text{TiO}_2$  含量 0%、8%、15% 的  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜于室温(18°C)、0°C、-20°C、-40°C、-60°C 拉伸获得的应力—应变曲线。应用最小二乘法对图 7(b)、(d)、(f) 中数据点进行拟合, 拟合的线性相关系数如表 1 所示, 可以发现三种含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜在不同温度下的应力—应变曲线均保持良好线性关系, 同时随温度降低, 线性趋势逐渐加强。

本文对不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜于各低温点逐级拉伸, 每种含量每一温度点进行三组实验。由最小二乘法线性回归拟合所得不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜弹性模量—温度曲线如图 8 所示, 从中可以发现不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  纳米杂化薄膜弹性模量随温度降低均有显著提高。从 18°C 降低至 -60°C, 纯 PI 弹性模

图 7 不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜不同温度下的应力—应变曲线Fig. 7 Stress-strain curves of  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  nanocomposite films with different  $\text{TiO}_2$  contents at low temperatures

量从 2.33GPa 增大至 3.30GPa, 增加了 41.58%; 8% 含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  弹性模量从 2.76GPa 增大至 3.72 GPa, 增加了 34.60%; 15% 含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  弹性模量从 3.19GPa 增大至 4.25GPa, 增加了 33.09%。综合图 7、图 8 可以发现: 随着  $\text{TiO}_2$  纳米颗粒的引入和含量的增加,  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  弹性模量明显提高; 随温度降低, 薄膜应力—应变曲线线性趋势加强, 弹性模量大幅增加。这是因为薄膜分子间范德华力随温度降低而增大, 使材料在相同载荷下的变形逐渐减小。

表 1 不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜不同温度下的应力—应变曲线线性拟合结果Tab. 1 Linear fit results of stress-strain curves of  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  nanocomposite films with different  $\text{TiO}_2$  contents at low temperatures

温度	图 7(b)	图 7(d)	图 7(f)
18°C	0.9920	0.9952	0.9939
0°C	0.9972	0.9975	0.9987
-20°C	0.9974	0.9982	0.9984
-40°C	0.9987	0.9994	0.9975
-60°C	0.9993	0.9995	0.9985

通过 DIC 方法计算所得的各级载荷(0~26 MPa)下横向应变及纵向应变, 获得其横向应变—纵向应变曲线, 拟合得被测试样泊松比。图 9 为 0%、8%、15% 含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜于室温(18°C)、0°C、-20°C、-40°C、-60°C 拉伸获得的横向应变—纵向应变曲线, 可以发现三种含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜在各低温环境下横向应变—纵向应变曲线均呈现较强线性关系。

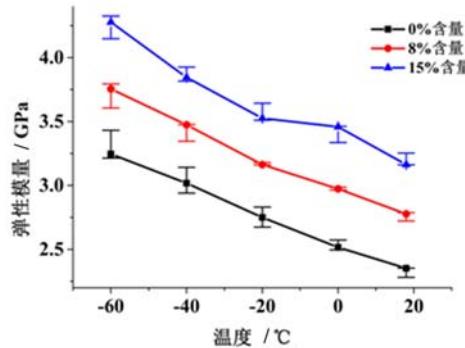
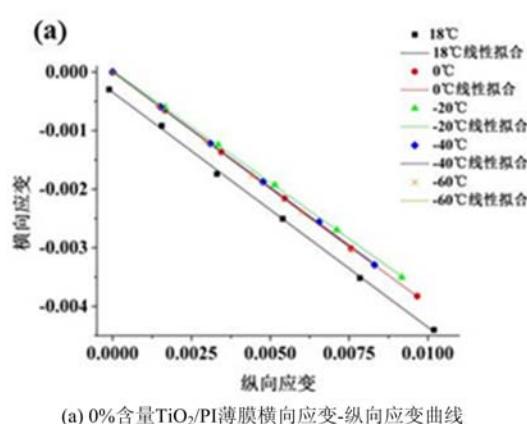
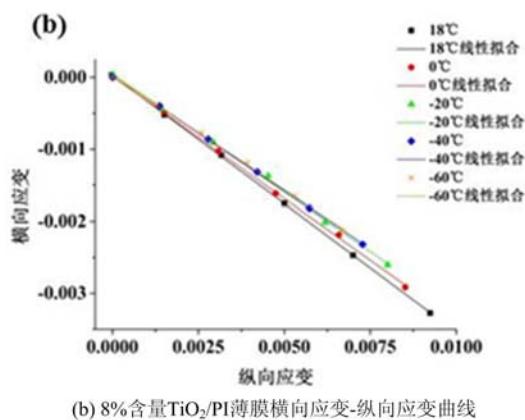


图 8 不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜的弹性模量—温度曲线

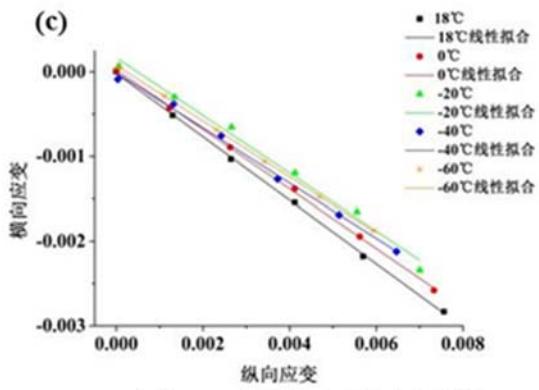
Fig. 8 Young's modulus-temperature curves of  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  nanocomposite films with different  $\text{TiO}_2$  contents



(a) 0%含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜横向应变-纵向应变曲线



(b) 8%含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜横向应变-纵向应变曲线



(c) 15%含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜横向应变-纵向应变曲线

图 9 不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜不同温度下横向应变—纵向应变曲线

Fig. 9 Transverse strain-longitudinal strain curves of different contents of composite films at low temperatures

对不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜不同温度下横向应变—纵向应变曲线进行最小二乘法线性拟合, 所得不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜泊松比—温度曲线如图 10 所示, 从中可以发现  $\text{TiO}_2$  纳米颗粒的引入使薄膜泊松比显著降低, 同时, 温度从 18°C 降低至 -60°C, 纯 PI 泊松比从 0.395 降低至 0.377, 降低了 4.56%; 8% 含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  泊松比从 0.366 降低至 0.319, 降低了 12.84%; 15% 含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  泊松比从 0.369 降低至 0.321, 降低了 13.09%。

综合图 9、图 10 可以发现: 随着  $\text{TiO}_2$  纳米颗粒的引入,  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  泊松比明显降低, 但随着  $\text{TiO}_2$  纳米颗粒的含量增加, 泊松比下降不显著, 说明泊松比降低对  $\text{TiO}_2$  含量增加不敏感; 随温度降低, 不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜泊松比均有降低, 但 0% 含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  泊松比降低并不显著, 8% 和 15% 含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  泊松比降低显著。

### 3 结论

本文将数字图像相关方法和低温拉伸系统结合, 建立了一套低温光学变形测量系统, 利用该系统测量了铜薄膜在 -100°C~20°C 范围的热变形, 实验结果与 TPRC 数据吻合较好, 充分证明了本文低温变形测量系统的可靠性和准确性。其次, 利用该系统对不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜于低温环境(-60°C~

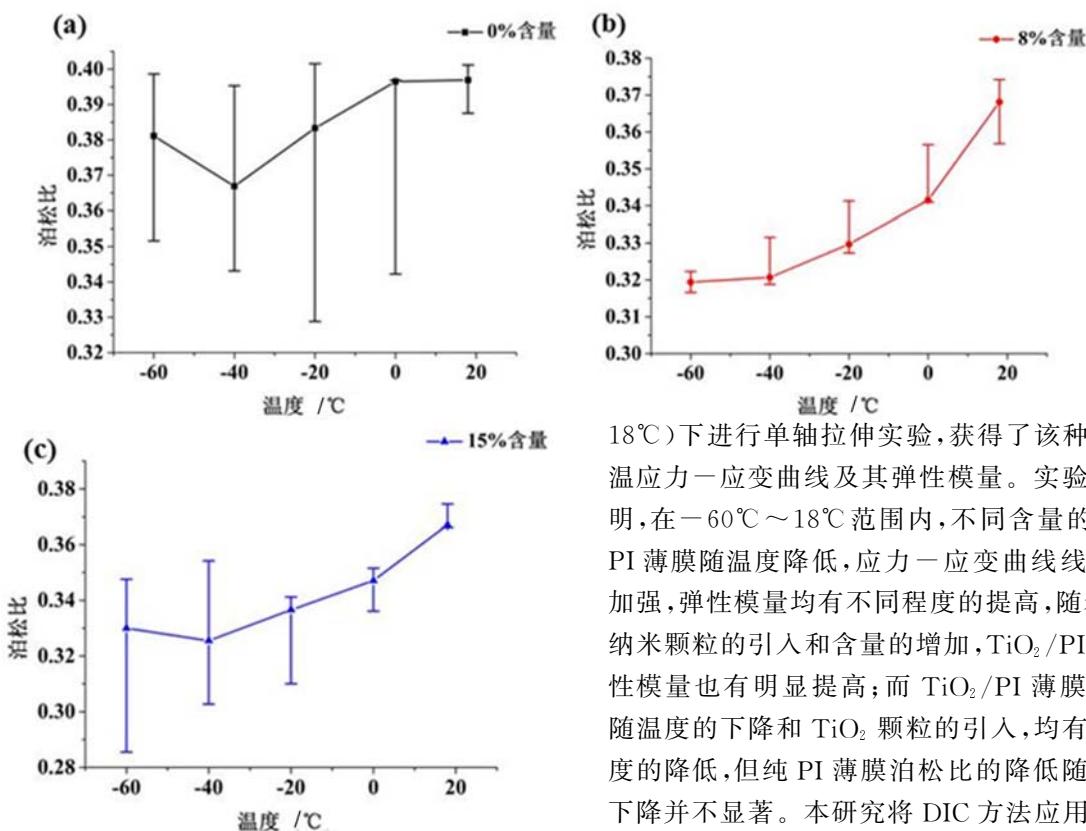
图 10 不同含量  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜泊松比—温度曲线

Fig. 10 Poisson's ratio-temperature curves of nanocomposite films with different  $\text{TiO}_2$  contents

18℃)下进行单轴拉伸实验,获得了该种薄膜低温应力—应变曲线及其弹性模量。实验结果表明,在-60℃~18℃范围内,不同含量的  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜随温度降低,应力—应变曲线线性趋势加强,弹性模量均有不同程度的提高,随着  $\text{TiO}_2$  纳米颗粒的引入和含量的增加,  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜弹性模量也有明显提高;而  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  薄膜泊松比随温度的下降和  $\text{TiO}_2$  颗粒的引入,均有不同程度的降低,但纯 PI 薄膜泊松比的降低随温度的下降并不显著。本研究将 DIC 方法应用于测定薄膜材料低温变形,对薄膜材料低温力学性能研究工作具有重要参考意义,为低温 DIC 测试技术的进一步研究和应用奠定了基础,具有较为广阔的应用前景。

## 参考文献:

- [1] Yamaoka H, Mityata K, Yano O. Cryogenic properties of engineering plastic films[J]. Cryogenics, 1995, 35(11): 787—789.
- [2] Horiuchi T, Ooi T. Cryogenic properties of composite materials[J]. Cryogenics, 1995, 35(11): 677—679.
- [3] 崔益民,潘婉江,武松涛.聚酰亚胺薄膜在大型低温超导磁体中的应用[J].绝缘材料,2002,35(5):15—17(CUI Yimin, PAN Wanjiang, WU Songtao. Polyimide film for large cryogenic superconducting magnet coils[J]. Insulating Materials, 2002, 35(5):15—17 (in Chinese))
- [4] 沈自才,牟永强,张帆.航天薄膜材料力学性能评价及误差分析研究[J].真空与低温,2014,20(5):263—266(SHEN Zicai, MOU Yongqiang, ZHANG Fan. Erroranalysisstudyonmechanical property evaluation of space thin film material[J]. Vacuum and Cryogenics, 2014, 20(5):263—266 (in Chinese))
- [5] Walsh R P, Reed R P. Thermal expansion measurements of resins (4K-300K)[M]. Advances in Cryogenic Engineering Materials. Springer US, 1994:1145—1151.
- [6] Gaskill R, Barrall E M. Calibration, precision and accuracy of a Dupont thermomechanical analyzer [J]. Thermochimica Acta, 1975, 12(1):102—104.
- [7] Lee C C, Tien C L, Sheu W S, et al. An apparatus for the measurement of internal stress and thermal expansion coefficient of metal oxide films[J]. Review of Scientific Instruments, 2001, 72(4):2128—2133.
- [8] Dutescu C, Naumann J, Stockmann M, et al. Characterisation of thermal expansion coefficient of anisotropic materials by electronic speckle pattern interferometry[J]. Strain, 2006, 42(3):197—205.
- [9] Wang Z D, Lu J J, Li Y, et al. Low temperature properties of PI/ $\text{SiO}_2$  nanocomposite films[J]. Materials Science and Engineering: B, 2005, 123(3):216—221.
- [10] Pan B. Recent progress in digital image correlation[J]. Experimental Mechanics, 2011, 51(7):1223—1235.

- [11] 张晓川, 王勇, 徐夺花, 等. 基于数字图像相关的转速测量方法[J]. 实验力学, 2016, 31(1):31–38 (ZHANG Xiaochuan, WANG Yong, XU Duohua, et al. On the rotation speed measurement method based on digital image correlation[J]. Journal of Experiment Mechanics, 2016, 31(1):31–38 (in Chinese))
- [12] Zhang X, Wang Y, Yang J, et al. Deformation analysis of ferrite/pearlite banded structure under uniaxial tension using digital image correlation[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2016, 85:24–28.
- [13] 张明志, 方菲, 张天禄, 等. 数字散斑相关法在聚偏氟乙烯压电薄膜力学性能测试中的应用[J]. 实验力学, 2006, 21(3):285–291 (ZHANG Mingzhi, FANG Fei, ZHANG Tianlu, et al. Application of digital speckle correlation method to study on mechanical behavior of poly piezoelectric film[J]. Journal of Experiment Mechanics, 2006, 21(3):285–291 (in Chinese))
- [14] Bing P, Huimin X, Tao H, et al. Measurement of coefficient of thermal expansion of films using digital image correlation method[J]. Polymer Testing, 2009, 28(1):75–83.
- [15] Lyons J S, Liu J, Sutton M A. High-temperature deformation measurements using digital-image correlation[J]. Experimental Mechanics, 1996, 36(1):64–70.
- [16] Touloukian Y S, Kirby R K, Taylor R E, et al. Thermophysical properties of matter—the TPRC data series. volume 12. thermal expansion metallic elements and alloys[R]. Thermophysical And Electronic Properties Information Analysis Center Lafayette In., 1975.

## Study of low temperature mechanical properties of $\text{TiO}_2/\text{PI}$ nano-hybrid thin film based on Digital Image Correlation method

WANG Hao<sup>1</sup>, SUN Cui-ru<sup>1, 2</sup>, ZHANG Xiao-chuan<sup>3</sup>, CHEN Jin-long<sup>1, 2</sup>

(1. Department of Mechanics, Tianjin University, Tianjin 300350, China; 2. Tianjin Key Laboratory of Modern Engineering Mechanics, Tianjin 300350, China; 3. School of Mechanical Engineering, Tianjin University of Commerce, Tianjin 300134, China)

**Abstract:** The development of application study of low temperature deformation measuring and testing technology based on digital image correlation (DIC) method is of great significance to the investigation on material mechanical properties at low temperature. In this paper, firstly, a measuring system suitable for thin film material full field deformation measurement at low temperature was established, by combining the digital image correlation method with the low temperature tensile system. Using this system, the thermal deformation of pure copper thin film was measured in a range of  $-100^\circ\text{C}$  to  $20^\circ\text{C}$ . Experimental results are in good agreement with the literature data, which validates the higher reliability and accuracy of this system. Secondly, by using the same system, uniaxial tensile experiment was carried out for  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  nano-hybrid thin film with different titanium dioxide/polyimide contents and within a temperature range of  $-60^\circ\text{C} \sim 18^\circ\text{C}$ , its stress-strain curve, elastic modulus and Poisson's ratio were obtained. Experimental results show that with the decrease of temperature, stress-strain curve linear trend of thin film with different  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  contents enhances, and elastic modulus increases in varying degrees. With introduced  $\text{TiO}_2$  nanoparticles and its content increase, its elastic modulus also increased obviously. While Poisson's ratio of  $\text{TiO}_2/\text{PI}$  thin film decreases in varying degrees with the decrease of temperature and introduced  $\text{TiO}_2$  nanoparticles, but Poisson's ratio of pure PI thin film does not decrease significantly with the decrease of temperature.

**Keywords:** digital image correlation method, low temperature, films, deformation measurement, mechanical property