

Università degli Studi di Padova

DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI

CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA DELL'INNOVAZIONE DEL PRODOTTO

TESI DI LAUREA

ANALISI DEL COMPORTAMENTO A FATICA DI LAMINATI IN MATERIALE COMPOSITO E NANOCOMPOSITO

Relatore: Ing. MICHELE ZAPPALORTO Correlatore: Ing. PAOLO CARRARO

Laureando: MARCO ANTONIAZZI

ANNO ACCADEMICO 2012-2013

Ringraziamenti

Ogni traguardo richiede impegno e sacrificio. Se oggi sono qui a festeggiare questo importante successo, lo devo anche a tutte le persone che in questi anni hanno condiviso con me gioie e dolori.

Desidero quindi ringraziare in primis i miei genitori Mario e Annalisa che sono e saranno sempre un punto di riferimento importante nella mia vita, le mie sorelle Elena e Laura che hanno sperimentato sulla loro pelle lo stress che arreca uno studente universitario in famiglia.

Giorgia che rappresenta il mio presente e il mio futuro, che ha sempre creduto in me, nelle mie capacità, e mi è sempre stata accanto anche nelle difficoltà del nostro rapporto. Infine vorrei ringraziare il professor Zappalorto, e gli ingegneri Carraro e Pontefisso per la loro grande disponibilità dimostratami in questi mesi.

Indice

Capitolo 1: Introduzione		
1.1 I materiali compositi e i processi di produzione	2	
1.2 Nanocompositi e nanotecnologie	6	
1.3 La fatica nei compositi	11	

Capitolo 2: Ricerca bibliografica	
2.1 Introduzione	
2.2 Articoli	
Articolo [1]	
Articolo [2]	
Articolo [3]	
Articolo [4]	

Capitolo 3: Realizzazione dei provini		
3.1 Introduzione	49	
3.2 Attrezzature utilizzate	49	
3.3 Fasi del processo di infusione	54	
3.3.1 Pulizia dello stampo	54	
3.3.2 Preparazione semi stampo inferiore	54	
3.3.3 Taglio dei materiali		
3.3.4 Stratificazione	58	
3.3.5 Preparazione del sacco	59	

3.3.6 Preparazione della resina	61
3.3.7 Processo di degassaggio	65
3.3.8 Processo di infusione	67
3.3.9 Demoulding	70
3.4 Realizzazione dei provini	72
3.5 Scelta dell'angolo di inclinazione θ	75
3.5.1 SACL	75

Capitolo 4: Test e risultati	
4.1 Introduzione	85
4.2 Attrezzature utilizzate	85
4.3 Prove a fatica	87
4.4 Calcolo della cd per le cricche a 90°	90
4.5 Calcolo della cd per le cricche a $+25^{\circ}$	100
4.6 Stima delle velocità di propagazione delle cricche	110
4.7 Riduzione della rigidezza	118

Capitolo 5: Verifica del modello Shear Lag mediante analisi FEM	
5.1 Descrizione del modello Shear Lag	
5.2 Cross ply criccato $[0^{\circ},90^{\circ}]$ con cricche sullo strato a 0°	
Trazione	126
Taglio	136
5.3 Cross ply criccato $[0^{\circ},90^{\circ},0_{2}^{\circ}]$ con cricche sullo strato a 0°	143
Trazione	144
Taglio	156

Riferimenti

Capitolo 1

Introduzione

L'obbiettivo di questa tesi è confrontare i risultati ottenuti da prove a fatica effettuate su laminati in composito e nanocomposito: in particolare è stato osservato come il danneggiamento indotto dalla nascita e dalla propagazione delle cricche influisce sulle proprietà del materiale in termini di rigidezza. I materiali testati sono laminati simmetrici multidirezionali a matrice polimerica base o nanorinforzata con l'aggiunta di fibre di vetro. I risultati relativi la rigidezza del materiale sono stati utilizzati per verificare la bontà del modello Shear Lag, sviluppato dall'università di Padova, che permette di descrivere l'andamento delle tensioni tra due cricche di un laminato criccato.

In sintesi è riportata una breve descrizione dei capitoli che seguono:

- Introduzione: è una breve introduzione al mondo dei compositi e nanocopositi, con una particolare attenzione alla loro realizzazione e un breve paragrafo riguardante il comportamento a fatica di questi materiali.
- Capitolo 2: riassume alcuni articoli pubblicati e presenti nel panorama scientifico riguardanti il comportamento a fatica di laminati in composito.
- Capitolo 3: sono descritte le fasi di produzione e preparazione dei laminati, la scelta del lay-up e le lavorazioni fatte per ottenera i campioni pronti da testare.
- Capitolo 4: descrive i test effettuati e riporta i risultati ottenuti elaborati in termini di crack density e riduzione della rigidezza.
- Capitolo 5: riporta il confronto tra i risultati ottenuti dall'analisi FEM e quelli ottenuti dal modello Shear Lag.

1.1 I materiali compositi e i processi di produzione

I compositi sono solitamente materiali non presenti in natura che sono il risultato di una combinazione tridimensionale di almeno due materiali aventi ognuno delle proprietà chimico-fisiche diverse tra loro a livello macroscopico e/o microscopico (le fasi non devono essere miscelate in leghe o soluzioni): la combinazione che si ottiene vanta proprietà non riscontrabili nei singoli elementi che la compongono.

I materiali compositi si sono rivelati particolarmente adatti nelle applicazioni strutturali: il loro sviluppo è stato spinto principalmente dalle industrie aerospaziali ed aeronautiche, dove da sempre si ricercano materiali ad elevate proprietà meccaniche e basso peso specifico. Negli ultimi anni, con lo sviluppo delle tecnologie e la riduzione dei costi, i materiali compositi hanno trovato sempre maggiori spazi di applicazione anche nell'aviazione civile, nell'industria automobilistica, nell'edilizia e in molti altri settori (attrezzature sportive, protesi biomediche, ecc.). Un ottimo esempio di impiego dei materiali compositi nel settore automotive è il telaio monoscocca della Lamborghini Aventador, totalmente realizzato in fibra di carbonio, con un peso complessivo di appena 147,5 Kg. In campo edilizio un esempio storico delle potenzialità dei compositi è il ponte pedonale di Aberfeldy (figura 1.1), costruito in Scozia nel 1992.



Fig.1.1. Ponte pedonale di Aberfeldy, Scozia.

In ambito tecnico i materiali compositi vengono suddivisi in due diverse tipologie di costituenti:

- Matrice: ossia quella fase generalmente continua e omogenea che ha il compito di racchiudere le altre fasi al proprio interno, garantendo la coesione del composito e la giusta dispersione e omogeneizzazione delle altre fasi, e che solitamente definisce la forma e il volume della struttura composita,
- Rinforzi: ossia quelle fasi più o meno disperse all'interno della matrice, inserite per migliorare o modificare le caratteristiche del composito finale, siano esse meccaniche, fisiche o chimiche.

E' possibile ora fare un'ulteriore suddivisione in base alla tipologia di matrice o di rinforzo presente nel composito. Nello specifico i materiali compositi vengono suddivisi in:

- compositi a matrice metallica o MMC (Metal Matrix Composite),
- compositi a matrice ceramica o CMC (Ceramic Matrix Composite),
- e infine compositi a matrice polimerica o PMC (Polymer Matrix Composite),

mentre a seconda del tipo di rinforzo essi vengono suddivisi in:

- compositi particellari,
- compositi fibrosi,
- compositi strutturati (sandwich, laminati, ecc.).

I compositi a matrice metallica (MMC) sono prevalentemente realizzati con matrice metallica leggera e resistente (alluminio, magnesio, titanio, meno spesso acciaio) nelle applicazioni di tipo strutturale, o da matrici di cobalto o cobalto-nickel nelle applicazioni di tipo termico, nelle quali vengono inserite le più svariate tipologie di rinforzi, dalle fibre di carbonio o boro, alle particelle di allumina o carburo di silicio, per ottenere miglioramenti di tipo meccanico (aumento resistenza trazione, usura, ecc.), di tipo fisico (conduttività termica, trasparenza), e di tipo chimico (corrosione). I metodi utilizzati per produrli anche in questo caso sono i più svariati, si passa dalla metallurgia

delle polveri, alla deposizione spray, allo squeeze casting, fino ai metodi PVD e CVD, questo per dimostrare che le possibili applicazioni e realizzazioni sono realmente numerose.

i mattoni di argilla e paglia possono essere considerati i primi materiali compositi a matrice ceramica (CMC) della storia, anche calcestruzzo e cemento armato non sono nient'altro che dei compositi della stessa categoria. Negli ultimi decenni sono stati sviluppati compositi tecnici a matrice ceramica alto performanti che mantengono le caratteristiche dei materiali ceramici tradizionali con prestazioni migliori. Essi sono materiali formati da una matrice prevalentemente di carbonio, carburo di silicio e allumina, che racchiude particelle o fibre degli stessi materiali, per superare almeno in parte i difetti intrisici, come la scarsa tenacità a frattura o la scarsa resistenza a shock termici, dei materiali ceramici tradizionali.

La macro-famiglia a cui si farà riferimento in questo lavoro è invece quella dei compositi a matrice polimerica (PMC); essi sono probabilmente i compositi di maggior diffusione al giorno d'oggi, per la loro relativa facilità produttiva e per le caratteristiche che offrono.

I PMC vengono suddivisi in Termoplastici o Termoindurenti a seconda dalla natura della matrice polimerica: i Termoplastici sono facili da realizzare e da rifondere per crearne di nuovi, ma ovviamente le caratteristiche meccaniche e termiche sono molto scadenti e peggiorano molto con lievi incrementi di temperatura, per questo sono poco usati; la gran parte dei PMC sono realizzati con matrici Termoindurenti, costituiti da poliimmidi, poliammidi, resine fenoliche e resine epossidiche (queste ultime detengono la maggioranza degli usi e studi su di esse).

Anche i processi produttivi hanno conosciuto un'evoluzione costante. Nonostante la stesura manuale rimanga ancora una tecnica diffusa, nuove tecniche si faranno strada in alcuni settori ad alta tecnologia. I metodi di realizzazione sono molteplici e differenti tra loro, ne elenchiamo qui i principali:

- Deposizione spray, tecnica a basso costo, strutturalmente povera.
- Stampaggio in autoclave, tecnica dal costo molto elevato ma che permette di ottenere le massime prestazioni dai pezzi prodotti. Viene posto un laminato prepreg

su uno stampo, all'interno di un sacco a vuoto e successivamente la cura viene fatta in autoclave controllando la pressione e la temperatura di processo.

- Filament winding, avvolgimento di fibre attorno ad un mandrino, si utilizzata soprattutto per la realizzazione di serbatoi.
- Pultrusione, processo simile alla trafilatura, dove le fibre vengono tirate attraverso uno stampo riscaldato, realizzando così contemporaneamente la formatura e la cura del materiale.
- Stampaggio per compressione (SMC), una carica di semilavorato prepreg viene posta in mezzo ad uno stampo riscaldato e successivamente pressata.
- Stampaggio per iniezione, simile all'injection molding per i materiali plastici, dove una vite a pistone spinge la carica all'interno dello stampo.
- Thermostamping (GMT), simile alla termoformatura, nel quale dei tappeti di prepreg vengono preriscaldati e successivamente pressati nello stampo.
- Resin transfer Moulding (RTM), processo liquido che permette di ottenere prestazioni simili a quelle ottenute con l'autoclave, nel quale la resina e il catalizzatore vengono miscelati appena prima di essere iniettati nello stampo dove è già presente una preforma.
- Infusione, altro processo liquido, a basso costo ma che permette di ottenere laminati dalle buone prestazioni. La resina viene aspirata all'interno di un sacco dove sono è presente lo stampo da infondere.

1.2 Nanocompositi e nanotecnologie

All'interno della grande famiglia dei compositi, recentemente si è sviluppata una nuova sottocategoria che desta una crescente attenzione nell'ambiente scientifico e industriale: i materiali *nanocompositi*. Essi devono il nome al fatto che almeno una delle dimensioni del rinforzo è dell'ordine di grandezza del nanometro (10⁻⁹ m), con estremi tra 1 e 100 nm, e questo come si vedrà, porta allo sviluppo di interessanti caratteristiche. Tale rinforzo prende il nome quindi di nanorinforzo, o nanocarica.

Uno dei vantaggi principali evidenziati dai risultati sperimentali è la possibilità di ottenere materiali che hanno caratteristiche chimico-fisiche e meccaniche eccezionali con l'utilizzo di bassissime frazioni volumetriche di carica, dell'ordine di qualche punto percentuale.

È importante, a questo punto, distinguere tra due categorie fondamentali di materiali nanocompositi, ovvero i nanocompositi *bifasici*, ossia quei sistemi in cui è presente solamente la matrice e una certa percentuale di nanorinforzo, e i nanocompositi *trifasici*, ossia quei sistemi in cui è presente la matrice, la nanocarica dispersa all'interno della matrice, e il rinforzo, solitamente di dimensioni microscopiche, presente come fase particellare o fibrosa.

Come per i compositi tradizionali, anche per i nanocompositi è possibile fare delle distinzioni in base alla tipologia di matrice e di rinforzo.

Per quanto riguarda le tipologie di matrice possiamo avere:

- Nanocompositi a matrice ceramica, sono per lo più miscele di nanoparticelle ceramiche e metalliche finemente disperse. Particolare attenzione va rivolta alla scelta di particelle che siano immiscibili tra loro (come ad esempio la miscela Cu TiO₂), poiché a causa delle alte temperature e pressioni di processo, le particelle rischiano di interagire tra loro e creare una lega. Principalmente vengono utilizzati per ottenere materiali con elevate caratteristiche tribologiche, di resistenza alla corrosione e di durezza.
- Nanocompositi a matrice metallica, sono i più importanti tra questi ricordiamo i Compositi a Matrice Metallica rinforzati con Nanotubi di Carbonio (CNTs MMC), nei quali si cerca di ottenere un'alevata resistenza a trazione e un incremento della

conducibilità elettrica del materiale, disperdendo all'interno della matrice una frazione ottimale di rinforzo.

- Nanocompositi a matrice polimerica sono i più sviluppati in assoluto. Possono contenere tutti e tre i tipi di rinforzo visti precedentemente, sono relativamente facili da produrre e con piccole frazioni di nanorinforzo si possono ottenere incrementi importanti delle caratteristiche meccaniche, fisiche e chimiche, del materiale. Le varietà di prodotti realizzati con questi materiali sono tantissime, dall'attrezzatura sportiva leggera e resistente, ai bio-tessuti da impianto su organi umani. Anche in questo caso aspetti fondamentali da tenere in considerazione sono la corretta dispersione e distribuzione del rinforzo e la sua interazione con le catene del polimero.

I rinforzi utilizzati invece, possono essere sviluppati principalmente su una, due, oppure tre direzioni.

- Rinforzi 1D: sono nanofogli (nano-platelets), nello specifico silicati idrati di alluminio e magnesio (argilla), caratterizzati da una struttura lamellare, in cui solo lo spessore è di dimensione nanometrica.
- Rinforzi 2D: sono nanofibre, solitamente nanotubi di carbonio (Carbon NanoTubes o CNTs), ossia allotropi (fullereni) di carbonio (cilindretti di diametro nanometrico).
 Il rapporto tra la lunghezza e il diametro di tali nanotubi può arrivare anche a 132.10⁶.
- Rinforzi 3D: sono nanoparticelle, per lo più ossidi metallici di forma pressoché sferica con tutte le dimensioni di scala nanometrica.

Al diminuire delle dimensioni del rinforzo, in particolare al di sotto della scala micrometrica, la superficie specifica del filler a contatto con la matrice aumenta esponenzialmente, questo effetto, chiamato *nano-effect*, giustifica i vantaggi che una particella di dimensioni nanonmetriche porta con sè rispetto particelle di dimensioni micrometriche. Possono essere raggiunti in questa maniera valori record di oltre 1300 m^2/cm^3 .

Per la tipologia di nanocompositi studiati (a matrice polimerica) questo si traduce in un'interazione superficiale elevata tra il rinforzo e le catene polimeriche che costituiscono la matrice, poiché entrambi hanno lo stesso ordine di grandezza. Nella zona adiacente alle particelle, si ha un'interazione di tipo chimico tra le due sostanze, che porta ad una modificazione della fase del polimero, che crea così una nuova fase, chiamata *interfase*, la quale possiede delle caratteristiche diverse da quelle del rinforzo e della matrice originari.

Le propietà della matrice che la nanoadditivazione migliora o modifica (in maniera diversa a seconda del tipo di nanocarica e della frazione in peso) sono suddivisibili in due categorie, meccaniche e fisiche:

Proprietà meccaniche

- Modulo elastico
- Tensione a rottura
- Tenacità a frattura
- Resistenza a usura
- Resistenza a impatto

Proprietà fisiche

- Conducibilità elettrica
- Idrofobicità
- Trasparenza
- Interrompere il passaggio di gas

Per quanto riguarda le proprietà meccaniche, ragionando ora in termini di compositi trifasici, dal momento che le proprietà elastiche più influenti sono quelle del rinforzo micrometrico (solitamente fibroso) introdotto, migliorare le proprietà nella matrice risulterebbe poco apprezzabile in termini di comportamento globale del laminato. Le proprietà di resistenza e tenacità a frattura al contrario sono governate dalla matrice e se si riesce a migliorare tali aspetti, si può migliorare uno dei punti deboli dei laminati o dei compositi trifasici a matrice polimerica.

Come per ogni cosa, anche per i nanocompositi esistono dei problemi e difficoltà legati soprattutto alla loro realizzazione e al loro utilizzo. Il primo principale problema è

legato ai nanocompositi e alla corretta distribuzione e dispersione del filler all'interno della matrice. Poiché le proprietà dei nanocompositi come visto si basano sull'interazione rinforzo-matrice, esse vengono fortemente influenzate dal grado di dispersione (ossia di aggregazione o meno in cluster) delle nanocariche all'interno della matrice stessa. Una dispersione più omogenea permette di ottenere notevoli miglioramenti delle proprietà fisiche e soprattutto meccaniche (figura 1.3).



Fig.1.2. Varie combinazioni di dispersione e distribuzione del rinforzo all'interno della matrice.

Per ovviare a questo problema e ottenere un miglioramento della dispersione e distribuzione del nanorinforzo, vengono messe in atto una serie di operazioni. La prima di queste è la cosiddetta *funzionalizzazione*, ossia un trattamento chimico (o elettrico nel caso di nanotubi) sulla superficie del rinforzo che permette contemporaneamente di migliorare la bagnabilità e l'adesione con la matrice e migliorare la dispersione riducendo la tendenza all'aggregazione.

La seconda operazione è una *miscelazione meccanica* mediante agitatori o shear mixer che hanno il compito di distribuire omogeneamente il nanorinforzo all'interno della matrice (solitamente in fase liquida). L'ultima operazione è la cosiddetta *sonicazione*, ossia l'utilizzo di onde acustiche ultrasoniche per disgregare eventuali cluster di filler che dovessero formarsi.

Alcune problematiche nelle quali si può incorrere durante la realizzazione dei nanocompositi sono legate intrinsecamente al processo di produzione. Ad esempio nel caso di produzione di laminati mediante il processo di infusione sotto vuoto, nella fase di inglobamento del filler e durante la fase di agitazione meccanica, la resina tende inglobare elevate quantità di aria al suo interno; per ovviare a questo problema è necessario effettuare un processo di degassaggio sottovuoto della miscela, dalla durata variabile.

I materiali testati in questa tesi sono come precedentemente accennato, laminati simmetrici in composito formati da una matrice in resina epossidica base o rinforzata con nanoparticelle sferiche di silice (SiO₂) e con fibre di vetro orientate secondo questa disposizione $[0^{\circ},902^{\circ},+252^{\circ},-252^{\circ}]_{s}$.

1.2 La fatica nei compositi

Sollecitazioni a fatica nei compositi interessano svariate applicazioni, dal campo aereonautico a quello automobilistico, per questo diversi studi sono stati condotti al fine di comprendere il comportamento a fatica di questi materiali evidenziando i fattori che maggiormente ne influenzano la resistenza e il loro danneggiamento.

Per questi materiali, così come per i materiali metallici, la rottura a fatica è una rottura progressiva che si manifesta con la formazione e la propagazione di difetti, qui comunque il fenomeno è ben più complesso e ad oggi non completamente compreso. I principali meccanismi di danneggiamento a fatica nei compositi sono:

- Scollamento della fibra (debonding)
- Fessurazione della matrice
- Rottura della fibra
- Scollamento delle lamine (delaminazione)

Il concetto di danneggiamento è strettamente legato alla particolare applicazione [6]: in alcune applicazioni il danneggiamento viene letto in termini di riduzione di rigidezza, in altri il cedimento corrisponde al raggiungimento di una certa deformazione limite.

Contrariamente a quanto accade nei materiali isotropi in cui la nucleazione della cricca è seguita da una crescita del difetto con legge esponenziale, nei compositi spesso a causa dell'intima struttura del laminato l'allungamento può subire un arresto e non portare alla rottura del componente. Ad esempio all'interno della matrice di una lamina, le fibre potrebbero ostacolare la propagazione di una cricca.

La resistenza a fatica dei materiali compositi dipende da diversi fattori che vanno dalla natura dei materiali al tipo di sollecitazione, di seguito sono riassunti i parametri principali che influenzano la vita a fatica di un composito:

 <u>Fibre e tipo di matrice</u>: la miglior resistenza a fatica, si ottiene con materiali che presentano singolarmente una elevata resistenza a fatica, e una buona adesione fibra-matrice. In particolare il binomio fibre di vetro e resina epossidica presenta un ottima resistenza a fatica, soprattutto ad elevato numero di cicli in quanto in essa si hanno delle basse tensioni residue da ritiro post cura, tensioni che solitamente facilitano l'innesco di cricche e danno luogo a significative diminuzioni della resistenza a fatica.



Graf.1.1. Influenza della matrice sulla resistenza a fatica di compositi in fibra di vetro

<u>Orientamento delle fibre e dalla sequenza di impaccamento:</u> sebbene la massima resistenza a fatica si abbia nella direzione delle fibre, la resistenza a fatica massima non si ha per compositi con lamine aventi tutte le fibre allineate con il carico, anzi in queste condizioni sono abbastanza comuni fenomeni di cedimento causati dalla bassa resistenza del laminato in direzione trasversale. Risultati migliori si ottengono disponendo alcune lamine a 90° (cross-ply), ottimi risultati invece si ottengono disponendo le varie lamine con angoli di $\pm 5^{\circ} \div \pm 10^{\circ}$.

La sequenza di impaccamento influenza le tensioni interlaminari che a loro volta giocano un ruolo fondamentale nel resistenza a fatica del componente, in particolare alcune sequenze sono associate a basse tensioni tangenzialiinterlaminari mentre altre favoriscono elevate tensioni tangenziali e/o tensioni normali di trazione che facilitano i fenomeni di delaminazione con formazioni di cricche che propagano più o meno velocemente verso l'interno del provino.



Graf.1.2. Influenza dell'orientamento delle fibre sulla resistenza a fatica

 <u>Percentuale volumetrica di fibre:</u> contrariamente per ciò che accade ai materiali metallici, nei compositi la resistenza a fatica aumenta all'aumentare della percentuale di fibre presenti, cioè all'aumentare della resistenza statica. Prove sperimentali su compositi in resina epossidica e fibre di vetro hanno evidenziato che oltre una percentuale del 70% di rinforzo non si hanno ulteriori miglioramenti.



Graf.1.3. Curve S-N al variare di V_f.

- <u>Adesione fibra-matrice:</u> quando la formazione e la propagazione di cricche da luogo a fenomeni di debonding più o meno diffusi, significa che non si ha una

buona adesione tra fibra e matrice. Esistono alcuni trattamenti superficiali che possono essere fatti sulle fibre che favoriscono tale adesione e consentono di migliorare il comportamento a fatica del materiale, soprattutto in ambienti umidi.

- <u>Tipo di sollecitazione:</u> contrariamente a quanto avviene per i metalli, nei compositi non vi è in genere alcuna relazione tra resistenza a taglio e a trazione; per i compositi in fibra a vetro e matrice epossidica in particolare, il rapporto di resistenza a fatica per sollecitazioni di taglio è superiore rispetto quello relativo alla trazione, per altri compositi invece tale dato si inverte. Per ciascun tipo di sollecitazione quindi non esistono teorie affermate che permettano di mettere in relazione l'entità di sollecitazione con la corrispondente durata a fatica. Inoltre nei compositi il danneggiamento è progressivo ma caratterizzato da distinti momenti di velocità: in particolare i compositi in fibra di vetro e resina epossidica evidenziano una perdita di rigidezza fino al 30% nei primi cicli di vita (sotto al 5%).
- <u>Tensione media applicata</u>: come per i materiali isotropi, al crescere della tensione media (σ_m), la tensione alternata (σ_a) a cui corrisponde una vita a fatica prefissata decresce (quando la tensione media applicata tende alla tensione di rottura del materiale, σ_a tende a zero). Nel caso di sollecitazione di compressione la presenza di una componente media diversa da zero, da luogo a un progressivo danneggiamento della matrice con conseguenti fenomeni di buckling a delaminazione e splitting delle fibre; tuttavia per una accettabile valutazione della resistenza e/o della vita a fatica dei componenti è necessario disporre di un set di dati sperimentali.



Graf.1.4. Influenza della tensione media sulla resistenza a fatica per un composito poliestere-fibra di vetro.

- <u>Frequenza di carico</u>: a differenza di quanto si verifica nei metalli, nei compositi un aumento della frequenza di applicazione del carico produce un aumento della temperatura ed una conseguente diminuzione della resistenza a fatica.
- <u>Ambiente</u>: in generale i fattori ambientali che maggiormente influenzano la resistenza a fatica di un materiale composito sono: temperatura (T) e umidità (U); in particolare un aumento di T e U portano a un decadimento della resistenza a fatica. In particolare le fibre di vetro risultano particolarmente sensibili a riduzioni di vita a fatica per variazioni di fattori ambientali. Questi studi sono ancora allo stadio iniziale e in letteratura sono pochi i dati presenti.
- <u>Effetti di intaglio</u>: nei materiali metallici la presenza di un intaglio ha degli effetti limitati sulla resistenza statica dei materiali ma provoca una sensibile riduzione della resistenza a fatica. Nei compositi la situazione sembra invertirsi, avendo questi nella stragrande maggioranza dei casi, comportamento fragile, la presenza di un intaglio provoca una riduzione della resistenza statica e una diminuzione marginale della resistenza a fatica. Il danneggiamento che un carico variabile induce in prossimità della zona dove si ha una concentrazione di

tensioni, provoca una sorta di rilassamento delle tensioni con conseguente aumento della resistenza statica residua dell'elemento.

Nei compositi, le relazioni analitiche da applicare in sede di progetto per stimare la vita a fatica di un componente, sono poche e richiedono condizioni particolari; esistono invece diverse equazioni empiriche che mettono in relazione carico applicato e caratteristiche di sollecitazione, ma richiedono che le costanti poste in gioco siano determinate sperimentalmente. Per questi materiali si rende quindi necessaria una indagine sperimentale per una attendibile stima delle costanti empiriche da poter utilizzare.

Capitolo 2

Ricerca bibliografica

2.1 Introduzione

Nelle prossime pagine verranno analizzate alcune pubblicazioni, frutto delle più recenti scoperte riguardanti i materiali compositi trifasici a matrice polimerica. Per ogni articolo sarà riportata una sintesi dettagliata di tutti i materiali utilizzati, delle attività sperimentali svolte e dei risultati ottenuti da questi ricercatori.

2.2 Articoli

Articolo [1]: *The tensile fatigue behaviour of a silica nanoparticle-modified glass fibre reinforced epoxy composite.*

Autori: C.M. Manjunatha, A.C. Taylor, A.J. Kinloch, S. Sprenger

L'obbiettivo di questo articolo è quello di studiare il comportamento a fatica di un composito in resina epossidica nanomodificata e fibra di vetro mediante prove a fatica in controllo di carico. In particolare l'accento è stato posto sulla comprensione dei meccanismi che influenzano la vita a fatica del materiale trattato.

Matrice: resina epossidica 'LY556' fornita dalla Huntsman, Duxford, UK.

Indurente: metilesaidroftalico 'Albidur HE 600' (MER=170g/eq).

Fibra: tessuto in fibre di vetro unidirezionali dal peso di 450 g/m².

Nanocarica: Nanopox F400 ' prodotto dalla Nanoresins, Geesthacht, Germania (nanoparticelle di silice di diametro 20 nm).

La resina epossidica è stata pesata e degassata alla temperatura di 50°C alla pressione di 1 atm. Le quantità di resina e indurente sono state formulate in modo da avere un 10% di nanoclay sul composto finale degassato. Tipicamente, per preparare 500 ml (589 g) di composto con 10% di nanoparticelle di silice, occorrono circa 150 g di Nanopox , 184 g di LY556 e 255 g di HE600.

Prove effettuate:

- Prova di trazione sui provini in resina DGEBA e in composito, rispettivamente secondo le normative ASTM D 638 e ASTM D 3039, con una forza di 100000N e una velocità di avanzamento costante pari a 1 mm/min.
- 2. Prova di fatica secondo la normativa ASTM D3479 M con rapporto di ciclo R = 0,1 e con carico ad onda sinusoidale con frequenza tra 1 e 3 Hz per evitare fenomeni di riscaldamento che penalizzerebbero la vita a fatica del materiale.

Caratteristiche dei provini: le prove sono state condotte su quattro diversi tipi di provini: un campione in resina epossidica DGEBA, un provino in resina epossidica DGEBA con all' interno disperse nanoparticelle di silice (10% in peso), un laminato in fibra di vetro (GFRP) $[(+45^{\circ}/-45^{\circ}/0^{\circ}/90^{\circ})s]_2$ con matrice in resina DGEBA e un composito in fibra di vetro (GFRP) $[(+45^{\circ}/-45^{\circ}/0^{\circ}/90^{\circ})s]_2$ con matrice in resina DGEBA nanocaricata con silice (10% in peso).

Per la realizzazione dei provini in resina epossidica, la miscela è stata versata in stampi di acciaio e riscaldati per 2h in un forno ventilato alla T di 100°C, successivamente è stato fatto un trattamento di post-curing per10h alla T di 150°C.

I laminati GFRP invece sono stati prodotti per infusione sottovuoto, sovrapponendo pezzi di tessuto di 330mm², secondo questa sequenza [(+45°/-45°/0°/90°)s]₂

Risultati delle prove a trazione: i risultati delle prove di trazione sono riassunte nella tabella Tab.2.1.

	Material	Condition	Tensile properties	
			UTS (MPa)	Modulus, E (GPa)
	Bulk epoxy	Neat epoxy 10 wt.% nanoparticle-modified epoxy	73,3 ± 1,4 86,9 ± 1,3	2.62 ±0.05 3.07 ±0.03
(+4	GFRP 45°/-45°/0°/90°)2)s	Neat matrix 10 wt.% nanoparticle-modified matrix	365 ± 13 382 ± 12	17,5 ±0,6 18,8 ± 0,7

Tab 2.1. Propietà dei materiali.

Come osservato in precedenti indagini, l'aggiunta di nanoparticelle di silice aumenta la resistenza a trazione e il modulo elastico sia della resina epossidica, sia del composito GFRP. In particolare si nota che la UTS è aumentata rispettivamente del 19 % per la resina e del 5 % per il composito GFRP, mentre il modulo E è aumentato di circa il 17 % per la resina epossidica e del 7% per il composito GFRP. Sebbene gli incrementi dovuti all'aggiunta delle nanoparticelle siano significativi per la resina epossidica, non sono così significativi per il composito GFRP, perché ovviamente le proprietà del composito sono dominate dalle fibre in direzione 1.

Risultati delle prove a fatica: per le resine le prove sono state condotte applicando una F=25000N: a intervalli di ciclo regolari sono stati raccolti i dati di tensione e deformazione per un ciclo di fatica completo, per poter calcolare la rigidezza del materiale testato. I valori di rigidezza poi sono stati normalizzati con il valore E_{x0} (ottenuto dal primo ciclo).

Le prove sui provini GFRP sono state condotte applicando un carico σ max di 150 MPa, per l'indagine sul danneggiamento della matrice nei compositi GFRP è stata considerata un'area centrale del provino di circa 25 mm²: dopo l'applicazione di un numero specifico di cicli, il test è stato interrotto ed è stata fotografata la zona individuata per il calcolo della crack density, questa procedura è stata ripetuta fino al termine della prova. Utilizzando un microscopio elettronico SEM a scansione ad alta risoluzione sono state poi analizzate le superfici di frattura delle resine epossidiche.

Nella Fig.2.1 è mostrata una sequenza tipica di fotografie ottenute per il composito GFRP [($+45^{\circ}/-45^{\circ}/0^{\circ}/90^{\circ}$)s]₂ a matrice epossidica ordinaria: il campione vergine senza cicche è posto in fondo a sinistra.



Fig.2.1. Nucleazione e propagazione delle cricche nella matrice di un composito GFRP sollecitato a fatica.

Con l'aumento del numero di cicli le cricche si sviluppano sia a $\pm 45^{\circ}$ sia a 90° apparendo come linee scure: maggiore è il numero di cicli a fatica, e maggiore è il numero di cricche che si vanno a formare. Sebbene in alcune immagini siano visibili cricche nel piano a 90°, a causa di una maggiore profondità di questo strato, non possono essere costantemente osservate in tutte le fotografie, in questo lavoro quindi sarà analizzata la rigidezza del composito in relazione alla densità di cricche che si vanno a formare sulle lamine a $\pm 45^{\circ}$ piuttosto che alle cricche che si formano sul piano a 90°.



I risultati dei test a fatica per le resine sono diagrammati in Graf.2.1.



La durata a fatica della resina nanomodificata è maggiore di quella della resina base, questo aumento è stato osservato su tutta la gamma di livelli di carico esaminati. Per il calcolo della σ_{max} è stata applicata la seguente equazione:

$$\sigma_{\max} = \sigma_f' (N_f)^b \quad (2.1)$$

 σ'_{f} (FSC) è la tensione individuata a N_f, b (FSE) è il coefficiente che esprime la pendenza della curva di Wholer: valori di FSC e il FSE sia per le resine base che per le resine epossidiche nanomodificate sono mostrate in Tab.2.2

Material	Condition	Fatigue properties	
		FSC (MPa)	FSE
Bulk epoxy	Neat epoxy	83,3	-0,117
	10 wt.% nanoparticle-modified epoxy	112	-0,136
GFRP	Neat matrix	462	-0,112
(+45°/-45°/0°/90°)2)s	10 wt.% nanoparticle-modified matrix	557	-0,119

Tab 2.2. Propietà dei materiali.

L'aggiunta di nanoparticelle di silice aumenta l'FSC di circa il 34% e fa diminuire il FSE di circa il 16%.



(a) Neat epoxy, $\sigma_{max} = 37$ MPa, (b) and

(b) and (c) Modified epoxy, $\sigma_{max} = 37$ MPa,

Fig.2.2. Superfici di frattura per fatica di una resina epossidica base (a) e di una resina contenente il 10% di nanoparticelle di silice (b).

Dalle immagini SEM della resina base e di quella nanomodificata (Fig.2.2) si evince che la resina base mostra una superficie di frattura relativamente liscia, priva di qualsiasi indicazione di deformazione plastica, mentre la matrice nanomodificata presenta una superficie di frattura ruvida con la presenza di vuoti dovuti al debonding delle nanoparticelle di silice. La dimensione di questi vuoti è leggermente maggiore rispetto al diametro della nanoparticella di silice, questo indica che c'è stata una crescita del vuoto durante la propagazione di cricca [9].

Il presente lavoro mostra un aumento della tenacità a frattura del materiale in seguito all'aggiunta di nanoparticelle di silice. Diversi autori hanno proposto vari meccanismi per spiegare questo miglioramento delle propietà del materiale ([9], [10]): dai risultati ottenuti, è chiaro che le nanoparticelle sono soggette a un fenomeno di debonding che innesca un meccanismo di crescita del vuoto creatosi.

Nei compositi GFRP $[(+45^{\circ}/-45^{\circ}/0^{\circ}/90^{\circ})s]_2$ l'aggiunta di nanoparticelle di silice migliora la vita a fatica del composito di circa 3-4 volte per l'intera gamma di livelli di carico adottati.



Graf.2.2. Curve S-N per un composito GFRP [(+45°/-45°/0°/90°)s]₂ con matrice base e rinforzata con il 10% di nanoparticelle di silice.

Le proprietà per i compositi GFRP, sono state determinate inserendo i dati della curva S-N mediante l'equazione (2.1) riportata precedentemente per le resine: i valori sono riportati in Tab.2.2.

Come osservato per la resina epossidica ma in misura minore, l'FSC del GFRP è aumentato di circa il 13 %, a causa del nanorinforzo nella matrice, l'FSE invece del GFRP nanomodificato è rimasto pressoché uguale al composito con resina base.

I valori di rigidezza normalizzata al variare del numero di cicli, sono stati valutati anche in questo caso per prove di fatica a σ max = 150 MPa (Graf.2.3).



Graf.2.3. Curve E-N per il composito GFRP $[(+45^{\circ}/-45^{\circ}/0^{\circ}/90^{\circ})s]_2$ con matrice base e nanorinforzata.

In generale, si ha una riduzione di rigidezza all'aumentare di N, le curve riportate in Graf.2.3, in particolare, sono caratterizzate da 2 tratti: si può notare una riduzione di rigidezza nei tratti I e II ripida e significativa per il composito GFRP in resina base.



Graf.2.4. Curve di cd ($\pm 45^{\circ}$) - N per il composito GFRP [($\pm 45^{\circ}/-45^{\circ}/0^{\circ}/90^{\circ}$)s]₂ base e nanorinforzato.

La cd, in funzione del numero di cicli, relativa alle cricche a $\pm 45^{\circ}$ è riportata in Graf.2.4: le curve mostrano che la cd aumenta con il numero di cicli fino a saturare, ma il livello di saturazione della cd (CDS) è più alto nei compositi a matrice base rispetto i GFRP a matrice nanomodificata: questo livello di saturazione, viene raggiunto più rapidamente nei GFRP a matrice base, in circa 6000 cicli, mentre per i compositi GFRP a matrice nanomodificata viene raggiunto dopo circa 15.000 cicli. E 'chiaro quindi che per un dato ciclo di fatica, il GFRP con resina base avrà molte più cricche del GFRP nanomodificato con particelle di silice.

La nascita di delaminazioni interlaminari, in particolare quelle che partono dai bordi liberi dei campioni, è stata raggiunta dopo un numero simile di cicli di carico: rispettivamente 6000 e 15.000 cicli.

Sulla base dei risultati ottenuti, si può dire che inizialmente, tutti i compositi GFRP per effetto dei carichi ciclici sviluppano cricche che propagano nella matrice con conseguente riduzione della rigidezza globale del materiale. Il processo di danneggiamento della matrice continua fino al raggiungimento della CDS. Da qui la formazione di cricche secondarie nella matrice epossidica, perpendicolari alle cricche primarie, porta alla nascita di delaminazioni. La crescita di queste delaminazioni porta a una perdita di rigidezza costante nella regione II (Graf. 2.3), soprattutto nei compositi nanorinforzati in cui questa regione risulta allungata a causa dei ridotti tassi di crescita delle cricche, per la presenza delle nanoparticelle di silice.

Conclusioni:

- 1. La vita a fatica della resina epossidica con il 10 wt.% di nanoparticelle di silice è di circa 3-4 volte superiore rispetto quella base. In prossimità delle nanoparticelle di silice in seguito al debonding si ha uno scollamento della silice dalla matrice con una conseguente crescita dei vuoti che assorbono energia e contribuiscono a un miglioramento della vita a fatica del materiale.
- 2. La durata a fatica dei compositi GFRP [(+45°/-45°/0°/90°)s]₂ con il 10 wt.% di nanoparticelle di silice è circa 3-4 volte superiore rispetto la durata a fatica del composito GFRP a matrice epossidica base: nei GFRP nanomodificati infatti, si ha una riduzione di velocità di propagazione della cricca a causa dei fenomeni di debonding precedentemente descritto.

Articolo [2]: *Fatigue damage behaviors of carbon fiber-reinforced epoxy composites containing nanoclay.*

Autori: Shafi Ullah Khan, Arshad Munir, Rizwan Hussain, Jang-Kyo Kim.

In questo lavoro vengono studiate le prestazioni a fatica di alcuni compositi CFRP nanorinforzati. In particolare saranno presentate le curve S-N e le proprietà dei compositi dopo differenti livelli di carico.

Matrice: resina epossidica Epon828, fornita dalla Shell Corp.

Indurente: metilesaidroftalico 'Albidur HE 600' (MER=170g/eq).

Fibra: tessuto di carbonio con fibre di carbonio unidirezionali, fornito dalla Taiwan elettrico isolanti, con un peso unitario di 200 g/m².

Nanocarica: organoclay Nanomer I30P (nanoargille), fornito dalla Nanocor.

La resina è stata miscelata con l'1,3% di indurente in rapporto di peso 100 a 14.5. Prima dell'uso, la resina epossidica è stata riscaldata fino a 75°C per abbassarne la viscosità, anche gli organoclay, sono stati riscaldati a un T di 75 °C per una notte.

La concentrazione di organoclay utilizzata nelle prove varia tra il 0,3%, e il 5% in peso della miscela resina epossidica-indurente; per facilitare la dispersione delle nanoparticelle nella resina, sono state eseguite 1h di una miscelazione meccanica e 3h di sonicazione, utilizzando un ultrasonicatore ad alta frequenza.

Dopo la sonicazione la miscela è stata degassata in un forno sotto vuoto, e in seguito è stato aggiunto l'agente indurente.

Caratteristiche dei provini: sono stati realizzati 12 laminati stratificando manualmente i tessuti di carbonio, realizzando la sequenza $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{3S}$, in seguito i laminati realizzati sono stati tagliati anche a 45° per ottenere provini con la seguente sequenza di impaccamento $[\pm 45^{\circ}]_{3S}$. La frazione volumetrica delle fibre di carbonio (V_f), è stata mantenuta costante e pari a circa 0,55% per entrambi i compositi con e senza nanoargilla, la quale è stata determinata a partire dal peso e dalla densità dei componenti noti.

Prove effettuate:

- 1. prova di trazione secondo la normativa ASTM D3039, con velocità di avanzamento della testa di 2 mm/min.
- prova di fatica secondo la normativa ASTM D3479, con rapporto di ciclo 0,1 e carico ad onda sinusoidale ad ampiezza costante con frequenza di 2 Hz. I provini testati sono provini rettangolari 230x20x2,5mm. Un estensometro con tratto utile di 25 mm è stato montato sul provino durante i test per monitorare la deformazione del materiale.

Per ogni livello di carico sono stati testati almeno quattro campioni e le proprietà dei compositi sono state misurate dopo differenti periodi di carico (5000, 10000, 20000, 25000 e 30000 cicli di fatica). Mediante una scansione a microscopia acustica è stata monitirata la crescita progressiva delle cricche nelle diverse fasi di ciclo.

Risultati delle prove a trazione: i compositi CFRP $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{3S}$ presentano nelle prime fasi un comportamento lineare elastico (Graf.2.5).



Graf.2.5. Curve S-ε dei compositi CFRP [0°/90°]_{3S} nanomodificati, al variare della frazione % di organoclay.

Si può osservare che la deformazione aumenta con l'aumentare della frazione % di clay all'interno della resina. In Graf.2.6 è messa in relazione la resistenza a trazione (S) e il modulo elastico (E) del materiale con la frazione percentuale di nanoclay dispersa.



Graf.2.6. Curve di resistenza a trazione e modulo elastico dei compositi CFRP $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{38}$ nanomodificati in funzione della frazione % di organoclay.

Sia la resistenza a trazione che il modulo elastico, crescono all'aumentare del contenuto di clay: in linea con quanto riportato in precedenti pubblicazioni [11].

Le diverse morfologie delle superfici di frattura, evidenziano una forte differenza tra i materiali compositi con o senza nanoargilla. Nei compositi non rinforzati, il debonding interfacciale fibra-matrice e una limitata deformazione della matrice stessa sono i meccanismi più evidenti di cedimento che si possono osservare: le superfici di frattura in questo caso appaiono liscie e piatte indice di una rottura fragile. Nei composti nanorinforzati con argilla invece, si riscontra un miglioramento del legame interfacciale fibra-matrice per la presenza dei nanoclay nella matrice stessa: la resina epossidica modificata quindi risulta ben aderita alle fibre di carbonio e la superfici di frattura per questi provini appare più ruvida.

Le proprietà dei materiali compositi CFRP con stratificazione $[\pm 45^{\circ}]_{s}$ sono dominati dalle proprietà di taglio: la presenza di nanoclay nella matrice incrementa non solo la resistenza a trazione del materiale, ma anche la deformazione a rottura: osservazioni coerenti con i risultati di precedenti pubblicazioni sulla resistenza al taglio interlaminare nei materiali compositi in fibre di carbonio[12, 13, 14].

Risultati delle prove a fatica:



Graf.2.7. Curve S-N di un composito CFRP [0°/90°]_{3S} nanomodificato, al variare della % di organoclay.

Le curve riportate in Graf.2.7 evidenziano che a parità di carico applicato il composito CFRP [0°/90°]_{3S} nanorinforzato presenta una vita a fatica più lunga, in particolare il miglioramento massimo si è ottenuto con il 3% in peso di nanoargilla: applicando un carico pari al 45% della resistenza a trazione del provino si ha un incremento del 74% di durata della vita a fatica.

Nel grafico Graf.2.8, è diagrammata la resistenza a trazione e il modulo di elasticità E in funzione del numero di cicli per un composito CFRP [0°/90°]_{3S} nanomodificato: le curve indicano una diminuzione graduale di entrambe le proprietà all'aumentare del numero di cicli, con piccole differenze tra i diversi campioni, in particolare i provini in composito con resina nanomodificata al 3% con clay mostrano proprietà migliori rispetto a tutti gli altri.



Graf.2.8 Curve S-N (a) e E-N (b) di un composito CFRP [0°/90°]_{3S} nanomodificato al variare della frazione % di clay.

Tra i diversi metodi per caratterizzare l'entità del danno, in questo lavoro è stato utilizzato l'indice di danneggiamento a fatica (2.2).

$$D = 1 - \frac{E_r}{E_o} \quad (2.2)$$

Un valore basso di D sta a significare una scarsa riduzione del modulo elastico, per effetto della fatica. D rappresenta una misura macroscopica di danneggiamento a fatica: i cambiamenti a livello microstrutturale infatti (cricche nella matrice, rotture interfacciali tra fibra/matrice, ...ecc) portano a una riduzione macroscopica del modulo di Young. Il Graf.2.9 riporta i valori dell'indice di danneggiamento in funzione del numero di cicli per compositi contenenti diverse percentuali di nanoparticelle di argilla.


Graf.2.9 Curve D-N di un composito CFRP [0°/90°]_{3S} nanomodificato al variare della frazione % di nanocarica.

Si può notare che a basso numero di cicli, nella fase precoce di affaticamento (tra i 0 cicli e i 12500 cicli), i compositi nanomodificati, in genere evidenziano danneggiamenti più contenuti rispetto i materiali compositi con resina base; in particolare dopo i 13000 cicli il danno subito dai campioni nanomodificati, a parità di numero di cicli si riduce, rispetto i compositi con resina base. In genere i risultati migliori si ottengono con un 3% in peso di nanoclay e non di più perché in questo modo si riduce il rischio di formazione di agglomerati di nanocariche che porterebbero la perdita del ricercato nano-effect.

I compositi nanomodificati, hanno un gran numero di interfacce per la presenza di nanoparticelle di argilla, e molte di queste interfacce sono deboli. Alcuni meccanismi di rottura come il debonding potrebbero innescarsi in prossimità di queste interfacce con la generazione di micro o nano cricche. Queste micro o nanocracks impiegano più tempo a propagare e a formare danni critici nel materiale rispetto alle cricche che si formano nei compositi CFRP con sola resina base.

Altri meccanismi di tenacizzazione importanti che impediscono la veloce propagazione delle cricche, nei compositi nanomodificati, sono stati identificati nella formazione di vuoti sulla superficie di frattura: questi si formano come risultato di una deformazione localizzata in prossimità di difetti della matrice (microvuoti, debonding). La dimensione di questi vuoti, in genere, tende aumentare, incrementando la vita stessa del materiale: durante la fase iniziale di carico in prossimità di qualche punto debole della matrice, si

ha una deformazione plastica localizzata, che promuove la formazione di altre cavità: più basso è il livello di sforzo applicato, e più si allunga questa fase. Questi vuoti tendono a crescere in modo stabile all'aumentare del numero di cicli fino a portare a rottura finale il componente.

L'allargamento di queste zone è altamente collegato al carico applicato.

Vi è una significativa analogia tra i risultati di questo articolo e quelli riportati in lavori precedenti [4], riguardanti i compositi in fibre di vetro GFRPs contenenti nanotubi di carbonio (CNT): l'aggiunta dei CNT porta ad una maggiore densità di microcricche rispetto ai compositi senza CNT.

La presenza dei clay comporta l'innesco di tante microcricche o nanocricche secondarie, a differenza di ciò che accade nei medesimi compositi in resina base dove si ha una bassa densità di "grandi" cricche.

Il danno sull'area di riferimento, è diagrammato rispetto il numero di cicli in Graf.2.10: entrambi i materiali mostrano una distribuzione del danno abbastanza uniforme su tutta l'area, in particolare al di sotto dei 10000 cicli, i compositi nanomodificati, sono esposti a danni maggiori rispetto i materiali compositi a matrice base. Sopra i 10000 cicli invece, l'argilla contrasta in qualche modo il danneggiamento del materiale, in corrispondenza di 25000 cicli si ha un danneggiamento del 15% in meno.



Graf.2.10 Curve $D_{A\%}$ -N per un composito CFRP $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{3S}$ base e nanocaricato.

Sulla base di queste osservazioni, il danneggiamento a fatica nei materiali compositi CFRP $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{3S}$ studiati può essere diviso in due fasi: la fase I è un danno stabile ed è legato all'iniziazione delle cricche e alla loro crescita, la fase II è legata alla rapida crescita delle cricche con conseguente fallimento del provino. Si è visto che i compositi nanomodificati presentano una fase I più lunga rispetto ai compositi con resina base pari circa a 0-20000 cicli contro i 0-15000 dei compositi con sola resina base.

Conclusioni:

- 1. La resistenza a trazione e il modulo elastico di un composito CFRP $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{3S}$ sono significativamente migliorati con l'aggiunta di nanoclay.
- 2. I compositi CFRP nanomodificati con organoclay hanno mostrato una migliore performance in termini di resistenza a trazione e modulo elastico rispetto ai compositi con resina base dopo un determinato numero di cicli.
- 3. La vita a fatica del materiale è stata notevolmente migliorata con l'inserimento nella matrice del composito CFRP [0°/90°]₃₈ di nanorinforzi di argilla: il massimo incremento è stato di circa il 74% ottenuto con il 3% in peso di clay.
- 4. I nanoclay nei CFRP [0°/90°]₃₅, tranne nelle prime fasi di carico, limitano l'aumento del danneggiamento a fatica.
- 5. I nanoclay migliorano il legame interfacciale fibra/matrice e i vuoti che si creano sono stati identificati come i meccanismi responsabili del miglioramento della vita a fatica di questi materiali.

Articolo [3]: *Improvement of fatigue life by incorporation of nanoparticles in glass fibre reinforced epoxy.*

Autori: Lars Böger, Jan Sumfleth, Hannes Hedemann e Karl Schulte.

In questo lavoro, sono state eseguite prove di trazione classiche e prove di trazione a gradini per valutare gli effetti delle sollecitazioni sul danneggiamento del materiale, in particolare saranno riportati i vantaggi ottenuti modificando la matrice di un materiale composito GFRPs mediante introduzione di nanoparticelle di CNT o silice.

Matrice: resina epossidica RIM 135, fornita da Hexion, Germania.

Indurente: indurente amminico RIM H137, fornito da Hexion, Germania.

Fibra: sono stati utilizzati due tipi di tessuto.

- il primo è un tessuto [0°_{91%}, 90_{8%}] con un peso totale di 986 g/m² dove il 91% del rapporto peso-area (898 g/m²) è occupato da fibre di vetro orientate a 0°, l'8% del rapporto peso su area totale (80 g/m²) è occupato da fibre di vetro a 90°, e circa l'1 % (8 g/m²) è occupato dal filo che regge le fibre.
- Il secondo è un tessuto [0°49%, 45°23%, 90°5%, -45°23%] con un rapporto di peso su area di 1309 g/m² dove il 49% di peso su area è occupato da fibre a 0° (638 g/m²), il 23% (301 g/m²) da fibre a ± 45°, il 5 % (63 g/m²) da fibre di vetro orientate a 90° e l'1% (6 g/m²) del rapporto peso-area è occupato dal filo che sostiene le fibre.

Nanocarica: nanotubi di carbonio (MWCNT Graphistrength C100[®]) forniti dalla Arkema, Francia, con diametro esterno di circa 15 nm e lunghezza fino a 10 μ m; e nanoparticelle di silice (SiO₂ Aerosil A380[®]) fornita dalla Evonik Degussa, Germania, di 7 nm di diametro.

La concentrazione di entrambi i riempitivi è stata imposta al 0.3 % del peso totale.

Per disperdere uniformemente le nanoparticelle nella matrice, sono state pre-mescolate manualmente (senza indurente) all'interno della resina, in seguito la miscela

nanoparticelle-resina è stata mescolata con l'indurente mediante agitatore meccanico sotto vuoto, per evitare l'intrappolamento indesiderato di aria.

I materiali con matrice nanomodificata sono stati prodotti mediante Transfer Molding (VARTM).

Caratteristiche dei provini: i provini testati a trazione, sono composti da quattro strati di tessuto $[0^{\circ}_{91\%}, 90_{8\%}]$ accatastati per realizzare un laminato con il seguente lay-up $[0^{\circ},90^{\circ},90^{\circ},0^{\circ}]_{s}$.

I laminati per le prove di trazione a gradini sono stati prodotti utilizzando due strati di tessuto $[0^{\circ}_{49\%}, 45^{\circ}_{23\%}, 90^{\circ}_{5\%}, -45^{\circ}_{23\%}]$ per ottenere un laminato dal seguente lay-up $[0^{\circ}, 45^{\circ}, 90^{\circ}, -45^{\circ}, 45^{\circ}, 90^{\circ}]$, questi poi sono stati tagliati parallelamente alla direzione 0° e sono stati sottoposti a un trattamento di post-cured a 80°C per 15 h.

I laminati con una frazione volumetrica di fibre del 50 % sono stati testati a trazione mentre i laminati con il 37% di frazione volumetrica di fibre sono stati testati a fatica.

Prove effettuate:

- prova di trazione, secondo la normativa EN-ISO con una velocità di testa di 2 mm/min.
- prova di trazione a gradini, dove il provino è stato caricato fino ad un certo valore di strain e poi scaricato iterativamente; le prove di fatica con R = 0,1(T-T), R = -1(T-C) ed R = 10(C-C), sono state eseguite alla frequenza di 6 Hz, per evitare un eccessivo riscaldamento interno dei campioni e per contrastare le vibrazioni torsionali (che insorgono a causa dell'asimmetria del lay-up).

Risultati delle prove: il Graf.2.11 mostra la curva sforzo deformazione e la curva della variazione di resistenza elettrica normalizzata rispetto il valore di resistenza elettrica del materiale integro, al variare della percentuale di deformazione subita.



Graf.2.11 Curve S- ϵ e $\Delta R/R_0$ - ϵ per un composito $[0^\circ, 90^\circ, 90^\circ, 0^\circ]_S$ in fibre di vetro.

Non appena si formano le prime cricche trasversali tra le fibre, negli strati a 90°, all'interno della matrice, la curva sforzo-deformazione declina, mentre la resistenza elettrica del materiale aumenta ulteriormente [15,16]. Dopo l'innesco, queste cricche, propagano fino a portare a rottura finale il provino: i valori del carico alla comparsa delle prime cricche sono un importante parametro di progettazione poiché il materiale non deve essere caricato con livelli di stress più elevati, vedi Graf.2.12.

Il grafico evidenzia il carico di rottura medio tra le fibre del materiale di riferimento, 48,3 MPa, e del materiale nanocaricato: l'aggiunta di MWCNT porta ad un aumento del carico di rottura di circa l'8%, mentre la modifica con silice fumata porta a un incremento del carico di rottura delle fibre del 16%. La significatività statistica di questi dati è accreditata dall'elevato numero di campioni testati.



Graf.2.12. Carichi di rottura medi delle matrici per un composito [0°,90°,90°,0°]s.

Per quanto riguarda il laminato modificato con il 3% di MWCNT si ha un aumento quasi lineare dello stress fino alla prima frattura tra le fibre, questo incremento è accompagnato da un aumento lineare della resistenza elettrica (vedi Graf.2.11). La presenza di cricche nella matrice, provoca un aumento della resistenza elettrica del materiale. Le cricche infatti interrompono la conducibilità elettrica della matrice provocando un aumento della resistenza elettrica del materiale. Le misure di resistenza elettrica del materiale. Le misure di resistenza elettrica del materiale della resistenza elettrica del materiale. Le misure di resistenza elettrica del materiale interrompono essere utilizzate per rilevare la deformazione dei provini e i danni nei materiali compositi come già riportato da precedenti lavori[15,17].

In Graf.2.13, la crack density è stata diagrammata per ogni gradino di carico in funzione della deformazione massima applicata sia per i compositi [0°, 45°, 90°, -45°, 45°, 90°, -45°, 0°] base, sia per quelli a matrice rinforzata con nanoparticelle di silice. I compositi GFRPs con MWCNT non sono trasparenti, quindi per questi non può essere eseguita una stima della crack density. Il grafico evidenzia una diminuzione del 3-4% della deformazione massima necessaria per la comparsa delle prime cricche nei compositi nanomodificati, rispetto i compositi a matrice base. La densità di cricche nel materiale composito modificato con nanoparticelle di silice è leggermentee più bassa rispetto la cd del composito non caricato.



Graf.2.13 Curve cd-ε per compositi [0°, 45°, 90°, -45°, 45°, 90°, -45°, 0°] base e nanorinforzati.



Graf.2.14. Curve σ_{max} -Nr con R=0.1(T-T) per compositi in fibre di vetro dal seguente lay-up: $[0^{\circ}, 45^{\circ}, 90^{\circ}, -45^{\circ}, 45^{\circ}, 90^{\circ}, -45^{\circ}, 0^{\circ}]$.

In Graf 2.14 sono state tracciate due curve relative a un R=0.1(T-T), che interpolano i valori massimi di sollecitazione in funzione del numero di cicli a rottua: i dati si dispongono lungo 2 rette: si nota che l'aggiunta di fumed silica o MWCNT nella matrice epossidica porta a un ritardo dell'iniziazione di cricche, tra le fibre, questo si traduce in

un incremento della vita a fatica del materiale, fino ad alcuni ordini di grandezza. La riduzione dell'ampiezza massima di sollecitazione porta ad un aumento della vita a fatica sia per i compositi nanomodificati sia per i compositi non modificati. Va denotato che le due curve sono simili: 2 rette con la stessa pendenza, traslate tra loro.

Lo spostamento della curva di S-N verso l'alto per i compositi con MWCNT può essere spiegato con meccanismi come il debonding di nanoparticelle e la formazione di vuoti che portano a un miglioramento delle proprietà del GFRPs: in prossimità di questi vuoti, si ha una deformazione plastica localizzata per effetto del carico applicato, che promuove la formazione di nanocavità [1,4].

Il Graf.2.15 mostra i valori di tensione massima in funzione di Nr (numero di cicli di rottura) per un rapporto di ciclo R = -1, di un composito $[0^{\circ}, 45^{\circ}, 90^{\circ}, -45^{\circ}, 45^{\circ}, 90^{\circ}, -45^{\circ}, 0^{\circ}]$ a matrice base e nanocaricata con un 3% di MWCNT. In particolare il nanorinforzo influenzano la vita a fatica del materiale ad alto numero di cicli: a parità di tensione massima applicata necessitano di un maggior numero di cicli per essere portati a fine vita.



Graf.2.15. Curve σ_{max} -Nr con R=-1(T-C) per compositi [0°, 45°, 90°, -45°, 45°, 90°, -45°, 0°] base e nanorinforzati.

Osservando il grafico è chiara la forte influenza del carico applicato nelle prove a compressione rispetto le prove T-T. Il Graf.2.16 mostra le curve σ_{max} - Nr delle prove per a fatica svolte con rapporto di ciclo R = 10, riferite a un composito base, un composito modificato con MWCNT, e un composito con matrice nanomodificata con silice pirogenica.



Graf.2.16. Curve σ_{max} -Nr con R=10 (C-C)

per compositi [0°, 45°, 90°, -45°, 45°, 90°, -45°, 0°] base e nanorinforzati.

Le curve σ_{max} -Nr per i compositi [0°, 45°, 90°, -45°, 45°, 90°, -45°, 0°] a matrice modificata mostrano una pendenza significativamente più bassa rispetto ai compositi con matrice base: la vita a fatica a bassi valori di tensione è quindi migliorata. Il generico valore σ_{max} risulta comunque più basso per queste due prove rispetto a quella con R = 0,1 e questo è da imputare ai carichi di compressione che si susseguono durante i cicli di prova, molto più gravosi rispetto a quelli di trazione, almeno per questi materiali.

Migliorare le proprietà della matrice permette di migliorare il comportamento a fatica del materiale. Infatti la vita a fatica ad elevato numero di cicli (in termini di N) dei provini nanomodificati è aumentata di alcuni ordini di grandezza rispetto i provini a matrice base.

In linea di principio, nella compressione, il buckling della fibra ha un ruolo cruciale sulla vita a fatica del materiale, limitandola. Le nanoparticelle, disperse nella matrice incrementano la rigidizza della matrice stessa e contrastano, in parte, questa instabilità, migliorando la vita a fatica del composito.

Un precedente lavoro di Gagel correla la diminuzione di rigidezza con la cd nella matrice dei GFRPs caricati: i miglioramenti nella fatica ad alto numero di cicli con R = 10 sono indipendenti dal tipo di nanoparticella utilizzata: la fumed silica così come i MWCNT portano aumenti significativi del numero di cicli fino al fallimento finale del provino, quindi la forma delle particelle sulla base dei risultati ottenuti dal punto di vista della resistenza a fatica non è un fattore fondamentale.

Conclusioni:

- i risultati mostrano un alto aumento della durata a fatica dei compositi GFRPs nanomodificati, correlato all'aumento di resistenza a frattura della matrice. Entrambe le nanoparticelle (silice pirogenica e MWCNT) provocano un aumento della vita a fatica (ordini di grandezza) sia in trazione che in compressione da imputare a fenomeni di debonding e di deformazione plastica dei nanovuoti.
- La nucleazione delle prime cricche nella matrice è correlata a una significativa riduzione della conducibilità elettrica del materiale per i compositi nanomodificati con MWCNT, questa quindi rappresenta una tecnica alternativa di rilevamento cricche per compositi.

Articolo [4]: *High-cycle fatigue of hybrid carbon nanotube/glass fiber/polymer composites.*

Autori: Christopher S. Grimmer e C. K. H. Dharan

Matrice: EPON 826 Epikure prodotto dalla Hexion Specialty Chemicals (Houston, TX, USA).

Indurente: 3234 prodotto dalla Hexion Specialty Chemicals (Houston, TX, USA).

Fibra: tessuto $[0^{\circ}/90^{\circ}]$ in fibre di vetro di spessore 0,28mm, Type 7500 prodotto dalla Hexcel (Fullerton, CA, USA).

Nanocarica: CNT a parete multipla di Nanoledge (Clapiers, Francia).

L'EPON 826 è stata miscelata con l'1 % in peso di CNT poiché è stato dimostrato che tale percentuale migliora il comportamento meccanico dei compositi: superare questa quantità di carica provoca un aumento eccessivo della viscosità del polimero[7, 8].

Caratteristiche dei provini: per la realizzazione dei laminati sono stati sovrapposti 8 strati di tessuto in fibra di vetro che sono stati infusi con la resina catalizzata e degassata. Il contenuto di resina nei laminati induriti è stato misurato e risulta essere circa 44% del peso totale (il rapporto fibra-resina è di 44/56). Dai pannelli di laminato realizzati, sono stati tagliati mediante una lama diamantata dei provini rettangolari di queste dimensioni: 24x200. In tutti i campioni, la direzione di ordito del tessuto era orientata lungo la direzione di carico. Su tutti i campioni al centro, è stato realizzato un foro di 6,4 mm di diametro, per creare una concentrazione di tensioni e localizzare quindi i danni subiti dal campione, i provini infine sono stati "invecchiati" per 10 giorni a 25 °C prima di essere testati.

Prove effettuate:

1. Prove di trazione con una macchina MTS (Eden Prairie, MN, USA) da 100000N, servo-idraulica.

 Prove di fatica con sollecitazioni di picco del 70, 60, 45, e 30% del loro carico massimo di rottura, con rapporto di ciclo R = 0,15 e frequenza 3 Hz, per ridurre il riscaldamento del campione.

Risultati delle prove a trazione: il Graf.2.17 mostra le curve sforzo-deformazione delle prove di trazione sulla resina base e sulla resina nanomodificata: nessun effetto significativo sul modulo elastico è stato osservato con l'aggiunta di CNT.



Graf.2.17 curve σ - ϵ per resine basi e nanorinforzate.

Questo è prevedibile in quanto la frazione di CNT nella resina è soltanto dell'1% in peso. I valori massimi di tensione di rottura, tuttavia, si sono rivelati leggermente più alti nei campioni di resina contenenti CNT rispetto i campioni con resina non modificata. E' stato dimostrato anche un aumento di tenacità, ovvero dell'energia di deformazione a frattura, del materiale [18].

La Fig.5 riporta un ingrandimento della superficie di frattura di un campione in composito CNT che fallì in una prova di trazione, l'immagine mostra piccoli fori e nanotubi di carbonio sporgenti dalla matrice: questo può indicare che i nanotubi sono stati anch'essi spezzati con la matrice.



Fig.2.3. Scansione micrografica della superficie di frattura di un composito in fibre di vetro contenente CNTs.

Un singolo foro (freccia bianca) corrisponde a un nanotubo che è stato estratto dalla resina: si crede che sia questo processo di estrazione e rottura di nanotubi a contribuire maggiormente all'incremento della resistenza a frattura, e a fatica dei compositi con CNTs [19].

Risultati delle prove a fatica: i dati della vita a fatica per i compositi $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{8}$ in resina epossidica e fibre di vetro sono mostrati in Graf.2.18.

Un aumento significativo della vita a fatica per ogni condizione di carico è stato osservato per i campioni con l'1% di CNT.

Alle alte sollecitazioni, nella matrice, si creano cricche ravvicinate che propagano rapidamente su più fronti fino alla rottura del campione. A bassi livelli di stress, i danni alla matrice sono limitati: con cicli continui si formano alcune cricche distanziate che propagano lentamente fino alla schianto del provino.



Graf.2.18 Curve carico ciclico-N per compositi $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{8}$ base e nanorinforzati.

L'efficacia relativa dei CNT a basso e alto carico ciclico può essere così giustificata: ad alti livelli di carico ciclico, la densità di energia di deformazione applicata è elevata e la propagazione delle cricche avviene su più fronti. In tali condizioni gli ostacoli (inclusioni o, in questo caso, CNT), non sono molto efficaci nel rallentare la propagazione delle cricche, poiché ad alti livello di carico ciclico si hanno sollecitazioni di elevata intensità agli apici delle cricche. A bassi livelli di carico, la propagazione delle cricche è più lenta in alcuni fronti: questi possono essere rallentamenti efficaci, in quanto una maggiore frazione di energia di deformazione deve essere dissipata per superare gli ostacoli.

A bassi livelli di stress ciclici quindi, l'aggiunta di CNT è efficace nel migliorare la resistenza a fatica rispetto ad alti livelli di carico ciclico. Inoltre, i compositi contenenti nanotubi, sono caratterizzati da un grande numero di siti di nucleazione. Dato un livello di energia di deformazione (una data ampiezza del carico ciclico), in un provino con elevata densità di nanocricche, le cricche cresceranno più lentamente rispetto un provino che presenta meno densità di cricche ma di dimensioni microcroscopiche (più grandi). Il risultato è un aumento del numero di cicli richiesti per l'iniziazione e la propagazione delle cricche, questo si traduce in un miglioramento della vita a fatica del materiale.

Isteresi: recentemente è stato dimostrato che il ciclo di isteresi rappresenta un parametro premonitore della vita a fatica dei compositi [20]. Il Graf.2.19 mostra i dati di isteresi (per ogni ciclo) di due campioni $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{8}$ rappresentativi, che sono stati sollecitati con una tensione pari al 70% del carico di rottura del materiale, in funzione del numero di cicli.



Graf.2.19. Cicli di isteresi-N per compositi [0°/90°]₈ base e nanorinforzati.

Questi dati mostrano che, dopo una fase iniziale decrescente, del ciclo di isteresi, il livello di isteresi rimane relativamente stabile fino ad aumentare rapidamente con la rottura del provino. I compositi senza CNT mostrano un livello di isteresi complessivo superiore al composito con CNT. Questo rappresenta un miglioramento della vita di quasi il 60% con solo l'1% in peso di CNT nella matrice.

Conclusioni:

- l'aggiunta dell'1% in peso di CNT nella matrice in resina epossidica e fibre di vetro permette ai compositi di migliorare la loro resistenza a fatica del 60-250%, a seconda del carico applicato.
- 2. Il livello di isteresi complessivo dei compositi in fibra di vetro nanomodificati, è inferiore rispetto ai compositi non modificati.
- 3. Prove di trazione sulla resina rinforzata con CNT (senza fibre di vetro), non hanno mostrato alcun effetto sul modulo elastico del materiale, tuttavia, c'è stato un leggero aumento del carico di rottura.
- 4. Una ispezione sui campioni contenenti CNT hanno evidenziato che in queste matrici, meccanismi di assorbimento di energia e una maggiore densità di siti di nucleazione sono le cause che provocano un aumento della vita a fatica di questi materiali. Quindi l'aggiunta di piccole frazioni di CNT nei compositi in fibra di vetro può portare a un significativo aumento della durata a fatica di questi materiali, rendendoli più utili in applicazioni che prevedono un affaticamento ad alto numero di cicli.

Capitolo 3

Realizzazione dei provini

3.1 Introduzione

I laminati, o compositi trifasici sono materiali costituiti da una matrice, in genere nanorinforzata e da fibre di varia natura, solitamente carbonio, vetro o kevlar. In questo capitolo verrà descritto l'intero processo di realizzazione di laminiti fibrorinforzati mediante la tecnica di infusione sottovuoto, con resina epossidica base o nanocaricata.

3.2 Attrezzature utilizzate

Miscelatore meccanico DISPERMAT TU (Vma-Getzmann)

Questo miscelatore è formato da una girante in acciaio inossidabile a 12 denti, collegata ad un motore elettrico a elevata velocità. L'accensione e lo spegnimento sono regolati da un unità esterna, con la quale è anche possibile regolare la velocità di rotazione della girante. Il dispositivo è utilizzato per la miscelazione di fluidi, nello specifico è stato utilizzato per rendere più omogeneo il composto formato da resina EC157, Nanopox F400 e indurente.



Fig.3.1. Miscelatore meccanico DISPERMAT TU

Sonicatore UP 200S (Hielscher)



Fig.3.2. Sonicatore UP 200S

Il sonicatore ha lo scopo di far cavitare le bolle d'aria intrappolate nella resina durante la miscelazione meccanica, di disgregare eventuali cluster che si sono formati e di rendere più omogenea la dispersione del nanorinforzo all'interno della resina. Questo strumento sfrutta gli ultrasuoni per generare onde di pressione all'interno del sistema che espandono e comprimono il fluido; durante l'utilizzo del sonicatore è bene allontanarsi, in quanto i rischi di queste onde sulla salute umana sono incerti e tutt'ora argomento di studio per medici e centri di ricerca. I parametri che governano il processo sono due: l'ampiezza d'onda e la durata di emissione (t) in un periodo (h), tale rapporto viene definito duty cycle (dc).

$$dc = \frac{t}{h} \tag{3.1}$$

Questi due parametri influenzano unicamente la potenza di sonicazione, mentre la frequenza è fissa e pari a 20 KHz.

Circuito per il vuoto

In figura Fig.3.3 e 3.4 è riportato il circuito dell'impianto per il vuoto presente nei laboratori del DTG a Vicenza, utilizzato per eseguire il degasaggio e l'infusione di una resina sottovuoto:



Fig.3.3. Schema dell'impianto del vuoto.



Fig. 3.4 Impianto del vuoto, laboratorio del DTG.

1. Pompa a vuoto, 2. Generatore aria compressa, 3. Pompa a vuoto di Venturi, 4. Distributore di pressione a, 5. Distributore di pressione b, 6. Filtro di carta a, 7. Filtro di carta b, 8. Tubo di aspirazione vaso A, 9. Tubo di aspirazione vaso B, 10. Tubo di mandata del composto dal recipiente A a B, 11. Tubo di ritorno del composto dal recipiente B ad A, 12. Tubo di colata, 13. Tubo di ritiro, 14. Collegamento tra aria compressa e tubo di aspirazione (8).

Sui coperchi metallici dei vasi, mediante l'ausilio di un trapano, sono stati ricavati dei fori calibrati, all'interno dei quali sono stati inseriti dei tubi trasparenti in LLPDE di diametro leggermente superiore alla dimensione dei fori, in modo da garantire una buona tenuta sfruttando semplicemente l'elasticità del materiale plastico del tubo; per garantire una tenuta migliore, in corrispondenza di ogni foro, i canali sono stati fissati con delle strisce di butilene: durante questa operazione occorre schiacciare con forza il butilene sul tappo in modo da coprire bene eventuali fessure presenti.

Generalmente, il processo di infusione sotto vuoto richiede l'utilizzo di due vasi: il primo (A) viene usato come contenitore di resina da infondere, il secondo (C) come trappola di vuoto e come raccoglitore del primo fronte di resina infusa (ricca di bolle d'aria) oltre che della resina in eccesso.

Nel caso si renda necessario effettuare prima una operazione di degassaggio della resina, si aggiunge un terzo vaso B delle stesse dimensioni, tutti i collegamenti sono qui riportati:

- In un foro del tappo che chiude il vaso A, contenente la resina da infondere è stato inserito un tubo di piccola lunghezza (8), che viene spinto per circa 15 mm all'interno del contenitore, l'altra estremità del tubo è collegata a un filtro per l'aspirazione dell'aria (6). Il tubicino viene spinto poco all'interno del vaso per avere a disposizione una maggior quantità di volume all'interno del recipiente, evitando che l'eventuale formazione di schiuma durante l'operazione di degassaggio risalga e danneggi il circuito, un ulteriore tubicino collega il vaso A al sacco (12) e permette l'infusione della resina.

I canali rimanenti (10-11) sono collegati al vaso B, quest'ultimo collegamento è necessario per effettuare il degassaggio della resina nanorinforzata: in questo caso all'interno del vaso A, il tubo (10) tocca il fondo del contenitore mentre il tratto interno il vaso B viene tagliato più corto in quanto la caduta del composto favorisce il collasso delle bolle presenti all'interno della resina.

- Analogamente nel vaso B, un canale (9) collega il vaso di recupero a un altro filtro dello stesso impianto mentre il secondo canale viene sigillato con un morsetto, i rimanenti canali sono quelli usati per il travaso della resina dal vaso A al vaso B durante l'operazione di degassaggio, in questo caso è necessario che il tubo di rientro della resina (11) tocchi il fondo del recipiente B e arrivi solo a metà dello stesso per il motivo descritto precedentemente.

-Il vaso C rappresenta la trappola di vuoto che viene utilizzata durante l'infusione per raccogliere il primo fronte di resina ricco di bolle, e la resina in eccesso. Esso è collegato da un lato al canale di uscita del sacco e dall'altro alla pompa. Per salvaguardare il vaso C e poterlo riutilizzare diverse volte, viene posto al suo interno una bottiglia di plastica priva di collo, all'interno della quale sarà raccolta la resina in eccesso, in uscita dal sacco.

Nel caso in cui si utilizzi resina nanomodificata, l'operazione di degassaggio è necessaria: si è visto infatti, che le fasi di mixing e sonicazione, tendono ad intrappolare molta aria all'interno della resina, inoltre il nanorinforzo tende aumentare la viscosità della resina e quindi si ha una maggior difficoltà a rimuovere l'aria intrappolata. Andando a processare con cicli di vuoto spinto e pressione atmosferica la resina, tende a generare un grosso quantitativo di schiuma che, rischierebbe di entrare nell'impianto.

3.3 Fasi del processo di infusione

Di seguito vengono descritte tutte le fasi che compongono il processo di infusione sottovuoto per la realizzazione di laminati da cui sono stati ricavati i provini successivamente testati.

3.3.1 Pulizia dello stampo

La prima operazione da eseguire è la pulizia della lastra di vetro usata come sottostampo: a seguito del demoulding di laminati prodotti in precedenza infatti, possono rimanere tracce di resina indurita sulla superficie del vetro, causate dal distacco del laminato o da filamenti di resina insinuata attraverso le pieghe del sacco durante l'infusione. Armati di taglierino quindi si va dapprima a rimuovere lo scotch che fa da contorno allo stampo e poi si va a ripulire il sottostampo dalla resina indurita cercando di ricreare una superficie perfettamente liscia.

3.3.2 Preparazione del semistampo inferiore

Sulla superficie della lastra a diretto contatto con i materiali stratificati, sono state applicate alcune passate di cera per rendere più semplice la fase finale di demolding (il distacco del laminato dal sotto stampo).

L'operazione di stesura viene fatta mediante l'ausilio di un panno, in modo da evitare zone sguarnite, o concentrazioni eccessive di cera che potrebbero alterare la qualità finale dell'infusione.



Fig.3.5. Stesura della cera.

Agl'angoli dello stampo vengono applicate delle strisce di butilene; bordi e spigoli del vetro inoltre sono ricoperti con dello scotch carta per evitare che superfici in rilievo danneggino il sacco di infusione durante la prova.



Fig.3.6. Posizionamento del butilene e dello scotch carta.

3.3.3 Taglio dei materiali

La stratificazione viene eseguita andando a sovrapporre diverse tipologie di materiali, che necessitano di essere presenti per la realizzazione di un laminato.

- <u>Flow-mat</u>: è una retina di colore verde che facilita lo scorrimento della resina durante l'infusione sottovoto. Questa solitamente viene tagliata della stessa dimensione del sotto stampo in vetro e viene posta sull'ultimo tessuto che risulterebbe troppo aderente al sacco, proprio per facilitare il drenaggio della resina durante l'infusione. Delle strisce di flow-mat vengono applicate anche in corrispondenza dei canali di infusione per facilitare la fuoriuscita della resina.



Fig.3.7. Rete flow-mat.

- <u>Peel ply</u>: è un tessuto che facilita l'operazione di demolding finale, in particolare per il distacco del laminato da tutti gli altri materiali utilizzati nella stratificazione. Oltre a facilitare il distacco, questo tessuto permette di verificare il corretto riempimento dello stampo: se il peel ply si impregna completamente durante l'infusione questo è indice di assenza d'aria all'interno del sacco e quindi di una buona infusione.



Fig.3.8. Peel-ply.

<u>UD in fibre di vetro uniderzionale</u>: è "tessuto" di fibre di vetro unidirezionali tenute insieme da filamenti di cotone. Solitamente questo tessuto viene tagliato in forme rettangolari delle dimensioni desiderate mediante cesoie rivestite con vernice al titanio.
Il taglio è una operazione molto delicata, per non sfibrare il tessuto è necessario mantenere le forbici diritte evitando di recidere le fibre trasversalmente.



Fig.3.9. UD in fibre di vetro.

-<u>Sacco</u>: è una semplice sacca che viene ricavata a partire da una bobina di nylon: è importante prestare la massima attenzione durante l'operazione di taglio, il rischio è quello di bucare il materiale rischiando di avare la formazione di bolle all'interno del laminato durante l'infusione.

Il sacco viene chiuso alle estremità utilizzando del butilene, una gomma adesiva che permette di ottenere un ottimo isolamento e un ottima tenuta.



Fig.3.10. Sacco di nylon.

3.3.4 Stratificazione

Tagliati tutti gli elementi necessari a realizzare il laminato, si passa alla loro stratificazione: l'unica avvertenza è quella di disporre i vari strati prestando molta attenzione a stenderli correttamente evitando la formazione di grinze e pieghe che potrebbero compromettere i risultati dei test.

In genere la sequenza di sovrapposizione è la seguente: si applicano sopra lo stampo gli N strati di tessuto in fibra vetro opportunamente orientati, lo strato di peel-ply e infine la rete flow-mat.

Terminata la stratificazione del laminato, si vanno a realizzare i canali d'ingresso e d'uscita della resina: questi canali vengono creati fissando le estremità dei due tubi in LLDPE a due spirali, opportunamente tagliate e rifinite per eliminare qualsiasi superficie tagliente che possa forare il sacco durante l'infusione. Le due spirali in genere vengono inserite tra due strisce di flow.mat (vedi Fig.3.11): questo accorgimento facilita la fuoriuscita della resina.



Fig. 3.11. Immagine dello stampo pronto per essere inserito all'interno del sacco.

3.3.5 Preparazione del sacco

Il sacco viene ricavato a partire da una doppia pellicola di nylon avvolta in bobina, le dimensioni devono essere tali da contenere l'intero sistema di stampo e tessuti. Prima di inserire lo stampo è necessario controllare il pezzo in controluce per verificare che non vi siano difettosità nel nylon. La prima operazione che viene eseguita è la sigillatura di una delle due estremità del sacco, mediante del butilene: una gomma adesiva che ha il pregio di poter essere modellata con facilità anche dopo essere stata applicata. La chiusura dell'altra estremità del sacco dalla quale fuoriescono i canali di infusione richiede particolare attenzione. Per favorire l'adesione i tubi in LLDPE vengono avvolti con delle piccole strisce di butilene in prossimità dei punti di contatto con il sacco. Durante questa operazione è necessario verificare che non vi siano grinze o pieghe nel sacco che potrebbero compromettere il risultato finale con formazioni di bolle d'aria all'interno del materiale, che obbligherebbero l'operatore a cestinare il laminato ottenuto. La chiusura ermetica del sacco avviene partendo dal centro e facendo aderire progressivamente la striscia di guarnizione adesiva fino al raggiungimento dei bordi

dello stesso involucro. Dapprima si fissa la guarnizione al sacco lasciando la carta protettiva sulla superficie superiore, successivamente si rimuove la carta facendo aderire tra loro le due superfici del sacco; pressando energicamente con i polpastrelli, lungo la linea di giunzione si ottiene la perfetta aderenza tra le due pareti.



Fig.3.12. Stesura del butilene su un lato del sacco



Fig.3.13. Dettaglio sulla chiusura del sacco, lato canali.

Terminata la chiusura di entrambi i lati è buona norma ripassare le zone sigillate esercitando un'ulteriore pressione lungo le strisce di butilene per favorire il contatto ed evitare infiltrazioni di aria durante l'infusione. Il sacco è pronto e si presenta come in Fig.3.14, pronto per essere collegato all'impianto.



Fig.3.14. Stampo pronto all'infusione.

3.3.6 Preparazione della resina

Nanopox F400

Il Nanopox F400 è un rinforzo composto al 60% da resina epossidica DGEBA (*Bisphenol A diglycidyl ether*) e al 40% da nanoparticelle sferiche di silica (SiO₂) con un diametro nominale di 20 nm. Questo prodotto deve essere diluito nella resina base fino a raggiungere la percentuale di nanocarica desiderata. Il Nanopox F400 è prodotto dalla Evonik ed ha le seguenti proprietà (Tab.3.1).

Densità a 20°C	1.4 g/ml	
Viscosità a 25°C	60000 mPas	
Epoxy Equivalent Weight (EEW)	295 g/eq	

Tab.3.1. Caratteristiche principali del Nanopox F400.

Resina base e indurente (Elantas EC157 e W152-LR)

La Elantas Camattini EC157 è una resina epossidica DGEBA che va miscelata al relativo indurente W152-LR con un rapporto in peso di 100:30. Resina ed indurente hanno le seguenti proprietà:

Proprietà	Resina	Indurente
Densità a 25°C	1.14-1.16 g/ml	0.93-0.97 g/ml
Viscosità a 25°C	500-600 mPas	20-40 mPas

Tab.3.2. Caratteristiche principali dell'Elantas EC157 e dell'Elantas W152-LR.

Il produttore del Nanopox F400 non fornisce alcun dato sul rapporto in peso tra nanorinforzo e indurente (W152-LR). Questo problema è stato risolto in un precedente lavoro di tesi [7]: sfruttando il concetto dell'Equivalent Epoxy Weight (EEW) è stato realizzato un foglio di calcolo che permette di conoscere la quantità necessaria di Nanopox F400 e di indurente W152-LR da utilizzare, inserendo come dati di input la percentuale di nanocarica desiderata e la quantità di resina EC157 di cui si conosce l'esatto rapporto di peso tra resina e indurente (100:30). Attraverso delle semplici proporzioni, conoscendo la massa molecolare delle molecole epossidiche della resina e il numero di gruppi epossidici in esse contenute si è stabilito che il rapporto in peso tra Nanopox F400 ed indurente deve essere 100:17.5.

Mediante un semplice foglio di calcolo è stato possibile calcolare il peso delle diverse sostanze, al variare della percentuale di nanocarica richiesta (3% nel nostro caso).

I laminati nanocaricati realizzati per questo lavoro, sono stati ottenuti utilizzando una percentuale di nanoclay del 3% sul peso totale della miscela.

In questo paragrafo sarà descritta la procedura standard per realizzare una resina epossidica base e nanocaricata; per ragioni di sicurezza ogni singola fase descritta in questo sottocapitolo deve essere eseguita in ambiente protetto: all'interno di una camera dotata di cappa aspirante per il filtraggio e l'espulsione di sostanze volatili nocive.

Trattando resine termoindurenti, resina e indurente sono forniti separatamene: considerando che il rapporto in peso tra resina e indurente dev'essere 10:3, in un vaso viene versata la quantità desiderata di resina EC157 e successivamente viene aggiunta un'opportuna dose di sostanza indurente (W152-LR, nello specifico). Utilizzando un cucchiaio in legno viene eseguita una rapida miscelazione manuale per circa 5 minuti in modo da garantire una buona dispersione dell'indurente all'interno della resina e quindi una reticolazione omogenea della stessa.

Esiste un tempo chiamato *pot life* (il tempo che intercorre da quando resina e indurente vengono miscelati a quando il sistema non è più fluido), questo tempo varia a seconda del tipo di resina, indurente e della temperatura: una volta eseguita la miscelazione è necessario procedere velocemente alle fasi successive per evitare di compromettere l'infusione.



Fig.3.15. Misura del quantitativo di resina usata per l'infusione.

Se la consegna è quella di realizzare un laminato nanocaricato è necessario aggiungere all'interno della miscela la percentuale desiderata di Nanopox F400. Il nanorinforzo si presenta come un composto gelatinoso, altamente viscoso, quindi solitamente viene utilizzato un cucchiaio in plastica; il rapporto in peso tra Nanopox F400 ed indurente deve essere 100:17.5, come spiegato nel paragrafo precedente.

Lo step successivo è la miscelazione della resina nanocaricata mediante l'utilizzo di un mixer (Fig.3.16). Il vaso viene fissato alla morsa dello strumento e viene immersa la girante: mediante un controllo visivo viene individuata la velocità ottimale di mixing, ovvero il punto di instabilità tra laminare e turbolento, con l'obbiettivo di rendere il composto il più omogeneo possibile. Le proprietà della resina infatti dipendono fortemente dalla distribuzione delle nanoparticelle all'interno della stessa, è fondamentale quindi favorire la loro dispersione mediante una miscelazione energica che può durare anche diversi minuti, la resina dunque solitamente viene miscelata per circa 5 minuti alla velocità di 1200 rpm.



Fig.3.16. Processo di miscelazione meccanica mediante mixer.

Anche la dimensione dei cluster (agglomerati di nanoparticelle) influenza notevolmente le proprietà della resina epossidica, dunque è necessario effettuare una sonicazione (di circa 15min), della sostanza nano rinforzata, per garantire una buona disgregazione di questi agglomerati, limitando il rischio di avere sospensioni micrometriche che potrebbero limitare il ricercato "nano-effect". La scelta dei parametri di processo per la sonicazione della resina nanorinforzata è molto delicata, perché se il materiale viene sottoposto a tale processo per troppo tempo si rischia di compromettere le proprietà della resina a causa dell'eccessivo calore che tende a sviluppare.

L'esperienza insegna che i risultati migliori si ottengono per tempi di sonicazione di circa 15 minuti, con una potenza di circa 200 W.

Prima di iniziare il degassaggio è doveroso testare la tenuta a vuoto del sacco e dei vasi utilizzati.

La prova di tenuta a vuoto dei vasi consiste nel creare il vuoto al loro interno e verificare dopo un tempo sufficientemente ampio che non ci siano state infiltrazioni d'aria e quindi aumenti di pressione anomali: se si nota un movimento delle lancette del manometro rispetto la loro posizione iniziale è bene controllare che non vi siano eventuali perdite nei tappi in prossimità dei fori o delle filettature. Nello stesso modo viene verificata anche la tenuta del sacco.



3.3.7 Processo di degassaggio

Fig.3.17. Degassaggio della resina.

Il processo di degassaggio consente di eliminare la maggior parte dell'aria intrappolata nel composto, in modo da ridurre il rischio di formazione di bolle d'aria, all'interno del laminato. Se si andasse a processare con cicli di vuoto spinto e pressione atmosferica senza aver effettuato alcuna operazione di degassaggio, la resina, in particolare quella nonomodificata, già nei primi cicli tenderebbe a produrre una schiuma che rischierebbe di entrare all'interno del circuito, e rovinare la pompa a vuoto dell'impianto (altamente costosa).

I processi di mixing e sonicazione tendono a intrappolare molta aria all'interno del composto, l'aggiunta di nanofiller aumenta la viscosità della resina stessa e rende difficile la rimozione dell'aria presente al suo interno: la presenza di eventuali bolle d'aria nei provini genera cavità interne o superficiali che minano le proprietà di resistenza degli stessi, falsando i risultati delle prove meccaniche.

Il degassaggio prevede cicli alterni di vuoto spinto, e pressurizzazione: creando il vuoto all'interno del vaso contenete la resina, l'aria intrappolata nella stessa emergere formando delle bolle; successivamente, pressurizzando, si favorisce il collasso delle stesse.

Nel caso di resina base basta un'azione esterna: il vaso viene agitato meccanicamente con le mani; diversamente, nel caso di resine nanomodificate, si genera una schiuma, molto viscosa che non può essere eliminata mediante semplice agitazione meccanica, quindi come descritto nel paragrafo precedente, in presenza di resina nanomodificata per effettuare l'operazione di degassaggio viene utilizzata una soluzione a due vasi, collegati tra loro da due tubicini in plastica.

In presenza di sola resina base, bastano pochi passaggi di resina per effettuare un degassaggio completo, al contrario con resine nanomodificate, si rendono necessari diversi cicli in quanto la schiuma risulta particolarmente viscosa e l'aumento di pressione tende a schiacciare le bolle senza farle collassare. Realizzando un passaggio di resina tra vasi diversi (due nel nostro caso) si ottiene un leggero rigonfiamento delle bolle, ma cadendo sul fondo del vaso ricevente queste tendono a collassare.

Solitamente la pressione all'interno del vaso A che contiene la resina viene portata a circa –0.8 bar, mentre nel vaso ricevente (B) abbiamo una condizione di vuoto spinto (-1 bar) in modo da permettere il passaggio della resina da un vaso all'altro. Durante
l'operazione i canali collegati direttamente allo stampo, necessari per l'infusione, vengono sigillati con dei morsetti.

In generale, quando la resina non genera più un' eccessiva quantità di bolle, si può ritenere concluso il processo di degassaggio e si può procedere con l'infusione della resina priva di aria all'interno dello stampo.

3.3.8 Processo di infusione



Fig. 3.18 Apparato di infusione completo di collegamenti al sistema di vuoto.

Per il processo di infusione sotto vuoto vengono utilizzati tre vasi (A,B,C). Due (A,B), sono collegati direttamente al pannello, e sono quelli usati nel processo di degassaggio, il terzo (C), viene sfruttato come trappola di vuoto: essa ha la funzione di tenere la zona del canale di uscita a vuoto spinto (-1bar), oltre che a raccogliere il primo fronte di resina infusa che, essendo ricco di bolle d'aria, determinerebbe zone ricche di difetti se dovesse rimanere all'interno del laminato.

I tre vasi sono così collegati:

- Vaso A (contenente la resina): un canale è collegato direttamente alla pompa, uno è collegato al sacco, i due rimanenti sono collegati al vaso B e servono per il travaso della resina durante il processo di degassaggio.

- Vaso B: un canale è collegato alla pompa dell'impianto, i due canali che rimangono sono gli stessi precedentemente descritti e usati per il travaso della resina da A a B e viceversa.

- Il vaso C: rappresenta la trappola ed è collegato da un lato al canale che esce dal sacco e dall'altra alla pompa per il vuoto.

Per avviare l'infusione occorre creare una differenza di pressione (ΔP) tra il vaso A contenente la resina e lo stampo: il sacco collegato direttamente alla trappola, si trova alla pressione di -1bar. Allentando il morsetto che collega il canale di ingresso della resina allo stampo, la resina inizia a scorrere lentamente tra i tessuti impaccati. Questo avviene nel momento in cui si regola la pressione all'interno del vaso A, in modo da ottenere una differenza di pressione (ΔP) di 0.2 bar.

Avviato il processo di infusione, l'operazione non può più essere interrotta. Durante la prova può verificarsi un calo della velocità di avanzamento della resina legato alla progressiva reticolazione che essa subisce. In questo caso è possibile variare la pressione di iniezione aumentando quella all'interno del vaso di infusione e preservando quella nella trappola.



Fig.3.19. Fronte di avanzamento della resina.

Visivamente si può riconoscere il fronte superiore di avanzamento della resina, che impregna la rete flow-mat, e che risulta nettamente più scuro rispetto al sistema di tessuti stratificati, le fibre tuttavia iniziano ad essere bagnate dal fronte inferiore. L'avanzamento del fronte sottostante risulta ritardato e più lento in quanto le fibre rappresentano un ostacolo al moto.

Quando il fronte di resina più interno raggiunge il canale di uscita dallo stampo, occorre aspettare qualche minuto prima di terminare il processo: il tempo necessario per permettere alla resina di bagnare completamente tutti i tessuti della stratificazione. L'espulsione del primo fronte resina (ricco di bolle d'aria) verso la trappola di vuoto permette di ottenere un laminato privo di porosità.

Un fattore che potrebbe rallentare notevolmente l'avanzamento del fronte è la temperatura: se la resina subisse un aumento di temperatura, il processo di reticolazione tenderebbe accelerare, portando ad un aumento della viscosità della resina.

Spesso appare utile chiudere momentaneamente il canale di uscita, tenendo comunque aperto quello di ingresso, in modo da favorire l'omogeneizzazione della pressione all'interno dello stampo e la spinta di eventuali bolle d'aria rimaste all'interno della resina verso il canale di uscita così da poterle eliminare con la successiva riapertura del canale. Quando si ritiene che la resina presente nel canale di uscita dello stampo sia priva di bolle, il processo si può ritenere concluso: vengono chiusi prima il canale di uscita e successivamente quello di ingresso utilizzando dei morsetti di plastica.



Fig.3.20. Laminato ottenuto dopo infusione.

3.3.9 Demoulding

Dopo l'infusione, occorre aspettare che la resina concluda la reticolazione: trascorsi 3 giorni dalla fine dell'infusione è possibile realizzare il demolding, ovvero la separazione del laminato dal resto dei materiali che sono stati utilizzati nella realizzazione dello stampo.



Fig.3.21. Distacco del sottostampo in vetro.

Dopo aver reciso i canali di infusione, contenenti ancora la resina indurita, e dopo aver aperto il sacco di nylon, viene separata la lastra di vetro dal resto del materiale: quest'operazione risulta facilitata se la cera è stata distribuita uniformemente sull'intera superficie dello stampo. Il distacco della rete e del peel ply invece, deve essere eseguito con più cautela: in particolare è bene non deformare il laminato con brusche sollecitazioni a flessione o trazione che potrebbero compromettere l'integrità del materiale e quindi i risultati delle prove sperimentali dei provini che saranno ricavati.



Fig.3.22. Rimozione dei peel-ply ed estrazione del laminato.

3.4 Realizzazione dei provini

Dai laminati realizzati, sono stati ricavati dei provini rettangolari secondo la normativa ASTM 3479 che racchiude le direttive standard per testare il comportamento a fatica di materiali compositi a matrice polimerica sottoposti a un carico ciclico di trazione ad ampiezza costante.

La lunghezza dei provini non è vincolata, essa può variare in funzione del materiale, ovviamente il campione deve essere sufficientemente lungo da permettere il posizionamento dell'estensometro. Se il componente risulta troppo corto c'è il rischio che la rottura del provino avvenga in prossimità delle zone di afferraggio e questo potrebbe compromettere i risultati stessi della prova.



Fig.3.23. Provini secondo la normativa ASTM 3479.

Il taglio di questi materiali è un' operazione delicata che dev'essere eseguita con precisione e delicatezza da tecnici esperti in quanto, scegliere i parametri di lavoro (velocità e carico applicato) ottimali permette di ridurre al minimo le alterazioni della microstruttura in prossimità della zona di taglio che come vedremo costituirà una sede preferenziale di innesco cricche.



Fig.3.24. Taglio dei laminati.

In genere il taglio dei laminati viene eseguito impostando una velocità di rotazione del disco compresa tra i 50 e i 4000 giri/min e carichi limitati, in genere più il campione risulta delicato più è necessario ridurre tali parametri. Le regole più importanti che devono essere rispettate per eseguire una buona operazione di taglio sono l'ancoraggio del pezzo che dev'essere fatto in modo ottimale, per evitare che si muova durante la lavorazione, e l'orientazione del campione in modo che il taglio avvenga nella direzione trasversale più piccola per ridurre vibrazioni indesiderate.



Fig.3.25. Levigatrice orbitale.

La lucidatura dei provini è stata eseguita mediante l'utilizzo di una levigatrice orbitale.

La macchina utilizzata è una MECAPOL P320 della PRESI, (Fig.3.25): l'operazione, non richiede particolari competenze, e permette di ridurre fortemente i difetti superficiali presenti sul bordo provino provocati dal taglio del materiale.

Questa operazione di levigatura è stata eseguita solamente sui fianchi dei provini per limitare gli effetti di concentrazioni delle tensioni dovuti alla presenza di difetti, che provocherebbero la nucleazione massiva di cricche in prossimità di zone ristrette del campione, durante i test. La lavorazione è stata fatta utilizzando dischi abrasivi a granulometria intermedia (P600/800) e utilizzando acqua come liquido-lubrorefrigerante, per limitare la dispersione di polveri residue che avrebbero potuto danneggiare la salute dell'operatore.

Dopo la lucidatura, i provini sono stati catalogati utilizzando dei pezzi di nastro carta per evitare errori di assegnazione dati. Come obbliga la normativa e come è riportato nell'immagine relativa, i provini in materiale composito testati a fatica, necessitano di essere rinforzati in prossimità delle zone di afferraggio, per questo vengono applicati utilizzando della colla a presa rapida pezzetti di vecchi laminati sagomati opportunamente ("*tabs*"), che hanno la funzione di salvaguardare il provino durante i test, che rischierebbe di rompersi a ridosso della zona di ancoraggio.



Fig.3.26. provini testati

3.5 Scelta dell'angolo di inclinazione θ

Nella realizzazione pratica di un laminato off-axis sollecitato a trazione, è facile compiere errori di orientazione delle fibre durante il loro posizionamento. Attraverso un'analisi preliminare, utilizzando il programma SACL, è stata individuata, al variare di θ , l'inclinazione migliore delle fibre di vetro che permette di ridurre la variazione di condizione di multiassialità anche se si commettono errori di pochi gradi durante il processo di stratificazione manuale.

3.5.1 SACL

Utilizzando il programma SACL, realizzato dall' Università di Padova, che implementa la teoria della laminazione, note le proprietà delle lamine, nota l'orientazione θ delle fibre delle diverse lamine e definiti i carichi, è possibile ottenere le tensioni e le deformazioni che si hanno sulla superficie inferiore e superiore dei diversi strati.

Le figure riportate (Fig.3.27-2.28) sono immagini estratte dal programma e al loro interno sono riportati tutti i dati riguardanti le singole lamine: la disposizione degli strati, lo spessore delle lamine, il tipo di laminato e l'intensità delle forze in gioco (vedi Tab.3.3).

Nello specifico è stato analizzato un laminato $[0^{\circ},90^{\circ},+\theta,-\theta,]_{s}$.

LAMINATO PIANO SIMMETRICO					
F_{x} [N]	F_x [N] W_1 [mm] W_2 [mm] N°_{lam} s[mm]				
4	1	1	8	1	

Tab.3.3.Dati relativi al laminato $[0^{\circ},90^{\circ},+\theta,-\theta,]_{s}$.

Capitolo 3



Fig.3.27. SACL.

SACL		
Caratteristiche delle lamine: off-axis	s angle, numero e spessore	
numero di lamine 8 off-axis angle [gradi] <u>strato orientazione 1 2 90</u> 3 25 4 -25 Indietro	a digle, numero e spessore imine con spessore costante 1 2 3 25 1 1 1 1 1 1 1 1 2 1 2 1 2 1 <	- T ×
	Indietro Avanti	

Fig.3.28. SACL.

Note le proprietà delle fibre, della matrice e della frazione volumetrica utilizzata (Tab.3.4), mediante la MICROMECCANICA sono state ricavate le proprietà delle singole lamine (Tab.3.5).

E_f [MPa]	v_{f}	E _m [MPa]	\mathcal{U}_m	V_{f}
72000	0.2	3400	0.37	0.51

$$E_1 = E_f V_f + E_m (1 - V_f)$$
(3.2)

$$E_{2} = \frac{E_{f}E_{m}}{(1 - V_{f})E_{f} + E_{m}V_{f}}$$
(3.3)

$$\nu_{12} = \nu_f V_f + \nu_m (1 - V_f) \tag{3.4}$$

$$G_{12} = \frac{G_f G_m}{(1 - V_f)G_f + G_m V_f}$$
(3.5)

E ₁ [MPa]	<i>E</i> ₂ [MPa]	v_{12}	<i>G</i> ₁₂ [MPa]
38386	9286	0.2833	3437

Tab.3.5

Dall'analisi effettuata sono state ricavate le tensioni σ_L , σ_T , σ_{LT} , che rappresentano rispettivamente la tensione σ_1 (in direzione longitudinale), σ_2 (in direzione trasversale) e la σ_{LT} , al variare dell'angolo di off-axis (θ).

Nella tabella seguente (Tab.3.6) sono riportati i valori delle tensioni al variare dell'angolo θ lette sulle lamine θ . $\lambda_1 e \lambda_{12}$ sono due parametri utilizzati per plottare i risultati nei grafici che seguono.

$$\lambda_1 = \frac{\sigma_T}{\sigma_L} \tag{3.6}$$

$$\lambda_{12} = \frac{\sigma_{LT}}{\sigma_T} \qquad (3.7)$$

LAMINA θ					
θ[°]	σ_L [MPa]	σ_{T} [MPa]	$\sigma_{\scriptscriptstyle LT}[{ m MPa}]$	λ_1	λ_{12}
0	0.618512	0.018826	0	0.030438	0
10	0.616852	0.019499	0.022991	0.03161	1.179086
20	0.604595	0.024471	0.050171	0.040475	2.050223
25	0.588176	0.031132	0.06587	0.05293	2.115829
30	0.560169	0.042493	0.082376	0.075857	1.938578
40	0.459056	0.083511	0.111836	0.181919	1.339177
50	0.308638	0.144529	0.123048	0.46828	0.851372
60	0.159659	0.204962	0.108628	1.283748	0.529991
70	0.054434	0.247649	0.076936	4.549528	0.310665
80	0.01765	0.270446	0.039004	-153.227	0.144221

Tab.3.6. Tensioni calcolate dal programma sulle lamine θ .

Dall'osservazione dei grafici Graf.3.1 e 3.2 si evince che sulla superficie delle lamine a $\pm \theta$ la tensione σ_L è nettamente più grande rispetto la tensione σ_T , indipendentemente dall'angolo di off-axis che sto considerando. Mentre, all'aumentare di θ , la tensione σ_{LT} aumenta fino a raggiungere un valore massimo per poi decrescere: osservando il grafico Graf.3.2 si può notare che all'interno di una zona ristretta, in corrispondenza di un angolo θ di 25° il parametro λ_{12} rimane pressoché costante. La scelta dunque è ricaduta su un angolo off-axis di 25° in quanto se si commettessero errori di orientazione durante il posizionamento delle fibre, il rapporto σ_{LT}/σ_T non varierebbe sensibilmente.



Graf.3.1. Andamento di λ_1 in funzione di θ .



Graf.3.2. Andamento di λ_{12} in funzione di θ .

Il laminato simmetrico che è stato realizzato dunque, è il seguente: $[0^{\circ},90^{\circ},+25^{\circ},-25^{\circ}]_{S}$.

Dai test effettuati sulle singole lamine, sono state ricavate le proprietà del laminato: in particolare sono state eseguite prove statiche di trazione che hanno permesso di verificare che i valori reali di E_1 , E_2 , v_{12} ipotizzati all'inizio dell'analisi, non si discostano molto dai valori reali del materiale [8].

<i>E</i> ₁ [MPa]	E ₂ [MPa]	v_{12}	G_{12} [MPa]
30371.40	10305.9	0.3014	3760

I dati dei risultati ottenuti sono riportati nella tabella seguente (Tab.3.7).

Tab.3.7. Proprietà del laminato ottenute sperimentalmente.

Di seguito è riportato il grafico di confronto del parametro λ_{12} relativo alle tensioni σ_L e σ_T ricavate da SACL, inserendo come dati di input, le proprietà teoriche e sperimentali del laminato.



Graf.3.3. Confronto tra λ_{12} vera e teorica al variare di θ .

La curva vera, ricavata inserendo le proprietà dei test sperimentali eseguiti sulle singole lamine a 0°, 90°, conferma il valore dell'angolo θ (25°) stimato inizialmente, utilizzando le proprietà teoriche ipotizzate.

Per le prove a fatica effettuate, è stato necessario raddoppiare il numero di questi strati $[0^{\circ},90_{2}^{\circ},+25_{2}^{\circ},-25_{2}^{\circ}]_{s}$ per migliorare il contrasto cricca-sfondo delle immagini acquisite. Come sarà spiegato nel capitolo 4 questa analisi servirà per chiarire come il danneggiamento indotto dalla nascita e dalla propagazione delle cricche influenzi la rigidezza del materiale.



Fig.3.29. Laminato $[0^{\circ},90_{2}^{\circ},+\theta_{2}^{\circ},-\theta_{2}^{\circ}]_{s}$.

Di seguito sono riportate le tabelle delle proprietà del materiale base e nanocaricato ottenute dai risultati delle prove sperimentali eseguite sulle singole lamine a 0° e 90° (Tab.3.7 e Tab.3.8).

<i>E</i> ₁ [MPa]	E ₂ [MPa]	v_{12}	G_{12} [MPa]
30071	10305	0,3	4761

Tab.3.7. Proprietà del laminato caricato ottenute sperimentalmente.

<i>E</i> ₁ [MPa]	E ₂ [MPa]	v_{12}	<i>G</i> ₁₂ [MPa]
30876	9488	0,306	3760

Tab.3.8. Proprietà del laminato base ottenute sperimentalmente.

Di seguito sono riportate le tabelle riassuntive delle tensioni $\sigma_L e \sigma_T$ ricavate mediante la teoria della laminazione utilizzando come dati di input, le proprietà sperimentali del laminato simmetrico e considerando tutti gli strati raddoppiati (tranne quelli a 0°).

	LAMINA θ base					
θ[°]	$\sigma_{_L}$ [MPa]	$\sigma_{_T}$ [MPa]	$\sigma_{_{LT}}$ [MPa]	λ_1	λ_{12}	
0	1,252257	0,036936	0	0,029495	0	
10	1,250659	0,050386	0,06445	0,040288	1,279125	
20	1,232462	0,06771	0,139842	0,054939	2,065308	
25	1,205303	0,087625	0,183174	0,0727	2,090431	
30	1,156856	0,119565	0,22889	0,103353	1,914356	
40	0,972316	0,229584	0,312493	0,236121	1,361127	
50	0,679734	0,391288	0,349002	0,575649	0,891931	
60	0,37087	0,553422	0,31342	1,492226	0,566331	
70	0,140727	0,669397	0,224744	4,756706	0,335741	
80	0,13312	0,731549	0,114668	5,49541	0,156747	

Tab.3.9. Tensioni calcolate dal programma SACL sulle lamine θ a partire dalle proprietà sperimentali del materiale base.

LAMINA θ caricata					
θ[°]	σ_L [MPa]	σ_{T} [MPa]	$\sigma_{\scriptscriptstyle LT}[{ m MPa}]$	λ_1	λ_{12}
0	0.618512	0.018826	0	0,037115	0
10	0.616852	0.019499	0.022991	0,041983	1,5815
20	0.604595	0.024471	0.050171	0,062828	2,294582
25	0.588176	0.031132	0.06587	0,085134	2,246132

30	0.560169	0.042493	0.082376	0,121094	2,033207
40	0.459056	0.083511	0.111836	0,265209	1,470999
50	0.308638	0.144529	0.123048	0,610618	0,994139
60	0.159659	0.204962	0.108628	1,503959	0,64698
70	0.054434	0.247649	0.076936	4,574299	0,389751
80	-0.001765	0.270446	0.039004	43,44282	0,183567

Tab.3.10. Tensioni calcolate dal programma SACL sulle lamine θ a partire dalle proprietà sperimentali del materiale caricato.



Graf.3.3. Confronto tra λ_{12} del materiale base e caricato al variare di θ .

Le curve vere, ottenute utilizzando le proprietà sperimentali di test eseguiti sulle singole lamine a 0° e 90°, confermano il valore dell'angolo $\theta=25^{\circ}$ stimato inizialmente, utilizzando le proprietà teoriche e un lay-up dimezzato.

Quest'analisi dunque ha permesso di ricavare l'orientazione ottimale delle fibre a θ per ridurre i disturbi legati a un non corretto posizionamento dell'UD, durante la stratificazione.

Capitolo 4

Test e risultati

4.1 Introduzione

Nel presente capitolo è riportata la descrizione dei test a fatica eseguiti e una sintesi dettagliata dei risultati ottenuti.

4.2 Attrezzature utilizzate

MTS Mini Bionix® 858



Fig.4.1 MTS Mini Bionix® 858.

La macchina utilizzata per eseguire le prove a fatica è quella presente all'interno del laboratorio di Fatica Multiassiale, del DTG di Vicenza, ovvero la MTS Mini Bionix® 858 servoidraulica con capacità assiale massima di 25KN (Fig. 4.2.1).

Questa macchina consente di eseguire prove applicando carichi uniderzionali, nel nostro caso i provini testati sono laminati simmetrici: l'uso di carichi monoassiali su provini che presentano fibre con angoli di inclinazione diversi dalla direzione di applicazione del carico provoca delle sollecitazioni multiassili negli strati "fuori asse" come vedremo.

Panasonic LUMIX TZ5 10x e Videocamera digitale



Fig.4.2. Panasonic LUMIX TZ5.



Fig.4.3. Videocamera digitale TC-9000.

La Panasonic LUMIX TZ5 10x è dotata di uno zoom ottico 10x, 28-280mm con apertura f/3,3 – 4,9; ed è dotata di un sensore CCD da 9 megapixel che permette di ottenere ingrandimenti di buona qualità. Sul lato destro della macchina una porta USB permette di trasferire i file dalla macchina a pc.

La videocamera è dotata di porta usb e permette di salvare direttamente le immagini raccolte su pc, in dotazione con la macchina il software di serie permette di giocare su alcuni parametri delle immagini per migliorarne la qualità.

4.3 Prove a fatica

La frequenza di applicazione del carico è stata fissata sui 10Hz con un rapporto di ciclo R=0,1 (R rappresenta il rapporto tra la tensione minima e massima applicata). L'andamento del carico applicato può essere ricondotto a una sollecitazione alterna simmetrica, dove la tensione applicata è assimilabile a una funzione sinusoidale. In generale lo studio del comportamento a fatica dei materiali compositi necessita l'uso di appropriate tecniche sperimentali che consentono il monitoraggio del danneggiamento subito a seguito della formazione e propagazione della cricca.

Una delle tecniche più utilizzate è l'analisi microscopica di sezioni trasversali mediante scansioni metallografiche, tale metodo però ha l'inconveniente di essere distruttivo quindi se si ha la necessità di monitorare il danneggiamento nel tempo, limitando il numero di provini analizzati, bisogna ricorrere ad altre tecniche. Tra i metodi non distruttivi citiamo:

- gli ultrasuoni: l'applicazione nei compositi è in fase di sviluppo, grazie a questa tecnologia è possibile stimare il numero di cricche presenti all'interno del campione e la loro lunghezza.
- la termografia: l'energia meccanica del ciclo di isteresi, durante la prova viene dissipata in calore, che provoca un riscaldamento del materiale; sperimentalmente è possibile osservare che l'aumento di temperatura è correlato al danneggiamento del provino, cioè le zone più calde sono quelle che presentano il maggior numero di difetti.
- L'indagine visiva: sfrutta la trasparenza del materiale, e mediante semplici dispositivi (videocamere o fotocamere digitali) monitora l'evoluzione del danneggiamento di una zona definita del provino.

Per questo lavoro è stata eseguita una indagine visiva basata sull'utilizzo di una comune fotocamera digitale: una Panasonic ZT5 con zoom ottico 10x e una videocamera digitale professionale che ha permesso di automatizzare il processo di acquisizione. Per riuscire a visualizzare le cricche ed effettuare una accurata analisi di cd e del loro stato di avanzamento, è stato necessario restringere il campo d'azione dei dispositivi, concentrando le foto su un area calibrata del campione, rappresentativa dell'intero provino. Individuata la finestra di osservazione e sistemata la foto/videocamera è stato necessario bloccare il dispositivo di acquisizione, successivamente è stata azionata la macchina di trazione.

Come sarà menzionato successivamente e come si vedrà dalle immagini in archivio, l'utilizzo della videocamera ha permesso da un lato di velocizzare le prove in quanto il software in dotazione aveva la capacità di acquisire immagini in automatico a intervalli di tempo regolari (a N cicli prefissati) a scapito però della qualità inferiore delle foto. Il problema della scarsa qualità di queste immagini non è dipeso dalla limitata risoluzione della videocamera o dall'insufficiente luminosità dell'ambiente ma dal fatto che l'acquisizione è sempre avvenuta con il provino in movimento: non è stato possibile mettere in relazione l'acquisitore con la macchina di prova in modo che il dispositivo si fermasse per permettere lo scatto a fermo immagine, si è dovuti invece giocare sui parametri digitali che il software permetteva di variare per migliorare i contrasti. Nelle prime prove è stata utilizzata una lampada al neon per illuminare il retro provino in seguito si è passati all'utilizzo di una lampada al led, che ha permesso, in parte, di migliorare la nitidezza delle immagini scattate.

Nello specifico sono stati testati 10 provini, due dei quali sono stati scartati fin da subito dall'analisi dei dati, in quanto dopo poche centinaia di cicli hanno subito una brusca delaminazione che ha compromesso l'integrità del materiale stesso e quindi è stato necessario buttare questi due campioni. Come accennato nel precedente capitolo ogni campione è stato catalogato all'interno di una delle due macro categorie di partenza: i provini con resina base sono stati classificati come provini MBn, (dove M sta per laminati Multiassiali), mentre quelli caricati con MCn, n (compreso tra 2 e 5) rappresenta in ordine temporale il numero del provino che è stato testato.

I carichi massimi applicati durante la prove, per entrambe le categorie sono stati i seguenti: 80MPa, 84MPa, 94MPa e 103MPa, nella tabella sottostante (Tab.4.1) è riportato per ogni codice di identificazione provino il range della corrispondente tensione applicata e le relative caratteristiche dimensionali necessarie sia per il calcolo della crack density e per la stima della rigidezza.

codice	w [mm]	s [mm]	Smax[MPa]	Smin[MPa]
m-b-02	22,52	3,66	84	8,4
m-b-03	22,5	3,69	103	10,3
m-b-04	22,59	3,72	94	9,4
m-b-05	22,66	3,68	80	8
m-c-02	24,39	3,65	94	9,4
m-c-03	24,57	3,78	84	8,4
m-c-04	24,26	3,64	80	8
m-c-05	24,99	3,72	103	10,3

Tab.4.1 Classificazione e dimensione dei provini e relativi carichi applicati

La grandezza "w" rappresenta la larghezza del provino, "s" è lo spessore, la lunghezza del provino invece è variabile, comunque compresa tra i 200-250mm.



Fig.4.4. Provini testati.

4.4 Calcolo della cd per le cricche a 90°

Per il conteggio delle cricche a 90° a $+25^{\circ}$, sono stati usati due diversi approcci. Nel primo caso si è considerata l'intera area rettangolare del provino trascurando due piccole zone posizionate all'estremità superiore e inferiore (a stretto contatto con il bordo immagine) in quanto, molte delle foto che sono state scattate dalla videocamera con il provino in movimento risultavano spostate di qualche millimetro.

Questa immagina riporta l'area di riferimento che è stata utilizzata per il conteggio delle cricche a 90°.



Fig 4.5 Area di monitoraggio per le cricche a 90°.

Per facilitare l'osservazione dello stato di avanzamento delle cricche a 90° e la loro classificazione, partendo da un lato del campione è stata realizzata una griglia composta da 8 colonne: ogni colonna è esattamente il 12,5% della larghezza dell'intero provino, quindi a intervalli di ciclo crescenti sono state visionate le foto relative ai cicli di interesse e ciascuna cricca osservata è stata evidenziata con una elisse di colore diverso in funzione della lunghezza misurata, nella tabella Tab.4.2 sono riportate le specifiche adottate.

giallo	arancio	verde	viola	blu	rosso	bianco	nero
0,125	0,25	0,375	0,5	0,625	0,75	0,875	1

Tab.4.2 Classificazione delle cricche a 90°

I valori numerici posti sotto i diversi colori, rappresentano il valore percentuale di lunghezza di cricca: 0,125 è il 12,5% della larghezza del provino, 0,25 è il 25% ... ecc. L'immagine seguente, relativa al provino MB02 (con carico massimo di 84 MPa) rappresenta un esempio di come è stata eseguita la classificazione delle cricche a 90° dalle immagini acquisite: in questo caso si possono osservare diverse cricche con lunghezza inferiore al 12,5% della larghezza totale del campione.



Fig.4.6. Provino MB02 (84MPa) a 260000 cicli.

La foto mostra come la maggior parte delle cricche tenda a nucleare lungo il bordo provino. Questo fenomeno è stato riscontrato su tutti i provini analizzati.

Per ciascun provino testato lo studio del danneggiamento è stato riassunto all'interno di una tabella che riporta per ogni "fascia" precedentemente descritta, in funzione del numero di cicli, il numero totale di cricche (Tab.4.3).

MB02									
N	giallo	arancio	verde	viola	blu	rosso	bianco	nero	N°cracks tot
	0,125	0,25	0,375	0,5	0,625	0,75	0,875	1	
1000	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2000	2	0	0	0	0	0	0	0	2
3000	4	1	0	0	0	0	0	0	5
4000	8	1	0	0	0	0	0	0	9
5000	10	1	0	0	0	0	0	0	11
6000	12	1	1	0	0	0	0	0	14
7000	15	1	1	0	0	0	0	0	17
8000	15	1	1	0	0	0	0	0	17
9000	16	1	1	0	0	0	0	0	18

Tab.4.3 Esempio di classificazione delle cricche a 90° per il provino MB02.

Nello step successivo sono stati calcolati 2 parametri: la crack density totale (cd_{TOT}) e la crack density pesata (cd_w) . La prima rappresenta il rapporto tra il numero di cricche totali conteggiate all'interno dell'area di riferimento e la lunghezza della base maggiore (4.1); mentre la cd_w relativa all'ennesimo ciclo è la somma del numero totale di cricche pesate per la rispettiva lunghezza, diviso una grandezza di riferimento rappresentata sempre dalla base più lunga del rettangolo (4.2).

$$cd_{TOT} = \frac{N_{TOT} cracks}{L}$$
(4.1)

$$cd_{W} = \frac{\sum Ncracks \cdot lunghezza\%}{L}$$
(4.2)

Come riportato In Fig.4.4 L è la lunghezza del lato maggiore del rettangolo considerato.

Nelle equazioni si sono utilizzati i valori reali delle lunghezze (in mm), quindi è stato necessario, per ogni immagine ricorrere a delle proporzioni considerando come costante

di riferimento il rapporto tra la larghezza del provino misurata a pc il valore di w misurato mediante l'utilizzo di un calibro a inizio prova.

Fig.4.7 Rappresentazione delle variabili.

Nella Tab.4.4 vengono riportati i primi valori di crack density relativi al provino MB02 calcolati per le cricche a 90°.

N	N°cracks _{TOT}	cd _{TOT}	cd_W	
1000	0	0	0	
2000	2	0,04821	0,00602	
3000	5	0,12052	0,01808	
4000	9	0,21634	0,03013	
5000	11	0,26515	0,36157	
6000	14	0,33747	0,05122	
7000	17	0,40978	0,06026	
8000	17	0,40978	0,06026	
9000	18	0,45799	0,06930	

Tab.4.4 $cd_{TOT} e cd_W$ in funzione di N per il provino MB02.

Queste tabelle sono state realizzate per ogni provino testato, nelle pagine successive saranno inseriti solo i grafici riassuntivi delle analisi svolte.

I grafici che seguono riportano il valore di crack density totale in funzione del numero di cicli per gli strati a 90°.



Graf.4.1 cd_{TOT}-N a 103MPa per cicche a 90°.



Graf.4.2 cd_{TOT}-N a 94MPa per cicche a 90°.



Graf.4.3 cd_{TOT}-N a 84MPa per cicche a 90°.



Graf.4.4 cd_{TOT}-N a 80MPa per cicche a 90°.

Questi grafici mostrano come a parità di carico applicato il valore della crack density totale relativa ai provini nanocaricati risulta generalmente più bassa rispetto al valore di cd_{TOT} dei provini realizzati con semplice resina base. Da questa prima analisi sembrerebbe che la nanocarica limiti in qualche modo l'innesco di cricche a 90° rispetto i campioni non modificati.



Graf.4.5 cd_{TOT}-N per provini base al variare dei carichi applicati.



Graf.4.6 cd_{TOT}-N per provini nanocaricati al variare dei carichi applicati.

Sia per i provini caricati, sia per i provini realizzati con resina base i valori della crack density diminuiscono al diminuire del carico applicato.

Di seguito saranno riportati i grafici della crack density pesata in funzione del numero di cicli, relativi alle cricche a 90° per ogni provino testato.



Graf.4.7 cdw-N a 103MPa per cicche a 90°.



Graf.4.8 cd_w-N a 94MPa per cicche a 90°.



Graf.4.9 cd_w-N a 84MPa per cicche a 90°.



Graf.4.10 cd_w-N a 80MPa per cicche a 90°.

Anche i grafici relativi alla crack density pesata evidenziano come i provini base manifestino valori maggiori di cd_w rispetto i provini nanomodificati, almeno per valori elevati di N.



Graf.4.11 cd_w-N per i provini base al variare dei carichi applicati.



Graf.4.12 cd_W-N per i provini nanocaricati al variare dei carichi applicati.

4.5 Calcolo della crack density per le cricche a +25°

Per le cricche a +25° è stato necessario modificare l'area di osservazione e considerare un parallelogramma che permettesse alla cricca durante l'avanzamento di non fuoriuscire dalla geometria delineata (Fig.4.5).



Fig.4.8. Esempio dell'area di monitoraggio per le cricche a +25°.

Le cricche a +25° difficilmente propagano oltre il 12,5% di w (a·sen(25°)<w), quindi per rendere più semplice la classificazione delle cricche, è stata considerata un area centrale che è la proiezione dell'area del parallelogramma sopra rappresentato i cui lati minori misurano L e la cui altezza è stata ricavata dalla seguente relazione h=Lsen(25°). Anche le cricche a +25° così come le cricche a 90° tendono a nucleare maggiormente in prossimità dei bordi, si è pensato quindi di suddividere le due colonne laterali in 6 parti, in questo modo è stato più semplice osservare il loro stato di avanzamento e classificarle. La Tab 4.6 riporta i colori delle suddivisioni adottate e le rispettive lunghezze associate.

grigio	ciano	viole	marrone	bianco	nero
0,0208	0,0416	0,0625	0,0833	0,1041	0,1250

Tab.4.6 Tabella di classificazione delle cricche a $+25^{\circ}$

L'immagine seguente è relativa al provino MB03 (103 MPa) a circa 20000 cicli. Questa immagine riportata solamente come esempio delle cricche a $+25^{\circ}$ nucleate lungo il bordo: le cricche evidenziate con il colore ciano presentano una lunghezza percentuale compresa tra il 2,08 e 4,16% della larghezza totale del provino.



Fig.4.9. Provino MB03 a 20000 cicli.

Per ciascun provino, lo studio effettuato è stato riassunto all'interno di tabelle che riportano per ogni "fascia" precedentemente descritta, in funzione del numero di cicli, il numero totale di cricche (Tab.4.7).

MB03								
N	grigio	ciano	viola	marrone	bianco	nero	N°cracks tot	
•••	0	1	0	0	0	0	1	
8004	0	1	0	0	0	0	1	
8819	0	1	0	0	0	0	1	
9853	2	3	0	0	0	0	5	
20506	2	3	0	0	0	0	5	
22040	3	3	0	0	0	0	6	
23510	3	3	1	0	0	0	7	
26584	4	3	1	0	0	0	8	
•••••								

Tab.4.7 Classificazione delle cricche a $+25^{\circ}$ per il provino MB03.

In questo caso la crack density totale (cd_{25TOT}) e la crack density pesata (cd_{25W}) sono state calcolate utilizzando le equazioni (4.3) e (4.4):

$$cd_{25TOT} = \frac{N_{TOT} cracks}{L \cdot sen(25^{\circ})}$$
(4.3)

$$cd_{25W} = \frac{\sum Ncracks \cdot lunghezza\%}{L \cdot sen(25^{\circ})}$$
(4.4)

I grafici successivi riportano il valore della crack density totale in funzione del numero di cicli per le cricche a $+25^{\circ}$.


Graf.4.13 cd_{TOT}-N a 103MPa per cicche a $+25^{\circ}$.

per cricche a $+25^{\circ}$.



Graf.4.14 cd_{TOT}-N a 94MPa per cicche a +25°.



Graf.4.15 cd_{TOT}-N a 84MPa per cricche a +25°.



Graf.4.16 cd_{TOT}-N a 80MPa per cricche a $+25^{\circ}$.



Graf.4.17 cd_{TOT}-N per i provini base al variare dei carichi applicati.



Graf.4.18 cd_{TOT}-N per i provini nanocaricati al variare dei carichi applicati.

Sulla base di questi dati esiste una leggera differenza tra provini caricati e provini base in termini di cd_{TOT} , in generale i campioni nanocaricati tendono ad avere minori valori ci crack density a parità di carico applicato, ovvero i provini nanorinforzati tendono a manifestare una migliore capacità a contrastare l'insorgere e la diffusione di cricche all'interno dei campioni.

La stessa cosa può essere riscontrata andando ad effettuare un confronto in termini di crack density pesata.



Graf.4.19 cd_w-N a 103MPa per cricche a +25°.



Graf.4.20 cd_W-N a 94MPa per cricche a $+25^{\circ}$.



Graf.4.21 cdw-N a 84MPa per cricche a +25°.



Graf.4.22 cd_W-N a 80MPa per cricche a $+25^{\circ}$.

I grafici Graf.4.23-4.24 mettono in relazione tra di loro i diversi valori di crack density, in funzione del numero di cicli, al variare del carico, per i provini base (Graf.4.23) e per i provini nanocaricati (Graf.4.24).



Graf.4.23 cd_w-N per i provini base al variare dei carichi applicati.



Graf.4.24 cd_W-N per i provini nanocaricati al variare dei carichi applicati.

A causa della scarsa qualità delle immagini e a causa della spessa stratificazione dei provini, non è stato possibile effettuare il conteggio delle cricche a -25°, e quindi non è stato possibile stimare la crack density o effettuare altri tipi di analisi dei difetti degli strati più interni del laminato simmetrico.

In conclusione si può dire che all'aumentare del carico massimo applicato, la crack density aumenta; inoltre si può notare che nelle fasi iniziali la cd, in particolare quella pesata relativa alle cricche a 90°, aumenta rapidamente per poi stabilizzarsi all'aumentare del numero di cicli. A parità di σ max, la presenza di nanoclay all'interno della matrice, riduce la cd: ci si aspetta quindi che la rigidezza di questi compositi trifasici risulti più alta rispetto i laminati base; come vedremo però le rigidezze registrate saranno pressochè le stesse sia per i materiali base sia per quelli nanocaricati.

4.6 Stima delle velocità di propagazione delle cricche

In questo paragrafo è riportata l'analisi effettuata per stimare la velocità di propagazione delle cricche a 90°, sia nei provini base sia in quelli nanocaricati. Per la realizzazione di questi diagrammi vengano considerate cricche distanziate tra loro perché la vicinanza potrebbe comporta una variazione della condizione di carico a cui sono sottoposte. Nello specifico sono state visionate 3 cricche per ogni provino testato. Quasi tutte le cricche considerate per questa analisi sono state individuate partendo dall'osservazione delle prime immagini: generalmente infatti le prime cricche che si formano lungo i bordi, sono quelle adatte allo scopo.

A intervalli di ciclo crescenti (inizialmente ogni 1000 cicli e successivamente anche ogni 10000 cicli) sono state registrate le lunghezze delle rispettive cricche, in funzione del numero di cicli: i valori riportati nella tabella Tab.4.8 sono le lunghezze di 3 cricche in mm relative al provino MB03. Per una accurata analisi in questo caso si è dovuto ricalcolare le costanti di proporzionalità (ricavate in funzione della larghezza w del provino, nota) per ogni immagine, in quanto spesso il provino risultava deformato nelle foto di output e quindi dovendo calcolare l'esatta lunghezza delle cricche mediante una riga millimetrata, è stato necessario adottare questo accorgimento.

MB03				
Ν	a 1	a 2	a 3	N-Ni
	mm	mm	mm	
624	0,2	0,3	0,7	0
1220	0,3	0,5	0,8	596
2314	0,7	1	1,2	1690
3008	1	1,1	1,4	2384
3722	1,1	1,3	1,5	3098
5261	1,4	1,5	1,8	4637
7323	1,5	1,5	2,1	6699
9853	1,6	1,6	2,4	9229
13422	1,8	1,8	2,7	12798
••••				

Tab.4.8 tabella delle lunghezze di cricca per il provino MB03



Fig.4.10. Stato di avanzamento delle cricche nel provino MB03 a 2618 cicli.

Per ogni provino sono stati realizzati dei grafici che riportano i valori di lunghezza "a" in funzione del numero di cicli N-Ni, dove Ni rappresenta il numero di cicli iniziale in corrispondenza del quale la cricca si è formata. Da questi grafici sono state ricavate le pendenze delle curve passanti per i punti ricavati, ovvero i coefficienti angolari delle rette che interpolano questi punti, e che rappresentano le velocità di propagazione delle diverse cricche.



Graf.4.25. Velocità di propagazione delle cicche nel provino MB03.



Graf.4.26. Velocità di propagazione delle cicche nel provino MB04.



Graf.4.27. Velocità di propagazione delle cicche nel provino MB02.



Graf.4.28. Velocità di propagazione delle cicche nel provino MB04.



Graf.4.29. Velocità di propagazione delle cicche nel provino MC05.



Graf.4.30. Velocità di propagazione delle cicche nel provino MC02.



Graf.4.31. Velocità di propagazione delle cicche nel provino MC03.



Graf.4.32. Velocità di propagazione delle cicche nel provino MC04.

Viene riportata la tabella riassuntiva (Tab.4.9) dei valori delle pendenze dell'interlinee passanti per i dati raccolti relativi alle tre cricche di ogni provino: l'ultima colonna riporta i valori medi delle velocità di avanzamento, ovvero la media dei coefficienti angolari delle rette interpolatrici (le interpolazioni sono di tipo lineare, ipotesi valida se si considerano le cricche sufficientemente piccole); tali valori saranno utilizzati per ricavare le due funzioni velocità al variare del carico applicato.

		v base	vm base	v caricato	vm caricato
	1	1,57E-04		9,17E-05	
103MPa	2	1,21E-04	1,27E-04	3,95E-05	5,05E-05
	3	1,03E-04		2,02E-05	
	1	1,43E-04		2,26E-05	
94MPa	2	1,09E-04	1,08E-04	8,73E-06	1,35E-05
	3	7,39E-05		9,07E-06	
	1	8,51E-05		1,64E-06	
84MPa	2	6,61E-06	3,29E-05	5,52E-06	8,51E-06
	3	6,91E-06		3,65E-06	
	1	7,57E-06		4,23E-06	
80MPa	2	4,75E-06	5,28E-06	4,70E-06	4,42E-06
	3	3,53E-06		4,35E-06	

Tab.4.9. Tabella riassuntiva delle pendenze.

Di seguito è riportato il grafico che mostra come varia la velocità di propagazione della cricca in funzione del carico applicato.



Graf.4.33 velocità di propagazione al variare del carico applicato

E' possibile osservare che nei provini nanocaricati, la velocità di propagazione delle cricche a 90° risulta inferiore a quella dei provini con resina base. In particolare questo grafico mostra come tale differenza incrementi all'aumentare del carico applicato: con sollecitazioni di 80MPa tale differenza è solo di pochi punti percentuale mentre a 103MPa è di quasi un ordine di grandezza.

4.7 Riduzione della rigidezza

La nascita dei difetti nella matrice di questi compositi porta a una riduzione della loro rigidezza, in questi grafici saranno riportati i valori della rigidezza normalizzata rispetto la E_0 del materiale integro (misurata a 1000 cicli per semplicità). Circa a metà del provino è stato montato un estensometro, uno strumento altamente sensibile che consente di misurare le deformazioni locali della regione di interesse sulla quale è montato.

Il software collegato all'estensometro salva all'interno di un file i valori della tensione locale e della corrispondente deformazione, nello specifico memorizza 3 cicli reali ogni mille cicli e mantiene separati questi dati all'interno della stessa cartella, in modo da ottenere il valore "istantaneo" della rigidezza, sapendo che essa risulta essere la pendenza della curva sforzo-deformazione. A intervalli di ciclo crescenti sono stati calcolati i valori "istantanei" delle rigidezze inizialmente ogni mille cicli e successivamente incrementando tale step.

Le prove effettuate sui provini MB02-03-04 per i quali è stata utilizzata una fotocamera digitale manuale per l'analisi della crack density sono state interrotte ripetutamente perché era necessaria la presenza sul posto di un operatore che potesse acquisire le immagini.

Solitamente quando si interrompe una prova ma in particolare quando l'estensometro viene smontato e rimontato dal provino, i dati che poi il software restituisce in termini di deformazione mostrano discrepanze rispetto i valori raccolti prima dell'ultima interruzione, anche se lo strumento viene posizionato sulla stessa area di osservazione.

Per questo motivo i grafici che riportano la diminuzione di rigidezza in funzione di N si interrompono a valori non superiori a 300000 cicli. Vengono ora riportati i grafici di confronto tra provini base e nanocaricati al variare del numero di cicli.



Graf.4.34. Grafico Exnorm-N a 103 MPa.



Graf.4.35 Grafico E_{Xnorm} -N a 94 MPa



Graf.4.36 Grafico Exnorm-N a 84 MPa

Nel grafico Graf.4.36 viene riportata solo la curva relativa al provino nanocaricato perché i valori di deformazione del campione base sono stati considerati non attendibili a causa delle ripetute interruzioni della prova seguite da continui carichi/scarichi del provino.



Graf.4.37 Grafico E_{Xnorm} -N a 80 MPa



Graf.4.38 Grafico E_{Xnorm} -N per i provini base al variare del carico applicato.





Nelle prime fasi la rigidezza cala sensibilmente per poi raggiungere un plateau orizzontale. Per quanto riportato nel precedente paragrafo sulla velocità di avanzamento delle cricche, la presenza di nanocariche all'interno del laminato dovrebbe contrastare l'avanzamento delle cricche, aiutando il materiale a conservare la sua rigidezza iniziale (E₀); in realtà da questi grafici si può osservare che i benefici sperati per effetto delle nanoparticelle di silice sono limitati. Solo il confronto tra le curve di rigidezza del campione base e caricato, con carico massimo 103MPa, mostrano una differenza importante, degna di nota.

La cd_w per le cricche a 90° è di un ordine di grandezza più grande rispetto la cd delle cricche a +25° questo ci fa pensare che la rigidezza sia maggiormente influenzata dalla cd delle cricche sulle strato a 90°. Se si osservano le curve $cd_w - N$ è possibile notare che i dati relativi al materiale base e nanocaricato sono molti vicini tra loro tranne per il caso del provino con carico massimo di 103 MPa, questo giustifica i risultati ottenuti in termini di rigidezza.

Per accertare il beneficio delle nanoparticelle nel caso di tensioni massime elevate sarebbe opportuno effettuare altre analisi utilizzando lo stesso carico.

Precedenti lavori hanno dimostrato che il comportamento a fatica di campioni con fibre off-axis e angle-ply è fortemente influenzato dalla propagazione di cricche nella resina della matrice [5]. Conclusioni simili sono state elaborate anche in un recente studio dove si è dimostrato che i modi di cedimento erano fortemente legati al carico ciclico applicato [6]. Inoltre è stato dimostrato che per questi compositi le modalità di rottura sono sempre dominate dalla matrice.

Capitolo 5

Verifica del modello *Shear Lag* mediante analisi FEM

5.1 Descrizione del modello Shear Lag

Sviluppato dall'Università di Padova, lo *Shaer Lag* è un modello per la stima delle proprietà elastiche di laminati multi direzionali simmetrici, criccati.

Il modello media tensioni e deformazioni sul volume totale di ciascuna lamina e permette di ottenere la matrice di rigidezza del laminato in funzione della crack density, richiedendo come dati di imput solamente la geometria e le propietà elastiche delle lamine.

Il modello proposto trova riscontro con i dati sperimentali e i risultati agli elementi finiti presenti in letteratura. Il presente capitolo ha lo scopo di verificare mediante modellazione FEM se il presente modello riproduce correttamente anche la distribuzione delle tensioni all'interno del materiale sollecitato.

5.2 Cross ply criccato $[0^{\circ},90^{\circ}]_{s}$ con cricche sullo strato a 0°

L'obbiettivo dello studio è quello di confrontare la distribuzione delle tensioni del modello analitico *Shear Lag* con le tensioni ottenute dall'analisi FEM, al variare del valore di crack density (cd), in due diverse condizioni di carico: TRAZIONE e TAGLIO, al fine di decretarne l'accuratezza non solo per il calcolo dei moduli elastici Ex e Gxy ma anche per la distribuzione delle tensioni tra due cricche all'interno del laminato.

Mediante l'utilizzo di Ansys e'stato modellato un elementino di dimensioni l^xh^xw: una cella unitaria rappresentativa del laminato criccato.



Fig.5.1 Laminato [0°,90°]_s criccato.

La Larghezza (w) e la lunghezza (l) della lamina sono state definite in funzione del parametro "cd", che rappresenta la crack density ed è la sola variabile che deve essere definita prima di ogni analisi. Le analisi al variare della crack density sono state eseguite modificando il file parametrico del modello iniziale.

$$l = \frac{1}{2cd}$$
 (5.1)
w = 1 (5.2)

All'aumentare di cd diminuisce la lunghezza e la larghezza di cella e si riduce anche la rigidezza strutturale del laminato sollecitato staticamente.

Nella modellazione FEM si è considerato un materiale con comportamento ortotropo (cioè che presenta una simmetria di comportamento rispetto tre piani ortogonali tra loro), e le proprietà definite sono quelle riportate in tabella Tab.5.1:

MATERIALE					
Ex = Ez	Ez 40000 [MPa] PRxy = PRxz 0.2 [MPa] Gxy = Gxz 500				
Ey	10000 [MPa]	PRyz	0.4 [MPa]	Gyz	3571

Tab	5.	1
-----	----	---

L' elemento usato per la modellazione delle lamine è l'elemento *Solid 186* a *20 nodi* che presenta 3 gradi di libertà per ogni nodo.

Per realizzare il modello è stata dapprima creata la superficie inferiore della lamina orientata a 90°: dopo aver definito i keypoints, le linee e l'area, è stata eseguita una mesh regolare della regione.

La superficie meshata è stata utilizzata come base per la realizzazione del modello: estrudendo per due volte l'area in direzione Z di una altezza h90 = h0 = 0.3 mm sono state ricavate le due lamine [0°,90°]; per semplicità le analisi successive sono state eseguite mantenendo inalterati tali parametri e le proprietà precedentemente definite (Tab.5.1).



Fig5.2. Modello $[0^{\circ},90^{\circ}]_{s}$ realizzato al FEM.

Per creare la diversa orientazione della lamina a 90° è stato necessario definire un nuovo sistema di riferimento locale, ruotato di 90° attorno all'asse Z e tutti gli elementi legati alla medesima area sono stati ruotati di un angolo retto mediante il comando *Move Modify*.

• Trazione

Nell'applicazione dei vincoli si è sfruttata la simmetria di cella: in corrispondenza del piano di simmetria è stato applicato un vincolo (di simmetria) che garantisce spostamenti nulli in direzione Z. L'applicazione dei vincoli e dei carichi è la parte più delicata: il carico in questo caso è rappresentato da uno spostamento in direzione X della lamina non criccata a 0°, sulle restanti aree del solido sono stati imposti gli spostamenti "u" secondo il seguente schema, in modo da ottenere una sollecitazione di pura trazione:



Fig.5.3 Carichi e vincoli a trazione.

La soluzione che si ottiene dall'analisi del modello è quella riportata in Fig.5.4 (l'immagine è riferita al modello con crack density 0.5).



Fig.5.4 Distribuzione delle tensioni in trazione.

Nei grafici Graf.5.1 e 5.2 vengono riportati i valori ottenuti analiticamente e dall'analisi FEM di σ_1 e σ_2 al variare della crack density, partendo da un valore di cd pari a 0.1 fino a un valore massimo di 1.2; in tutte le analisi effettuate l'altezza delle lamine è stata considerata costante e pari a 0.3 mm.

Osservando i due grafici si può notare che all'aumentare della crack density, quindi al diminuire di l e di w le tensioni σ_1 e σ_2 normalizzate rispetto la tensione globale σ_x , relative alla lamina a 90° tendono a stabilizzarsi verso un valore di tensione massimo tanto più rapidamente quanto minore è la densità di cricche: all'aumentare di cd, tale valore tende a diminuire.



Graf.5.1 Curve σ_1 normalizzate al variare di cd.



Graf.5.2 Curve σ_2 normalizzate al variare di cd.

<u>Tensione</u> σ_1

Nei grafici seguenti, sono messe a confronto singolarmente le tensioni normalizzate ricavate dall'analisi FEM, con le tensioni ottenute mediante il modello analitico *Shear Lag* al variare del rapporto x/l, per diversi valori di crack density.



Graf.5.3 σ_1 normalizzata con cd 0.2.



Graf.5.4. σ_1 normalizzata con cd 0.5.



Graf.5.5. σ_1 normalizzata con cd 0.8.



Graf.5.6. σ_1 normalizzata con cd 1.

I seguenti grafici (Graf.5.3-5.6) evidenziano che indipendentemente dal valore della crack density, in vicinanza della cricca si concentrano gli errori più grandi. Con valori limite di densità di cricca (cd=0.1) si hanno errori di natura numerica all'interno del codice che implementa il modello analitico e che impediscono un confronto reale tra tensioni FEM e tensioni ricavate analiticamente.

In Graf.5.7 sono riportate le curve dell'errore percentuale tra le tensioni σ_1 ricavate al calcolatore e le tensioni σ_1 del modello analitico in funzione di x/l, per diversi valori di crack density: i risultati migliori si hanno per valori intermedi di x/l. Vicino la cricca i valori delle sigma ricavate analiticamente presentano errori del 45% circa, probabilmente dovuti alla discretizzazione del modello FEM, mentre lontano dalla cricca le tensioni del modello analitico non coincidono esattamente con le tensioni ricavate al calcolatore e l'errore percentuale che si ha è circa del 30% indipendentemente dal valore della crack density. Nel caso di un cross ply criccato $[0^{\circ},90^{\circ}]_{\rm S}$ con cricca sullo strato a 90°, il modello *Shear Lag* non è particolarmente indicato per determinare la distribuzione delle tensioni σ_1 all'interno del laminato.

	cd 0.2	cd 0.5	cd 0.8	cd 1
x/l	Errorw σ_1 [%]	Errore σ_1 [%]	Errore σ_1 [%]	Errore σ_1 [%]
0.125	21.86	47.80	45.41	39.49
0.25	9.69	16.60	19.94	17.78
0.375	16.36	4.67	1.27	2.24
0.5	15.91	22.52	13.57	11.12
0.625	14.24	28.85	24.69	20.56
0.75	13.10	34.71	32.70	27.21
0.875	12.61	37.84	37.26	31.64
1	12.43	38.42	40.03	32.92

Tab.5.2.



Graf.5.7. Errore % di σ_1 tra FEM e modello analitico.

<u>Tensione</u> σ_2

Nei grafici che seguono è riportato il confronto tra le tensioni σ_2 ottenute analiticamente e le stesse ricavate al calcolatore, mediante analisi FEM.



Graf.5.8. σ_2 normalizzata con cd 0.2.



Graf.5.9. σ_2 normalizzata con cd 0,5.



Graf.5.10. σ_2 normalizzata con cd 0,8.



Graf.5.11. σ_2 normalizzata con cd 1.

Il modello analitico in questo caso riproduce fedelmente l'andamento della tensione σ_2 dell'analisi FEM, di seguito è riportato il grafico (Graf.1.12) dell'errore percentuale tra analisi FEM e modello analitico relativo alla medesima tensione al variare del rapporto x/l e della cd.

	cd 0.2	cd 0.5	cd 0.8	cd 1
x/l	Errore σ_2 [%]	Errore σ_2 [%]	Errore σ_2 [%]	Errore σ_2 [%]
0.125	7.36	1.59	10.91	21.91
0.25	1.99	6.35	2.96	0.28
0.375	0.32	5.26	6.19	5.99
0.5	1.05	5.45	6.59	6.70
0.625	0.88	1.22	6.40	7.80
0.75	0.59	0.21	4.96	8.88
0.875	0.38	0.93	4.50	7.20
1	0.30	1.15	0.44	7.74

Tab.5.3.



Graf.5.12. Errore % di σ_2 tra FEM e modello analitico.

L'errore risulta inferiore al 10% indipendentemente dal valore della crack density che si sta considerando, gli errori maggiori si concentrano nella zona di cricca caratterizzata da piccoli valori di x/l, che rappresenta comunque l'area meno critica in quanto sollecitata da tensioni più basse.

Nel grafico seguente è riportato il confronto tra il modulo elastico del modello *Shear Lag* e il modulo elastico calcolato utilizzando le tensioni ottenute dalle diverse simulazioni FEM effettuate. Sono riportati solamente i valori di Ex relativi a una densità di cricche compresa tra 0.2 e 1, al di sotto di 0.2 le tensioni ricavate al calcolatore sono segnate da errori di natura numerica che alterano i valori di Ex, tali valori dunque sono stati esclusi dall'analisi).

cd	Ex FEM [MPa]	Ex analytic [MPa]	Errore [%]
0.2	24353.68	24366.93	0.05
0.5	23306.35	23365.75	0.25
0.8	22415.26	22532.61	0.52
1	21981.23	22096.58	0.52



Tab.5.4.

Graf.5.13. Modulo elastico Ex FEM e analytic al variare di cd.



Graf.5.14. Errore % di Ex tra FEM e modello analitico al variare di cd.

• Taglio

Lo stesso modello è stato analizzato anche nel caso di una sollecitazione di puro taglio, come nel caso della trazione si è sfruttata la simmetria di cella: in corrispondenza del piano di simmetria è stato applicato il vincolo di simmetria che garantisce spostamenti nulli in direzione Z. Per ottenere una sollecitazione di puro taglio le diverse aree sono state vincolate secondo lo schema riportato in Fig.5.5:



Fig.5.5. Carichi e vincoli a taglio.

Sulla parete A è stato bloccato lo spostamento in direzione Y, sulla parete B non criccata è stato applicato un spostamento unitario in direzione Y (rappresenta il carico utilizzato); mentre sulle pareti C e D è stato imposto il vincolo di uguale spostamento in tutte le direzioni: X, Y, Z.

La distribuzione delle tensioni ottenuta è riportata in Fig.5.6:



Fig.5.6. Distribuzione delle tensioni a taglio.

Nel grafico Graf.5.14 sono riportati i valori normalizzati della τ_{12} ottenuti dall'analisi FEM al variare della crack density, partendo da un valore di cd di 0.1 fino a un valore massimo di 1.2, per tutte le analisi effettuate l'altezza delle lamine è stata considerata costante e pari a 0.3 mm rispettivamente per la lamina a 0° non criccata e la lamina criccata a 90°.



Graf.5.14. τ_{12} normalizzata al variare di cd.

Osservando i grafici si può dire che all'aumentare della crack density, quindi al diminuire della lunghezza e della larghezza di cella la tensione τ_{12} normalizzata rispetto la tensione globale τ_{xy} , relativa alla lamina a 90° tende a stabilizzarsi verso un valore di tensione massimo tanto più rapidamente quanto minore è la densità di cricca, inoltre all'aumentare della crack density, tale valore diminuisce.

Nei seguenti grafici sono riportate le curve delle tensioni τ_{12} normalizzate, ricavate dell'analisi FEM, e quelle ricavate dal modello analitico *Share Lag* al variare del rapporto x/l, per diversi valori di crack density.



Graf.5.15. τ_{12} normalizzata al variare di cd.


Graf.5.16. τ_{12} normalizzata al variare di cd.



Graf.5.17. τ_{12} normalizzata al variare di cd.



Graf.5.18. τ_{12} normalizzata al variare di cd.

I seguenti grafici evidenziano che indipendentemente dal valore della crack density il modello analitico riproduce abbastanza fedelmente l'andamento delle tensioni ricavate al calcolatore, con cd inferiori a 0.5 si hanno errori di natura numerica che impediscono un confronto reale tra le tensioni FEM e le tensioni ricavate analiticamente, per questo non vengono considerate, in questa analisi.

Il grafico Graf.5.19 mostra la variazione dell'errore percentuale tra le tensioni τ_{12} ricavate al calcolatore e le tensioni del modello analitico in funzione di x/l, per diversi valori di crack density: i risultati migliori si hanno per valori intermedi di x/l indipendentemente dalla cd. Nella zona di cricca i valori delle tensioni ricavate presentano errori dell' 80% circa, mentre lontano dalla cricca le tensioni del modello analitico coincidono quasi perfettamente con le tensioni ricavate al calcolatore: per rapporti di x/l maggiori di 0.8 l'errore percentuale che si ha risulta inferiore al 3%, indipendentemente dal valore della crack density.

Nel calcolo dell'errore, le tensioni del modello analitico per valori intermedi di x/l non coincidenti con quelli del FEM sono state calcolate per interpolazione lineare dei dati disponibili.

	cd 0.5	cd 0.8	cd 1	cd 1.2
x/l	Errore τ_{12} [%]	Errore τ_{12} [%]	Errore τ_{12} [%]	Errore τ_{12} [%]
0.125	48.90	41.41	48.03	80.50
0.25	24.27	14.19	9.53	21.37
0.375	14.72	6.07	0.99	14.41
0.5	0.71	2.90	4.96	7.15
0.625	6.37	1.64	3.53	5.67
0.75	4.19	1.19	3.85	3.63
0.875	0.69	0.86	4.11	3.37



Graf.5.19. Errore % di τ_{12} tra FEM e modello analitico.

In Graf.5.20 è riportato il confrontato tra modulo di elasticità tangenziale del modello *Shear Lag* e il modulo di Young ricavato utilizzando le tensioni dalle diverse simulazioni FEM effettuate. Sono riportati solamente i valori di Gxy relativi a crack density comprese tra 0.5 e 1.2 poiché al di fuori di questo range ho errori numerici che mi alterano la distribuzione delle tensioni e quindi i relativi Gxy.

cd	Gxy FEM [MPa]	Gxy analytic [MPa]	Errore [%]
0.5	4416.39	4299.60	2.64
0.8	4123.481	3968.56	3.76
1.2	3803.454	3617.34	4.89

Tab.5.6.



Graf.5.20. Modulo G_{xy} FEM e analytic al variare di cd.



Graf.5.21. Errore % di $G_{xy} \mbox{ tra}$ FEM e modello analitico al variare di cd.

5.3 Cross ply criccato $[0^{\circ}/90^{\circ}/0^{\circ}_{1/2}]_{s}$ con cricche sullo strato a 0°

E' stato modellata un' unità di cella ripetitiva di larghezza w e lunghezza l che sono state definite in funzione della crack density (1.1, 1.2), parametro che è necessario definire all'inizio di ogni analisi. Le diverse analisi al variare di cd sono state eseguite a partire dal file parametrico del primo modello definito.

All'aumentare della crack density si ha una diminuzione della lunghezza e della larghezza di cella e la rigidezza del laminato sollecitato staticamente diminuisce progressivamente.

Nella modellazione FEM si è considerato un materiale con comportamento ortotropo (cioè che presenta una simmetria di comportamento rispetto tre piani ortogonali tra loro), e le proprietà definite sono quelle utilizzate anche nel precedente modello (Tab 1.1).

L'elemento usato per la modellazione delle lamine è l'elemento *Solid 186* a 20 nodi e l'intero modello è stato creato a partire dalla realizzazione della superficie inferiore della lamina a 0°: dopo aver definito i keypoints, le linee e l'area di tale elemento, è stata eseguita una mesh mapped della superficie creata e tre estrusioni in direzione Z rispettivamente di $h_{90} = h_0 = 0.3$ mm ($h_{02} = 0.15$ mm).

La diversa orientazione della lamina a 90° è stato realizzata definendo un sistema di riferimento locale ruotato di 90° attorno all'asse Z e tutti gli elementi legati alla superficie di altezza h_{90} sono stati ruotati del medesimo angolo mediante il comando *Move Modify*.



Fig.5.7 Modello $[0^{\circ}/90^{\circ}/0^{\circ}_{1/2}]_{s}$ realizzato al FEM

• Trazione

Sfruttando la simmetria di cella in corrispondenza del piano condiviso è stato applicato un vincolo di simmetria che garantisce spostamenti nulli in direzione Z, il carico è stato definito imponendo uno spostamento unitario in direzione X, alle due lamine non criccate 0° e $0_{1/2^{\circ}}$ (parete B). Sulle restanti aree del solido sono stati imposti gli spostamenti secondo lo schema riportato in Fig.5.8, in modo da ottenere una sollecitazione di trazione pura.

Sulla parete A inoltre è stato imposto uno spostamento nullo in direzione X, mentre sulla parete D sono stati bloccati gli spostamenti in direzione Y.

Infine sulla faccia C sono stati imposti spostamenti uniformi lungo Y.



Fig.5.8. Carichi e vincoli a trazione.

Dall'analisi del modello abbiamo ottenuto la soluzione riportata in Fig.5.9:



Fig.5.9. Distribuzione delle tensioni di trazione.

Di seguito vengono riportati i valori ottenuti analiticamente e al FEM di σ_1 e σ_2 al variare della crack density (cd), le analisi sono state fatte considerando le altezze dei laminati costanti e pari a 0.3 mm.



Graf.5.22. σ_1 normalizzata al variare di cd.



Graf.5.23. σ_2 normalizzata al variare di cd.

Osservando i grafici si può notare che all'aumentare del valore di crack density le tensioni σ_1 normalizzate rispetto la tensione globale σ_x , relative alla lamina a 90° risultano negative e all'aumentare di x/l tendono a stabilizzarsi verso un valore di tensione massimo che varia al variare della crack density e che aumenta all'aumentare di cd. Le tensioni σ_2 normalizzate, relative alle stessa lamina, sono positive e tendono a stabilizzarsi verso un valore di tensione di tensione massimo costante tanto più rapidamente quanto più la densità di cicca del componente tende a diminuire, tale valore inoltre aumenta riducendo la crack density.

<u>Tensione</u> σ_1

Nei grafici che seguono (Graf.5.24-5.29) sono messe a confrontano le tensioni normalizzate dell'analisi FEM, con le tensioni ottenute attraverso il modello analitico al variare del rapporto x/l, per diversi valori di crack density.



Graf.5.24. σ_1 normalizzata con cd 0.1.



Graf.5.25. σ_1 normalizzata con cd 0.1.



Graf.5.26. σ_1 normalizzata con cd 0.5.



Graf.5.27. σ_1 normalizzata con cd 0.8.



Graf.5.28. σ_1 normalizzata con cd 1.



Graf.5.29. σ_1 normalizzata con cd 1.2.

I seguenti grafici evidenziano che all'aumentare della crack density indipendentemente dal rapporto x/l le due curve risultano sempre più divergenti: nello specifico il modello analitico *share Lag* riproduce correttamente l'andamento della tensione σ_1 se si considerano piccoli valori di cd. Con valori di crack density maggiori di 0.2 indipendentemente dalla distanza che sto considerando dall'apice della cricca, si ha un errore percentuale molto alto.

Di seguito è riportato il grafico che evidenzia la variazione dell'errore percentuale tra le tensioni σ_1 normalizzate, ottenute al FEM e le tensioni σ_1 del modello analitico in funzione di x/l, per diversi valori di crack density: come accennato precedentemente per

contenere l'errore al di sotto del 20% la cd non deve essere superiore a 0.2, per valori
maggiori le curve del modello analitico divergono pesantemente con errori percentuale
che possono superare il 50%.

	Cd 0.1	cd 0.2	cd 0.5	cd 0.8	cd 1	cd 1.2
x/l	$E \sigma_1 [\%]$	$E \sigma_1 [\%]$	$E \sigma_1$ [%]	E σ ₁ [%]	$E \sigma_1 [\%]$	E σ ₁ [%]
0.125	25.32	26.57	33.39	44.08	50.31	55.73
0.25	10.74	21.17	41.90	54.25	59.90	64.47
0.375	8.24	17.11	41.47	56.57	62.72	68.09
0.5	7.46	14.88	39.87	55.71	63.32	68.84
0.625	7.08	13.86	35.65	53.74	62.13	68.58
0.75	6.86	13.35	33.72	51.99	60.77	67.84
0.875	6.74	13.12	32.64	50.77	60.11	67.38

Tab.5.7.



Graf.5.30. Errore % di σ_1 tra FEM e modello analitico al variare di cd.

<u>Tensione</u> σ_2

I grafici che seguono riportano il confronto tra le tensioni σ_2 ottenute analiticamente e le stesse ricavate al calcolatore normalizzate rispetto la tensione σ_x globale.



Graf.5.31. σ_2 normalizzata con cd 0.1.



Graf.5.32. σ_2 normalizzata con cd 0.2.



Graf.5.33. σ_2 normalizzata con cd 0.5.



Graf.5.34. σ_2 normalizzata con cd 0.8.



Graf.5.35. σ_2 normalizzata con cd 1.



Graf.5.36. σ_2 normalizzata con cd 1.2.

Il modello analitico in questo caso riproduce correttamente l'andamento della tensione σ_2 ottenuta dall'analisi FEM indipendentemente dal valore di cd; di seguito viene riportato il grafico dell'errore percentuale tra le tensioni del modello analitico e del FEM al variare di x/l.

	cd 0.1	cd 0.2	cd 0.5 r	cd 0.8	cd 1	cd 1.2
x/l	Errore σ_2					
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
0.125	6.46	2.75	6.38	15.78	25.86	35.14
0.25	0.37	1.20	3.09	6.42	8.02	7.91
0.375	0.02	0.63	2.44	4.12	4.69	7.82
0.5	0.09	0.33	6.84	3.49	5.15	4.85
0.625	0.11	0.15	1.72	2.77	3.95	1.55
0.75	0.11	0.06	1.53	3.20	2.88	1.84
0.875	0.11	0.02	1.42	3.14	4.21	2.57

Tab.5.8.



Graf.5.37. Errore % di σ_2 tra FEM e modello analitico al variare di cd. Se si considerano rapporti x/l sufficientemente grandi (maggiori di 0.2) l'errore percentuale risulta inferiore al 10% indipendentemente dal valore della crack density, vicino la cricca i valori di tensione del modello risultano sporcati e si possono avere errori fino al 25% (Graf.5.37).

In Graf.5.38 è riportato il confronto tra modulo elastico E_x del modello *Shear Lag* e il modulo elastico calcolato utilizzando le tensioni ottenute delle diverse simulazioni FEM effettuate. Sono riportati i valori di E_x dell'intero campo di crack density considerato.

cd	Ex FEM [MPa]	Ex analytic [MPa]	Errore [%]
0.2	28006.05	27935.10	0.25
0.5	27858.33	27777.10	0.29
0.8	27412.92	27308.60	0.38
1	26971.94	26861.60	0.41

Tab.5.9.



Graf.5.38. Confronto di Ex tra FEM e modello analitico al variare di cd.

Il modello analitico permette di stimare il modulo di elasticità tangenziale con un errore sotto il 4% (se si considerano valori di cd inferiori a 1), nel caso di un laminato criccato [0/90/0_{1/2}]s. All'aumentare della crack density si ha un aumento dell'errore percentuale, anche visivamente in Graf.5.47 è possibile osservare che la curva del modulo elastico tangenziale ricavata attraverso il modello analitico tende divergere dalla curva Gxy ricavata con le tensioni normalizzate del FEM all'aumentare di cd.



Graf.5.39. Errore % di E_x tra FEM e modello analitico al variare di cd.

Attraverso il modello *Shear Lag* è possibile calcolare il modulo elastico Ex di un laminato $[0/90/0_{1/2}]_S$ con cricca sulla lamina a 90° con un errore inferiore all'1% indipendentemente della crack density che si considera.

• Taglio

La stessa porzione di laminato $[0/90/0_{1/2}]_{s}$ è stata analizzata anche nel caso di una sollecitazione di puro taglio, anche in questo caso è stata sfruttata la simmetria di cella: come nel precedente modello in corrispondenza del piano condiviso è stato applicato un vincolo di simmetria che garantisce spostamenti nulli in direzione Z. Per ottenere una sollecitazione di puro taglio le aree del modello sono state vincolate secondo lo schema riportato in Fig 1.10.



Fig5.10. Carichi e vincoli a taglio.

Lungo la parete A sono stati bloccati gli spostamenti uy e ux, in C e D è stato imposto un vincolo di periodicità tra le due pareti: nelle direzioni X,Y,Z gli spostamenti sono stati imposti uguali tra loro.

Dopo aver risolto il modello se si va analizzare la distribuzione della tensione τ_{xy} , si ottiene la soluzione riportata in Fig 1.11.



Fig.5.11. Distribuzione delle tensioni a taglio.

Di seguito vengono riportati i valori della τ_{12} normalizzata al variare della crack density ottenute dall'analisi FEM, partendo da un valore di cd pari a 0.1 fino a un valore massimo di 1.2, l'altezza delle lamine è stata considerata costante e pari a 0.3 mm sia per le lamine a 0° sia per la lamina criccata a 90°.



Graf.5.40. τ_{12} normalizzata al variare di cd.

In Graf.5.40 si può notare che all'aumentare della crack density, l'andamento della tensione τ_{12} normalizzata rispetto la tensione globale τ_{xy} , relativa alla lamina criccata a

90° tende a stabilizzarsi verso un valore di tensione massimo più velocemente al diminuire di cd, è possibile vedere inoltre che tale valore aumenta più la crack density risulta piccola.

Di seguito sono riportati i grafici dove le tensioni τ_{12} normalizzate, ricavate dell'analisi FEM, sono confrontate con le tensioni ottenute mediante il modello analitico *Shear Lag* al variare del rapporto x/l, per diversi valori di crack density.



Graf.5.41. τ_{12} normalizzata con cd 0.2.



Graf.5.42. τ_{12} normalizzata con cd 0.5.



Graf.5.43. τ_{12} normalizzata con cd 0.8.



Graf.5.44. τ_{12} normalizzata con cd 1.



Graf.5.45. τ_{12} normalizzata con cd 1.2.

Il grafico successivo (Graf.5.46) mostra la variazione dell'errore percentuale tra le tensioni τ_{12} ricavate al calcolatore e le tensioni del modello analitico in funzione di x/l, per diversi valori di crack density ed evidenzia come per valori contenuti di crack density (inferiori a 0.2) il modello analitico riproduce fedelmente l'andamento della tensione ricavata al calcolatore: l'errore infatti risulta inferiore al 3% con valori di x/l maggiori di 0.25. Con cd inferiori a 0.2 si hanno delle imprecisioni di natura numerica che impediscono un confronto reale tra le due tensione mentre con cd superiori a 0.5 soprattutto vicino la zona criccata si hanno errori in percentuale molto grandi mentre se si considerano rapporti di x/l maggiori di 0.5 l'errore che il modello analitico ammette scende sotto il 10%.

	cd 0.2	cd 0.5	cd 0.8	cd 1	cd 1.2
x/l	Errore τ_{12} [%]				
0.125	10.47	47.59	61.17	85.95	109.31
0.25	2.20	21.52	26.59	34.16	39.07
0.375	0.62	11.78	14.63	20.17	28.79
0.5	0.18	7.11	9.31	10.72	18.65
0.625	0.05	4.47	6.75	10.56	15.79
0.75	0.01	2.92	5.45	8.97	12.68
0.875	0.00	1.97	4.72	8.07	12.03

Tab.5.10.



Graf.5.46. Errore % di τ_{12} tra FEM e modello analitico al variare di cd.

Considerando sempre una sollecitazione di puro taglio il grafico che segue riporta il confrontato tra modulo Gxy ricavato attraverso il modello *Shear Lag* e il modulo elastico tangenziale ricavato utilizzando le tensioni ottenute dall'analisi FEM. In Graf.5.47 sono riportati solamente i valori di Gxy relativi a cracks density comprese tra 0.5 e 1.2 poiché al di fuori di questo range si hanno errori numerici che impediscono un confronto tra tensioni e quindi tra Gxy.

cd	Gxy FEM [MPa]	Gxy analytic [MPa]	Errore [%]
0.2	4890.83	4924.81	0.69
0.5	4730.48	4816.21	1.81
0.8	4577.23	4713.41	2.98
1	4480.35	4649.32	3.77
1.2	4388.30	4589.53	4.59

Tab.5.11.



Graf.5.47. Confronto di G_{xy} tra FEM e modello analitico al variare di cd.

Il modello analitico permette di stimare il modulo di elasticità tangenziale con un errore sotto il 4% (se si considerano valori di cd inferiori a 1), nel caso di un laminato criccato [0/90/0_{1/2}]s. All'aumentare della crack density si ha un aumento dell'errore percentuale, anche visivamente in Graf.5.47 è possibile osservare che la curva del modulo elastico tangenziale ricavata attraverso il modello analitico tende divergere dalla curva Gxy ricavata con le tensioni normalizzate del FEM all'aumentare di cd.



Graf.5.48. Errore % di Gxy tra FEM e modello analitico al variare di cd.

Riferimenti

- C.M. Manjunatha, A.C. Taylor, A.J. Kinloch, S. Sprenger. The tensile fatigue behaviour of a silica nanoparticle-modified glass fibre reinforced epoxy composite. Publications, 2009.
- [2] Shafi Ullah Khan, Arshad Munir, Rizwan Hussain, Jang-Kyo Kim. Fatigue damage behaviors of carbon fiber-reinforced epoxy composites containing nanoclay. Publications, 2010.
- [3] Lars Böger, Jan Sumfleth, Hannes Hedemann, Karl Schulte. Improvement of fatigue life by incorporation of nanoparticles in glass fibre reinforced epoxy. Publications, 2010.
- [4] Christopher S. Grimmer, C. K. H. Dharan. High-cycle fatigue of hybrid carbon nanotube/glass fiber/polymer composites. Publications, 2008.
- [5] Quaresimin M. Carraro P.A.

A stiffness degradation model for cracked multidirectional laminates. Publications, 2012.

[6] B. Zuccarello.

Progettazione meccanica con materiali non convenzionali. La fatica nei compositi (Cap 9). Publications 2008.

[7] Iacovelli Michele.

Analisi teorica e sperimentale delle proprietà meccaniche di un nanocomposito bifase. Università degli studi di Padova, tesi 2013.

[8] Pastro Paolo.

Realizzazione e caratterizzazione meccanica di laminate unidirezionali nanocaricati. Università degli studi di Padova, tesi 2013.

[9] Johnsen BB, Kinloch AJ, Mohammed RD, Taylor AC, Sprenger S. Toughening mechanisms of nanoparticle-modified epoxy polymers. Polymer 2007;48(2):530–41.

- [10] Ma J, Mo MS, Du XS, Rosso P, Friedrich K, Kuan HC. Effect of inorganic nanoparticles on mechanical property, fracture toughness and toughening mechanism of two epoxy systems. Polymer 2008;49:3510–23.
- [11] Khan SU, Iqbal K, Munir A, Kim JK. Quasi-static and impact fracture behaviors of CFRPs with nanoclay-filled epoxy matrix composites Part A.
- [12] Siddiqui NA, Woo RSC, Kim JK, Leung CKY, Munir A. Mode I interlaminar fracture behavior and mechanical properties of CFRPs with nanoclay-filled epoxy matrix. Composites Part A 2007;38:449–60.
- [13] Haque A, Shamsuzzoha M, Hussain F, Dean D. S2-Glass/epoxy polymer nanocomposites: manufacturing, structures, thermal and mechanical properties. J Compos Mater 2003;37:1821–37.
- [14] Tsai JL, Wu MD.

Organoclay effect on transverse tensile strength and in-plane shear strength of unidirectional glass/epoxy nanocomposites. Key Eng Mater 2007;335:773–6.

- [15] Böger L, Wichmann MHG, Meyer LO, Schulte K. Load and health monitoring in glass fibre reinforced composites with an electrically conductive nanocomposite epoxy matrix. Compos Sci Technol 2008;68(7–8):1886– 94.
- [16] Fiedler B, Gojny FH, Wichmann MHG, Bauhofer W, Schulte K. Can carbon nanotubes be used to sense damage in composites? Ann Chim Sci Mat 2004;29(6):81–94.
- [17] Thostenson ET, Chou TW.Real-time in situ sensing of damage evolution in advanced fiber composites using carbon nanotube networks. Nanotechnology 2008;19(21):215713.
- [18] Ganguli S, Aglan H (2006) J Reinforc Plast Compos 25(2):175. doi:10.1177/0731684405056425.
- [19] Wong M, Paramsothy M, Xu XJ, Ren Y, Li S, Liao K (2003) Polymer 44(25):7757. doi:10.1016/j.polymer.2003.10.011.
- [20] Dharan CKH, Tan TF (2007) J Mater Sci 42(6):2204. doi:10.1007/s10853-007-1498-9.